



การพัฒนาวิธีการวิเคราะห์สารประกอบเฟอร์โรไซยาไนด์ในเครื่องดื่ม ธนากร เปลื้องกลาง

Development of determination method for ferrocyanide compound in beverages.

Thanakorn Pluangklang

โปรแกรมวิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยราชภัฏนครราชสีมา

*Corresponding author. E-mail: Kamburee18@yahoo.co.uk

Received 29 March 2010; accepted 19 April 2010

บทคัดย่อ

การพัฒนาวิธีการวิเคราะห์สารประกอบเฟอร์โรไซยาไนด์ในเครื่องดื่ม มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาประสิทธิภาพของ 2 วิธีการคือ สเปกโตรโฟโตเมตรีและการไทเทรต วิธีการที่เหมาะสมและมีประสิทธิภาพจะถูกเลือกเพื่อบริการวิเคราะห์ตัวอย่างสุราแช่พื้นบ้านแก่ชุมชนต่อไป ทั้งสองวิธีการเริ่มจากสลายตัวเฟอร์โรไซยาไนด์ด้วย 4.00×10^{-4} M HgCl_2 ได้ Fe^{2+} เกิดขึ้น จากนั้นให้ทำปฏิกิริยากับ 2.00×10^{-3} M 1,10-Phenanthroline เกิดสารเชิงซ้อนสีแดง ซึ่งสามารถวัดการดูดกลืนแสงที่ 510.5 นาโนเมตรหรือไทเทรตด้วยสารละลายมาตรฐาน Ce^{4+} ต่อไป ผลการศึกษาด้วยวิธีการสเปกโตรโฟโตเมตรีได้กราฟมาตรฐานมีสมการเส้นตรง $Y = 9691.7X + 0.0337$ และ $R^2 = 0.9997$ ขีดจำกัดการตรวจวัดที่ความเชื่อมั่น 99% เท่ากับ 0.14 มก. $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6/\text{ล}$. ค่าร้อยละคืนกลับ 117.44 ± 0.79 และต้นทุนการวิเคราะห์ 24 บาทต่อตัวอย่าง ตามลำดับ ส่วนวิธีไทเทรตมีขีดจำกัดการตรวจวัดที่ความเชื่อมั่น 99% 39.70 มก. $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6/\text{ล}$. ค่าร้อยละคืนกลับ 109.32 ± 2.25 ขีดจำกัดการตรวจวัดเชิงคุณภาพเท่ากับ 0.18 มก. $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6/\text{ล}$. และต้นทุนการวิเคราะห์ 1.5 บาทต่อตัวอย่าง ทั้งสองวิธีการใช้เวลาวิเคราะห์ 2 ชั่วโมงต่อตัวอย่าง รวมถึงปัจจัยอื่น ๆ ในการวิเคราะห์ได้แก่ความเป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม ความปลอดภัยและความยืดหยุ่นของวิธีการอยู่ในเกณฑ์ใกล้เคียงกัน อย่างไรก็ตามวิธีไทเทรตเป็นวิธีที่ง่ายและใช้อุปกรณ์การทดลองพื้นฐานทั่วไป เหมาะสำหรับการเป็นทางเลือกในการบริการวิชาการแก่ชุมชนซึ่งต้องการความสะดวกและรวดเร็ว ผู้วิจัยจึงเลือกเป็นวิธีการวิเคราะห์ในงานวิจัยครั้งนี้ ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างเครื่องดื่ม 9 ประเภทรวม 43 ยี่ห้อ ทุกตัวอย่างไม่พบเฟอร์โรไซยาไนด์ (<39.70 มก./ล.) ส่วนผลการวิเคราะห์ตัวอย่างต่างๆที่เติมเฟอร์โรไซยาไนด์ 9.21 มก. พบค่าเฉลี่ยร้อยละคืนกลับของเฟอร์โรไซยาไนด์ในเครื่องดื่มบำรุงกำลังเท่ากับ 119.80 น้ำผลไม้เท่ากับ 106.02 น้ำอัดลมเท่ากับ 106.30 กาแฟเท่ากับ 120.37 สุราแช่พื้นบ้านเท่ากับ 96.98 เบียร์เท่ากับ 106.41 สุราไทยเท่ากับ 87.38 สุราต่างประเทศเท่ากับ 86.78 และไวน์พื้นบ้านเท่ากับ 104.71 ตามลำดับ สรุปผลได้ว่าวิธีการไทเทรตสามารถวิเคราะห์เฟอร์โรไซยาไนด์ในเครื่องดื่มได้เป็นที่น่าพอใจ

คำสำคัญ: วิธีการวิเคราะห์ เฟอร์โรไซยาไนด์ เครื่องดื่ม

Abstract

The main objective of this project was development of a new determination method for ferrocyanide compound in beverage samples. The efficient comparison study of two methods was evaluated and the appropriated method was chosen to determine ferrocyanide compound. The studied methods were titration and spectrophotometric method. Initially, decomposition of ferrocyanide compound was performed by reacting with 4.00×10^{-4} M HgCl_2 to generate Fe^{2+} . The generated Fe^{2+} was formed red color complex compound with 2.00×10^{-3} M 1,10-Phenanthroline. The amount of this compound was detected by using titration with Ce^{4+} standard solution or spectrophotometric detection at 510.5 nm. The results indicated that, the calibration curve of spectrophotometric method provided linear equation of $Y = 9691.7X + 0.0337$ and linear regression of 0.9997. Method Detection Limit (MDL) $0.14 \text{ mg-K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6/\text{dm}^{-3}$, percentage of recovery (%R) 117.44 ± 0.79 , qualitative detection limit $0.18 \text{ mg-K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6/\text{dm}^{-3}$ and analysis cost of 24 baht/sample, respectively were evaluated by this method. In the case of titration technique, it was found MDL of $39.70 \text{ mg-K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6/\text{dm}^{-3}$, %R of 109.32 ± 2.25 and analysis cost of 1.5 baht/sample, respectively. Both techniques were environmental friendly and time consumption of 2 hours/sample. However, the titration method was easier and used more basic apparatuses in general laboratory than spectrophotometric method. Then this technique was a good choice of method for determination of ferrocyanide compound and academic service to community. In this

