

รายงานผลงานเรื่องเต็มการทดลองที่สิ้นสุด

-
1. แผนงานวิจัย : วิจัยและพัฒนาลำไย
 2. โครงการวิจัย : พัฒนาเทคโนโลยีการลดการตกค้างของซัลเฟอร์ไดออกไซด์ในลำไยเพื่อการส่งออก
 - กิจกรรมที่ 3 : การทดสอบประสิทธิภาพเครื่องตรวจ SO₂ แบบเร็วทดแทนการไทเทรต
 - กิจกรรมย่อย (ถ้ามี) : -
 3. ชื่อการทดลองที่ 3.1 : การทดสอบประสิทธิภาพเครื่องตรวจ SO₂ แบบเร็วทดแทนการไทเทรต
 - ชื่อการทดลองที่ 3.1 : Performance testing of Rapid Sulfur Dioxide Detection Equipment for Replacing Standard Titration in Longan
 4. คณะผู้ดำเนินงาน

หัวหน้าการทดลอง	: นายสถิตย์พงศ์ รัตนคำ	ศวศ.ชม.
ผู้ร่วมงาน	: นายวิทยา อภัย	สวพ.1
	: นายเกรียงศักดิ์ นักผูก	ศวศ.ชม.
	: นายสนอง อมฤกษ์	ศวศ.ชม.

5. บทคัดย่อ

การทดสอบประสิทธิภาพเครื่องตรวจซัลเฟอร์ไดออกไซด์ (SO₂) แบบเร็วทดแทนการไทเทรตมาตรฐาน (AOAC, 2012) ด้วยวิธีคลอเมตริกไทเทรชันจากวิธีชรินทร์ และวัฒนากร (2550) โดยการศึกษาการทำปฏิกิริยาของ SO₂ กับไอโอดีนที่ผลิตขึ้นโดยใช้ไฟฟ้าในสภาวะที่เป็นกรด และหาความสัมพันธ์ของระยะเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยากับความเข้มข้น SO₂ แล้วจึงสร้างเครื่องตรวจ SO₂ แบบเร็วทดแทนการไทเทรต ประกอบด้วย 3 ส่วนหลัก คือ 1) วงจรจ่ายกระแสไฟฟ้าคงที่ 2) วงจรจับเวลาที่จ่ายกระแสไฟฟ้า และ 3) ระบบการกวนผสม จากนั้นทดสอบหาความสัมพันธ์ของระยะเวลาที่เปลี่ยนสีของไอโอดีนกับความเข้มข้นของ SO₂ ได้จากสารมาตรฐาน formaldehyde sodium bisulfite ความเข้มข้นระหว่าง 0-300 ppm

สมการที่ได้ คือ $y = 0.0269x + 5.9454$, $R^2 = 0.9746$ และทดสอบประสิทธิภาพเครื่องตรวจ SO_2 แบบเร็วเปรียบเทียบกับวิธีไทเทรต (AOAC, 2012) ในการทดสอบกับตัวอย่างลำไยที่แช่สารประกอบซัลไฟต์ คือ sodium metabisulfite (SMS) 5%+ HCl 1% นาน 60 นาที พบว่าการวิเคราะห์ด้วยเครื่องตรวจ SO_2 แบบเร็วตรวจพบค่าการตกค้างของ SO_2 ในเนื้อไม้แตกต่างจากวิธีมาตรฐาน AOAC ที่ความเข้มข้นสูง 1000 ppm แต่พบค่าความเข้มข้นต่ำระหว่าง 0-100 ppm ค่ามีความผันผวน ดังนั้นจึงมีการปรับปรุงและพัฒนาต้นแบบเครื่องตรวจ SO_2 แบบเร็วโดยการหาสภาวะที่เหมาะสม พบว่า สามารถใช้สารละลายโพแทสเซียมไอโอไดด์ (KI) ที่ความเข้มข้น 0.05 % (จากเดิม 0.1%) และช่วงความเข้มของแสงในการจับเวลาทำปฏิกิริยาไอโอดิเมตริก (%) ที่ 90/75 ในการวิเคราะห์ SO_2 ได้ โดยมีความสัมพันธ์ของระยะเวลาที่เปลี่ยนสีของไอโอดีนกับความเข้มข้นสารมาตรฐาน formaldehyde sodium bisulphate สมการที่ได้ คือ $y = 0.0464x$, $R^2 = 0.9144$ และทดสอบประสิทธิภาพเครื่องตรวจ SO_2 แบบเร็วเปรียบเทียบกับวิธีไทเทรตมาตรฐาน (AOAC, 2012) ในการทดสอบกับตัวอย่างลำไยที่รม SO_2 มีค่าการตกค้างต่ำกว่า 50 ppm พบว่า การวิเคราะห์ด้วยเครื่องตรวจ SO_2 แบบเร็วตรวจพบค่าการตกค้างของ SO_2 ในเนื้อไม้ใกล้เคียงกับวิธีมาตรฐาน AOAC (2012) จึงสามารถใช้ในการวิเคราะห์คัดกรอง (Screening) เบื้องต้นกับตัวอย่างลำไยที่ผ่านการรม SO_2 ได้ และเครื่องต้นแบบมีต้นทุนประมาณ 50,000 บาท โดยจุดคุ้มทุนของต้นแบบเครื่องตรวจ SO_2 แบบเร็วทดแทนการไทเทรต อยู่ที่ 179 ตัวอย่าง

คำสำคัญ: ลำไย; เครื่องตรวจ SO_2 แบบเร็วทดแทนการไทเทรต; วิธีไทเทรตมาตรฐาน AOAC (2012); ซัลเฟอร์ไดออกไซด์

Abstract

Performance testing of the rapid sulfur dioxide (SO_2) detection equipment by coulometric titrations method following Techapun and Kaewpakdee (2007) to replace standard method (AOAC, 2012) was carried out. This principle was initially from the study of the reaction of SO_2 with iodine produced by electrolysis in acidic conditions and then determines the relationship between the times taken to react with the SO_2 concentration. It was then building the rapid SO_2 detection equipment, consists of three main parts: 1) constant current supply 2) timer circuit that supplies electricity and 3) mixing system. Testing for the relationship of iodine coloring time to 0-300 ppm SO_2 interval produced from formaldehyde sodium bisulfite as a standard solution, the equation was $y = 0.0269x + 5.9454$, $R^2 = 0.9746$, and tested the efficiency with longan samples use of SMS 5% + HCl 1% dipped longan for 60 minutes. The results showed that the residual SO_2

content of fruit pulp in this method was not different from that of standard titrations method (AOAC, 2012) especially at 1000 ppm but found less consistency at low concentration below 100 ppm. Therefore, before the actual use had been improved and developed of the rapid SO₂ detection equipment by finding the optimized conditions. It was found that potassium iodide solution (KI) could be decreased at 0.05% (previously 0.1%) and the intensity of light in the iodometric reaction time (%) at 90/75. In SO₂ analysis, there was a correlation between iodine color change and formaldehyde sodium bisulphate. The equation was $y = 0.0464x$, $R^2 = 0.9144$ and tested the efficiency with longan samples use fumigated with SO₂. The results showed that it was the residual SO₂ content of fruit pulp was not different from that of standard titrations method (AOAC,2012) and the prototype cost about 50,000 baht. The breakeven point of the prototype was 179 samples.

Keywords: Longan fresh; Rapid SO₂ detection equipment; Standard titrations method (AOAC,2012); sulfur dioxide (SO₂)

6. คำนำ

การตกค้างของซัลเฟอร์ไดออกไซด์ (SO₂) ยังคงเป็นปัญหาที่เกิดขึ้นอย่างสม่ำเสมอในปัจจุบันเพราะมีการแจ้งเตือนค่าตกค้างเกินมาตรฐาน ไม่ว่าจะลำไยส่งออกประเทศจีนและอีกหลายประเทศ (ตารางที่ 1) เช่น ประเทศแคนาดา สิงคโปร์ และมาเลเซีย เป็นต้น ถึงแม้ว่าประเทศไทยจะวิเคราะห์ SO₂ ด้วยวิธีมาตรฐานในลำไยส่งออกประเทศจีนทุกล็อตก็ตาม การหาวิธีการวิเคราะห์ที่สะดวกรวดเร็ว ต้นทุนต่ำ ปลอดภัย ใช้ง่าย น่าจะเป็นทางเลือกหนึ่งสำหรับผู้ประกอบการนำไปใช้คัดกรองผลการทดสอบ (Screening) เบื้องต้น กับลำไยที่ผ่านการรม SO₂ ก่อนส่งออกประเทศปลายทางได้

ตารางที่ 1 ข้อกำหนดการใช้ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ในลำไย

ประเทศ	ปริมาณสูงสุดของสารตกค้างยอมให้ตรวจพบ (ppm)	ระยะเวลาขนส่งทางเรือ (วัน)
สิงคโปร์	50 (ค่าทั้งผล)	5-7
จีน	50 (ในเนื้อผล, พิธีสารประเทศไทย/จีนปี 2547)	7-10
มาเลเซีย	30 (ในเนื้อผล)	3
Codex	50 (ค่าทั้งผล)	-
แคนาดา	0	30
อินโดนีเซีย	ไม่ตรวจ	7-10
เวียดนาม	ไม่ตรวจ	2-3

ฝรั่งเศส	10 (ในเนื้อผล) 350 (ในเปลือกผล)	25-28
สหรัฐอเมริกา	10 (เฉพาะผลอ่อน)	28-30

