บทที่ 3
วิธีการดำเนินการวิจัย

1. รูปแบบการวิจัย

การวิจัยครั้งนี้เป็นการวิจัยเชิงทดลอง (Experimental Research) โดยการศึกษาการปนเปื้อนสารเมลามีนและสารตะกั่วในผลิตภัณฑ์หน่อไม้บรรจุถุงพลาสติกนึ่ง ที่ได้จากกระบวนการผลิตโดยวิธีการบรรจุถุงนึ่งและนึ่งก่อนบรรจุถุง ด้วยความร้อนไอน้ำ ระหว่างภาชนะ หวด กับ หม้อนึ่ง ที่ช่วงอุณหภูมิ 100 -110 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นอุณหภูมิความร้อนของไอน้ำ ทำการวัดอุณหภูมิทุก 5 นาที ที่ระยะเวลาในการนึ่ง 30, 35, 40 นาที เป็นระยะเวลาที่หน่อไม้สุก

2. ประชากรและกลุ่มตัวอย่าง

2.1 การศึกษาการปนเปื้อนสารเมลามีนของหน่อไม้บรรจุถุงนึ่ง

2.1.1 ประชากร

ประชากรในการศึกษาครั้งนี้เป็นหน่อไม้ที่ได้จากกระบวนการผลิตโดยวิธีต่างๆ และภาชนะที่ใช้ระหว่าง หม้อนึ่ง กับ หวด นึ่งที่ระยะเวลา 30, 35 และ 40 นาที นำมาวิเคราะห์การปนเปื้อนสารเมลามีนและสารตะกั่ว ที่ปนเปื้อนจากสารในถุงพลาสติกที่บรรจุหน่อไม้

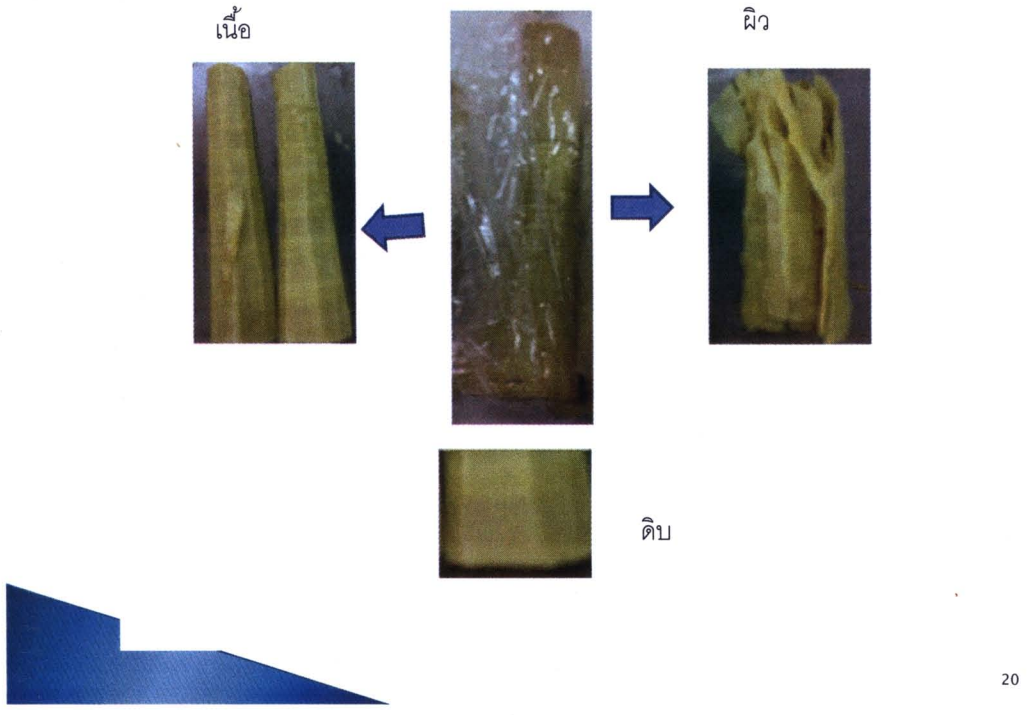
2.1.2 ตัวอย่าง

ตัวอย่างในการศึกษาครั้งนี้เป็นหน่อไม้ที่ได้จากกระบวนการผลิตหน่อไม้บรรจุถุง โดยศึกษาการปนเปื้อนสารเมลามีนและสารตะกั่วที่เนื้อผิวหน่อไม้ และเนื้อหน่อไม้ในกระบวนการผลิตวิธีบรรจุถุงพลาสติกก่อนนึ่งระหว่างภาชนะหม้อนึ่ง กับ หวด ที่ระยะเวลา 35 นาที และกระบวนการผลิตแบบนึ่งก่อนบรรจุถุงพลาสติก ระหว่างภาชนะหม้อนึ่ง กับ หวด ที่ระยะเวลา 30, 35, 40 นาที

เนื่องจากวิธีผลิตแบบการนึ่งก่อนบรรจุถุง ปัจจัยด้านระยะเวลาการนึ่งไม่ส่งผลต่อการปนเปื้อน เพราะว่าในกระบวนการผลิตแบบบรรจุถุงก่อนนึ่ง ไม่ว่าจะนึ่งระยะเวลาเท่าใด อุณหภูมิหน่อไม้และอุณหภูมิไอน้ำจะค่อนข้างคงที่ จึงทำการผลิตที่ระยะเวลาเดียวคือที่ระยะ 35 นาทีซึ่งเป็นค่ากลางในการศึกษาครั้งนี้