work, titration method was selected for ferrocyanide determination in 9 types of 43 beverage samples. Moreover, all of samples were not detected ferrocyanide compound (<39.70 mgdm⁻³). The results of 9.21 milligram added of ferrocyanide in samples were found the average %R in energy drinks of 119.80, fruit juice of 106.02, soft drinks of 106.30, coffee of 120.37, Surachae of 96.98, beer of 106.41, Thai whisky of 87.38, export whisky of 86.78 and tradition wine of 104.71, respectively. In conclusion, the results were satisfactory for ferrocyanide determination.

Keywords: determination method, ferrocyanide, beverage

บทนำ

สารประกอบเฟอร์โรไซยาไนด์ (Ferrocyanide, [Fe(CN)₆]⁴⁻) เป็นสารเชิงซ้อนที่มีประจุลบ มักอยู่ในรูปของเกลือ ได้แก่ K₄Fe(CN)₆·3H₂O (Potassium ferrocyanide) มีน้ำหนักสูตร 422.39 กรัมต่อโมลสูตร จุดเดือด 60°C จากรายงานขององค์การอนามัยโลก (World Health Organization, WHO) และองค์การอาหารและการเกษตร (Food and Agricultural Organization, FAO) เกี่ยวกับความเป็นพิษของเฟอร์โรไซยาไนด์ (European commission, 2001) ให้ข้อมูลที่ต้องพึงระวังเป็นอย่างยิ่ง เพราะมีกรณีศึกษาในสัตว์ซึ่งทำการทดลองกับกระต่าย หนู และสุนัข โดยให้โซเดียมเฟอร์โรไซยาไนด์ที่ระดับความเข้มข้นตั้งแต่ 0 – 5.0 % (w/v) เป็นเวลา 13 สัปดาห์ ที่ระดับเฟอร์โรไซยาไนด์ 5%(w/v) พบว่าหนูกินอาหารน้อยลงมีอัตราการเติบโตลดลง น้ำหนักไตของหนูเพศผู้เพิ่มขึ้นและมีสารตกค้างในไต นอกจากนี้ยังมีการศึกษาถึงปริมาณที่เป็นพิษร้ายแรงส่งผลให้หนูเสียชีวิตถึง 50% (LD₅₀) มีค่าระหว่าง 1,600–3,200 มิลลิกรัมต่อน้ำหนักตัวเป็นกิโลกรัม กรณีมนุษย์สารประกอบเฟอร์โรไซยาไนด์ได้รับอนุญาตให้ใช้เป็นสารเติมลงในยาได้อย่างเป็นทางการแล้ว ภายใต้การรับรองของสหภาพยุโรปและองค์การอนามัยโลก (EU และWHO) แต่ให้มีปริมาณอยู่ในช่วง 0–0.025 มิลลิกรัมต่อน้ำหนักตัวเป็นกิโลกรัมต่อวัน (Acceptable Daily Intake, ADI = 0–0.025 mg/Kg bw.) ทั้งนี้เพราะเฟอร์โรไซยาไนด์อาจก่อให้เกิดสารที่มีพิษอย่างร้ายแรงเมื่ออยู่ในสภาวะที่มีสารซึ่งทำให้เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันและเป็นกรด จะทำให้ได้แก๊สไฮโดรเจนไซยาไนด์ ซึ่งมีพิษกัดกร่อนเนื้อเยื่อมนุษย์ทำลายระบบประสาทและอาจส่งผลให้หัวใจหยุดเต้นถึงเสียชีวิตได้

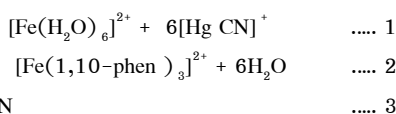
จากเหตุผลที่กล่าวมาย่อมมีน้ำหนักเพียงพอที่ผู้บริหารและหน่วยงานต่าง ๆ ที่เกี่ยวข้องจะต้องตระหนัก

$$[Fe(CN_6)]^{4-} + 6H_2O + 6Hg^{2+} \rightleftharpoons [Fe(H_2O)_6]^{2+} + 3(1,10-phen) \rightleftharpoons HgCN^+ + H^+ \rightleftharpoons Hg^{2+} + HCN$$

สารประกอบ [Fe(1,10-phen)₃]²⁺ ในสมการที่ 2 ที่เกิดขึ้นจะมีสีแดงสามารถวิเคราะห์ปริมาณโดยวัดค่าการดูดกลืนแสง (Spectrophotometry) ส่วนสมการที่ 3

