

ห้องสมุดงานวิจัย สำนักงานคณะกรรมการการวิจัยแห่งชาติ



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ : การพัฒนาวิธีเพอร์วาพอเรชันโพลีเมอไรเซชันร่วมกับการตรวจวัดการเรืองแสง
ด้วยปฏิกิริยาเคมีสำหรับการวิเคราะห์สารปนเปื้อนทางการเกษตร

โดย

ดร.ศักดิ์ชัย เสถียรพีระกุล และคณะ

กรกฎาคม พ.ศ. 2553

60251363

ห้องสมุดงานวิจัย สำนักงานคณะกรรมการการวิจัยแห่งชาติ



246572

สัญญาเลขที่ MRG4880216

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ : การพัฒนาวิธีเพอร์วาพอเรชันโฟลอินเจคชันร่วมกับการตรวจวัดการเรืองแสง
ด้วยปฏิกิริยาเคมีสำหรับการวิเคราะห์สารปนเปื้อนทางการเกษตร



คณะผู้วิจัย สังกัด

ดร.ศักดิ์ชัย เสถียรพิระกุล คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้
รศ.ดร. สารสุนีย์ เหลี้ยวเรืองรัตน์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

สนับสนุนโดยสำนักงานคณะกรรมการการอุดมศึกษา และสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย

(ความเห็นในรายงานนี้เป็นของผู้วิจัย สกอ. และ สกว. ไม่จำเป็นต้องเห็นด้วยเสมอไป)

บทคัดย่อ

246572

ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาระบบการแยกแบบออนไลน์ ชนิดเพอร์วาพอเรชันโพลินเจนชัน ร่วมกับการโดยตรวจวัดด้วยเคมีลู-มิเนสเซนส์ สำหรับการวิเคราะห์ซัลไฟต์ในตัวอย่างอาหารหมักดอง ซึ่งมีพื้นฐานจากการวัดการคายแสงเคมีลูมิเนสเซนซ์จากปฏิกิริยาการคายแสงจากเปอร์แมงกาเนต เมื่อฉีดสารละลายมาตรฐานหรือตัวอย่างซัลไฟต์เข้าไปยังกระแสตัวให้กรดซัลฟิวริกแล้วเกิดปฏิกิริยาเปลี่ยนเป็นก๊าซซัลเฟอร์ไดออกไซด์ส่งไปยังหน่วยเพอร์วาพอเรชัน (พีเอฟไอ) หรือเมื่อก๊าซซัลเฟอร์ไดออกไซด์แพร่ผ่านเยื่อเลือกผ่านไปยังสารละลายกระแสตัวรับโซเดียมเฮกซะเมตาฟอสเฟตในกรดฟอสฟอริก และโรดามีน บี สารละลายผสมจะไหลผ่านไปพบกระแสรีเอเจนต์ สารละลายโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตในกระแสตัวรับ ที่ข้อต่อตัว ที่ และตรวจวัดการเกิดเคมีลูมิเนสเซนซ์ที่คายออกมาด้วยหลอดโฟโตมัลติพลายเออร์ที่ตั้งค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าไว้ที่ 1.0 กิโลโวลต์ ภายใต้สภาวะที่เหมาะสม การวิเคราะห์หาปริมาณซัลไฟต์ด้วยระบบการแยกแบบออนไลน์ ชนิดเพอร์วาพอเรชันโพลินเจนชันพบว่าได้กราฟมาตรฐานเป็นเส้นตรงในช่วง 0.5-6.0 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยมีค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์มีค่าเท่ากับ 2.77% สำหรับสารละลายมาตรฐานซัลไฟต์เข้มข้น 2 มิลลิกรัมต่อลิตร (12 ครั้ง) มีขีดจำกัดของการวิเคราะห์เท่ากับ 0.2 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยมีค่าร้อยละการกลับคืนในช่วง 91.1-104.8 ในขณะที่อัตราเร็วในการวิเคราะห์ตัวอย่างมีค่าเท่ากับ 30 ตัวอย่างต่อชั่วโมง ได้นำวิธีการแยกแบบออนไลน์มาประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณซัลไฟต์ในอาหารประเภทหมักดอง และทำการตรวจสอบเปรียบเทียบกับวิธีมาตรฐานดิฟเฟอเรนเชียล ฟิลล์ โพลาริกราฟี

