

บทที่ 3

สรุปผลการทดลองและวิจารณ์

3.1 บทสรุปเทคนิคคอลตราไวโอเลต-วิสิเบิลสเปกโตรสโคปี

3.1.1 การหา optimum condition

จากการทดลองหา optimum condition สำหรับเทคนิคคอลตราไวโอเลต - วิสิเบิลสเปกโตรสโคปี โดยทดสอบกับสารละลายมาตรฐาน 8 ppb พบว่าสามารถหาภาวะของเครื่องมือที่เหมาะสมดังนี้คือ ความกว้างแสงผ่านเข้าออก 2.0 นาโนเมตร, สเกล 0.0 - 1.0, ความเร็วของการสแกน 350 นาโนเมตร / นาที, อัตราการเคลื่อนที่ของกระดาด 20 นาโนเมตร/cm, และเมื่อบันทึกสเปกตรัมของการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐาน 8 ppb เมื่อเติม reagent ต่าง ๆ จนทำให้เกิดสีแล้วพบว่าความยาวคลื่นสูงสุดของการดูดกลืนแสง (λ_{max}) เป็น 450 นาโนเมตรและเนื่องจากการทดลองนี้เป็นแบบ kinetic catalytic method ดังนั้นเวลาจึงมีผลต่อค่าการดูดกลืนแสงจึงต้องมีการศึกษาหาช่วงเวลาที่เหมาะสมในการเติม reagent ซึ่งพบว่า เมื่อศึกษาเวลาที่ใช้ในการเติม potassium thiocyanate ในช่วงเวลา 0-12 นาที พบว่า ค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานอยู่ในระดับที่คงที่แสดงว่าเวลาที่ใช้ในการเติม potassium thiocyanate ไม่มีผลทำให้ค่าการดูดกลืนแสงเปลี่ยนแปลงไป ดังนั้นจึงสามารถเลือกเวลาสำหรับเติม potassium thiocyanate ที่เวลาใดก็ได้ ส่วนการศึกษาเวลาที่ใช้ในการเติม ammonium ferric sulfate ในช่วงเวลา 0-14 นาทีพบว่า ในช่วงเวลา 0-8 นาที ค่าการดูดกลืนแสงเพิ่มขึ้นและคงที่ในช่วงเวลา 10-14 นาที ดังนั้นจึงเลือกเวลาที่ใช้ในการเติม ammonium ferric sulfate 10 นาที เนื่องจากเป็นเวลาที่เหมาะสมที่ทำให้ค่าการดูดกลืนแสงคงที่ และเมื่อศึกษาเวลาที่ใช้ในการเติม sodium nitrile ในช่วงเวลา 0-35 นาที พบว่าค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานจะลดลงเมื่อเวลาเพิ่มมากขึ้น ดังนั้นจึงเลือกเวลาที่ใช้ในการเติม sodium nitrile ที่ 25 นาทีเนื่องจากที่เวลาดังกล่าวได้ค่าการดูดกลืนแสง 0.626 ซึ่งไม่สูงหรือต่ำจนเกินไป นอกจากนี้ ค่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานที่ตอบสนองในช่วงเส้นตรงของกราฟมาตรฐานที่ศึกษาคือ ในช่วงความเข้มข้น 1-18 ppb

3.1.2 การหาปริมาณไอโอดีนในตัวอย่าง

จากการสุ่มตัวอย่างสาหร่ายทะเลผมนาง และสาหร่ายญี่ปุ่นซึ่งมีขายทั่วไป จำนวน 16 ตัวอย่างเมื่อนำมาทำการสกัดและวิเคราะห์โดยเทคนิคคอลตราไวโอเลต-วิสิเบิลสเปกโตรสโคปีพบว่าปริมาณไอโอดีนในสาหร่ายทะเลผมนางและสาหร่ายญี่ปุ่น มีประมาณ 42 และ 47 ไมโครกรัมต่อ 1 กรัมของน้ำหนักสาหร่ายตามลำดับ โดยมีค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานเป็น 1.929 และ 3.003 ตามลำดับ เหตุที่สาหร่ายทะเลญี่ปุ่นมีค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของปริมาณไอโอดีนมากกว่าสาหร่ายผมนาง อาจเกิดเนื่องจากกรรมวิธีในการผลิตสาหร่ายญี่ปุ่นทำให้เกิดสิ่งเจือปนและมีผลต่อการวิเคราะห์มากกว่าสาหร่ายผมนาง ส่วนค่าเปอร์เซ็นต์การได้สารกลับคืนมาของสาหร่ายผมนางและ