โดยตัวอย่างหน่อไม้ 1 ตัวอย่าง ผู้วิจัยจะทำการผลิตหน่อไม้บรรจุถุงนึ่ง ตามกระบวนการผลิตแบบวิธีการนึ่งก่อนบรรจุถุง ที่ระยะเวลา 35 นาที และวิธีบรรจุถุงนึ่งที่ระยะเวลา 30, 35, 40 นาที โดยทำการเลือกถุงพลาสติกที่ได้ มอก. จำนวน 5 บริษัท เทรวมกันในแล้วทำการหยิบสุ่มโดยบังเอิญ นำมาบรรจุหน่อไม้

ก่อนที่จะทำการนึ่งหน่อไม้นั้น ใน 1 ตัวอย่างจะทำการตัดบริเวณฐานของหน่อไม้ดิบ เพื่อนำไปวิเคราะห์สารมาเลมีนและสารตะกั่ว เพื่อใช้เป็นกลุ่มควบคุม (Control) ในการศึกษาครั้งนี้ ตามรูปที่ 6



ภาพที่ 6 แสดงตัวอย่างหน่อไม้ในการวิเคราะห์สารเมลามีนและสารตะกั่ว

2.2 ตัวอย่างที่ศึกษาสำหรับวิเคราะห์สารเมลามีน

2.2.1 วิธีการผลิตการนึ่งก่อนบรรจุถุงพลาสติก

2.2.1.1 ภาชนะหม้อนึ่ง

ก. การตรวจวิเคราะห์ หน่อไม้ดิบ และหน่อไม้นึ่ง = 2

ข. ทำการตรวจวิเคราะห์ที่ผิวหน่อไม้และเนื้อหน่อไม้ = 2

ค. ทำการตรวจวิเคราะห์ตัวอย่างละ 2 ซ้ำ = 2

ง. จำนวนตัวอย่างวิธีละ 90 ตัวอย่าง = 90

เพราะฉะนั้น วิธีการผลิตจาการบรรจุถุงนึ่งใช้ภาชนะหมอนึ่ง จำนวนตัวอย่างเท่ากับ 2x2x2x90 = 720 ตัวอย่าง

2.2.1.2 ภาชนะหวด

ก. การตรวจวิเคราะห์ หน่อไม่ดิบ และหน่อไม้นึ่ง = 2

ข. ทำการตรวจวิเคราะห์ที่ผิวหน่อไม้และเนื้อหน่อไม้ = 2

ค. ทำการตรวจวิเคราะห์ตัวอย่างละ 2 ซ้ำ =2

ง. จำนวนตัวอย่างวิธีละ 90 ตัวอย่าง = 90

เพราะฉะนั้น วิธีการผลิตจาการบรรจุถุงนึ่งใช้ภาชนะหวด จำนวนตัวอย่างเท่ากับ 2x2x2x90 =720 ตัวอย่าง

2.2.2 วิธีการผลิตการบรรจุถุงพลาสติกก่อนนึ่ง

2.2.2.1 ภาชนะหม้อนึ่ง

ก. ระยะเวลาที่ตรวจ 30, 35, 40 นาที = 3

ข. การตรวจวิเคราะห์ หน่อไม่ดิบ และหน่อไม้นึ่ง = 2

ค. ทำการตรวจวิเคราะห์ที่ผิวหน่อไม้และเนื้อหน่อไม้ = 2

ง. ทำการตรวจวิเคราะห์ตัวอย่างละ 2 ซ้ำ =2

จ. จำนวนตัวอย่างวิธีละ 90 ตัวอย่าง = 90

เพราะฉะนั้น วิธีการผลิตจาการบรรจุถุงนึ่งใช้ภาชนะหมอนึ่ง จำนวนตัวอย่างจะเท่ากับ 3x2x2x2x90 = 2,160 ตัวอย่าง

2.2.2.2 ภาชนะหวด

ก. ระยะเวลาที่ตรวจ 30, 35, 40 นาที = 3

ข. การตรวจวิเคราะห์ หน่อไม่ดิบ และหน่อไม้นึ่ง = 2

ค. ทำการตรวจวิเคราะห์ที่ผิวหน่อไม้และเนื้อหน่อไม้ = 2

ง. ทำการตรวจวิเคราะห์ตัวอย่างละ 2 ซ้ำ =2

จ. จำนวนตัวอย่างวิธีละ 90 ตัวอย่าง = 90

เพราะฉะนั้น วิธีการผลิตจาการบรรจุถุงนึ่งใช้ภาชนะหวด จำนวนตัวอย่างจะเท่ากับ 3x2x2x2x90 = 2,160 ตัวอย่าง

ดังนั้นจำนวน ตัวอย่างการตรวจหาสารเมลามีนมีดังนี้

1) วิธีบรรจุถุงก่อนนึ่งในภาชนะหม้อนึ่ง ที่ระยะเวลา 35 นาที จำนวน 720 ตัวอย่าง

2) วิธีบรรจุถุงก่อนนึ่งในภาชนะหวด ที่ระยะเวลา 35 นาที จำนวน 720 ตัวอย่าง

3) วิธีนึ่งก่อนบรรจุถุงในภาชนะหม้อนึ่งที่ระยะเวลา 30, 35, 40 นาที จำนวน 2,160 ตัวอย่าง

4) วิธีนึ่งก่อนบรรจุถุงในภาชนะหวด ที่ระยะเวลา 30, 35, 40 นาที จำนวน 2,160 ตัวอย่าง

