

บทที่ 2

วิธีการวิเคราะห์และผลการวิเคราะห์

2.1 เครื่องมือและสารเคมี

2.1.1 เครื่องมือ

ใช้เครื่องมือสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ยี่ห้อ แวเรียนซ์ เทคโนโลยี 635

2.1.2 สารเคมี

1. สารละลายมาตรฐานโบรอน เข้มข้น 1000 ppm

ชั่งกรดบอริก (anhydrous) ที่อบแล้ว 5.7160 กรัม ปรับปริมาตรสารละลายด้วยน้ำกลั่นในขวดวัดปริมาตร 1000 cm³

สารละลายมาตรฐานโบรอนเข้มข้น 100 ppm นำสารละลายจากข้อ 1 มา 10 cm³ ปรับปริมาตรเป็น 1000 cm³

2. สารละลาย curcumin

ชั่ง curcumin 0.0400 กรัม และกรดออกซาลิก 5 กรัม ละลายสารทั้งสองด้วย 95% เอทานอล 80 cm³ แล้วเติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 4 cm³ ปรับปริมาตรเป็น 100 cm³ ด้วย 95% เอทานอล (เก็บสารละลายที่ได้ไว้ในตู้เย็น)

3. สารละลายกรดไฮโดรคลอริก 1:4

ใช้กรดไฮโดรคลอริก 1 cm³ ต่อน้ำ 4 cm³

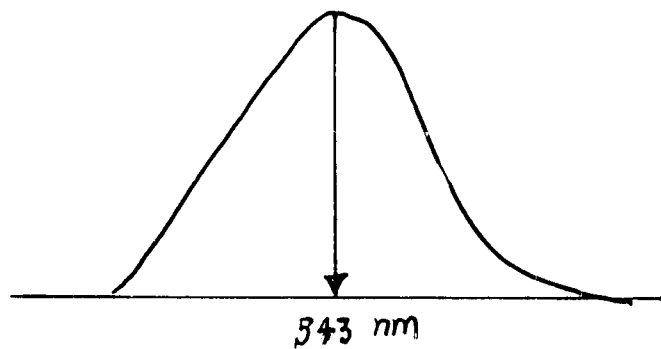
2.2 ขั้นตอนการวิเคราะห์

2.2.1 หากภาวะการทดลองกับสารละลายมาตรฐาน

1. การหาความยาวคลื่นสูงสุดของการดูดกลืนคลื่นแสง

เปิดสารละลายมาตรฐานโบรอนเข้มข้น 5 ppm มา 0.25 cm³ (เข้มข้น 0.05 ppm) ใส่ด้วยกระเบื้อง เติมน้ำกลั่น 1 cm³ เติมสารละลาย curcumin 4 cm³ นำด้วยกระเบื้อง ไปอุ่นบนอ่างน้ำอุ่นอุณหภูมิ 50±2 °C จนสารละลาย ในด้วยกระเบื้องแห้ง ละลายสารในด้วย 95% เอทานอล 10 cm³ ปรับปริมาตรเป็น 25 cm³ ด้วย 95% เอทานอล แล้วนำไปวัด

ความเข้มของการดูดกลืนคลื่นแสงด้วยเครื่องวิเคราะห์แบบสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ บันทึกสเปกตรัมตั้งแต่ความยาวคลื่น 600-500 นาโนเมตร โดยใช้ภาวะการทดลองของเครื่องมือดังนี้ ความกว้างสวิต 2 นาโนเมตร สเกล 0-3, อัตราการสแกน 60 นาโนเมตร/นาที อัตราการเคลื่อนของกระดาษ 20 นาโนเมตร/เซนติเมตร ผลสเปกตรัมดังรูป 1 ได้ค่าความยาวคลื่นสูงสุดของการดูดกลืนคลื่นแสงที่ 543 นาโนเมตร



รูปที่ 1 แสดงสเปกตรัมเบรอนเมื่อทำให้เกิดสีเข้มขึ้น 0.05 ppm

2. การสร้างกราฟมาตรฐาน

บีเบตสารละลายมาตรฐานเบรอนเข้มขึ้น 5 ppm มา 0.25, 0.50, 0.75 และ 1 cm³ ตามลำดับ ได้สารละลายมาตรฐานเข้มขึ้น 0.05, 0.1, 0.15 และ 0.20 ppm ตามลำดับ ใส่ลงในถ้วยกระเบื้องแล้วทำตามวิธีดังกล่าวข้างต้น ในหัวข้อ 2.2.1 ข้อ (1) ปรับปริมาตรเป็น 25 cm³ เช่นกัน แล้วไปวัดเครื่องที่ความยาวคลื่น 543 นาโนเมตร ผลการทดลองดังตารางที่ 1