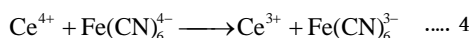
ถึงอันตรายจากเฟอร์โรไซยาไนด์ เริ่มจากการเลือกอาหารและเครื่องดื่มในชีวิตประจำวันที่ไม่มีสารดังกล่าวปนเปื้อนอยู่จะเป็นการดี เป็นเหตุให้องค์กรอาหารและยา (อย.) กำหนดมาตรฐานอุตสาหกรรมของผลิตภัณฑ์อาหารและเครื่องดื่มว่า “ปริมาณของสารประกอบเชิงซ้อนเฟอร์โรไซยาไนด์ต้องไม่พบ” (รัฐบาลไทย, 2545) ขณะเดียวกันกรมสรรพสามิตซึ่งมีหน้าที่ควบคุมและรับรองการออกใบอนุญาตผลิตและจำหน่ายสุราที่บ้านได้รับรองวิธีการวิเคราะห์ ตามมาตรฐานของสมาคมนักเคมีวิเคราะห์ (Association of official Analytical Chemists, AOAC) สำหรับการวิเคราะห์คุณภาพสารประกอบเฟอร์โรไซยาไนด์ในเครื่องดื่มประเภทแอลกอฮอล์ โดยอาศัยหลักการกลั่นสารประกอบเฟอร์โรไซยาไนด์ เพื่อให้ได้แก๊สไฮโดรเจนไซยาไนด์ แล้วเกิดสีน้ำเงินกับกระดาษทดสอบทำให้ทราบได้ว่ามีสารประกอบเฟอร์โรไซยาไนด์อยู่ ซึ่งเป็นการตรวจวิเคราะห์เชิงคุณภาพซึ่งไม่สามารถระบุปริมาณได้ สังเกตได้ว่าวิธีการข้างต้นเกิดแก๊สไฮโดรเจนไซยาไนด์ที่มีพิษร้ายแรงและใช้อุปกรณ์กลั่นที่ยุ้งยากซับซ้อนและยากต่อการดูแลรักษา (Cyanide in Distilled Liquors (Qualitative test), 1995) นั้นย่อมมีความจำเป็นต้องมีเทคนิคทางเคมีวิเคราะห์ที่น่าเชื่อถือในการวิเคราะห์ปริมาณเฟอร์โรไซยาไนด์

วิธีการต่าง ๆ ที่ใช้ในการวิเคราะห์สารประกอบเชิงซ้อนเฟอร์โรไซยาไนด์มีหลายวิธี วิธีที่น่าสนใจเป็นการอาศัยปฏิกิริยาการสลายตัวของเฟอร์โรไซยาไนด์ด้วย Hg²⁺ จากนั้นวิเคราะห์ด้วยวิธีการวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารเชิงซ้อนระหว่าง Fe²⁺ กับ 1,10-phenantroline ทั้งนี้ดำเนินการผ่านกระบวนการไหลอย่างต่อเนื่องของสารละลายต่าง ๆ (Yong-Lai Feng et al., 1999) ดังสมการต่อไปนี้

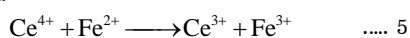


พบว่าสภาวะที่เป็นกรดจะทำให้เกิดแก๊สไฮโดรเจนไซยาไนด์ (HCN) ซึ่งเป็นอันตราย จึงควรพึงระวังควบคุมสภาวะการทดลองจากสภาวะดังกล่าว อีกเทคนิคหนึ่งที่น่าสนใจเป็น

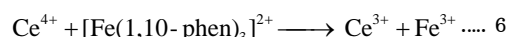
การวิเคราะห์ปริมาณเฟอร์โรไซยาไนด์ได้โดยตรง โดยให้ทำปฏิกิริยากับ Sulfato cerate Ce^{4+} (Cerimetric Determination of Sodium Ferrocyanide in Ferricyanide Bleach. ออนไลน์. ม.ป.ป.) ดังสมการที่ 4



โดยสามารถติดตามจุดยุติของปฏิกิริยาได้ด้วยการสังเกตสีของอินดิเคเตอร์ Sodium diphenylamine sulfonate หรือใช้ Potentiometric titration (Potentionmetric Determination of Ferrocyanide in Process ECN Ferricyanide Bleach and Ferrocyanide Stock Solutions. ออนไลน์. ม.ป.ป.) ก็ได้ อย่างไรก็ตามที่หากพิจารณาสมการที่ 1 พบว่าสามารถสลายตัวสารประกอบเฟอร์โรไซยาไนด์เกิดเฟอร์รัสไอออน (Fe^{2+}) เป็นสารผลิตภัณฑ์ ซึ่งสามารถไทเทรตแบบเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ได้ ดังสมการที่ 5



โดยใช้วิธีการวัดค่าความต่างศักย์สำหรับบ่งชี้จุดสมมูลของการไทเทรต (Potentiometric titration) (Daniel C.Harris, 2003) หรือให้ Fe^{2+} ทำปฏิกิริยากับ 1,10-phenantroline เกิดสารเชิงซ้อนสีแดงของสารเชิงซ้อน $[Fe(1,10-phen)_3]^{2+}$ ที่สามารถทำหน้าที่เป็นอินดิเคเตอร์ของการไทเทรตได้ เพราะที่จุดยุติสีแดงของสารดังกล่าวจะจางหายไป ดังสมการที่ 6



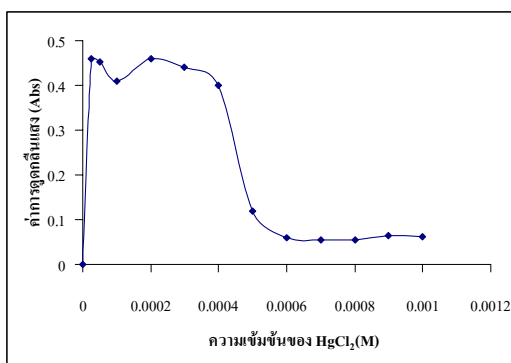
ด้วยวิธีการที่สามารถวิเคราะห์ปริมาณสารประกอบเฟอร์โรไซยาไนด์ได้ดังกล่าวแล้วข้างต้น นักวิจัยจึงได้ใช้เป็นความรู้พื้นฐานในการประยุกต์ใช้สำหรับพัฒนาเป็นวิธีการใหม่ ที่มีความเหมาะสม สะดวก ปลอดภัย และพร้อมสำหรับการเผยแพร่รวมถึงการบริการวิชาการแก่ชุมชนต่อไป