การพัฒนาการวิเคราะห์สารซัลเฟอร์ไดออกไซด์ (SO_2) ที่ตกค้างในเนื้อผลลำไย ด้วยวิธีโคลอมเมตริกไทเทรชัน เป็นวิธีหนึ่งที่สามารถช่วยลดเวลาในการตรวจสอบสารซัลเฟอร์ไดออกไซด์ (SO_2) ที่ตกค้างในลำไยที่ส่งออกได้ และสะดวกต่อการนำไปใช้ภาคสนาม หรือตามด่านตรวจพืชต่างๆ รวมทั้งโรงรม SO_2 ที่ยังไม่มีเครื่องวิเคราะห์เป็นของตนเอง วิธีมาตรฐานที่นิยมใช้ตรวจมี 3 วิธี ได้แก่ 1) Tritimetric method (AOAC, 1990) 2) วิธีไทเทรต Optimized Monier-William Method (AOAC, 2012) ซึ่งเป็นวิธีที่ใช้ในการวิเคราะห์ลำไยส่งออกต่างประเทศในปัจจุบัน และ 3) Chromatographic method ซึ่งแต่ละวิธียุ่งยาก ใช้เวลาวิเคราะห์นาน ผู้วิเคราะห์ต้องชำนาญ และเสียค่าวิเคราะห์สูง

การใช้ Test kit สำหรับองค์การอาหารและยา พบว่า ยังไม่สามารถระบุได้ถึงระดับค่าที่ต้องการ และระดับต่ำสุดที่พบ 150 ppm ซึ่งระบุเพียงพบหรือไม่พบสารซัลไฟต์เท่านั้น การใช้ส่วนมากพบในไวน์ น้ำผลไม้ ผลไม้อบแห้ง ปลาแห้ง เนื้อสัตว์ที่ใช้ test kit strip โดยการวัดหาปริมาณไบซัลไฟต์ไอออน (SO_3^{2-}) ของบริษัท Merck วัดช่วงการเปลี่ยนสีโดยแผ่นกระดาษในสารละลาย กระดาษจะเปลี่ยนสีดังนี้ 10-40-80-180-400 mg/L SO_3^{2-} MQuant™ ข้อเสียของวิธีใช้แผ่นกระดาษเทียบสี คือ ไม่สามารถบอกตัวเลขค่าตกค้างได้แต่บอกเป็นช่วงที่พบและการดูสีบนแผ่นกระดาษด้วยสายตาแต่ละคนแตกต่างกัน

ชรินทร์ และวัฒนากร (2550) พบว่า ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ที่อยู่ในอาหารและเครื่องดื่มในรูปไบซัลไฟต์และซัลไฟต์ ทำปฏิกิริยากับสารละลายไอโอดีนที่ถูกสร้างขึ้นจากการปล่อยกระแสไฟฟ้าสู่สารละลายไอโอดีนผ่านขั้วไฟฟ้าทำงาน โดยพบว่าสภาวะที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยา คือ การใช้กระแสไฟฟ้า 10 มิลลิแอมป์ ในสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไอโอไดด์เข้มข้น 0.1 โมลาร์ เมื่อคำนวณปริมาณกระแสไฟฟ้าที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา หรือเมื่อทราบระยะเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาก็สามารถคำนวณหาปริมาณของซัลเฟอร์ไดออกไซด์ แต่ต้องมีพัฒนาการนำไปใช้จริงในเชิงพาณิชย์ จึงเป็นวิธีที่น่าสนใจนำมาทดสอบแก้ไขปัญหาสำหรับผู้ประกอบการลำไยส่งออก Kanyanee et al. (2013) ได้นำเทคนิคนี้ไปตรวจวัดหาปริมาณกรดแอสคอร์บิกและthiosulfate ที่มีความรวดเร็วและง่ายต่อการนำไปใช้งาน

ปัจจุบันยังไม่มีอุปกรณ์หรือเครื่องมือวัดปริมาณการตกค้างของ SO_2 แบบรวดเร็วในเนื้อผลลำไย ในตู้คอนเทนเนอร์ระหว่างขนส่ง (ภาคสนาม) หรือตามด่านตรวจพืชต่างๆ รวมทั้งโรงรม SO_2 ที่ยังไม่มีเครื่องวิเคราะห์เป็นของตนเอง จึงได้นำเทคนิคโคลอมเมตริกไทเทรชัน คือ อาศัยปฏิกิริยาระหว่าง SO_2 กับไอโอดีนที่ผลิตขึ้นโดยใช้ไฟฟ้าในสภาวะที่เป็นกรด แล้วนำระยะเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยามาคำนวณหาปริมาณ SO_2 และมีการพัฒนาการนำไปใช้ในเชิงพาณิชย์ ซึ่งจะสะดวกสำหรับการใช้งานภาคสนาม

7. วิธีดำเนินการ

- อุปกรณ์และสารเคมี ได้แก่ เครื่องตรวจ SO_2 แบบเร็วทดแทนการไทเทรต ด้วยวิธีคูลอมเมตริกไทเทรชัน จากวิธี ชรินทร์ และวัฒนากร (2550), อุปกรณ์และชุดไทเทรตแบบมาตรฐานตามวิธี Optimized Monier Williams Method (AOAC, 2012), ตัวอย่างลำไย, เครื่องชั่ง, เครื่องวัดปริมาณกระแสไฟฟ้า (Multimeter), เครื่องเขย่า, ไมโครปิเปต, ห้องเย็น, กระดาษกรองเบอร์ 4 และสารเคมี เช่น สารละลายมาตรฐานซัลไฟต์ ได้แก่ sodium sulfite (AR grade, Qrec[®]) และ formaldehyde-sodium bisulfite (AR grade, Aldrich[®]) และสารเคมีอื่นๆ ได้แก่ โพแทสเซียมไอโอไดด์ (KI) (AR grade, Merck[®]), โซเดียมไฮดรอกไซด์ (AR grade, Merck[®]), ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (AR grade, Merck[®]), กรดไฮโดรคลอริก (AR grade, Merck[®]), ethanol (AR grade, Merck[®]) น้ำแข็ง (Soluble GR for analysis, Merck[®]) เป็นต้น

- วิธีการ

7.1 สร้างต้นแบบเครื่องตรวจ SO_2 แบบเร็วทดแทนการไทเทรต ด้วยวิธีคูลอมเมตริกไทเทรชัน จากวิธี ชรินทร์ และวัฒนากร (2550) โดยศึกษาเทคนิคการตรวจ SO_2 แบบเร็ว ด้วยวิธีคูลอมเมตริกไทเทรชัน คือ การทำปฏิกิริยาของ SO_2 กับไอโอดีน และสร้างต้นแบบเครื่องตรวจ SO_2 แบบเร็วทดแทนการไทเทรต

7.2 การทดสอบต้นแบบเครื่องตรวจ SO_2 แบบเร็วทดแทนการไทเทรต ด้วยปฏิกิริยาของ SO_2 และไอโอดีนและทดสอบประสิทธิภาพเครื่องต้นแบบในการตรวจ SO_2 เปรียบเทียบกับวิธีไทเทรตมาตรฐาน (AOAC, 2012) โดยดำเนินการที่ห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ กลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สวพ.1 ต.สันทราย จ.เชียงใหม่

7.2.1 การทดสอบต้นแบบเครื่องตรวจ SO_2 แบบเร็วทดแทนการไทเทรต ด้วยปฏิกิริยาของ SO_2 และไอโอดีน และหาสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์โดยเทคนิคคูลอมเมตริกไทเทรชัน โดยการเตรียมสารมาตรฐานซัลไฟต์ 2 ชนิด คือ สารมาตรฐานโซเดียมซัลไฟต์ (ชรินทร์ และวัฒนากร, 2550) และสารมาตรฐาน formaldehyde sodium bisulphate (AOAC, 2012) เพื่อศึกษาปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมีที่เกิดขึ้นที่ขั้วไฟฟ้าทั้งสอง โดยใช้ปฏิกิริยาไอโอดิเมตริกสังเกตการเปลี่ยนสีของไอโอดีนที่เป็นจุดยุติ โดยตวงสารละลายโพแทสเซียมไอโอไดด์ (KI) เข้มข้น 0.1 M ปริมาตร 200 ml, เติมน้ำแข็งปริมาณ 4 ml และเติมสารมาตรฐานซัลไฟต์ ปริมาตร 2.5 ml สำหรับการไทเทรชัน จากนั้นต่อขั้วไฟฟ้าแอสตันเลสทำงานที่ผลิตไอโอดีน (I_2) เข้าที่ขั้วบวก (anode) ส่วนขั้วไฟฟ้าแอสตันเลสช่วย ต่อเข้ากับขั้วลบ (Cathode) ลงในสารละลายที่ต้องการวัดในปิกรเกอร์ ปริมาตร 500 ml จากนั้นจ่ายกระแสไฟฟ้า 10 mA พร้อมกับเริ่มจับเวลา ทันทีที่สารละลายเปลี่ยนจากไม่มีสีเป็นสีน้ำเงินม่วงให้หยุดเวลา บันทึกเวลาเป็นวินาที และให้มีระบบมีการกวนผสมด้วยเครื่องกวนชนิดแท่งแม่เหล็กหมุน (magnetic stirrer) ตลอดเวลา จากนั้นสร้างกราฟเพื่อหาความสัมพันธ์ระหว่างเวลาที่ทำปฏิกิริยากับความเข้มข้นของสารมาตรฐานซัลไฟต์