รวมทั้งหมด 5,760 ตัวอย่าง

2.3 ตัวอย่างที่ศึกษาสำหรับวิเคราะห์สารตะกั่ว

เนื่องจากมีข้อจำกัดด้านงบประมาณในการศึกษาในครั้งนี้ จึ่งทำการซุ่มตัวอย่างจากการผลิตวิธีสุ่มอย่างง่ายโดยการจับฉลากจากการตัวอย่างหน่อไม้ในการวิเคราะห์สารตะกั่ว วิธีละ 30 ถุง

2.3.1 วิธีการผลิตการนึ่งก่อนบรรจุถุงพลาสติก

2.3.1.1 ภาชนะหม้อนึ่ง

ก. การตรวจวิเคราะห์ หน่อไม่ดิบ และหน่อไม้นึ่ง = 2

ข. ทำการตรวจวิเคราะห์ที่ผิวหน่อไม้และเนื้อหน่อไม้ = 2

ค. จำนวนตัวอย่างวิธีละ 30 ถุง = 30

เพราะฉะนั้น วิธีการผลิตจาการบรรจุถุงนึ่งใช้ภาชนะหมอนึ่ง จำนวนตัวอย่างจะเท่ากับ 2x2x30 = 120 ตัวอย่าง

2.3.1.2 ภาชนะหวด

ก. การตรวจวิเคราะห์ หน่อไม้ดิบ และหน่อไม้นึ่ง = 2

ข. ทำการตรวจวิเคราะห์ที่ผิวหน่อไม้และเนื้อหน่อไม้ = 2

ค. จำนวนตัวอย่างวิธีละ 30 ถุง = 30

เพราะฉะนั้น วิธีการผลิตจากการการบรรจุถุงนึ่งใช้ภาชนะหวด จำนวนตัวอย่างจะเท่ากับ 2x2x30 = 120 ตัวอย่าง

2.3.2 วิธีการผลิตการบรรจุถุงพลาสติกก่อนนึ่ง

2.3.2.1 ภาชนะหม้อนึ่ง

ก. ระยะเวลาที่ตรวจ 30, 35, 40 นาที = 3

ข. การตรวจวิเคราะห์ หน่อไม่ดิบ และหน่อไม้นึ่ง = 2

ค. ทำการตรวจวิเคราะห์ที่ผิวหน่อไม้และเนื้อหน่อไม้ = 2

ง. จำนวนตัวอย่างวิธีละ 30 ถุง = 90

เพราะฉะนั้น วิธีการผลิตจาการบรรจุถุงนึ่งใช้ภาชนะหมอนึ่ง จำนวนตัวอย่างจะเท่ากับ 3x2x2x30 = 360 ตัวอย่าง

2.3.2.2 ภาชนะหวด

ก. ระยะเวลาที่ตรวจ 30, 35, 40 นาที = 3

ข. การตรวจวิเคราะห์ หน่อไม่ดิบ และหน่อไม้นึ่ง = 2

ค. ทำการตรวจวิเคราะห์ที่ผิวหน่อไม้และเนื้อหน่อไม้ = 2

ง. จำนวนตัวอย่างวิธีละ 30 ถุง = 30

เพราะฉะนั้น วิธีการผลิตจาการบรรจุถุงนึ่งใช้ภาชนะหวด จำนวนตัวอย่างจะเท่ากับ 3x2x2x30 = 360 ตัวอย่าง

ดังนั้นจำนวน ตัวอย่างการตรวจหาสารเมลามีนมีดังนี้

1) วิธีบรรจุถุงก่อนนึ่งในภาชนะหม้อนึ่ง ที่ระยะเวลา 35นาที จำนวน 120 ตัวอย่าง

2) วิธีบรรจุถุงก่อนนึ่งในภาชนะหวด ที่ระยะเวลา 35นาที จำนวน 120 ตัวอย่าง

3) วิธีนึ่งก่อนบรรจุถุงในภาชนะหม้อนึ่ง ที่ระยะเวลา 30, 35, 40 นาที จำนวน 360 ตัวอย่าง

4) วิธีนึ่งก่อนบรรจุถุงในภาชนะหวด ที่ระยะเวลา 30, 35, 40 นาที จำนวน 360 ตัวอย่าง

รวมทั้งหมด 960 ตัวอย่าง

3. การวิเคราะห์การปนเปื้อนของหน่อไม้บรรจุถุงนึ่ง

3.1 เตรียมตัวอย่างตามกระบวนการผลิต

3.1.1 อุปกรณ์ในการผลิต

3.1.1.1 หม้อนึ่ง/หวด

3.1.1.2 ถุงพลาสติกชนิดทนร้อน

3.1.1.3 หน่อไม้ตัวอย่างละ 100 กรัม

3.1.1.4 เทอร์โมมิเตอร์ 200 องศาเซลเซียส

3.1.1.5 เตาแก๊ส

3.1.1.6 นาฬิกาจับเวลา

3.1.2 ขั้นตอน

3.1.2.1 วิธีที่ 1 บรรจุถุงก่อนนึ่ง

1) ปอกเปลือกหน่อไม้ นำมาล้างให้สะอาด

2) ทำการตัดแต่งขนาดหน่อไม้บรรจุให้มีขนาดและน้ำหนักใกล้เคียงกันทำการชั่งน้ำหนักหน่อได้ดิบ และหน่อไม้ที่ใช้นึ่ง

3) นำมาบรรจุถุงพลาสติก มัดบริเวณปากถุง ให้แน่น

4) นำมานึ่งโดย ใช้ภาชนะหม้อนึ่ง ใช้เทอร์โมมิเตอร์วัดอุณหภูมิไอน้ำและบันทึกอุณหภูมิทุก 5 นาที

5) นำออกจากภาชนะที่นึ่ง เก็บไว้ที่อุณหภูมิห้องเพื่อลดอุณหภูมิเก็บรักษาเพื่อติดตามคุณภาพเป็นระยะเวลา 30 วัน