สาหร่ายญี่ปุ่นเป็น 87.31% และ 83.00% ตามลำดับ จึงถือได้ว่าเทคนิคอุตราไวโอเลต-วิสิเบิลสเปกโตรสโคปี เป็นเทคนิคที่มีประสิทธิภาพดีในการวิเคราะห์ ดังแสดงในตารางที่ 3.1

ตาราง 3.1 ผลประสิทธิภาพวิธีการแบบอุตราไวโอเลต-วิสิเบิลสเปกโตรสโคปี

ตัวอย่าง	ปริมาณไอโอดีน * ไมโครกรัม/1 กรัมตัวอย่าง	ปริมาณไอโอดีน*มีอยู่จริง ไมโครกรัม/1 กรัมตัวอย่าง	mean	SD	mean $\pm$ SD
สาหร่ายผสมนาง(T1)	34.62	33.99	41.7	1.93	41.76 $\pm$ 1.93
สาหร่ายผสมนาง(T2)	37.30	42.72			
สาหร่ายผสมนาง(T3)	33.26	38.96			
สาหร่ายผสมนาง(T4)	38.74	45.38			
สาหร่ายญี่ปุ่น(J1)	39.24	47.27	47.31	3.00	47.31 $\pm$ 3.00
สาหร่ายญี่ปุ่น(J2)	35.71	43.03			
สาหร่ายญี่ปุ่น(J3)	40.89	48.98			
สาหร่ายญี่ปุ่น(J4)	41.73	49.98			

เปอร์เซ็นต์การกลับคืนมาได้เฉลี่ยของสาหร่ายผสมนางเท่ากับ 87.31%

เปอร์เซ็นต์การกลับคืนมาได้เฉลี่ยของสาหร่ายญี่ปุ่นเท่ากับ 83.00%

3.2 บทสรุปเทคนิคโพเทนชิโอเมตริกไทเทรชัน

3.2.1 การหา optimum condition

ทำการสกัดไอโอดีน(ในเทอมไอโอดิด)จากสาหร่ายทะเล โดยการเติมสารละลาย potassium arbonate เข้มข้น 30% และสารละลาย Zince sulfate 10% ลงในตัวอย่างสาหร่ายทะเลผสมให้เข้ากันระเหยแห้งบนแผ่นให้ความร้อน จากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิ 550 °C นาน 60 นาที ได้ตะกอนสีขาวหรือเทาเติมน้ำกลั่น 25 มิลลิลิตร ต้มให้เดือดนาน 5 นาที จากนั้นนำไปเซนต์ฟิวส์เก็บสารละลายที่ได้เติมกรดไนตริกเข้มข้น 2 มิลลิลิตร(เพื่อกำจัด aninon ที่รบกวนการวิเคราะห์) จากนั้นปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตร นำไปไตเตรทโดยเครื่องโพเทนชิโอเมตริกไทเทรเตอร์โดยตั้ง parameter ควบคุมการทำงานของเครื่องดังรูป 2.8 จากการใช้เครื่องโพเทนชิโอเมตริกไทเทรเตอร์ วิเคราะห์หาปริมาณไอโอดิดของสารละลายมาตรฐาน ไอโอดิดที่เตรียมโดยใช้น้ำกลั่นสองครั้ง และน้ำปะปา ในการเตรียมสารละลายมาตรฐานไอโอดิด ซึ่งปริมาณคลอไรด์ที่อยู่ในน้ำปะปา ไม่มีผลรบกวนต่อการวิเคราะห์หาปริมาณไอโอดิด โดยศักย์ไฟฟ้าที่จุดของไอโอดิดจะมีค่าติดลบ ส่วนศักย์ไฟฟ้าของคลอไรด์มีค่าเป็นบวก โดยที่ปริมาณที่วิเคราะห์ได้จากสารละลายมาตรฐานไอโอดิดที่เตรียมโดยใช้น้ำกลั่น 2 ครั้ง มีค่าใกล้เคียงกันกับเตรียมโดยน้ำปะปา ในการละลาย potassium iodide ดังนั้นคลอไรด์จึงถือว่าไม่มีผลรบกวนในการ

วิเคราะห์ปริมาณไอโอไดต์ ทั้งนี้ เทคนิคโพเทนชิโอเมตริกสามารถวิเคราะห์หาปริมาณไอโอไดต์ต่ำสุดในระดับ 0.2 ppm .