7.2.1.1 ทดสอบการใช้สารมาตรฐานโซเดียมซัลไฟต์ (Na_2SO_3) (ชรินทร์ และวัฒนากร, 2550) ที่ความเข้มข้นต่างๆ มีกรรมวิธี 6 กรรมวิธี 10 ซ้ำ รวม 60 ครั้ง

- 1) ความเข้มข้น ของ SO₂ ที่ 31.5 ppm จำนวน 10 ซ้ำ
- 2) ความเข้มข้น ของ SO₂ ที่ 63 ppm จำนวน 10 ซ้ำ
- 3) ความเข้มข้น ของ SO₂ ที่ 126 ppm จำนวน 10 ซ้ำ
- 4) ความเข้มข้น ของ SO₂ ที่ 189 ppm จำนวน 10 ซ้ำ
- 5) ความเข้มข้น ของ SO₂ ที่ 252 ppm จำนวน 10 ซ้ำ
- 6) ความเข้มข้น ของ SO₂ ที่ 315 ppm จำนวน 10 ซ้ำ

สร้างกราฟระหว่างเวลาที่เกิดการเปลี่ยนสีของไอโอดีนและระดับความเข้มข้นของ SO₂ เพื่อสร้างสมการ

7.2.1.2 ทดสอบการใช้สารมาตรฐาน formaldehyde sodium bisulphate (AOAC,2012)

ความเข้มข้นต่างๆ มีกรรมวิธี 5 กรรมวิธี 10 ซ้ำ รวม 50 ครั้ง ได้แก่

- 1) ความเข้มข้น ของ SO₂ ที่ 10 ppm จำนวน 10 ซ้ำ
- 2) ความเข้มข้น ของ SO₂ ที่ 50 ppm จำนวน 10 ซ้ำ
- 3) ความเข้มข้น ของ SO₂ ที่ 100 ppm จำนวน 10 ซ้ำ
- 4) ความเข้มข้น ของ SO₂ ที่ 200 ppm จำนวน 10 ซ้ำ
- 5) ความเข้มข้น ของ SO₂ ที่ 300 ppm จำนวน 10 ซ้ำ

สร้างกราฟระหว่างเวลาที่เกิดการเปลี่ยนสีของไอโอดีนและระดับความเข้มข้นของ SO₂ เพื่อสร้างสมการ

7.2.2 ทดสอบประสิทธิภาพต้นแบบเครื่องตรวจ SO₂ แบบเร็วทดแทนการไทเทรต ในการตรวจสอบมาตรฐาน formaldehyde sodium bisulphate เปรียบเทียบกับวิธีไทเทรตมาตรฐาน (AOAC, 2012) มีกรรมวิธี 5 กรรมวิธี 5 ซ้ำ รวม 25 ครั้ง ได้แก่

- 1) ความเข้มข้น ของ SO₂ ที่ 10 ppm จำนวน 5 ซ้ำ
- 2) ความเข้มข้น ของ SO₂ ที่ 50 ppm จำนวน 5 ซ้ำ
- 3) ความเข้มข้น ของ SO₂ ที่ 100 ppm จำนวน 5 ซ้ำ
- 4) ความเข้มข้น ของ SO₂ ที่ 200 ppm จำนวน 5 ซ้ำ
- 5) ความเข้มข้น ของ SO₂ ที่ 300 ppm จำนวน 5 ซ้ำ

วิเคราะห์เฉลี่ย ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน และ% difference

7.2.3 ทดสอบประสิทธิภาพต้นแบบเครื่องตรวจ SO₂ แบบเร็วทดแทนการไทเทรต ในการตรวจ SO₂ ที่ตกค้างในตัวอย่างลำไย (แอสสารประกอบซัลไฟต์ คือ SMS 5%+ HCl 1%) เปรียบเทียบกับวิธีไทเทรตมาตรฐาน (AOAC, 2012) โดยนำผลลำไยสด 3 กก. แช่ด้วยสารละลายซัลไฟต์นาน 60 นาที (ให้สารซึมเข้าไปในเนื้อมากๆ) เป่าให้แห้งเก็บในตะกร้าพลาสติก 3 kg จากนั้นนำไปเก็บรักษาที่ 5 °C สำหรับรอวิเคราะห์

เปรียบเทียบผลต่อไป ทดสอบเปรียบเทียบวิธีเตรียมตัวอย่างลำไยเพื่อสกัด และกรรมวิธี 3 กรรมวิธี 6 ซ้ำ รวม 18 ครั้ง

1) ชั่งเนื้อน้ำหนัก 50 g ใส่บีกเกอร์ปริมาตร 500 ml และวิเคราะห์วิธีมาตรฐาน (AOAC,2012) จำนวน 6 ซ้ำ

2) ชั่งเนื้อน้ำหนัก 50 g ใส่บีกเกอร์ปริมาตร 500 ml เติมน้ำกลั่น 100 ml แช่นาน 60 นาที วิเคราะห์ด้วยเครื่องตรวจ SO_2 แบบเร็วทดแทนการไทเทรต จำนวน 6 ซ้ำ และค่า SO_2 ที่ตกค้างในตัวอย่าง ลำไย คือ ค่า SO_2 ที่ได้จากการคำนวณตามสมการ ($y = 0.0269x + 5.9454$, $R^2 = 0.9746$)

3) ชั่งเนื้อน้ำหนัก 50 g ใส่ขวดรูปชมพู่ปริมาตร 500 ml เติมน้ำกลั่น 100 ml นำไปเขย่าด้วยความเร็วรอบ 300 rpm นาน 15 นาที วิเคราะห์ด้วยเครื่องตรวจ SO_2 แบบเร็วทดแทนการไทเทรต จำนวน 6 ซ้ำ และค่า SO_2 ที่ตกค้างในตัวอย่างลำไย คือ ค่า SO_2 ที่ได้จากการคำนวณตามสมการ ($y = 0.0269x + 5.9454$, $R^2 = 0.9746$)

7.3 ปรับปรุงและพัฒนาต้นแบบเครื่องตรวจ SO_2 แบบเร็วทดแทนการไทเทรต เพื่อให้เหมาะสมกับการใช้งานภาคสนาม และลดต้นทุนในการวิเคราะห์ตัวอย่าง เนื่องจากเครื่องมือมีความแม่นยำที่เฉพาะค่า SO_2 ที่ช่วงเกิน 100-2000 ppm แต่ช่วงต่ำกว่า 100 ลงมาถึง 0 ppm โดยเฉพาะ 0-50 ppm เป็นช่วงที่สำคัญ เพราะเกณฑ์ค่าตกค้างของ SO_2 ในเนื้อผลลำไยส่งออกประเทศจีนเท่ากับ 50 ppm จึงต้องเน้นช่วง 0-100 ppm และจำเป็นต้องลดต้นทุนสารเคมีที่ใช้งานเพื่อสะดวกกับหน่วยงานอื่นๆ ในการนำไปใช้งานได้ดียิ่งขึ้น

7.3.1 ทดสอบต้นแบบเครื่องตรวจ SO_2 แบบเร็วทดแทนการไทเทรต เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมกับการใช้งานภาคสนาม โดยมีปัจจัย 2 ปัจจัย คือ

- 1) สารละลายโพแทสเซียมไอโอไดด์ (KI) ที่ 3 ความเข้มข้น คือ 0.025%, 0.05% และ 0.1%
- 2) ช่วงความเข้มข้นของแสงในการจับเวลาทำปฏิกิริยาไอโอโดเมตริก (%) คือ 75/90, 80/95 และ 85/90

โดยการใช้ formaldehyde sodium bisulphate เป็นสารมาตรฐานซัลไฟต์ ในการทำทดสอบต้นแบบเครื่องตรวจ SO_2 แบบเร็วทดแทนการไทเทรต โดยตวงสารละลายโพแทสเซียมไอโอไดด์ (KI) ปริมาตร 200 ml, เติมน้ำแบ่งปริมาตร 4 ml และเติมสารมาตรฐานซัลไฟต์ ปริมาตร 2.5 ml สำหรับการไทเทรต จากนั้นต่อขั้วไฟฟ้าสแตนเลสทำงานที่ผลิตไอโอดีน (I_2) เข้าที่ขั้วบวก (anode) ส่วนขั้วไฟฟ้าสแตนเลสช่วย ต่อเข้ากับขั้วลบ (Cathode) ลงในสารละลายที่ต้องการวัดในบีกเกอร์ปริมาตร 500 ml จากนั้นจ่ายกระแสไฟฟ้า 10 mA พร้อมกับเริ่มจับเวลา ทันทีที่สารละลายเปลี่ยนจากไม่มีสีเป็นสีน้ำเงินม่วงให้หยุดเวลา บันทึกเวลาเป็นวินาที และให้มีระบบมีการกวนผสมด้วยเครื่องกวนชนิดแท่งแม่เหล็กหมุน (magnetic stirrer) ตลอดเวลา จากนั้นสร้างกราฟเพื่อหาความสัมพันธ์ระหว่างเวลาที่ทำปฏิกิริยากับความเข้มข้นของสารมาตรฐานซัลไฟต์

7.3.1.1 ทดสอบการใช้สารละลายโพแทสเซียมไอโอไดด์ (KI) ที่ความเข้มข้น ต่างๆ มีกรรมวิธี 3 กรรมวิธี 5 ซ้ำ รวม 15 ครั้ง ได้แก่