วิธีการวิจัย

1. อุปกรณ์และสารเคมี เครื่องมือ UV-Visible Spectrophotometer รุ่น UV-1601 ยี่ห้อ Shimadzu จากประเทศญี่ปุ่น สารเคมีที่ใช้ล้วนเป็น Analytical Reagent Grade (A.R. grade) ประกอบด้วย Cerium (IV) Sulfate บริษัท Aldrich Chemical Company Inc. ประเทศสหรัฐอเมริกา Mercury(II) Chloride และ 1,10-Phenantroline hydrate บริษัท Asia Pacific Specialty Chemicals limited ประเทศออสเตรเลีย และ Potassium hexacyano ferrate (II)-3-hydrate บริษัท RdH Laborchemikalien GmbH & Co จากประเทศเยอรมัน ตามลำดับ

2. วิธีการทดลองวิเคราะห์ปริมาณเฟอร์โรไซยาไนด์ โดยหาปริมาณ Fe^{2+} ที่เกิดจากการสลายตัวของสารประกอบเฟอร์โรไซยาไนด์ด้วย $HgCl_2$ ด้วยวิธีการสเปกโทรโฟโตเมทรี ซึ่งทำการศึกษาปัจจัยต่างๆเทคนิคดังนี้

2.1 วิธีศึกษาความเข้มข้นที่เหมาะสมของสารละลาย $HgCl_2$ ที่ใช้ในการสลายตัวสารประกอบเฟอร์โรไซยาไนด์ โดยควบคุมความเข้มข้นของสารละลาย $Fe(CN)_6^{4-}$ และ 1,10-Phenantroline ให้คงที่ที่ 1.00×10^{-4} และ 5.00×10^{-3} M ตามลำดับ ทดลองทั้งสิ้น 13 ชุด ในขวดวัดปริมาตรขนาด 10.00 cm^3 โดยแต่ละขวดเติม 1.00 cm^3 ของ 1.00×10^{-3} M $Fe(CN)_6^{4-}$, 1.00 cm^3 ของ 1.00×10^{-2} M 1, 10-Phenantroline และ 0.00, 2.50 $\times 10^{-3}$, 0.05, 0.10, 0.20, 0.30, 0.40, 0.50, 0.60, 0.70, 0.80, 0.90 และ 1.00 cm^3 ของ 0.01 M $HgCl_2$ ตามลำดับ จากนั้นปรับปริมาตรให้ครบด้วยน้ำปราศจากไอออน เขย่าให้เข้ากันแล้ววัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 510.5 นาโนเมตร แสดงผลดังรูปที่ 1



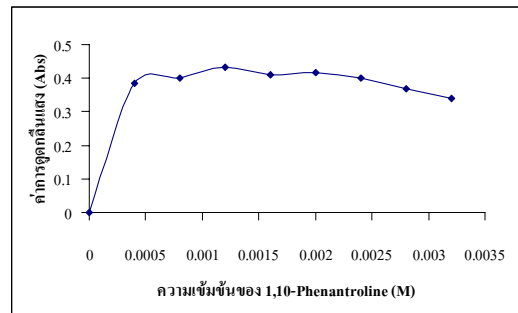
รูปที่ 1 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อน Fe^{2+} ที่เกิดขึ้น ณ ความยาวคลื่น 510.5 นาโนเมตร กับความเข้มข้นของ $HgCl_2$

2.2 วิธีศึกษาความเข้มข้นที่เหมาะสมของ 1,10-Phenantroline เพื่อวิเคราะห์ Fe^{2+} จากการสลายตัวของเฟอร์โรไซยาไนด์ โดยควบคุมความเข้มข้นของ Fe

$(CN)_6^{4-}$ และ $HgCl_2$ ให้คงที่ที่ 4.00×10^{-5} และ 1.00×10^{-4} M ตามลำดับ ทำการทดลองทั้งสิ้น 9 ชุด ในขวดวัดปริมาตรขนาด 25.00 cm^3 โดยแต่ละขวดเติม 1.00 cm^3 ของ

$1.00 \times 10^{-3} \text{ M Fe(CN)}_6^{-4}$, 0.25 cm^3 ของ $1.00 \times 10^{-2} \text{ M HgCl}_2$ และ 0.00, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00, 6.00, 7.00 และ 8.00 cm^3 ของ $1.00 \times 10^{-2} \text{ M 1,10-Phenanthroline}$ ตามลำดับ จากนั้นปรับปริมาตรให้

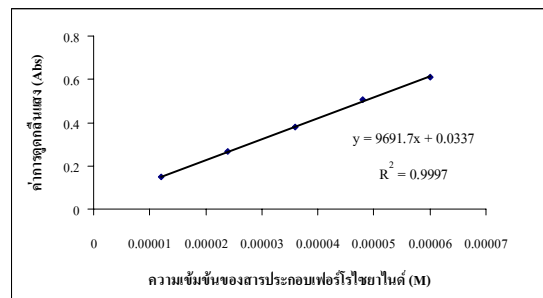
ครบด้วยน้ำปราศจากไอออน เขย่าให้เข้ากันแล้ววัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 510.5 นาโนเมตร แสดงผลดังรูปที่ 2



รูปที่ 2 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อน Fe^{2+} ที่เกิดขึ้น ณ ความยาวคลื่น 510.5 นาโนเมตร กับความเข้มข้นของ 1,10-Phenanthroline