3.2.2 การหาปริมาณไอโอดีน(ในเทอมไอโอไดต์)ในตัวอย่าง

สำหรับหอยที่นำมาวิเคราะห์เป็นตัวอย่างเดียวกับเทคนิคสเปกโตรสโคปี คือสำหรับหอยทะเลมนาง และสำหรับหอยปูจำนวน 16 ตัวอย่าง พบว่าปริมาณไอโอดีน(ในเทอมไอโอไดต์)ในสำหรับหอยทะเลมนางและสำหรับหอยปูมีประมาณ 42 และ 47 ไมโครกรัมต่อ 1 กรัมตัวอย่างในเทอมไอโอไดต์ตามลำดับ โดยมีค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานเป็น 0.846 และ 3.636 ตามลำดับเช่นกัน สาเหตุที่สำหรับหอยปูมีค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานมากกว่าสำหรับหอยทะเลมนางอาจเกิดจากสำหรับหอยปูได้ผ่านกระบวนการผลิตจากโรงงานอุตสาหกรรม ทำให้เกิดสิ่งเจือปนที่มีผลต่อการวิเคราะห์ ส่วนสำหรับหอยทะเลมนางเป็นสำหรับหอยตากแห้งซึ่งน่าจะมีสิ่งเจือปนน้อยกว่า ทำให้ผลการวิเคราะห์มีค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานน้อยกว่าสำหรับหอยปู และเมื่อพิจารณาเปอร์เซ็นต์การได้กลับคืนมาของสำหรับหอยมนางเป็น 85.36% ส่วนสำหรับหอยปู 83.48% แสดงได้ว่าเทคนิคโพเทนชิโอเมตริกไทเทรชัน เป็นเทคนิคที่มีประสิทธิภาพดี ซึ่งแสดงในตารางที่ 3.2

ตาราง 3.2 ผลประสิทธิภาพวิธีการแบบโพเทนชิโอเมตริกไทเทรชัน

ตัวอย่าง	ปริมาณไอโอไดต์ * µg / 1 กรัมตัวอย่าง	ปริมาณไอโอไดต์*มีอยู่จริง µg / 1 กรัมตัวอย่าง	mean	SD	mean ±SD
สำหรับหอยมนาง(T1)	35.29	41.35	41.83	0.846	41.83±0.846
สำหรับหอยมนาง(T2)	36.65	42.94			
สำหรับหอยมนาง(T3)	35.02	41.02			
สำหรับหอยมนาง(T4)	39.88	42.03			
สำหรับหอยปู(J1)	39.25	47.07	47.44	3.636	47.44±3.636
สำหรับหอยปู(J2)	36.35	43.54			
สำหรับหอยปู(J3)	39.08	46.81			
สำหรับหอยปู(J4)	43.69	52.33			

เปอร์เซ็นต์การกลับคืนมาได้เฉลี่ยของสำหรับหอยมนางเท่ากับ 85.36% µg

เปอร์เซ็นต์การกลับคืนมาได้เฉลี่ยของสำหรับหอยปูเท่ากับ 83.48%

* หมายถึง ไอโอดีนในเทอมไอโอไดต์

สรุปเปรียบเทียบเทคนิคอูลตราไวโอเลต - วิสิเบิลสเปกโตรสโคปีและเทคนิคโพเทนชิโอเมตริกไทเทรชันแสดงในตารางที่ 3.3

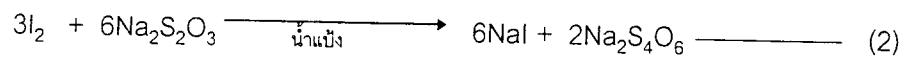
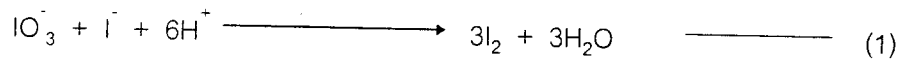
ตารางที่ 3.3 สรุปเปรียบเทียบเทคนิคอุลตราไวโอเลต - วิสิเบิลสเปกโตรสโคปี
และเทคนิคโฟเทนซีโอเมตริกไทเทรชัน