- 1) ความเข้มข้น ของ KI 0.025 % จำนวน 5 ซ้ำ
- 2) ความเข้มข้น ของ KI 0.05% จำนวน 5 ซ้ำ
- 3) ความเข้มข้น ของ KI 0.1 % จำนวน 5 ซ้ำ

สร้างกราฟระหว่างเวลาที่เกิดการเปลี่ยนสีของไอโอดีนและระดับความเข้มข้นของ SO₂ เพื่อสร้างสมการ

7.3.1.2 ทดสอบการใช้ช่วงความเข้มของแสงในการจับเวลาทำปฏิกิริยาไอโอดิเมตริก ที่ช่วงความเข้มแสงต่างๆ กัน มีกรรมวิธี 3 กรรมวิธี 5 ซ้ำ รวม 15 ครั้ง ได้แก่

- 1) ช่วงความเข้มของแสงที่ใช้ในการจับเวลา (%) 90/75 จำนวน 5 ซ้ำ
- 2) ช่วงความเข้มของแสงที่ใช้ในการจับเวลา (%) 90/80 จำนวน 5 ซ้ำ
- 3) ช่วงความเข้มของแสงที่ใช้ในการจับเวลา (%) 90/85 จำนวน 5 ซ้ำ

สร้างกราฟระหว่างเวลาที่เกิดการเปลี่ยนสีของไอโอดีนและระดับความเข้มข้นของ SO₂ เพื่อสร้างสมการ

7.3.2 ทดสอบต้นแบบเครื่องตรวจ SO₂ แบบเร็วทดแทนการไทเทรต โดยการใช้ formaldehyde sodium bisulphate เป็นสารมาตรฐานซัลไฟต์ ในการทำทดสอบต้นแบบเครื่องตรวจ SO₂ แบบเร็วทดแทนการไทเทรต โดยดวงสารละลายโพแทสเซียมไอโอไดด์ (KI) ความเข้มข้น 0.05 % ปริมาตร 200 ml, เติมน้ำแข็งปริมาตร 4 ml และเติมสารมาตรฐานซัลไฟต์ ปริมาตร 2.5 ml สำหรับการไทเทรชัน จากนั้นต่อขั้วไฟฟ้าแคตโอดทำงานที่ผลิตไอโอดีน (I₂) เข้าที่ขั้วบวก (anode) ส่วนขั้วไฟฟ้าแคตโอดช่วย ต่อเข้ากับขั้วลบ (Cathode) ลงในสารละลายที่ต้องการวัดในปิกรเกอร์ปริมาตร 500 ml จากนั้นจ่ายกระแสไฟฟ้า 10 mA พร้อมกับเริ่มจับเวลา ทันทีที่สารละลายเปลี่ยนจากไม่มีสีเป็นสีน้ำเงินม่วงให้หยุดเวลา บันทึกเวลาเป็นวินาที และให้มีระบบมีการกวนผสมด้วยเครื่องกวนชนิดแท่งแม่เหล็กหมุน (magnetic stirrer) ตลอดเวลา จากนั้นสร้างกราฟเพื่อหาความสัมพันธ์ระหว่างเวลาที่ทำปฏิกิริยากับความเข้มข้นของสารมาตรฐานซัลไฟต์ มีกรรมวิธี 6 กรรมวิธี 10 ซ้ำ รวม 25 ครั้ง ได้แก่

- 1) ความเข้มข้น ของ SO₂ ที่ 0 ppm จำนวน 10 ซ้ำ
- 2) ความเข้มข้น ของ SO₂ ที่ 10 ppm จำนวน 10 ซ้ำ
- 3) ความเข้มข้น ของ SO₂ ที่ 50 ppm จำนวน 10 ซ้ำ
- 4) ความเข้มข้น ของ SO₂ ที่ 100 ppm จำนวน 10 ซ้ำ
- 5) ความเข้มข้น ของ SO₂ ที่ 200 ppm จำนวน 10 ซ้ำ
- 6) ความเข้มข้น ของ SO₂ ที่ 300 ppm จำนวน 10 ซ้ำ

สร้างกราฟระหว่างเวลาที่เกิดการเปลี่ยนสีของไอโอดีนและระดับความเข้มข้นของ SO_2 เพื่อสร้างสมการ

7.3.3 ทดสอบประสิทธิภาพต้นแบบเครื่องตรวจ SO_2 แบบเร็วทดแทนการไทเทรต ในการตรวจ SO_2 ที่ตกค้างในตัวอย่างลำไยที่รม SO_2 เปรียบเทียบกับวิธีไทเทรตมาตรฐาน (AOAC, 2012) มีกรรมวิธี 2 กรรมวิธี 6 ซ้ำ รวม 12 ครั้ง

1) วิเคราะห์วิธีมาตรฐาน (AOAC, 2012) จำนวน 6 ซ้ำ

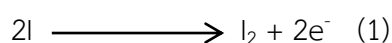
2) บดตัวอย่างเนื้อที่ผ่านการรม SO_2 ชั่งน้ำหนัก 50 g ในปิកเกอร์ปริมาตร 500 ml เติมน้ำกลั่น 100 ml แช่นาน 60 นาที กรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 4 และวิเคราะห์ด้วยเครื่องตรวจ SO_2 แบบเร็วทดแทนการไทเทรต จำนวน 6 ซ้ำ และค่า SO_2 ที่ตกค้างในตัวอย่างลำไย คือ ค่า SO_2 ที่ได้จากการคำนวณตามสมการ ($y = 0.0464x$, $R^2 = 0.9144$)

7.4 วิเคราะห์ทางเศรษฐศาสตร์

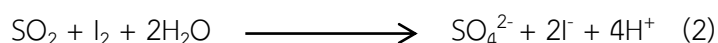
- เวลาและสถานที่ ดำเนินการตั้งแต่ ตุลาคม 2558 – กันยายน 2560 ที่ห้องปฏิบัติการกลุ่มพัฒนาการตรวจสอบพืชและปัจจัยการผลิต สวพ.1 และศูนย์วิจัยเกษตรวิศวกรรมเชียงใหม่

8. ผลการทดลองและวิจารณ์

8.1 สร้างต้นแบบเครื่องตรวจ SO_2 แบบเร็วทดแทนการไทเทรต ด้วยวิธีคูลอมเมตริกไทเทรชัน จากวิธีชรินทร์และวัฒนากร (2550) จากการศึกษาปฏิกิริยาของ SO_2 และไอโอดีนที่ขั้วไฟฟ้า โดย SO_2 อยู่ทางขั้วแอโนดในสารละลาย KI 0.1 M เมื่อจ่ายกระแสไฟฟ้าลงไปจะเกิดการผลิตสารไอโอดีนขึ้นตามสมการที่ 1



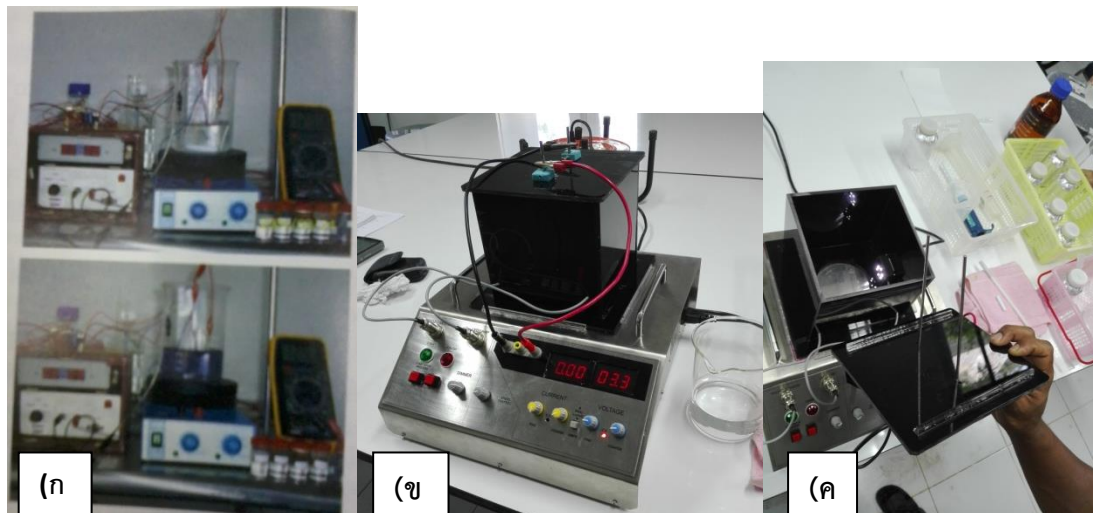
ไอโอดีนที่เกิดขึ้นจะทำปฏิกิริยากับ SO_3^{2-} (หรือ HSO_3^- , SO_2) ต่อไปทันทีจนถึงจุดยุติที่อินดิเคเตอร์ คือน้ำแบ่งเกิดการเปลี่ยนสีจากสารละลายใสกลายเป็นสีน้ำเงิน แสดงสมการการเกิดปฏิกิริยาระหว่าง SO_2 และไอโอดีนดังสมการที่ 2



ปริมาณไอโอดีนที่ถูกผลิตขึ้นและใช้ไปในปฏิกิริยาสามารถคำนวณได้จากปริมาณไฟฟ้าที่ใช้ โดยปริมาณไฟฟ้าที่ใช้จะสัมพันธ์กับปริมาณของสารตามหลักของฟาราเดย์ ปริมาณไฟฟ้าที่ใช้สามารถคำนวณได้จากปริมาณกระแสไฟฟ้าและเวลาที่ใช้ในการไทเทรต