2.3 วิธีการสร้างกราฟมาตรฐานของสารเชิงซ้อนระหว่าง 1,10-Phenanthroline กับ Fe^{2+} ที่ได้จากการสลายตัวของเฟอร์โรไซยาไนด์ ทำการทดลอง 5 ชุด ในขวดวัดปริมาตรขนาด 25.00 cm^3 โดยแต่ละขวดเติม 1.00 cm^3 ของ $1.00 \times 10^{-2} \text{ M HgCl}_2$, 5.00 cm^3 ของ $1.00 \times 10^{-2} \text{ M 1,10-Phenanthroline}$ และ 0.30, 0.60, 0.90, 1.20 และ

1.50 cm^3 ของ $1.00 \times 10^{-3} \text{ M Fe(CN)}_6^{-4}$ ตามลำดับ จากนั้นปรับปริมาตรให้ครบด้วยน้ำปราศจากไอออน เขย่าให้เข้ากันแล้ววัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 510.5 นาโนเมตร แสดงผลดังรูปที่ 3



รูปที่ 3 แสดงกราฟมาตรฐานของสารประกอบเชิงซ้อนเฟอร์โรไซยาไนด์

2.4 วิธีการศึกษาขีดจำกัดการตรวจวัด (Method Detection Limit, MDL) สำหรับการวิเคราะห์เฟอร์โรไซยาไนด์ โดยเตรียมความเข้มข้น Fe(CN)_6^{-4} , HgCl_2 และ 1,10-Phenanthroline เท่ากับ 4.00×10^{-5} , 4.00×10^{-4} และ $2.00 \times 10^{-3} \text{ M}$ ตามลำดับ ปรับเป็นปริมาตรสุดท้ายด้วยสารละลายตัวอย่างสุราแช่พื้นบ้านเท่ากับ 25.00 cm^3 ด้วยขวดวัดปริมาตร โดยเตรียมจำนวน 7 ชุด วัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 510.5 นาโนเมตร และวิเคราะห์ปริมาณ Fe^{2+} เทียบกับกราฟมาตรฐาน คำนวณย้อนกลับเป็นปริมาณของสารประกอบเฟอร์โรไซยาไนด์และค่าขีดจำกัดของการตรวจวัด โดยใช้สมการที่ 7 ดังต่อไปนี้ (Wisconsin Department of Natural Resources Laboratory Certification Program, 1996)

$$\text{MDL} = t \times (\text{S.D.}) \dots 7$$

เมื่อ MDL หมายถึง Method Detection Limit ค่า t (Student t test) หมายถึงค่าทางสถิติมีค่าเท่ากับ

3.143 ที่ระดับความเชื่อมั่น 99% ณ Degree of freedom เท่ากับ 6 และค่า S.D. (Standard Deviation) เป็นค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของข้อมูลจากการทดลอง 7 ครั้ง

2.5 วิธีการทดลองเพื่อศึกษาร้อยละคืนกลับ

(% Recovery, %R) ของสารประกอบเฟอร์โรไซยาไนด์ด้วยเทคนิคสเปกโทรโฟโตเมตรี ทำการทดลองจำนวน 3 ชุด ได้แก่ สารละลายมาตรฐาน สารละลายตัวอย่างที่เติมสารมาตรฐาน และสารละลายตัวอย่าง ตามลำดับ ดังนี้

2.5.1 สารละลายมาตรฐาน (Standard) Fe(CN)_6^{-4} เตรียมโดยเติม 1.00 cm^3 ของ $1.00 \times 10^{-3} \text{ M Fe(CN)}_6^{-4}$, 1.00 cm^3 ของ 0.01 M HgCl_2 และ 5.00 cm^3 ของ $0.01 \text{ M 1,10-phenanthroline}$ จากนั้นปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนเป็น 25.00 cm^3 ในขวดวัดปริมาตร

2.5.2 สารละลายตัวอย่างที่เติมสาร

มาตรฐาน (Standard+Sample)เตรียมโดยเติม 1.00 cm³ ของ 1.00 × 10⁻³ M Fe(CN)₆⁻⁴, 1.00 cm³ ของ 0.01 M HgCl₂, 5.00 cm³ ของ 0.01 M 1,10-phenantroline และ 10.00 cm³ ของตัวอย่างสุราแช่พื้นบ้าน ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนเป็น 25.00 cm³ ในขวดวัดปริมาตร

2.5.3 สารละลายตัวอย่าง (Sample)

เตรียมโดยเติม 1.00 cm³ ของ 0.01 M HgCl₂, 5.00 cm³ ของ 0.01 M 1,10-phenantroline และ 10.00 cm³ ของตัวอย่างสุราแช่พื้นบ้าน ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนเป็น 25.00 cm³ ในขวดวัดปริมาตร

ทำการทดลองตามหัวข้อ 2.5.1 - 2.5.3 จำนวนทั้งสิ้น 5 ครั้ง รวม 15 ชุด นำสารละลายผสมทั้ง 15 ชุด ไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 510.5 นาโนเมตร ก่อนคำนวณปริมาณของสารประกอบเฟอร์โร

$$\% \text{ Recovery} = \left(\frac{(\text{standard} + \text{sample}) - \text{sample}}{\text{standard}} \right) \times 100 \quad \dots 8$$