6) วิเคราะห์การปนเปื้อนสารเมลามีนและสารตะกั่ว

7) ทำการผลิตซ้ำที่เวลา 35 และ 40 นาทีและเปลี่ยนภาชนะหวดที่ใช้นึ่งตามลำดับ

3.1.2.2 วิธีที่ 2 นึ่งก่อนบรรจุถุง

1) ปอกเปลือกหน่อไม้จึงนำมาล้างให้สะอาด ตัดแต่งและชั่งน้ำหนักหน่อได้ดิบและหน่อไม้ที่ใช้นึ่ง

2) นำมานึ่งโดย หม้อนึ่ง ใช้เทอร์โมมิเตอร์วัดอุณหภูมิไอน้ำและบันทึกอุณหภูมิทุก 5 นาที จะถึงระยะเวลา 35 นาที

3) บรรจุใส่ถุงพลาสติกขณะที่หน่อไม้ยังมีอุณหภูมิสูง จากนั้นมัดปากถุงให้แน่น

4) เก็บไว้ที่อุณหภูมิห้องเพื่อลดอุณหภูมิ และเก็บรักษาเพื่อติดตามการเน่าเสียเป็นระยะเวลา 30 วัน

5) วิเคราะห์สารการปนเปื้อนสารเมลามีนและปริมาณสารตะกั่ว

6) ทำการผลิตซ้ำที่เวลา 35 และ 40 นาทีและเปลี่ยนภาชนะหวด

3.2 วิเคราะห์หาสารเมลามีนด้วยชุดทดสอบสารเมลามีน ของ อาจารย์เยาวมาลย์ ค้าเจริญ ค้าเจริญ มหาวิทยาลัยขอนแก่น (เยาวมาลย์,2551)

3.2.1 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์เมลามีน

3.2.1.1 เครื่องชั่งอย่างละเอียด (Analytical balance)

3.2.1.2 เครื่องย่อยอาหาร

3.2.1.3 เครื่องปั่น

3.2.2 วัสดุอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์เมลามีน

3.2.2.1 หลอดแก้วทดลอง (Test Tube)

3.2.2.2 ปิเปต(Measuring Pipette)

3.2.2.3 กระบอกตวง (Cylinder)

3.2.2.4 จานหลุม

3.2.2.5 น้ำกลั่น

3.2.3 สารเคมีที่ใช้ในการวิเคราะห์

3.2.3.1 ชุดทดสอบสารเมลามีน

3.2.4 ขั้นตอนการทดลอง

3.2.4.1 เตรียมและตวงสารละลาย Standard Melamine โดยการหยดสารละลายในน้ำกลั่นจำนวน 2-3หยด น้ำกลั่น 1 ml และหยดชุดทดสอบ จำนวน 2-3 หยด จะได้สี เป็นสีของสารละลาย Standard Melamine

3.2.4.2 นำเนื้อหน่อไม้ในส่วนที่ต้องการมาปอกแยกผิวและเนื้อแล้วสับให้ละเอียดแล้วนำไปปั่น ชั่งตัวอย่าง ปริมาณ 10 กรัม ใส่ถาดหลุมที่ 1 ทดสอบด้วยสาร ทดสอบเมลามีน จำนวน 1 -2 หยด แล้วเทียบสีกับสารละลาย Standard Melamine

3.3.4.3 นำตัวอย่างหน่อไม้จากการปั่น ปริมาณ 10 กรัม ใส่ถุงพลาสติก เต็มน้ำกลั่น นำเข้าเครื่องตีอาหาร ใช้ปิเปตดูดตัวอย่างหน่อไม้ ปริมาณ 2 มิลลิลิตร ใส่หลอดทดลองที่ 1 แล้วเต็มน้ำกลั่น 8 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากัน (ทำการเจือจาง 2 : 10)

3.3.4.4 ปิเปตตัวอย่างหน่อไม้ที่ละลายในน้ำกลั่นจากข้อ 3 ปริมาณ 2 มิลลิลิตร เทลงในหลอดทดลองที่มีน้ำกลั่น ปริมาณ 8 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากัน (ทำการเจือจาง 2 : 100)

3.3.4.5 ปิเปตตัวอย่างอาหารที่ละลายในบัพเฟอร์จากข้อ 4 ปริมาณ 2 มิลลิลิตร เทลงในหลอดทดลองที่มีน้ำกลั่น ปริมาณ 8 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากัน (ทำการเจือจาง 2 : 1000)

3.3.4.6 เทียบสีกับสารละลาย Standard Melamine ที่ อัตราส่วน 2, 2:10, 2:100, 2:1000

3.5 การรายงานผลการตรวจวิเคราะห์

3.5.1 หาปรากฏสีแดงแสดงว่าพบสารเมลามีนในตัวอย่าง

3.5.2 เทียบสีกับสารละลาย Standard Melamine ที่ อัตราส่วน1:1000 จะวัดการปนเปื้อนได้ความเข้มข้นของการปนเปื้อนสารเมลามันมีปริมาณ 2 ppm

3.5.3 การแปลผลการทดลอง

จากความเข้มข้นของการปนเปื้อนสารเมลามีน เมื่อเทียบสีกับสารละลาย Standard Melamine ที่อัตราส่วน 1:1000 จะวัดการปนเปื้อนได้ความเข้าข้นของการปนเปื้อนปริมาณ 2 ppm ในการทดลองอัตราส่วน 2 : 1000 จะได้ค่าการปนเปื้อนสารเมลามีน ความเข้มข้น ในช่วง 4 ppm มีการปนเปื้อนในตัวอย่างมากกว่า 2.5 ppm แสดงว่า ไม่ได้มาตรฐาน