สร้างต้นแบบเครื่องตรวจ SO_2 แบบเร็วทดแทนการไทเทรต ด้วยวิธีคูลอมเมตริกไทเทรชัน (เป็นชุดเครื่องมือวิเคราะห์ทางไฟฟ้าเคมีที่) ประกอบไปด้วยวงจรจ่ายกระแสไฟฟ้าคงที่ที่ตั้งค่าได้ วงจรจับเวลาที่จ่าย

กระแสไฟฟ้า จึงสามารถหาปริมาณไฟฟ้าที่ใช้ในการผลิตเพื่อทำปฏิกิริยาได้จากผลคูณของกระแสไฟฟ้าคงที่กับเวลา และมี sensor สำหรับวัดความเข้มของแสงที่ผ่านตัวอย่างที่ตั้งค่าได้ และมีร่องหลุมวางลึกลงไปในเครื่อง เครื่องต้นแบบปัจจุบันมีต้นทุนประมาณ 50,000 บาท



ภาพที่ 1 ต้นแบบเครื่องตรวจ SO_2 แบบเร็วทดแทนการไทเทรตตามแบบชรินทร์และวัฒนากร (2550) (ก) ต้นแบบเครื่องตรวจ SO_2 แบบเร็วทดแทนการไทเทรต (ข) ใช้ขั้วไฟฟ้าจากเสตนเลสทดแทนแท่งกราไฟต์แบบเดิม (ค)

8.2 ทดสอบการทำงานและประสิทธิภาพของต้นแบบเครื่องตรวจ SO_2 แบบเร็วทดแทนการไทเทรต

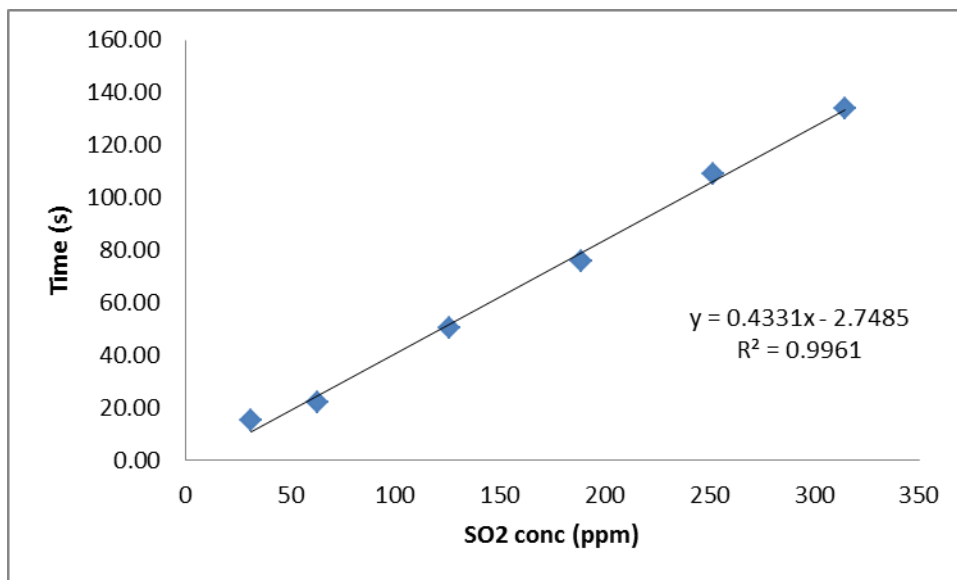
8.2.1 ทดสอบการทำงานต้นแบบเครื่องตรวจ SO_2 แบบเร็วทดแทนการไทเทรต เพื่อหาความสัมพันธ์ระหว่างเวลาที่ทำปฏิกิริยากับความเข้มข้นของสารมาตรฐานซัลไฟต์

8.2.1.1 ทดสอบการใช้สารมาตรฐานโซเดียมซัลไฟต์ ใช้สารอิเล็กโทรไลต์เป็น 0.1 M KI สามารถผลิตไอโอดีน (I_2) ซึ่งเป็นไทเทรนต์ในการหาปริมาณ SO_2 ได้ พบว่า การวิเคราะห์สารละลายต้องผสมกับสารคงสภาพ คือ NaOH เข้มข้น 0.1% ในสารละลายมาตรฐานโซเดียมซัลไฟต์ทุกครั้งเพื่อเพิ่มความเสถียรของ SO_2 ไม่ให้สลายตัวตามงานของชรินทร์ (2550) โดยระยะเวลาที่เปลี่ยนสีของไอโอดีนสัมพันธ์กับความเข้มข้นทุกความเข้มข้น สมการที่ได้ เมื่อ $y = 0.4331x - 2.7485$, $R^2 = 0.9961$ (ภาพที่ 2)

เครื่องมือที่พัฒนาขึ้นโดยอาศัยหลักการของคูลอมเมตริกไทเทรชัน ได้สภาวะที่เหมาะสมที่ใช้ในการวิเคราะห์ดังนี้

Direct current	0.01 A / 3.0 V
KI	200 ml
น้ำแป้ง	4 ml
สารมาตรฐานซัลไฟต์	2.5 ml

NaOH	0.1%
% แสงผ่านตัวอย่าง	90/85



ภาพที่ 2 ทดสอบการใช้สารมาตรฐานโซเดียมซัลไฟต์ ในสารอิเล็กโทรไลต์เป็น 0.1 M KI สามารถผลิตไอโอดีน (I₂) ซึ่งเป็นไทเทรนต์ในการหาปริมาณ SO₂ ได้ สมการที่ได้ เมื่อ y = เวลาที่ใช้ไทเทรชันสารเปลี่ยนเป็นสีน้ำเงินม่วงอ่อน และ x = ความเข้มข้นของ SO₂

ตารางที่ 2 การวิเคราะห์สารละลายมาตรฐานโซเดียมซัลไฟต์ที่ความเข้มข้นต่างๆ ด้วยเทคนิคคูโลมเมตริก

SO ₂ conc (ppm)	Time (s)	Time ± SD
31.5	15	15.0 ± 1.15
63	22	22.0 ± 2.26
126	50.3	50.3 ± 2.67
189	75.8	75.8 ± 5.20
252	109.2	109.2 ± 5.79
315	134.1	134.1 ± 9.02

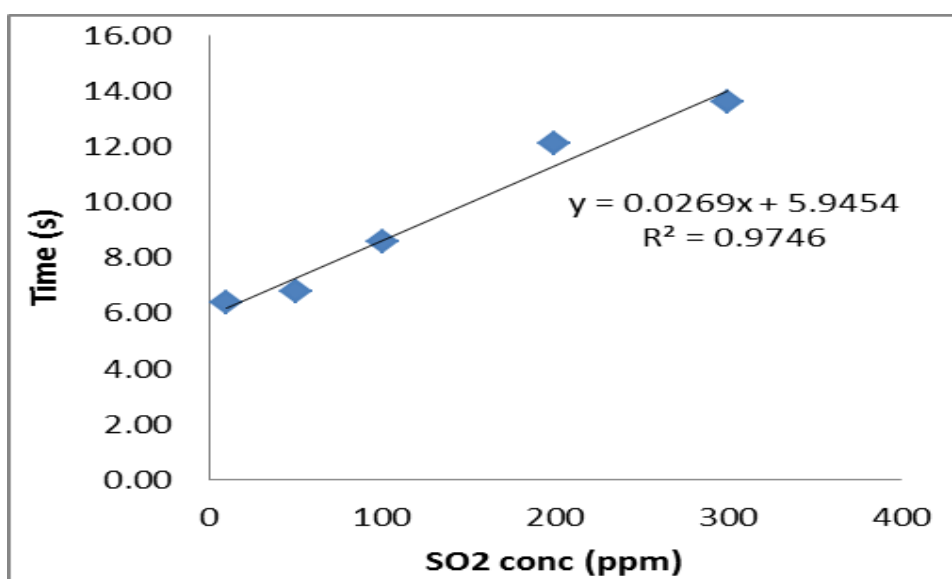
หมายเหตุ : ^{1/} = ผลการทดลองเป็นค่าเฉลี่ยจากการตรวจวัด 10 ครั้ง

8.2.1.2 ทดสอบการใช้สารมาตรฐาน formaldehyde sodium bisulphate สำหรับเป็นสารมาตรฐาน SO₂ ได้ตั้งแต่ความเข้มข้นต่ำ กลาง และสูง คือ 10, 50, 100, 200 และ 300 ppm ตามลำดับ โดยมีความสัมพันธ์กันระหว่างระยะเวลาที่เปลี่ยนสีของไอโอดีนสัมพันธ์กับความเข้มข้นทุกความเข้มข้น สมการ

ที่ได้ เมื่อ $y = 0.0269x + 5.9454$, $R^2 = 0.9746$ (ภาพที่ 3) ผลสอดคล้องกับผลการทดลองของชรินทร์ และ วัฒนากร (2550) ที่สารละลายมาตรฐาน sodium sulfite ในช่วงระหว่าง 0.25-2.5 mM (16-252 ppm, 64 ppm $\text{SO}_2 = 1 \text{ mM}$) การทวนสอบผลของสารมาตรฐานกับสมการโดยการตรวจวัดความเข้มข้นละ 5 ซ้ำ มีค่าความแตกต่างอยู่ในระดับที่ยอมรับได้ (ตารางที่ 3)