1,10-Phenantroline ปรับปริมาตรให้ครบด้วยสารละลายตัวอย่างสุราแช่พื้นบ้าน ก่อนจะนำสารละลายที่เตรียมได้ไปอุ่นที่อุณหภูมิประมาณ 50 °C เพื่อย่อยสารละลายเป็นเวลา 5 นาที แล้วไทเทรตกับสารละลายมาตรฐาน 1.00 × 10⁻³ M Ce⁴⁺ จนกระทั่งสารละลายเปลี่ยนจากสีแดงเป็นใสไม่มีสี ซึ่งเป็นจุดยุติของการไทเทรต บันทึกปริมาตรของสารละลายมาตรฐานที่ใช้ทำการทดลองทั้งสิ้น 7 ครั้ง จากนั้นคำนวณหาปริมาณเฉลี่ยของสารประกอบเฟอร์โรไซยาไนด์ แล้วคำนวณค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานและค่าขีดจำกัดของการตรวจวัด โดยใช้สมการที่ 7

3.2 วิธีการศึกษาร้อยละคืนกลับของสารประกอบเชิงซ้อนเฟอร์โรไซยาไนด์ โดยการไทเทรตกับ Ce⁴⁺ ทำการทดลอง 3 ชุดการทดลองได้แก่ สารละลายมาตรฐาน สารละลายตัวอย่างที่เติมสารละลายมาตรฐาน และสารละลายตัวอย่างตามลำดับ ดังนี้

3.2.1 สารละลายมาตรฐาน (Standard)

เตรียมโดยเติม 10.00 cm³ ของ 1.00 × 10⁻³ M Fe(CN)₆⁻⁴ ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนเป็น 25.00 cm³ ในขวดวัดปริมาตร ถ่ายสารละลายลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 cm³ แล้วเติม 1.00 cm³ ของ 0.01 M HgCl₂ และ 5.00 cm³ ของ 0.01 M 1,10-phenantroline เขย่าให้เข้ากัน

3.2.2 สารละลายตัวอย่างที่เติมสารละลายมาตรฐาน (Standard+Sample) เตรียมโดยเติม 10.00 cm³ ของ 1.00 × 10⁻³ M Fe(CN)₆⁻⁴ และ 10.00 cm³ ของตัวอย่างสุราแช่พื้นบ้าน ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนเป็น 25.00 cm³ ในขวดวัดปริมาตร ถ่ายสารละลายลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 cm³ แล้วเติม 1.00 cm³ ของ

ไซยาไนด์โดยเทียบกับกราฟมาตรฐาน จากนั้นจึงคำนวณค่าเฉลี่ยร้อยละคืนกลับของการทดลองทั้ง 5 ครั้ง โดยใช้สูตรในการคำนวณแสดงดังสมการที่ 8 ต่อไปนี้

3. วิธีการวิเคราะห์ปริมาณเฟอร์โรไซยาไนด์ โดยวิเคราะห์ปริมาณ Fe²⁺ ที่เกิดจากการสลายตัวของสารประกอบเฟอร์โรไซยาไนด์แล้วไทเทรตกับสารละลายมาตรฐาน Ce⁴⁺ ทำการศึกษาในหัวข้อต่าง ๆ ดังนี้

3.1 วิธีการทดลองเพื่อศึกษาขีดจำกัดของการตรวจวัด (Method Detection Limit, MDL) สำหรับการวิเคราะห์สารประกอบเฟอร์โรไซยาไนด์ โดยเตรียมสารละลายมาตรฐานเฟอร์โรไซยาไนด์ที่มีความเข้มข้น 1.00 × 10⁻³ M จากนั้นไปเติมสารละลายมา 1.00 cm³ ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 25.00 cm³ เติม 1.00 cm³ ของ 0.01 M HgCl₂ และ 1.00 cm³ ของ 0.01 M

0.01 M HgCl₂ และ 5.00 cm³ ของ 0.01 M 1,10-phenantroline เขย่าให้เข้ากัน

3.2.3 สารละลายตัวอย่าง (Sample)

เตรียมโดยเติม 10.00 cm³ ของสารละลายตัวอย่างสุราแช่พื้นบ้าน ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนเป็น 25.00 cm³ ในขวดวัดปริมาตร ถ่ายสารละลายลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 cm³ แล้วเติม 1.00 cm³ ของ 0.01 M HgCl₂ และ 5.00 cm³ ของ 0.01 M 1,10-phenantroline เขย่าให้เข้ากัน

ทำการทดลองตามหัวข้อ 3.2.1 - 3.2.3 จำนวน 5 ครั้ง รวมทั้งหมด 15 ชุด นำสารละลายผสมทั้ง 15 ชุด ไปอุ่นประมาณ 5 นาที จนกระทั่งได้สารละลายใสจึงไทเทรตกับสารละลายมาตรฐาน 1.00 × 10⁻³ M Ce⁴⁺ ซึ่งสารละลายจะเปลี่ยนสีจากสีแดงเป็นใสไม่มีสีเมื่อถึงจุดยุติ จากนั้นจึงคำนวณค่าเฉลี่ยร้อยละคืนกลับของการทดลอง 5 ครั้ง โดยใช้สูตรในการคำนวณแสดงดังสมการที่ 8

3.3 การศึกษาขีดจำกัดการตรวจวัดเชิงทดลอง (Experimental detection limit) เป็นการศึกษาขีดจำกัดการตรวจวัดเชิงคุณภาพของสารเฟอร์โรไซยาไนด์ โดยเตรียมสารละลายมาตรฐานเฟอร์โรไซยาไนด์ความเข้มข้นต่าง ๆ กันระหว่าง 1.00 × 10⁻³ - 5.00 × 10⁻⁷ M เติม 1.00 cm³ 0.01 M HgCl₂ และ 1.00 cm³ 0.01 M 1,10-phenantroline ปรับปริมาตรเป็น 20.00 cm³ ในขวดวัดปริมาตร นำไปไทเทรตกับสารละลายมาตรฐาน Ce⁴⁺ สังเกตสีแดงของสารละลาย จนกระทั่งไม่สามารถสังเกตการเปลี่ยนสีของอินดิเคเตอร์ที่จุดยุติได้อีกต่อไป ซึ่ง ณ ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานเฟอร์โรไซยาไนด์ดังกล่าว ผู้วิจัยเรียกว่าขีดจำกัดตรวจวิเคราะห์ในเชิงคุณภาพ