Positive ที่ 2 ml แสดงว่า มีการปนเปื้อนสารเมลามีนในเบื้องต้น หรือ 0.00

Positive ที่ 2: 10 แสดงว่ามีการปนเปื้อนที่ความเข้มข้นของสารเมลามีน 0.04 ppm

Positive ที่ 2: 100 แสดงว่ามีการปนเปื้อนที่ความเข้มข้นของสารเมลามีน 0.4 ppm

Positive ที่ 2: 1000 แสดงว่ามีการปนเปื้อนที่ความเข้มข้นของสารเมลามีน 4 ppm

เมื่อทดสอบ Positive ที่ 2: 1000 แสดงว่า การปนเปื้อนสารเมลามีนที่ไม่ได้มาตรฐาน

3.3 การตรวจหาปริมาณสารตะกั่วด้วยเครื่อง Atomic Absorption

3.3.1 อุปกรณ์

3.3.1.1 เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์บชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Atomic Absorption spectrophotometer)

3.3.1.2 ยี่ห้อ PERKIN ELMER MODEL ANALYST 300

3.3.1.3 ขวดวัดปริมาตร (volumetric flask) ขนาด 50 และ 100 มิลลิลิตร

3.3.1.4 ปิเปต (pipette) ขนาด 1, 5 และ 10 มิลลิลิตร

3.3.1.5 บิกเกอร์ (beaker) ขนาด 50 และ 100 มิลลิลิตร

3.3.1.6 กรวยกรอง (funnel) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 25 เซนติเมตร

3.3.1.7 กระดาษกรองยี่ห้อ Whatman เบอร์ 5

3.3.1.8 ขวดน้ำกลั่นDI

3.3.1.9 เตาไฟฟ้า (hotplate)

3.3.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

3.3.2.1 กรดไนตริก (conc. HNO_3) 69 %

3.3.2.2 กรดเปอร์คลอริก ($HClO_4$)

3.3.2.3 สารละลายมาตรฐาน ตะกั่ว1000 มิลลิกรัมต่อลิตร

3.3.3 การเตรียมตัวอย่างสำหรับวิเคราะห์

การเตรียมเป็นตัวอย่างแห้งเพื่อป้องกันการเปลี่ยนแปลงของเนื้อหน่อไม้ เนื่องจากการทดลองต้องใช้เวลานาน การศึกษาครั้งนี้จะวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักในผิวและเนื้อหน่อไม้ โดยนำส่วนเนื้อและผิวหน่อไม้ แยกส่วนไว้สับให้ละเอียดแล้วนำใส่กระดาษฝอยที่ทำเป็นกระทง นำไปอบที่ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 24 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นในตู้อบความชื้น (Desiccator) ชั่งน้ำหนัก จากนั้นนำไปบดให้ละเอียด ปิดปากบีกเกอร์ด้วยกระดาษอลูมิเนียม (Aluminum foil) ติดป้ายให้เรียบร้อย

3.3.4 การล้างภาชนะก่อนทำการทดลอง

ในการหาปริมาณโลหะหนักจำนวนน้อยๆ ข้อที่ต้องระมัดระวังเป็นอย่างมาก คือการปนเปื้อน (Contamination) และการสูญหาย (Loss) ของเนื้อโลหะหนัก ต้นเหตุที่สำคัญที่ทำให้เกิดการปนเปื้อนของตัวอย่างน้ำ ได้แก่ ฝุ่นในห้องปฏิบัติการ สิ่งเจือปนในสารละลายต่างๆที่ใช้ และเครื่องมือเครื่องใช้ในห้องทดลองโดยทั่วไปการตรวจวิเคราะห์ตัวอย่างน้ำ ภาชนะบรรจุมีบทบาทสำคัญ

ที่จะทำให้เกิดการปนเปื้อน ทำให้เกิดการคลาดเคลื่อนเชิงบวก (Positive error) หรือการสูญหายที่ทำให้เกิดการคลาดเคลื่อนเชิงลบ (Negative error) ดังนั้น การเลือกภาชนะบรรจุจึงควรคำนึงสิ่งต่างๆ ดังต่อไปนี้

3.3.4.1 ภาชนะบรรจุตัวอย่างควรทำด้วยโบโรซิลิเกต (Borosilicate glass) หรือโพลีเอทิลีน (Polyethylene) โพลีโปรปิลีน (Polypropylene) หรือ เทฟลอน (Teflon) เพื่อป้องกันการดูดซับโลหะหนักที่ผิวภาชนะ ซึ่งทำให้เกิดการคลาดเคลื่อนเชิงลบ

3.3.4.2 ในกรณีที่วิเคราะห์โลหะหนักที่มีปริมาณน้อยๆ ไม่ควรใช้โบโรซิลิเกตเพราะจะเกิดการดูดซับที่ผิวภาชนะ

3.3.4.3 ภาชนะบรรจุน้ำตัวอย่าง ควรล้างให้สะอาดตามขั้นตอนดังต่อไปนี้ เพื่อป้องกันการปนเปื้อน ซึ่งทำให้เกิดการคลาดเคลื่อนเชิงบวก

- ล้างด้วยน้ำยาทำความสะอาด (Detergent) และน้ำ
- ล้างด้วยกรดไนตริค 1:1 และน้ำ
- ล้างด้วยกรดเกลือ (HCl) 1:1 และน้ำ
- ล้างด้วยน้ำกลั่นดีไอออนไนซ์