เครื่องมือที่พัฒนาขึ้นโดยอาศัยหลักการของคูอมเมตริกไทเทรชัน ได้สภาวะที่เหมาะสมที่ใช้ในการวิเคราะห์ดังนี้

Direct current	0.01 A / 3.0 V
KI	200 ml
น้ำแป้ง	4 ml
สารมาตรฐานซัลไฟต์	2.5 ml
% แสงผ่านตัวอย่าง	90/85



ภาพที่ 3 ทดสอบการใช้สารมาตรฐาน formaldehyde sodium bisulphate ในสารอิเล็กโทรไลต์เป็น 0.1 M KI สามารถผลิตไอโอดีน (I_2) ซึ่งเป็นไทเทรนต์ในการหาปริมาณ SO_2 ได้ สมการที่ได้ เมื่อ $y =$ เวลาที่ใช้ไทเทรชันสารเปลี่ยนเป็นสีน้ำเงินม่วงอ่อน และ $x =$ ความเข้มข้นของ SO_2

ตารางที่ 3 การวิเคราะห์สารละลายมาตรฐาน formaldehyde sodium bisulphate ที่ความเข้มข้นต่างๆ ด้วยเทคนิคคูอมเมตริก ($y = 0.0269x + 5.9454$, $R^2 = 0.9746$)

SO ₂ conc (ppm)	Time ¹ ± SD	สารละลายมาตรฐานที่วัดได้ ² (ppm)	%different
10	6.40 ± 0.52	16.90	69.00
50	6.80 ± 0.63	54.07	8.14
100	8.60 ± 0.70	128.42	28.42
200	12.10 ± 1.10	232.51	16.26
300	13.60 ± 1.07	314.50	4.77

หมายเหตุ : ^{1/} = ผลการทดลองเป็นค่าเฉลี่ยจากการตรวจวัด 10 ครั้ง

^{2/} = ผลการทดลองเป็นค่าเฉลี่ยจากการตรวจวัด 5 ครั้ง

8.2.2 การทดสอบประสิทธิภาพเครื่องมือที่พัฒนาขึ้นในการตรวจ SO₂ เปรียบเทียบกับวิธีเทรตมาตรฐาน (AOAC, 2012) พบว่าการวัดสารมาตรฐานซัลไฟต์ คือ formaldehyde sodium bisulphate ที่ความเข้มข้นต่างๆ กันพบว่าวิธีมาตรฐาน AOAC และวิธีที่พัฒนาขึ้นมีปริมาณ SO₂ ที่วัดได้ทุกความเข้มข้นไม่แตกต่างกัน (ตารางที่ 4)

ตารางที่ 4 เปรียบเทียบการตรวจวัดปริมาณซัลเฟอร์ไดออกไซด์ในสารละลายมาตรฐาน formaldehyde sodium bisulphate ที่ความเข้มข้นต่างๆ กันระหว่างวิธีมาตรฐาน AOAC (2012) กับวิธีที่พัฒนาขึ้นเทคนิคคอลอมเมตริก (ชรินทร์ และวัฒนากร, 2550)

Method	SO ₂ (ppm)	ความเข้มข้นของ SO ₂ ที่วัดได้ (ppm)	% difference
AOAC (2012)	10	12.81cd	28.1
	50	44.84cd	-10.3
	100	85.84c	-14.2
	200	187.05b	-6.5
	300	299.80a	-0.1
วิธีที่พัฒนาขึ้น	10	11.19d	11.9
	50	52.28cd	4.6
	100	93.38c	-6.6
	200	202.97b	1.5
	300	298.86a	-0.4

%CV

27.16

8.2.3 การทดสอบประสิทธิภาพเครื่องตรวจ SO₂ แบบเร็วทดแทนการไทเทรตเปรียบเทียบกับวิธีไทเทรตมาตรฐาน (AOAC, 2012) ในการทดสอบกับตัวอย่างลำไยที่แช่สารประกอบซัลไฟต์ คือ SMS 5%+ HCl 1% พบว่า วิธีสกัดด้วยการนำไปเขย่าด้วยความเร็วรอบ 300 rpm นาน 15 นาที และวิเคราะห์ด้วยเครื่องตรวจ SO₂ แบบเร็วทดแทนการไทเทรต มีค่าการตกค้างของ SO₂ ในเนื้อไม้แตกต่างจากวิธีมาตรฐาน AOAC สอดคล้องกับผลของ วิธีชินทร์ และวัฒนากร (2550) (ตารางที่ 5) แต่การแช่นาน 60 นาที ค่าการตกค้างของ SO₂ ในเนื้อลดลงอาจจะเนื่องจากการเตรียมตัวอย่างเนื้อผลด้วยวิธีการฉีกเป็นชิ้นเล็กๆ พื้นที่สัมผัสกับตัวทำละลาย คือ น้ำกลั่นอาจจะน้อย ควรจะเปลี่ยนเป็นการบดตัวอย่างจะช่วยเพิ่มพื้นที่สัมผัสได้ดีขึ้น ควรเพิ่มการกรองตัวอย่างด้วยกระดาษกรอง เป็นต้น การทดลองควรทดสอบซ้ำกับตัวอย่างลำไยที่รมความเข้มข้นในเนื้อต่ำลงใกล้กับค่า 0-50 ppm ที่วิธีการที่พัฒนาขึ้นมีความแม่นยำเพียงพอหรือไม่

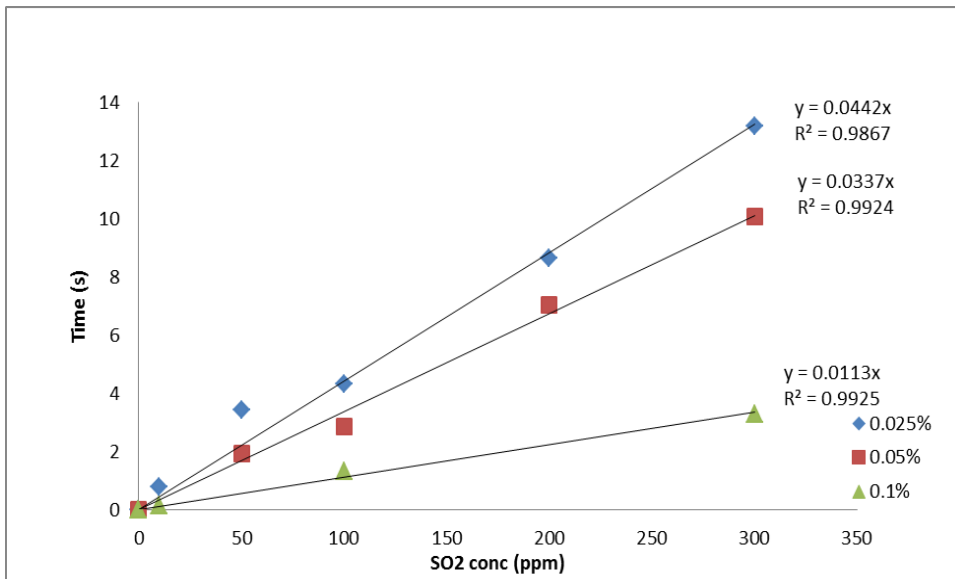
ตารางที่ 5 เปรียบเทียบการตรวจวัดปริมาณซัลเฟอร์ไดออกไซด์ ในตัวอย่างลำไยที่มี SO₂ ตกค้างในเนื้อผลสูง (ที่แช่ด้วย SMS 5% + HCl 1 % นาน 60 นาที) กับวิธีที่พัฒนาขึ้นและวิธีมาตรฐาน AOAC

กรรมวิธี	ค่า SO ₂ ตกค้างในเนื้อผล ^{1/} (ppm)
วิธีมาตรฐาน AOAC (2012)	1,242.0a
เครื่องตรวจ SO ₂ แบบเร็วทดแทนการไทเทรต (แช่ 60 นาที)	969.2b
เครื่องตรวจ SO ₂ แบบเร็วทดแทนการไทเทรต (เขย่า 15 นาที)	1,181.5a

หมายเหตุ : ^{1/} = ผลการทดลองเป็นค่าเฉลี่ยจากการตรวจวัด 6 ครั้ง

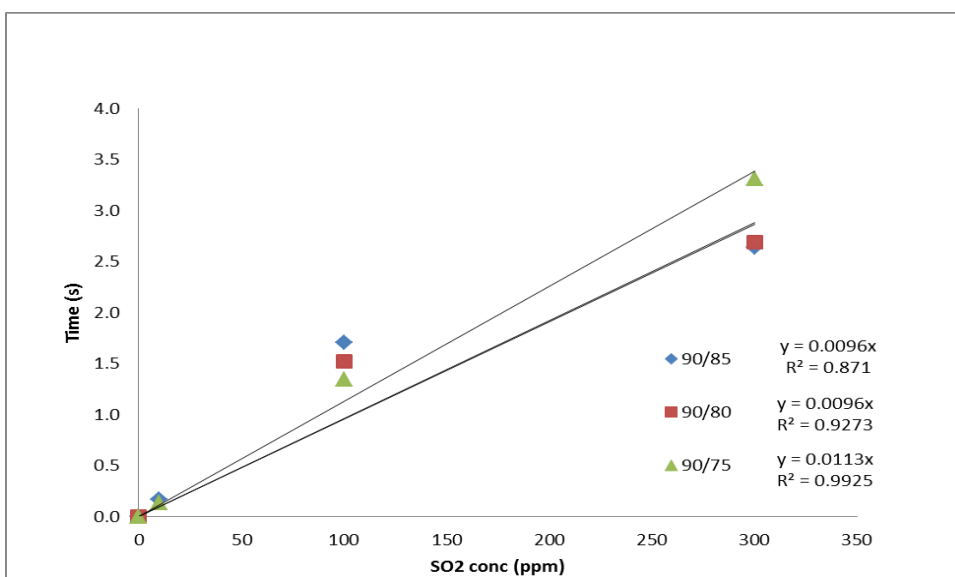
8.3 ปรับปรุงและพัฒนาต้นแบบเครื่องตรวจ SO₂ แบบเร็วทดแทนการไทเทรต เพื่อให้เหมาะสมกับการใช้งานภาคสนาม และลดต้นทุนในการวิเคราะห์ตัวอย่าง