ข้อเปรียบเทียบ	อุลตราไวโอเลต-วิสิเบิล- สเปกโตรสโคปี	โฟเทนซีโอเมตริกไทเทรชัน
1.ขีดจำกัดต่ำสุดของ การวิเคราะห์	1.วิเคราะห์ได้ในปริมาณตั้งแต่ 1-18 ppb	1.วิเคราะห์ได้ในปริมาณตั้งแต่ 0.1 ppm
2.เปอร์เซ็นต์การได้ สารกลับคืน	2.อยู่ในเกณฑ์ 80-90%	2.ใกล้เคียงกันคือ 80-90%
3. ความถูกต้อง แม่นยำ	3.มีความถูกต้องและแม่นยำ สูงในระดับไมโครกรัม	3. เช่นเดียวกับเทคนิคแรก เมื่อพิจารณา จากค่า SD
4.เวลาที่ใช้ในการ วิเคราะห์	4.ใช้เวลานาน 2-3 ชั่วโมง	4.ใช้เวลาน้อยกว่า 1-2 ชั่วโมง
5.ราคา	5.ราคาและค่าใช้จ่ายต่าง ๆ ต่ำกว่า	5.ราคาและค่าใช้จ่ายสูงกว่า
6.ความยุ่งยาก	6.มีความยุ่งยากมาก	6.มีความสะดวกและง่ายกว่า
7.การดูแลรักษา เครื่องมือ	7.ดูแลรักษาง่าย	7.ดูแลรักษายาก
8.ปริมาณไอโอดีน ในตัวอย่าง	8. วิเคราะห์ได้ในปริมาณ ใกล้เคียงกัน	8. วิเคราะห์ได้ในปริมาณที่ใกล้เคียงกัน

3.3 บทสรุปเทคนิคการไตเตรท

3.3.1 การหา optimum condition

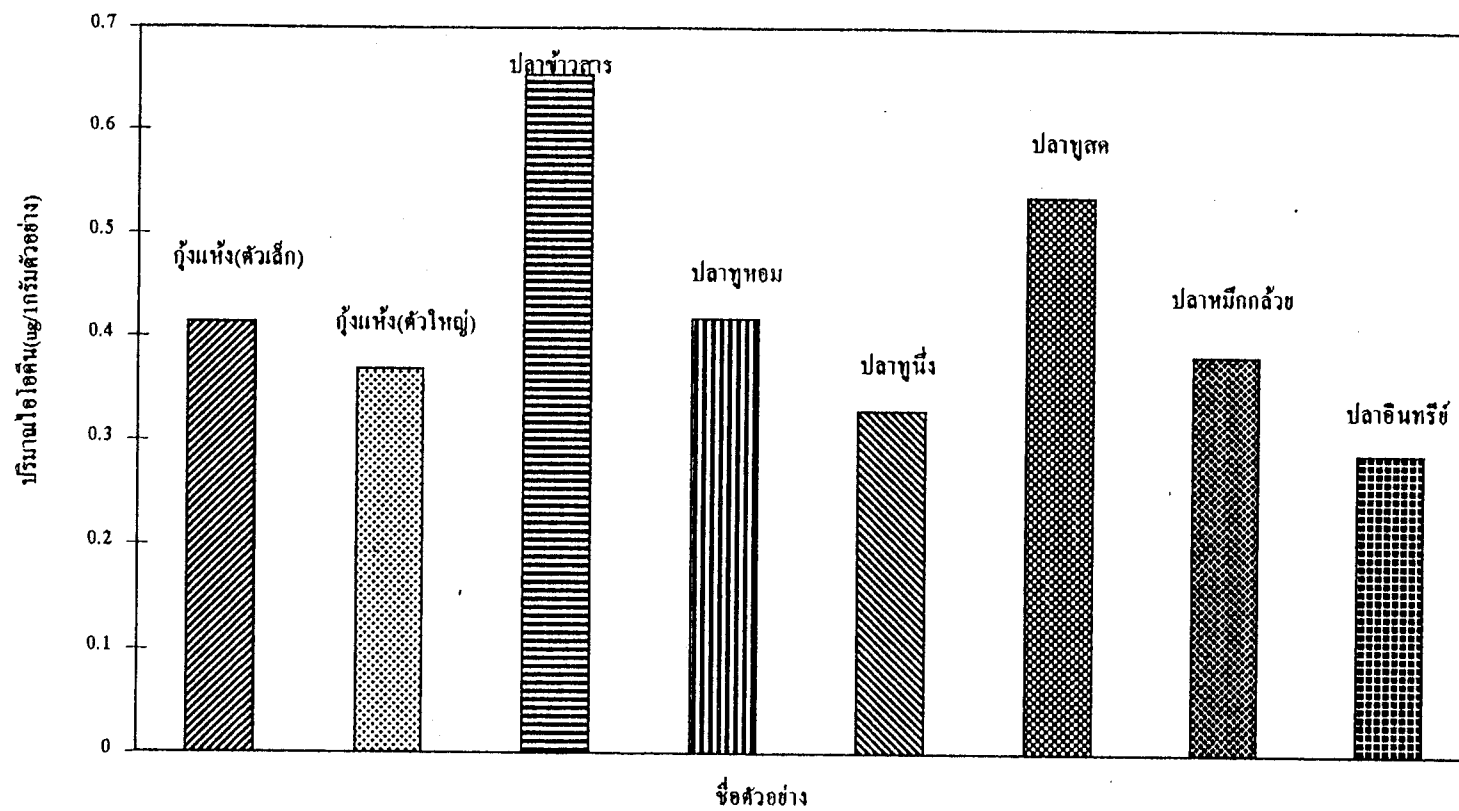
เนื่องจากไอโอดีนที่อยู่ในอาหารทะเลประเภทปลาไม่อยู่ในรูปไอโอดีนอิสระ เหมือนสาหร่ายทะเล ดังนั้นจึงใช้หลักการตามวิธีไอโอดิเมตรีทำการออกซิไดส์ไอโอดีนในตัวอย่างอาหารทะเลให้อยู่ในรูปไอโอดेट(IO_3^-) แล้วให้ทำปฏิกิริยากับโปแตสเซียมไอโอดेटจะให้ไอโอดีนออกมาแล้วนำไปไตเตรทกับสารละลายมาตรฐานโซเดียมไทโอซัลเฟต โดยใช้น้ำแบ่งเป็นอินดิเคเตอร์ดังสมการ