หมายเหตุ : กรดโครมิคใช้ได้ดีในการกำจัดสารอินทรีย์ที่มีอยู่บนผิวของเครื่องแก้ว อย่างไรก็ดี ผู้ทำการทดลองต้องล้างกรดโครมิคออกให้หมด มิฉะนั้นจะมีโลหะโครเมียมหลงเหลืออยู่ ซึ่งขณะทำให้เกิดการปนเปื้อนของโครเมียมในการตรวจวิเคราะห์ กรดโครมิคไม่ควรใช้ล้างภาชนะที่ทำด้วยพลาสติก

การปนเปื้อนอาจมาจากภาชนะบรรจุ น้ำกลั่น กระดาษกรอง หรือภาชนะอื่นๆ ที่ใช้ในการเก็บหรือเตรียมตัวอย่าง จึงควรระมัดระวัง

3.3.5 การย่อย

3.3.5.1 ชั่งตัวอย่าง ใส่ในบีกเกอร์ 50 มิลลิลิตร

3.3.5.2 เติมกรดไนตริกเข้มข้น 20 มิลลิลิตร แล้ววางไว้บนเตาไฟฟ้าให้ไฟอ่อนๆ(ปรับระดับความร้อนไม่เกินปุ่ม (2) ตั้งทิ้งไว้ให้เดือดซึ่งจะมีไอสีแดง ตั้งทิ้งไว้จนกว่าไอสีแดงจะจางหมดหรือหากไอสีแดงจางไม่หมดก็ให้เหลือปริมาตรเล็กน้อยแล้วยกลงตั้งทิ้งไว้ให้เย็น

3.3.5.3 เติมกรดเปอร์คลอริกประมาณ 8 มิลลิลิตร แล้ววางไว้บนเตาไฟฟ้าให้ไฟอ่อนๆเช่นกัน(หากใช้ไฟแรงจะทำให้เกิดการย่อยไม่สมบรูณ์ได้สารละลายมีตะกอนสีดำ)ตั้งทิ้งไว้จนเป็นสารละลายใส และเหลือปริมาตรเล็กน้อย

สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ ห้องสมุดงานวิจัย

3.3.5.4 ทิ้งไว้ให้เย็นและเติมน้ำกลั่นปราศจากไอออน

3.3.5.5 กรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 5และปรับปริมาตรเป็น 50 มิลลิลิตร ด้วยน้ำกลั่นปราศจากไอออนในขวดวัดปริมาตร (Volumetric flask) ขนาด 50 มิลลิลิตร แล้วนำไปเทใส่ขวดพลาสติกเพื่อป้องกันการดูดซับโลหะหนัก และนำไปเก็บในตู้เย็น

3.3.5.6 การทำแบลงของตัวอย่าง (Sample Blank) ก็ทำเช่นเดียวกับการย่อยสารแต่ไม่ต้องใส่เนื้อหน่อไม้แห้งบด ส่วนแบลงของสารมาตรฐาน (Standard Blank) ใช้น้ำกลั่นปราศจากไอออน

3.3.6 การตรวจสอบสภาวะที่เหมาะสมของโลหะหนักที่จะทำการวิเคราะห์

3.3.6.1 เปิดเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์บชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ และคอมพิวเตอร์ควบคุม

3.3.6.2 คลิกแถบเครื่องมือ (Toolbar) เลือกสภาวะสนับสนุน (Recommend condition) และดูสภาวะที่เหมาะสมของโลหะหนักแต่ละตัว ดังตารางที่4

ตารางที่ 4 สภาวะที่เหมาะสมของโลหะหนักที่วิเคราะห์

โลหะ / สภาวะที่เหมาะสม	ตะกั่ว (Pb)
ความยาวคลื่น (nm)	283.3
ความกว้างช่วงแสง (nm)	0.7
เชื้อเพลิง (CH2CH) (l / min)	2
Burner height (mm)	6
Char.Conc. (ppm)	0.450
Sensitivity check (ppm)	20
ความเข้มข้นของสารละลาย มาตรฐาน (ppm)	0.5 , 1.0 และ1.5

3.3.7 วิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักโดย Flame Atomic Absorption method

3.3.7.1 นำสารละลายที่ย่อยเรียบร้อยแล้วและสารละลายมาตรฐานที่เตรียมไว้นำมาเตรียมไว้วิเคราะห์

3.3.7.2 เปิดเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์บชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์และคอมพิวเตอร์ควบคุม

3.3.7.3. ป้อนข้อมูลธาตุที่จะวิเคราะห์ ตั้งสภาวะในการวิเคราะห์ให้เรียบร้อย

3.3.7.4 วิเคราะห์แบลงของสารมาตรฐานก่อนแล้วค่อยนำสารละลายมาตรฐานที่เตรียมไว้นำไปวิเคราะห์ด้วยวิธีเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์บชัน (Flame atomic absorption method) เพื่อสร้างกราฟมาตรฐาน

3.3.7.5 วิเคราะห์แบลงของตัวอย่างก่อนแล้วค่อยนำสารละลายที่ย่อยเรียบร้อยแล้วไปวิเคราะห์ด้วยวิธีเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์บชัน (Flame atomic absorption method) ต่อ