8.3.1.1 การทดสอบหาสภาวะที่เหมาะสมของการใช้สารละลายโพแทสเซียมไอโอไดด์ (KI) ที่ความเข้มข้นต่างๆ พบว่า สารละลายโพแทสเซียมไอโอไดด์ (KI) ที่ความเข้มข้น 0.05 % และ 0.1% ให้ค่า R² ไม่แตกต่างกัน แต่สารละลายโพแทสเซียมไอโอไดด์ (KI) ที่ความเข้มข้น 0.025 % ให้ค่า R² ลดลงนั้นหมายความว่าสามารถใช้สารละลายโพแทสเซียมไอโอไดด์ (KI) ที่ความเข้มข้น 0.05 % ในการทดสอบของเครื่องตรวจ SO₂ แบบเร็วทดแทนการไทเทรตได้ ซึ่งเป็นการลดต้นทุนในการวิเคราะห์ตัวอย่างจากเดิมที่ใช้ KI ความเข้มข้น 0.1% (ภาพที่ 4)



ภาพที่ 4 ทดสอบหาสภาวะที่เหมาะสมของการใช้สารละลายโพแทสเซียมไอโอไดด์ (KI)

8.3.1.2 การทดสอบหาสภาวะที่เหมาะสมของการใช้ช่วงความเข้มของแสงในการจับเวลาทำปฏิกิริยาไอโอโดเมตริก พบว่า ช่วงความเข้มของแสงในการจับเวลาทำปฏิกิริยาไอโอโดเมตริก (%) ที่ 90/75 ให้ค่า R^2 สูงสุด เมื่อเทียบกับช่วงความเข้มของแสงในการจับเวลาอื่นๆ จากเดิมที่ใช้ % ช่วงความเข้มชั้นที่ 90/85 และมีผลทำให้ความสามารถของเครื่องในการวัดค่าความเข้มข้นต่ำช่วงระหว่าง 0-100 ppm แยกดีขึ้น ค่าความชันดีขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับช่วงอื่นๆ

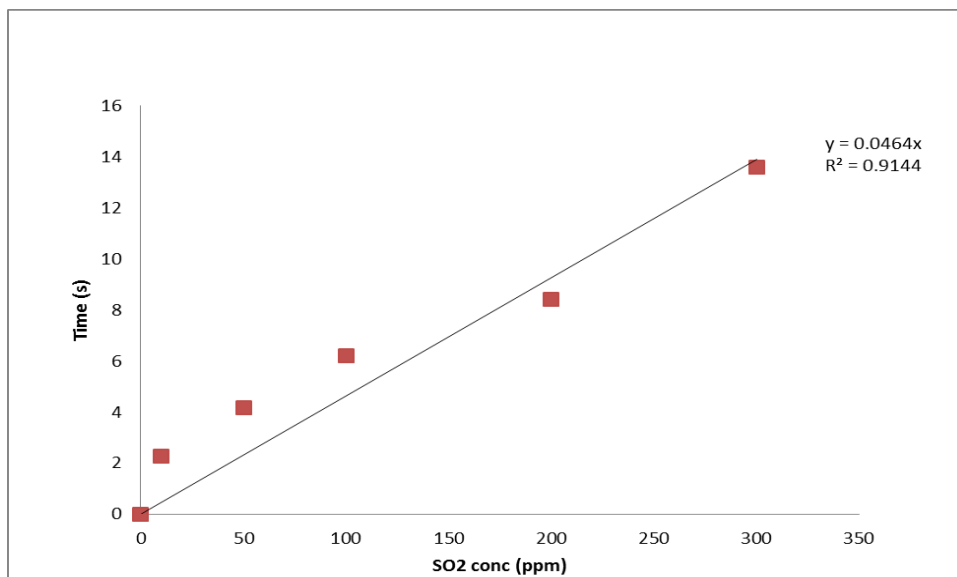


ภาพที่ 5 ทดสอบหาสภาวะที่เหมาะสมของการใช้ช่วงความเข้มของแสงในการจับเวลาทำปฏิกิริยาไอโอดิเมตริก

8.3.2 ทดสอบการใช้สารมาตรฐาน formaldehyde sodium bisulphate สำหรับเป็นสารมาตรฐาน SO_2 ได้ตั้งแต่ความเข้มข้นต่ำ กลาง และสูง คือ 0, 10, 50, 100, 200 และ 300 ppm ตามลำดับ โดยมีความสัมพันธ์กันระหว่างระยะเวลาที่เปลี่ยนสีของไอโอดีนสัมพันธ์กับความเข้มข้นทุกความเข้มข้น สมการที่ได้ เมื่อ $y = 0.0464x$, $R^2 = 0.9144$ (ภาพที่ 6)

เครื่องมือที่พัฒนาขึ้นโดยอาศัยหลักการของคูอมเมตริกไทเทรชัน ได้สภาวะที่เหมาะสมที่ใช้ในการวิเคราะห์ดังนี้

Direct current	0.01 A / 3.0 V
KI (0.05 %)	200 ml
น้ำแป้ง	4 ml
สารมาตรฐานซัลไฟต์	2.5 ml
% แสงผ่านตัวอย่าง	90/75



ภาพที่ 6 ทดสอบการใช้สารมาตรฐาน formaldehyde sodium bisulfite ในสารอิเล็กโทรไลต์เป็น 0.05 M KI สามารถผลิตไอโอดีน (I_2) ซึ่งเป็นไทเทรนต์ในการหาปริมาณ SO_2 ได้ สมการที่ได้ เมื่อ $y =$ เวลาที่ใช้ไทเทรชันสารเปลี่ยนเป็นสีน้ำเงินม่วงอ่อน และ $x =$ ความเข้มข้นของ SO_2

8.3.3 การทดสอบประสิทธิภาพเครื่องตรวจ SO_2 แบบเร็วทดแทนการไทเทรต เปรียบเทียบกับวิธีไทเทรตมาตรฐาน (AOAC, 2012) ในการทดสอบกับตัวอย่างลำไยที่รม SO_2 พบว่า การวิเคราะห์ด้วย

เครื่องตรวจ SO₂ แบบเร็วทดแทนการไทเทรต มีค่าการตกค้างของ SO₂ ในเนื้อที่พบใกล้เคียงกับวิธีมาตรฐาน AOAC (2012) มีค่าความแตกต่างไม่มากนัก ซึ่งความแตกต่างอยู่ในช่วง 0.95 – 8.38 ppm (ตารางที่ 6) ช่วงความแตกต่างพบใกล้เคียงกับซรินทร์และวัฒนากร (2550) ที่พบ 1-6 ppm ในอนาคตควรเพิ่มการวิเคราะห์เปรียบเทียบกับวิธีมาตรฐานกับจำนวนตัวอย่างให้มากขึ้น

ตารางที่ 6 เปรียบเทียบการตรวจวัดปริมาณซัลเฟอร์ไดออกไซด์ ในตัวอย่างลำไยที่รม SO₂ ตกค้างในเนื้อ กับ วิธีที่พัฒนาขึ้นและวิธีมาตรฐาน AOAC

ตัวอย่างลำไยที่รม SO ₂	ค่า SO ₂ (ppm) ตกค้างในเนื้อผล ^{1/} (ppm)		Difference	% Difference
	วิธีมาตรฐาน AOAC (2012)	เครื่องตรวจ SO ₂ แบบเร็ว ทดแทนการไทเทรต		
ตัวอย่างที่ 1	2.63	1.68 ± 0.15	0.95	32.12
ตัวอย่างที่ 2	29.77	21.09 ± 1.06	8.38	29.16

หมายเหตุ : ^{1/} = ผลการทดลองเป็นค่าเฉลี่ยจากการตรวจวัด 6 ครั้ง

8.4 วิเคราะห์ทางเศรษฐศาสตร์ โดยการวิเคราะห์ความคุ้มค่าในการใช้ต้นแบบเครื่องตรวจ SO₂ แบบเร็วทดแทนการไทเทรตเปรียบเทียบกับวิธีมาตรฐาน AOAC (2012) หาได้จาก

รายจ่าย = รายได้

คือ ค่าเครื่องต้นแบบ = จำนวนตัวอย่าง (ค่าวิเคราะห์สาร SO₂ – ค่าสารเคมี)

เมื่อ - ต้นแบบเครื่องตรวจ SO₂ แบบเร็วทดแทนการไทเทรต มีราคาประมาณ 50,000 บาท
- ค่าวิเคราะห์สาร SO₂ ด้วยวิธีมาตรฐาน AOAC (2012) 300-500 บาท/ตัวอย่าง (คิดราคา
400 บาท/ตัวอย่าง)

- ค่าสารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์ ประมาณ 120 บาท/ตัวอย่าง