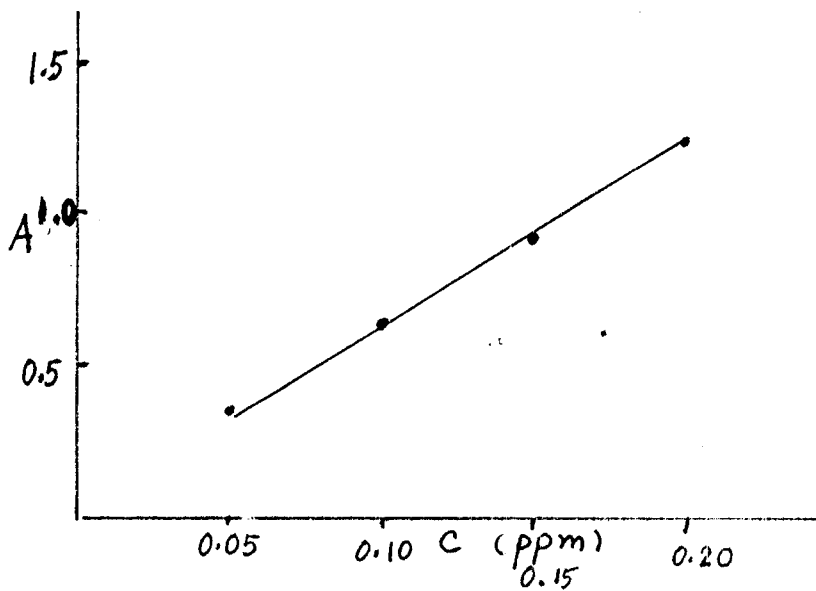


ตารางที่ 1 ข้อมูลความเข้มข้นกับค่าความเข้มของการดูดกลืน เพื่อสร้างกราฟมาตรฐาน

๖๐
๕)
181
161
๕3๗๕

ความเข้มข้น (ppm)	ความเข้มของการดูดกลืน		เฉลี่ย	เบี่ยงเบน มาตรฐาน
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2		
0.05	0.305	0.312	0.308	$\pm 5 \times 10^{-3}$
0.10	0.645	0.632	0.638	$\pm 9 \times 10^{-3}$
0.15	0.972	0.925	0.948	$\pm 3 \times 10^{-2}$
0.20	1.265	1.257	1.260	$\pm 5 \times 10^{-3}$

นำข้อมูลจากตารางที่ 1 ไปพลอตกราฟแกนนอนเป็นค่าความเข้มข้น (ppm)
แกนตั้งเป็นค่าความเข้มของการดูดกลืน ดังรูปที่ 2



รูปที่ 2 แสดงกราฟมาตรฐานช่วงความเข้มข้น 0.05-0.20 ppm

2.2.2 การวิเคราะห์หาปริมาณในตัวอย่าง

1. การสุ่มตัวอย่าง

ได้สุ่มตัวอย่างผลไม้ดองและแช่อิ่มในเขตจังหวัดในภาคตะวันออกเฉียงเหนือ รวม 60 ตัวอย่าง โดยซื้อจากร้านค้า รถเข็น ในตลาดแผงลอย เป็นต้น ตัวอย่างที่สุ่มได้แก่ มะม่วงดอง และแช่อิ่ม, พุทราดอง มะขามดอง ฟรุ้งดอง มะยมดอง และมะคันทอง