3.3.8 การคำนวณ

3.3.8.1 นำกราฟมาตรฐานมาพล็อตในกระดาษกราฟ หาความชัน (Slope)

$$\text{slope} = y\ \frac{\Delta}{\Delta X}$$

3.3.8.2 นำค่าการดูดกลืนแสงของตัวอย่างลบออกด้วยค่าการดูดกลืนแสงของแบลงของตัวอย่าง

ค่าดูดกลืนแสงของตัวอย่าง - ค่าการดูดกลืนแสงของแบลงของตัวอย่าง = A

3.3.8.3 หาความเข้มข้นจากสูตร

$$\text{ความเข้มข้น (mg/l)} = \frac{A}{\text{slope}}$$

3.3.8.4 การหาปริมาณโลหะหนักในหน่อไม้

4. การวิเคราะห์ข้อมูล

4.1 ตรวจสอบข้อมูล ทั้งความครบถ้วนสมบูรณ์และความถูกต้อง

4.2 จัดเตรียมข้อมูล โดยการลงบันทึกผลการทดลอง

4.3 ประมวลผลข้อมูลด้วยโปรแกรม Stata 11 ทดสอบสถิติที่ระดับความเชื่อมั่น = 0.05 โดยแบ่งส่วนการวิเคราะห์ดังนี้

4.3.1 สถิติเชิงพรรณนา ใช้สถิติร้อยละ ค่าเฉลี่ย ค่าสัดส่วน (ร้อยละ)ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานและค่าสูงสุดต่ำสุด ในการวิเคราะห์ข้อมูลทั่วไป

4.3.2 สถิติเชิงอนุมาน ใช่สถิติ Kruskal-Wallis Test และ Wilcoxson rank sum test ทดสอบปริมาณความแตกต่างระหว่างระยะเวลา ระหว่างภาชนะหวด และหน้อนึ่ง การผลิตแบบบรรจุถุงก่อนนึ่งและนึ่งก่อนบรรจุถุง

5. ตัวแปรที่เกี่ยวข้องในงานวิจัย

5.1 การตรวจวิเคราะห์การปนเปื้อนของสารเมลามีนและปริมาณสารตะกั่วจากการผลิตหน่อไม้บรรจุถุงนึ่ง

5.1.1 ตัวแปรต้น ได้แก่

5.1.1.1 ระยะเวลาในการผลิต คือระยะเวลาในการนึ่งหน่อไม้เวลา 30 ,35 และ 40 นาที

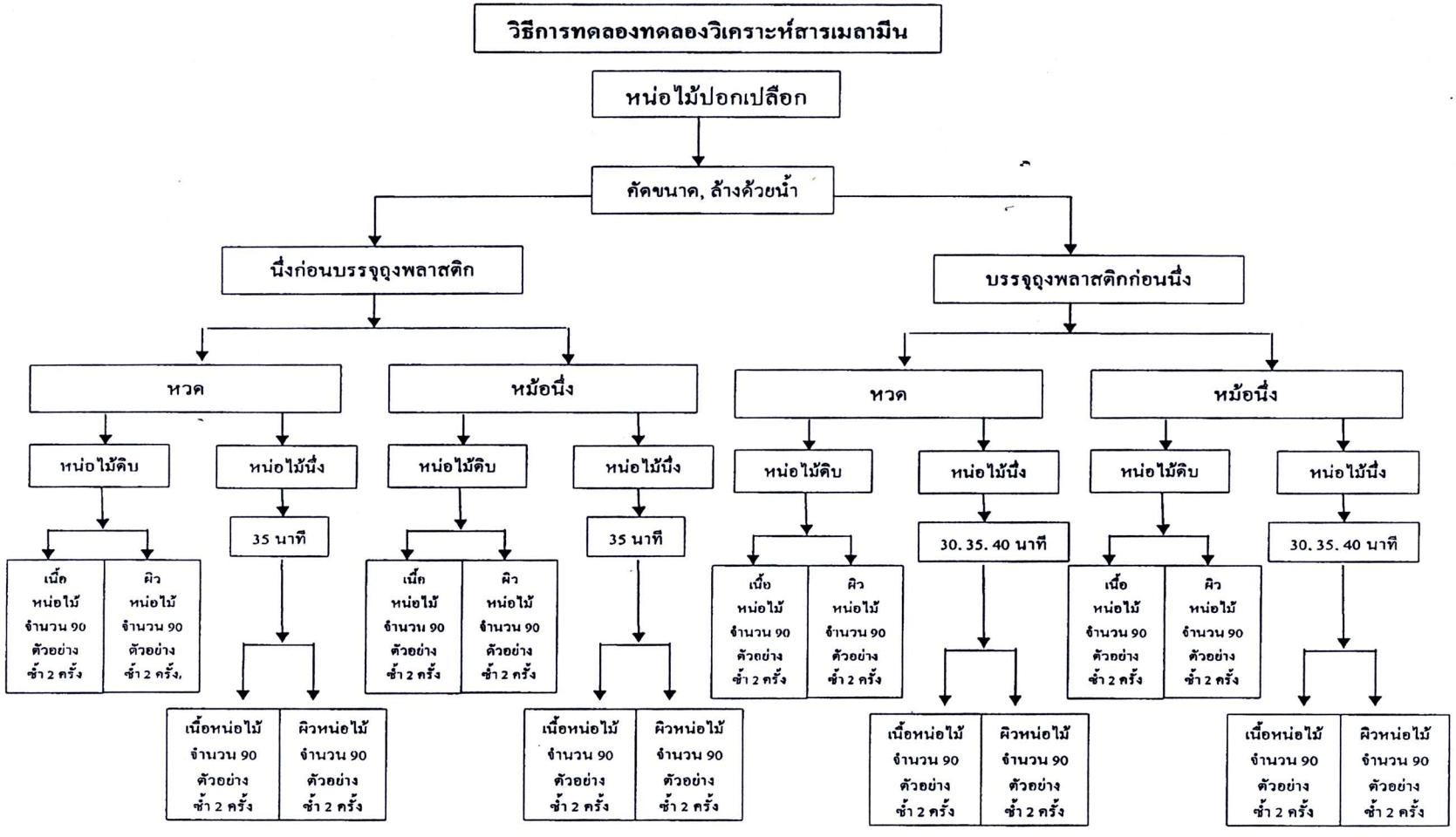
5.1.1.2 วิธีการผลิต คือ การผลิตโดยการนึ่งก่อนบรรจุถุงและการบรรจุถุงก่อนนึ่ง