แทนค่า 50,000 = จำนวนตัวอย่าง (400 – 120)

จำนวนตัวอย่าง = 50,000/(280)

= 178.57

ดังนั้น จุดคุ้มทุนของต้นแบบเครื่องตรวจ SO₂ แบบเร็วทดแทนการไทเทรต อยู่ที่ 179 ตัวอย่าง

9. สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

เครื่องตรวจ SO₂ แบบเร็วทดแทนการไทเทรตด้วยหลักการคูลอมเมตริกจากวิธีชรินทร์และวัฒนากร (2550) ประกอบด้วย 3 ส่วนหลัก คือ 1) วงจรจ่ายกระแสไฟฟ้าคงที่ที่ตั้งค่าได้ 2) วงจรจับเวลาที่จ่ายกระแสไฟฟ้าและมี sensor วัดความเข้มของแสงที่ตั้งค่าได้สำหรับหยุดวงจรเวลา 3) ระบบการกวนผสม ด้วยเครื่องกวนชนิดแท่งแม่เหล็กหมุน (magnetic stirrer) มีประสิทธิภาพในการตรวจสอบสาร SO₂ ตกค้างในเนื้อผลลำไย โดยสามารถใช้ screening ค่าเบื้องต้นได้ระหว่าง 0-300 ppm ในตัวอย่างเนื้อผล ต้นทุนต่ำกว่าวิธีมาตรฐาน AOAC การสกัดง่ายและใช้เวลาวิเคราะห์สั้นลง สารเคมีที่ใช้ปลอดภัย และสะดวกกว่าวิธีมาตรฐาน AOAC

ผลการทดสอบการทำงานเครื่องต้นแบบตรวจ SO₂ แบบเร็วทดแทนการไทเทรตเบื้องต้น โดยทดสอบเปรียบเทียบการใช้สารมาตรฐานซัลไฟต์ พบว่า สารมาตรฐาน formaldehyde sodium bisulphate มีความเสถียรของ SO₂ มากกว่าสารมาตรฐานโซเดียมซัลไฟต์ โดยมีความสัมพันธ์กันระหว่างระยะเวลาที่เปลี่ยนสีของไอโอดีนสัมพันธ์กับความเข้มข้นทุกความเข้มข้น สมการที่ได้ เมื่อ $y = 0.0269x + 5.9454$, $R^2 = 0.9746$ แล้ว ทวนสอบผลของสารมาตรฐานกับสมการ พบว่า มีค่าความแตกต่างอยู่ในระดับที่ยอมรับได้ และทดสอบประสิทธิภาพเครื่องตรวจ SO₂ แบบเร็วทดแทนการไทเทรตเปรียบเทียบกับวิธีไทเทรตมาตรฐาน (AOAC, 2012) ในการทดสอบกับตัวอย่างลำไยที่แช่สารประกอบซัลไฟต์ คือ SMS 5%+ HCl 1% พบว่า วิธีสกัดด้วยการนำไปเขย่าด้วยความเร็วรอบ 300 rpm นาน 15 นาที และวิเคราะห์ด้วยเครื่องตรวจ SO₂ แบบเร็วทดแทนการไทเทรต มีค่าการตกค้างของ SO₂ ในเนื้อไม่แตกต่างจากวิธีมาตรฐาน AOAC แต่การแช่นาน 60 นาที ค่าการตกค้างของ SO₂ ในเนื้อลดลงอาจจะเนื่องจากการเตรียมเนื้อผลด้วยวิธีการฉีกเป็นชิ้นเล็กๆ

การปรับปรุงและพัฒนาต้นแบบเครื่องตรวจ SO₂ แบบเร็วทดแทนการไทเทรตก่อนนำไปใช้งานจริง โดยการหาสภาวะที่เหมาะสมของการใช้สารละลายโพแทสเซียมไอโอดेट (KI) ที่ความเข้มข้นต่างๆ พบว่าสามารถใช้สารละลายโพแทสเซียมไอโอดेट (KI) ที่ความเข้มข้น 0.05 % จากเดิมใช้ 0.1 % ในการทดสอบของเครื่องตรวจ SO₂ แบบเร็วแทนได้ ซึ่งเป็นการลดต้นทุนในการวิเคราะห์ตัวอย่าง และหาสภาวะที่เหมาะสมของการใช้ช่วงความเข้มของแสงในการจับเวลาทำปฏิกิริยาไอโอดอเมตริก พบว่า ช่วงความเข้มของแสงในการจับเวลาทำปฏิกิริยาไอโอดอเมตริก (%) ที่ 90/75 ให้ค่า R² สูงสุด เมื่อเทียบกับช่วงความเข้มของแสงในการจับเวลาอื่นๆ โดยมีความสัมพันธ์กันระหว่างระยะเวลาที่เปลี่ยนสีของไอโอดีนสัมพันธ์กับความเข้มข้นทุกความเข้มข้น สมการที่ได้ เมื่อ $y = 0.0464x$, $R^2 = 0.9144$ และทดสอบประสิทธิภาพเครื่องตรวจ SO₂ แบบเร็วทดแทนการไทเทรต เปรียบเทียบกับวิธีไทเทรตมาตรฐาน (AOAC, 2012) ในการทดสอบกับตัวอย่างลำไยที่รม SO₂ พบว่า การวิเคราะห์ด้วยเครื่องตรวจ SO₂ แบบเร็วทดแทนการไทเทรต มีค่าการตกค้างของ SO₂ ในเนื้อไม่แตกต่างจากวิธีมาตรฐาน AOAC (2012) และเครื่องต้นแบบปัจจุบันมีต้นทุนประมาณ 50,000 บาท โดยจุดคุ้มทุนของต้นแบบเครื่องตรวจ SO₂ แบบเร็วทดแทนการไทเทรต อยู่ที่ 179 ตัวอย่าง

การนำไปใช้งานจริงในอนาคต ควรทดสอบกับตัวอย่างลำไยที่ผ่านการรมจริงเปรียบเทียบกับวิธีมาตรฐานให้มีจำนวนตัวอย่างที่เพียงพอต่อความเชื่อมั่นในผลวิเคราะห์ และควรเผยแพร่อย่างมีขั้นตอน เริ่มต้นสถิติฝึกอบรม และให้ห้องปฏิบัติการภาคเอกชนเริ่มต้นทดสอบใช้ก่อนนำไปใช้ในโรงงานต่อไป

10. การนำผลงานวิจัยไปใช้ประโยชน์

ผู้ประกอบการลำไยสามารถนำเทคโนโลยีของเครื่องตรวจ SO_2 แบบเร็ว ด้วยวิธีคูลอมเมตริกไทเทรชันไปใช้วิเคราะห์ SO_2 ที่ตกค้างในเนื้อผลลำไยส่งออก ในตู้คอนเทนเนอร์ระหว่างขนส่ง (ภาคสนาม) ตามด่านตรวจพืชต่างๆ รวมทั้งโรงรม SO_2 ได้ เพื่อลดขั้นตอน ลดเวลา และลดค่าใช้จ่ายในการวิเคราะห์ SO_2 ได้นอกจากนี้วิธีนี้ยังสามารถนำไปวิเคราะห์สารอื่นๆ ได้ เช่น วิตามินซีในน้ำผลไม้ คลอไรต์ไอออน เป็นต้น

ความรวดเร็วในการวิเคราะห์ขึ้นอยู่กับ การเตรียมตัวอย่างและสกัด โดยใช้ น้ำกลั่น ในการสกัด หากใช้วิธีเขย่า (ความเร็วรอบที่ 300 rpm) จะใช้เวลาเพียง 15 นาที หากไม่มีเครื่องเขย่า จะต้องใช้วิธีการแช่ตัวอย่างในน้ำกลั่นนาน 60 นาที จากนั้นกรองตัวอย่างด้วยกระดาษกรอง และวัดผลด้วยเครื่องใช้เวลาไม่เกิน 1 นาที และผู้ควบคุมเครื่องมือต้องมีความชำนาญพอสมควร ก่อนวัดควรเปิดเครื่องทิ้งไว้ก่อน และควรมีการทวนสอบกราฟมาตรฐานก่อนวัดทดสอบเสมอ เช่น ที่ระดับความเข้มข้นระดับกลาง ได้แก่ 0, 50 และ 100 ppm เพื่อทวนสอบเครื่องมือควรมี % คืนกลับใกล้เคียง 80-120%

11. คำขอบคุณ (ถ้ามี) -

12. เอกสารอ้างอิง

ชรินทร์ เตชะพันธุ์, วัฒนกร แก้วภักดี. 2550. การพัฒนาเครื่องมือตรวจวัดปริมาณซัลเฟอร์ไดออกไซด์แบบเร็วสำหรับบ่งชี้ความปลอดภัยในอาหาร. วารสารสำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ (วิทยาศาสตร์). ปีที่ 39 ฉบับที่ 2 ; 33-46

AOAC. 2005a. *Sulfites in Food Optimized Monier – Williams Methods*, Vol.2, Ch. 47, Official Method 990.28, Section 47.3.43. In Official Method of AOAC, 17th edition.

A.O.A.C. 2005b. *AOAC Official Method 942.15 Acidity (Titratable) of Fruit Products*. Revision 2, 2007. Ed.: William H. and George W.L., Jr. Published by AOAC International Suite 500, USA, 18th edition.

Kanyanee, T, Fuekhad, P. and K. Grudpan. 2013. Micro coulometric titration in a liquid drop. *Talanta* 115: 258-262.

13. ภาคผนวก -