2. การเตรียมตัวอย่าง

นำตัวอย่างแต่ละตัวอย่างมาคั้นให้ละเอียด (ตัวอย่างที่มีเม็ดให้เอาเม็ดออก) แล้วผึ่งให้แห้ง แล้วนำไปอบให้แห้ง แล้วนำมาชั่งตัวอย่างละ 2 กรัม ใส่ลงในถ้วยกระเบื้อง เติมสารละลายโซเดียมคาร์บอเนต 1% ปริมาตร 4 cm³ นำไปตั้งบนเครื่องอุ่นจนสารละลายในถ้วยเกือบแห้งแล้วนำตัวอย่างไปเผาด้วยเปลวไฟจนควันสีขาวไม่มี แล้วนำสารตัวอย่างในถ้วยไปเผาในเตาเผาที่อุณหภูมิ 550°C เผาจนได้ได้สีขาว ตั้งทิ้งไว้ให้เย็น แล้วเติมกรดไฮโดรคลอริก 1:4 ปริมาตร 2 cm³ จากนั้นกรองสารละลายใส่ถ้วยกระเบื้องแล้วเติมสารละลาย curcumin ทาตามข้อ 2.2.1 ข้อ (1) แล้วนำไปวัดเครื่องมือ การทดสอบเช่นเดิมในแต่ละตัวอย่างทำ 2 ซ้ำ ผลการทดสอบเฉลี่ยปริมาณโบรอนแล้วเปลี่ยนค่าเป็นปริมาณมอแรกซ์ ดังตารางที่ 2

ตารางที่ 2 ผลการหาปริมาณมอแรกซ์ในตัวอย่างผลไม้ดองและแช่อิ่ม โดยทำ 2 ซ้ำ แล้วหาค่าเฉลี่ย

ตัวอย่างที่	ชนิดตัวอย่าง	ปริมาณมอแรกซ์ mg/kg	ตัวอย่างที่	ชนิดตัวอย่าง	ปริมาณมอแรกซ์ mg/kg
1	มะม่วงดอง	nil	31	มะขามดอง	nil
2	"	nil	32	"	0.08
3	"	nil	33	"	nil
4	"	nil	34	"	0.10
5	"	0.75	35	"	nil
6	"	0.55	36	"	nil
7	"	nil	37	"	0.30
8	"	nil	38	"	nil

ตารางที่ 2 (ต่อ)

ตัวอย่างที่	ชนิดตัวอย่าง	ปริมาณموแรกซ์ mg/kg	ตัวอย่างที่	ชนิดตัวอย่าง	ปริมาณموแรกซ์ mg/kg
9	มะม่วงทอง	0.15	39	มะขามทอง	nil
10	"	nil	40	"	nil
11	มะตันทอง	nil	41	มะยมทอง	0.10
12	"	nil	42	"	0.30
13	"	0.10	43	"	nil
14	"	nil	44	"	0.10
15	"	0.40	45	"	nil
16	"	nil	46	"	0.70
17	"	nil	47	"	nil
18	"	nil	48	"	nil
19	"	nil	49	"	nil
20	"	nil	50	"	nil
21	พุทราทอง	nil	51	ฝรั่งทอง	0.50
22	"	0.32	52	"	0.20
23	"	nil	53	"	nil
24	"	nil	54	"	0.80
25	"	0.15	55	"	nil
26	"	0.18	56	"	nil
27	"	nil	57	"	nil
28	"	nil	58	"	nil
29	"	nil	59	"	0.12
30	"	nil	60	"	nil

หมายเหตุ nil หาไม่พบด้วยวิธีนี้

3. การหาเปอร์เซ็นต์การกลับคืนมา (% recovery)

การหาเปอร์เซ็นต์การกลับคืนมานั้น จะทำให้เรามั่นใจในวิธีการที่ใช้วิเคราะห์มากขึ้น
ทำโดยชั่งสารตัวอย่างมา 1 ตัวอย่าง ตัวอย่างละ 2 ซ้ำ แล้วเติมสารละลายมาตรฐาน
โรปรอนเข้มข้น 1 ppm ปริมาตร 1.25, 2.50 และ 3.37 cm³ ลงในสารตัวอย่างแต่ละชุด
แล้วทำให้เกิดสีเช่นเดิม ผลการทดลองดังตัวอย่างที่ 3

ตัวอย่างที่ 3 แสดงข้อมูลการหาเปอร์เซ็นต์การกลับคืนมาของตัวอย่างมะขามทอง

ชุดที่	ปริมาณบอแรกซ์		%Mcovery	เฉลี่ย	เฉลี่ย
	ตามทฤษฎี	ที่วิเคราะห์ได้			
1	12.1712	10.4724	86.04	87.55	84.78
	12.1707	10.8394	89.06		
2	17.6839	14.1477	80.00	83.31	
	17.6847	15.2509	86.62		
3	20.1712	20.1712	86.97	83.48	
	18.5566	18.5566	80.00		