5.1.1.3 ภาชนะที่ใช้ คือ ภาชนะที่ใช้นึ่งระหว่าง หม้อนึ่งและหวด

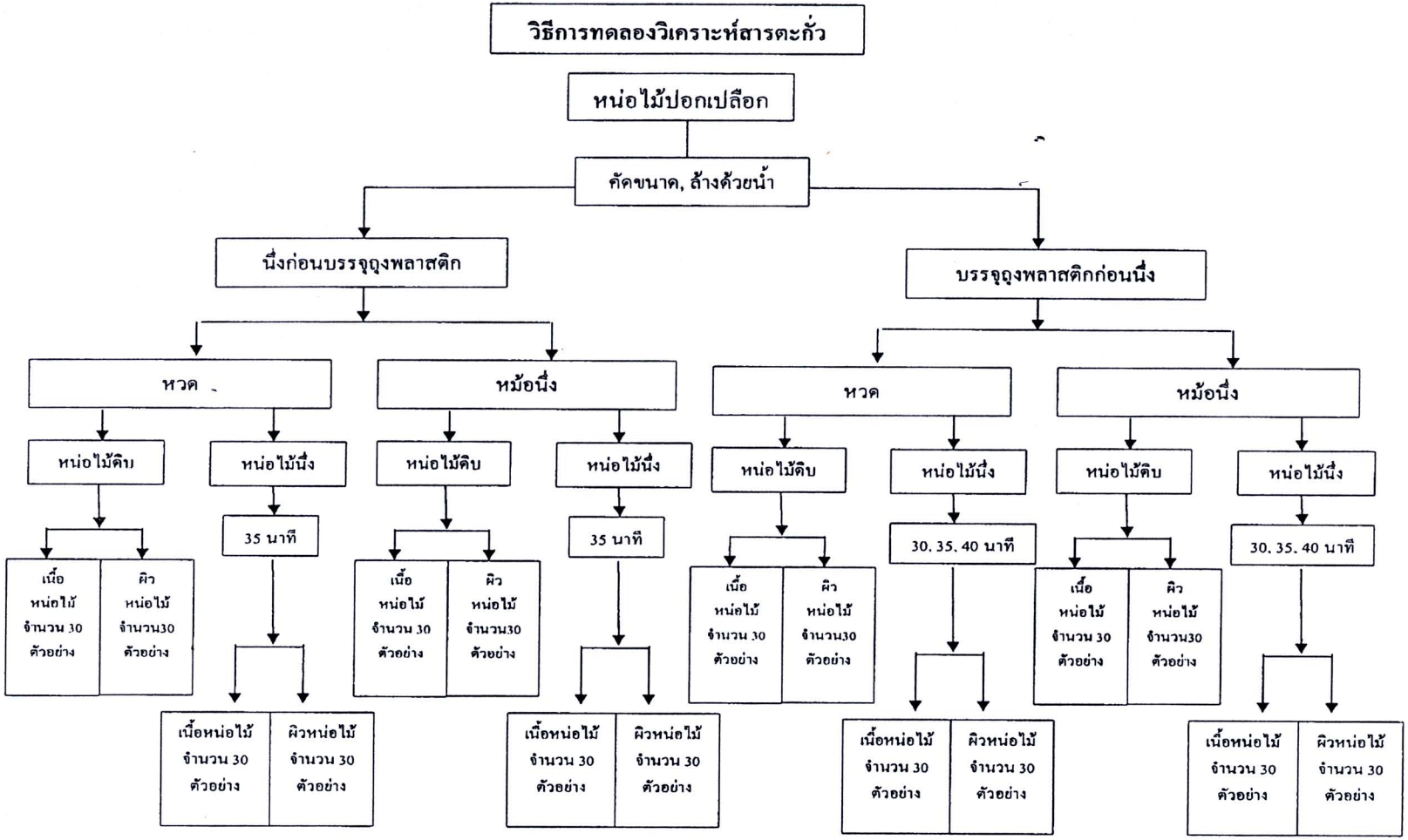
5.1.2 ตัวแปรตาม ได้แก่ ปริมาณของสารเมลามีนและปริมาณสารตะกั่ว

6. จริยธรรมในงานวิจัย

ผู้วิจัยได้ขอยกเว้นจริยธรรมในงานวิจัย ของสำนักงานคณะกรรมการจริยธรรมการวิจัยในมนุษย์ ได้พิจารณาแล้ว ว่าเป็นโครงการที่เข้าข่ายไม่ต้องขอรับรองด้านจริยธรรมการวิจัยในมนุษย์ ตามประกาศมหาวิทยาลัยขอนแก่น ฉบับที่ 99 / 2550 ข้อ 4.5.4 โครงการในห้องปฏิบัติการโดยหาสารปนเปื้อน สารเคมี เชื้อโรค หรือชีววัตถุ และไม่มีการกระทำต่ออาสาสมัคร และได้บรรจุในวาระการประชุมคณะกรรมการจริยธรรมการวิจัยในมนุษย์ ครั้งที่ 14/2553 วาระ 3.3.01 หมายเลขสำคัญของโครงการที่ HE532299



ภาพที่ 7 ขั้นตอนในการศึกษาสารเมลามีน



ภาพที่ 8 ขั้นตอนในการศึกษาสารตะกั่ว