ABSTRACT

246572

In this research study, the novel pervaporation flow injection with chemiluminescence detection (PFI-CL) was proposed as an on-line separation technique for the analysis of contaminated sulphite in pickled food samples. The PFI-CL method involve the injection of standard and/or sulphite samples solution into a sulfuric acid donor stream, which was then transported to the pervaporation module furnished with semi-permeable PTFE membrane. Resulting sulfur dioxide gas diffused across the semi permeable membrane into an acceptor solution containing a sodium hexametaphosphate, phosphoric acid and rhodamine B. Solution mixture was then merges at a T-piece with a reagent stream consisting of potassium permanganate in sodium hexametaphosphate in phosphoric medium. The elicited chemiluminescence intensity of the resulting reaction mixture was measured at a red sensitive photomultiplier tube operated at an applied voltage of 1.0 kV. Optimal experimental conditions for determination of sulphite for an on-line separation technique were investigated. Linear calibration curve was observed over the concentration ranges 0.5-6 mg l^{-1} of sulphite. The relative standard deviation for 12 replicate injections was found to be 2.77% of sulfite standard solution with the detection limit of 0.2 mg l^{-1} . The percentage recoveries were found to be in the range 91.1-104.8, while the sample throughput was found to be 30 h^{-1} . The proposed PFI-CL procedures were applied to the determination of sulphite in pickled foods samples and validated versus standard differential pulse polarographic method.

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ	(1)
ABSTRACT	(2)
สารบัญ	(3)
สารบัญตาราง	(5)
สารบัญภาพ	(6)
สัญลักษณ์	(8)
บทที่ 1 บทนำ	
1. การวิเคราะห์แบบโพลินเจคชันอะนาลิซิส	1
1.1 ประวัติความเป็นมา	2
1.2 การพัฒนาจนถึงปัจจุบัน	3
1.3 หลักการพื้นฐานของเทคนิคโพลินเจคชันอะนาลิซิส	3
1.4 การแพร่กระจาย	5
1.5 การกระจายที่ถูกควบคุม	6
2. เทคนิคการแยกสารแบบออนไลน์	7
2.1 ก๊าซดีฟฟิวชัน	8
2.2 เพอร์วาพอเรชัน	10
3. ตัวตรวจวัดที่ใช้ในระบบโพลอะนาลิซิส	12
3.1 การตรวจวัดแบบเคมีลูมิเนสเซนซ์	14
3.2 หลักการวิเคราะห์ของเคมีลูมิเนสเซนซ์	14
3.3 ข้อดีของกระบวนการวิเคราะห์แบบเคมีลูมิเนสเซนซ์	19
3.4 โพลินเจคชันเคมีลูมิเนสเซนซ์ในอนาคต	19
4. ชัลไฟต์	20
4.1 ข้อมูลทั่วไปของชัลไฟต์	21
4.2 คุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมี	21
4.3 ความคงตัวและการเกิดปฏิกิริยา	21
4.4 อันตรายต่อสุขภาพ	22
4.5 บทบาทสารชัลไฟต์ในอาหาร	22

4.6	ปัจจัยที่มีผลต่อปริมาณสารซัลไฟต์ในอาหาร	23
4.7	ชนิดของอาหารที่ใช้สารซัลไฟต์	24
4.8	ปริมาณของสารซัลไฟต์ที่อนุญาตให้ใช้ในอาหาร	25
4.9	ความเป็นพิษของสารซัลไฟต์	26
5.	วิธีมาตรฐานในการวิเคราะห์ปริมาณซัลไฟต์	26
6.	สรุปสาระสำคัญจากเอกสารที่เกี่ยวข้อง	29
7.	วัตถุประสงค์ของการวิจัย	33
บทที่ 2 วิธีการทดลอง		
3.1	สารเคมี	34
3.2	เครื่องมือและอุปกรณ์	37
3.3	วิธีการทดลอง	38
บทที่ 3 ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง		
3.1	การออกแบบ Flow diagram สำหรับวิเคราะห์หาปริมาณซัลไฟต์ โดยเทคนิคเคมีลูมิเนสเซนซ์โฟลอินเจกชัน	58
3.2	การออกแบบ Flow diagram สำหรับวิเคราะห์หาปริมาณซัลไฟต์ โดยเทคนิคเพอร์วาพอร์ชันเคมีลูมิเนสเซนซ์โฟลอินเจกชัน	62
3.3	การวิเคราะห์หาปริมาณซัลไฟต์ในอาหารหมักดองโดยวิธีดีฟเฟอเรนเชียล พัลส์ โพลาริกราฟี	79
บทที่ 4 สรุปผลทดลองและข้อเสนอแนะ		
4.1	สรุปผลการวิจัย	81
4.2	ข้อเสนอแนะ	84
เอกสารอ้างอิง		85
ภาคผนวก ผลงานตีพิมพ์ที่เป็นผลเกี่ยวข้องที่เกิดจากโครงการวิจัย		91