ในขั้นตอนการสกัดเริ่มโดยการเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 50% และเอธานอลในขั้นนี้ ไอโอดีนในตัวอย่างอยู่ในรูปสารประกอบเชิงซ้อนไอโอดิด จากนั้นนำไปเผาต่อที่ 550°C นาน 2 ชั่วโมง เติมน้ำต้มให้เดือด กรองน้ำล้างตะกอน จากนั้นนำไปสะเทินด้วยกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 6 โมลาร์ ใช้ phenolphthalein เป็นอินดิเคเตอร์ จากนั้นเติมโซเดียมไฮโปคลอไรด์(NaClO) ซึ่งคลอไรด์จะเข้าไปแทนที่ไอโอดิดในสารประกอบเชิงซ้อน จากนั้นทำการออกซิไดส์โดยโซเดียมอะซิเตทจะเปลี่ยนไอโอดีนให้อยู่ในรูปไอโอดेट(IO_3^-) เติมน้ำแบ่ง เติมกรดซัลฟิวริก(เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา) และเติมโปแตสเซียมไอโอดेट เพื่อทำปฏิกิริยากับไอโอดेटให้ไอโอดีนออกมา ดังสมการ(1) จากนั้นไตเตรทด้วยสารละลายมาตรฐานโซเดียมไทโอซัลเฟตเข้มข้น 0.001 N

3.3.2 การหาปริมาณไอโอดีน(ในเทอมไอโอดิด)ในตัวอย่างปลาทะเล

จากการสุ่มตัวอย่างปลาทะเล 32 ตัวอย่างคือ กุ้งแห้ง(ตัวเล็ก), กุ้งแห้ง(ตัวใหญ่), ปลาข้าวสาร, ปลาทูโฮม, ปลาทูหนึ่ง, ปลาทูสด, ปลาหมึกกล้วย, และปลาอินทรี พบว่าปริมาณไอโอดีนในตัวอย่างปลาทะเลอยู่ในช่วงประมาณ 0.29-0.65 ไมโครกรัมต่อ 1 กรัมตัวอย่างในเทอมไอโอดิด จากตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์พบว่า ปลาข้าวสารมีปริมาณไอโอดีนมากที่สุดคือประมาณ 0.65 ไมโครกรัมต่อ 1 กรัมตัวอย่าง ในเทอมไอโอดิด ส่วนปลาอินทรีมีน้อยที่สุดประมาณ 0.29 ไมโครกรัมต่อ 1 กรัมตัวอย่างในเทอมไอโอดิด ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของเทคนิคการไตเตรทอยู่ในช่วง 0.0063 - 0.0121 แสดงว่าเทคนิคการไตเตรทเป็นเทคนิคที่มีประสิทธิภาพดี ซึ่งกราฟแสดงปริมาณไอโอดีน ในตัวอย่างอาหารทะเล(ในเทอมไอโอดิด)สรุปได้ดังรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 กราฟสรุปปริมาณไอโอดีนในตัวอย่างอาหารทะเล