สารบัญตาราง

ตาราง	หน้า
1.1 ตัวตรวจวัดที่ใช้ระบบ FIA	13
1.2 สภาวะการทำงานของเครื่องมือและดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โพลารोगราฟี	27
1.3 ตัวอย่างการศึกษาหาปริมาณของสารซัลไฟต์ โดยเทคนิคทาง โพลอินเจกชันเคมีลูมิเนสเซนซ์	30
1.4 ตัวอย่างการวิเคราะห์ซัลไฟต์ด้วยเทคนิคการแยกแบบออนไลน์ (on-line)	32
2.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	34
2.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง	37
3.1 สภาวะเริ่มต้นในการวิเคราะห์หาปริมาณซัลไฟต์ด้วยระบบ CL-FI	57
3.2 การเปรียบเทียบชนิดของกรดที่ใช้เป็นตัวกลางในกระแสตัวรับและกระแสรีเอเจนต์	57
3.3 สภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์หาปริมาณซัลไฟต์ด้วยระบบ CL-FI	61
3.4 สภาวะเริ่มต้นในการวิเคราะห์หาปริมาณซัลไฟต์ด้วยระบบเพอร์วาพอเรชัน เคมีลูมิเนสเซนซ์ (PFI-CL)	64
3.5 สรุปสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์หาปริมาณซัลไฟต์ด้วยระบบ PFI-CL	71
3.6 ผลการศึกษาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์หาปริมาณซัลไฟต์ ด้วยระบบ PFI-CL	72
3.7 ผลการศึกษาไอออนรบกวนที่สามัญบางชนิด	75
3.8 ผลการหาปริมาณซัลไฟต์จากวิธีกราฟมาตรฐานและการเติมสารมาตรฐาน	76
3.9 ร้อยละการกลับคืนของซัลไฟต์ในตัวอย่างอาหารหมักดอง	76
3.10 ผลการศึกษาขีดจำกัดต่ำสุดของเครื่องมือของกระบวนการวิเคราะห์ด้วยวิธี PFI-CL	78
3.11 ผลการศึกษาการสร้างกราฟมาตรฐานโดยวิธีดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์ โพลารोगราฟี	79
3.12 ผลการวิเคราะห์ปริมาณซัลไฟต์ในอาหารด้วยวิธีดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์ โพลารोगราฟี	80
3.13 ผลการเปรียบเทียบปริมาณซัลไฟต์ในอาหารหมักดองโดยวิธี PFI-CL และ DPP	80
4.1 คุณลักษณะเฉพาะของการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเพอร์วาพอเรชันโพลอินเจกชัน	86

สารบัญภาพ

รูป	หน้า
1.1	แผนภาพอย่างง่ายของระบบโฟลอินเจคชันอะนาลิซิส
1.2	รูปแบบต่าง ๆ ของการกระจายที่เกิดขึ้นของสารตัวอย่างในท่อ
1.3	การแพร่กระจายในสารตัวอย่างในระบบ FIA
1.4	กระแสนการถ่ายมวลของสารตัวอย่างในก๊าซดิฟฟิวชัน
1.5	หน่วยก๊าซดิฟฟิวชันแบบแบนราบ
1.6	หน่วยก๊าซดิฟฟิวชันชนิดท่อที่มีเปลือกหุ้ม
1.7	หน่วยเพอร์วาพอเรชัน
1.8	การคายแสงเคมีลูมิเนสเซนซ์ในสารละลายที่คงตัว
1.9	ค่าความเข้มแสงของเคมีลูมิเนสเซนซ์เมื่อเวลาเปลี่ยนแปลง
1.10	ตำแหน่งของจุดสังเกตมีความสัมพันธ์กับเส้นโค้งของระยะเวลาที่มีการปลดปล่อยพลังงานแสง
1.11	ส่วนประกอบของเคมีลูมิเนสเซนซ์โฟลอินเจคชัน
1.12	โครงสร้างของโซเดียมซัลไฟด์
1.13	ดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โพลาริแกรม
2.1	ผังการจัดวางเครื่องมือสำหรับการวิเคราะห์ซัลไฟด์ด้วยวิธี CL-FIA
2.2	การจัดวางอุปกรณ์วัดแสงเคมีลูมิเนสเซนซ์ภายในกล่องลูมิโนมิเตอร์
2.3	ผังการจัดวางเครื่องมือวิเคราะห์ซัลไฟด์ด้วยวิธีเพอร์วาพอเรชันเคมีลูมิเนสเซนซ์
2.4	ระบบการวิเคราะห์ซัลไฟด์ด้วยวิธีเพอร์วาพอเรชันเคมีลูมิเนสเซนซ์
2.5	หน่วยแยกสารเพอร์วาพอเรชัน
2.6	การจัดเรียงเม็ด glass beads ใน donor chamber
3.7	ผังการจัดวางเครื่องมือเพอร์วาพอเรชันเคมีลูมิเนสเซนซ์ในการศึกษาวิธีหยุดการไหลชั่วคราว
2.8	การจัดชุดอุปกรณ์สำหรับการวิเคราะห์ด้วยวิธีดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์ โพลาริกราฟี
3.1	ระบบเคมีลูมิเนสเซนซ์โฟลอินเจคชัน
3.2	ผลการศึกษาค้นหาความเข้มข้นที่เหมาะสมของกรดฟอสฟอริก
3.3	ผลการศึกษาค้นหาศักย์ไฟฟ้าที่เหมาะสมที่จ่ายแก่หลอด PMT

3.4	ผลการศึกษาหาความเข้มข้นที่เหมาะสมของสารละลายโซเดียมเฮกซะเมตาฟอสเฟต	60
3.5	ผลการศึกษาหาความเข้มข้นที่เหมาะสมของสารละลายโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตในกระแสดัวพา	61
3.6	ระบบเพอร์วาพอร์ชันโพลินเจคชัน เคมิลูมิเนสเซนซ์	63
3.7	ผลการศึกษาหาความเข้มข้นที่เหมาะสมของกรดฟอสฟอริก	65
3.8	ผลการศึกษาหาความเข้มข้นที่เหมาะสมของสารละลายโซเดียมเฮกซะเมตาฟอสเฟต	66
3.9	ผลการศึกษาหาความเข้มข้นที่เหมาะสมของสารละลายโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตที่อยู่ในสภาพกรดในสารละลายโซเดียมเฮกซะเมตาฟอสเฟต	67
3.10	ผลการศึกษาอัตราการไหลของกระแสดัวรับและกระแสรีเอเจนต์	68
3.11	ผลการศึกษาปริมาตรสารตัวอย่างที่เหมาะสมที่ฉีดลงไปในระบบ	68
3.12	ผลการศึกษาหาความเข้มข้นที่เหมาะสมของกรดซัลฟิวริกที่ใช้เป็นกระแสดัวให้	69
3.13	ตัวอย่าง PFI-CL gram ของสารละลายมาตรฐานซัลไฟด์ 2 มิลลิกรัมต่อลิตร ที่เติมฟลูออโรฟอร์บางชนิด	70
3.14	ผลการศึกษาหาความเข้มข้นที่เหมาะสมของ Rhodamine B	70
3.15	การศึกษาช่วงความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์หาปริมาณซัลไฟด์ ด้วยระบบ PFI-CL	72
3.16	กราฟมาตรฐานของการวิเคราะห์หาปริมาณซัลไฟด์ด้วยระบบ PFI-CL	73
3.17	ตัวอย่าง PFI-CL gram ของซัลไฟด์ที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ	74
3.18	กราฟมาตรฐานของการวิเคราะห์หาปริมาณซัลไฟด์ด้วยเทคนิคดีฟเฟอเรนเชียลพัลส์ โพลาริกราฟี	79

สัญลักษณ์

C	ความเข้มข้นของสารตัวตรวจวัด
C ₀	ความเข้มข้นของสารตัวอย่างขณะฉีด
CFA	Continuous Flow Analysis
CL	เคมีลูมิเนสเซนซ์
CL-FI	Chemiluminescence Flow Injection
D	Diffusion coefficient
DPP	Differential Pulse Polarography
FI, FIA	Flow Injection Analysis
GDFI	Gas Diffusion Flow Injection
h ⁻¹	ต่อชั่วโมง
M	โมลาร์
mg	มิลลิกรัม
mg l ⁻¹	มิลลิกรัมต่อลิตร
ml/min	มิลลิลิตรต่อนาที
m/v	น้ำหนักต่อปริมาตร
mV	มิลลิโวลต์
nA	นาโนแอมแปร์
nm	นาโนเมตร
pH	ความเป็นกรด-ด่าง
PMT	Photomultiplier Tube
PFI	Pervaporation Flow Injection
PTFE	Poly (tetrafluoroethalene)
ppm	หนึ่งในล้านส่วน
%RSD	เปอร์เซ็นต์ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์
SD	ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน
v/v	ปริมาตรต่อปริมาตร
$\bar{x}$	ค่าเฉลี่ย
μl	ไมโครลิตร