4. วิธีการเปรียบเทียบประสิทธิภาพของวิธีการสเปกโทรโฟโตเมทรีและวิธีการไทเทรต

ผลการศึกษาประสิทธิภาพต่างๆของวิธีการสเปกโทรโฟโตเมทรีและวิธีการไทเทรต ตามหัวข้อที่ 2 และ 3 สามารถนำมาเปรียบเทียบกันเพื่อประเมินถึงความ

เหมาะสมของวิธีการว่า วิธีการใดมีข้อดีข้อเสียอย่างไร อันจะทำให้ผู้วิจัยสามารถที่จะเลือกใช้วิธีการที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ปริมาณเพอร์โรไซยาไนด์ต่อไป แสดงผลดังตารางที่ 1

ตารางที่ 1 แสดงผลการศึกษาเปรียบเทียบประสิทธิภาพของเทคนิคต่าง ๆ ที่ใช้วิเคราะห์สารประกอบเพอร์โรไซยาไนด์

รายการ	วิธีการวิเคราะห์	
	วิธีสเปกโทรโฟโตเมทรี	วิธีไทเทรต
ต้นทุนในการวิเคราะห์ต่อ 1 ตัวอย่าง (บาท)	24	1.5
ระยะเวลาที่ใช้ในการวิเคราะห์ 1 ตัวอย่าง (ชั่วโมง)	2	2
ปริมาณต่ำที่สุดที่สามารถวิเคราะห์ปริมาณได้ (mg/dm ³)	0.14	39.70
ปริมาณต่ำที่สุดที่สามารถวิเคราะห์คุณภาพได้ (mg/dm ³)	-	0.18
ร้อยละการได้กลับคืนมาของสารที่สนใจ	117.44 ± 0.79	109.32 ± 2.25
ความยุ่งยากในการวิเคราะห์	ปานกลาง	น้อย
ความปลอดภัยในการวิเคราะห์	ปานกลาง	ปานกลาง
ความเป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม	ปานกลาง	ปานกลาง
ความยืดหยุ่นของเทคนิค	มาก	มาก

5. วิธีการวิเคราะห์ปริมาณสารประกอบเพอร์โรไซยาไนด์ในตัวอย่างเครื่องดื่ม

ผลการประเมินประสิทธิภาพของวิธีการทั้งสองแล้ว พบว่าวิธีการวิเคราะห์ปริมาณเพอร์โรไซยาไนด์ ด้วยวิธีการไทเทรตกับ Ce⁴⁺ เป็นวิธีการที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ปริมาณเพอร์โรไซยาไนด์ในตัวอย่างเครื่องดื่ม ตัวอย่างต่างๆได้ถูกแบ่งออกเป็น 2 ประเภท จำนวน 43 ยี่ห้อ ได้แก่ เครื่องดื่มที่ปราศจากแอลกอฮอล์และเครื่องดื่มที่มีแอลกอฮอล์ ทั้งนี้วิธีการเตรียมและวิเคราะห์ตัวอย่างเครื่องดื่มสามารถทำการทดลองได้ดังนี้

5.1. วิธีการเตรียมสารตัวอย่าง แบ่งเป็นสองวิธีหลักตามประเภทของตัวอย่างดังนี้

5.1.1 ตัวอย่างประเภทปราศจากแอลกอฮอล์ ซึ่งประกอบด้วย เครื่องดื่มบำรุงกำลังจำนวน 5 ยี่ห้อ เครื่องดื่มผลไม้จำนวน 5 ยี่ห้อ เครื่องดื่มน้ำอัดลมจำนวน 5 ยี่ห้อ และเครื่องดื่มกาแฟจำนวน 5 ยี่ห้อ รวมทั้งสิ้น 20 ยี่ห้อ เตรียมโดยตวงตัวอย่างเครื่องดื่มปริมาตร 100.00 cm³ มากลั่นแบบสุญญากาศที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส จนกระทั่งเหลือสารละลายที่ขวดกลั่นประมาณ 10 cm³ ถ่ายสารละลายใส่ที่ใส่ได้ ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100.00 cm³ แล้วปรับปริมาตรให้ครบด้วยน้ำปราศจากไอออน

5.1.2 ตัวอย่างประเภทแอลกอฮอล์ ซึ่งประกอบด้วย เครื่องดื่มสุราแช่พื้นบ้านจำนวน 5 ยี่ห้อ เครื่องดื่มเบียร์จำนวน 5 ยี่ห้อ เครื่องดื่มสุราไทยจำนวน 5 ยี่ห้อ เครื่องดื่มสุราต่างประเทศจำนวน 5 ยี่ห้อ และเครื่องดื่มไวน์พื้นบ้านจำนวน 3 ยี่ห้อ รวมทั้งสิ้น 23 ยี่ห้อ ซึ่งสามารถเตรียมโดยตวงตัวอย่างเครื่องดื่มปริมาตร 100.00 cm³ มากลั่นแบบสุญญากาศที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส

จนกระทั่งเหลือสารละลายที่ขวดกลั่นประมาณ 10 cm³ แล้วปรับปริมาตรให้ครบด้วย 15 % (v/v), 6 % (v/v), 35 % (v/v), 35 % (v/v) และ 6 % (v/v) เอทานอล สำหรับตัวอย่างเครื่องดื่มสุราแช่พื้นบ้าน เครื่องดื่มเบียร์ เครื่องดื่มสุราไทย เครื่องดื่มสุราต่างประเทศ และเครื่องดื่มไวน์พื้นบ้านตามลำดับ

5.2 วิธีการวิเคราะห์ตัวอย่าง ตัวอย่างเครื่องดื่มทั้ง 43 ยี่ห้อ ถูกเตรียมเป็น 2 กลุ่มได้แก่ กลุ่มที่เติมและกลุ่มที่ไม่เติมสารมาตรฐานเพอร์โรไซยาไนด์ ดังนี้

5.2.1 กลุ่มที่เติมสารมาตรฐาน เตรียมโดยเติม 1.00 cm³ ของ 2.50 × 10⁻³ M Fe(CN)₆⁴⁻ และ 1.00 cm³ ของสารละลายตัวอย่าง ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนเป็น 25.00 cm³ ในขวดวัดปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน ถ่ายสารละลายลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 125 cm³ เติม 1.00 cm³ ของ 0.01 M HgCl₂ และ 1.00 cm³ ของ 0.01 M 1,10-Phenanthroline จากนั้นนำสารละลายไปไทเทรตด้วยสารละลายมาตรฐาน 1.00 × 10⁻³ M Ce⁴⁺ คำนวณหาปริมาณเพอร์โรไซยาไนด์และร้อยละคืนกลับ แสดงผลดังตารางที่ 2

5.2.2 กลุ่มที่ไม่เติมสารมาตรฐาน เตรียมโดยเติม 1.00 cm³ ของสารละลายตัวอย่าง ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนเป็น 25.00 cm³ ในขวดวัดปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน ถ่ายสารละลายลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 125 cm³ เติม 1.00 cm³ ของ 0.01 M HgCl₂ และ 1.00 cm³ ของ 0.01 M 1,10-Phenanthroline จากนั้นนำสารละลายไปไทเทรตด้วยสารละลายมาตรฐาน 1.00 × 10⁻³ M Ce⁴⁺ จากปริมาตรที่ใช้นำไปคำนวณหาปริมาณเพอร์โรไซยาไนด์และร้อยละคืนกลับต่อไป แสดงผลดังตารางที่ 2

ตารางที่ 2 แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณเฟอร์โรไซยาไนด์ในตัวอย่างเครื่องดื่มประเภทต่างๆที่เติม 9.21 มิลลิกรัม $\text{Fe}(\text{CN})_6^{4-}$ ด้วยวิธีการโทเทรต

เครื่องดื่ม	ตัวอย่างเครื่องดื่ม		เครื่องดื่ม	ตัวอย่างเครื่องดื่ม	
	ประเภทปราศจากแอลกอฮอล์			ประเภทแอลกอฮอล์	
	ปริมาณที่พบ (มก.)	ร้อยละที่พบ (n = 3)		ปริมาณที่พบ (มก.)	ร้อยละที่พบ (n = 3)
บำรุงกำลัง-1	11.64	126.38	สุราแช่พื้นบ้าน-1	8.17	88.71
บำรุงกำลัง-2	10.77	116.94	สุราแช่พื้นบ้าน-2	10.77	116.94
บำรุงกำลัง-3	10.95	118.89	สุราแช่พื้นบ้าน-3	7.99	86.75
บำรุงกำลัง-4	10.60	115.09	สุราแช่พื้นบ้าน-4	8.78	95.33
บำรุงกำลัง-5	11.21	121.72	สุราแช่พื้นบ้าน-5	8.95	97.18
เฉลี่ย	11.03	119.80	เฉลี่ย	8.93	96.98
น้ำผลไม้-1	9.99	108.47	เบียร์-1	8.60	93.38
น้ำผลไม้-2	9.73	105.65	เบียร์-2	9.99	108.47
น้ำผลไม้-3	10.25	111.29	เบียร์-3	10.95	118.89
น้ำผลไม้-4	9.47	102.82	เบียร์-4	9.64	104.67
น้ำผลไม้-5	9.38	101.85	เบียร์-5	9.82	106.62
เฉลี่ย	9.76	106.02	เฉลี่ย	9.80	106.41
น้ำอัดลม-1	10.17	110.42	สุราไทย-1	9.30	100.98
น้ำอัดลม-2	8.86	96.20	สุราไทย-2	8.69	94.35
น้ำอัดลม-3	9.82	106.62	สุราไทย-3	6.52	70.79
น้ำอัดลม-4	9.59	104.13	สุราไทย-4	7.56	82.08
น้ำอัดลม-5	10.51	114.12	สุราไทย-5	8.17	88.71
เฉลี่ย	9.79	106.30	เฉลี่ย	8.05	87.38
กาแฟ-1	10.86	117.92	สุราต่างประเทศ-1	9.47	102.82
กาแฟ-2	13.03	141.48	สุราต่างประเทศ-2	6.86	74.48
กาแฟ-3	11.12	120.74	สุราต่างประเทศ-3	6.52	70.79
กาแฟ-4	10.25	111.29	สุราต่างประเทศ-4	8.51	92.40
กาแฟ-5	10.17	110.42	สุราต่างประเทศ-5	8.60	93.38
เฉลี่ย	11.09	120.37	เฉลี่ย	7.99	86.78
			ไวน์พื้นบ้าน-1	10.43	113.25
			ไวน์พื้นบ้าน-2	9.12	99.02
			ไวน์พื้นบ้าน-3	9.38	101.85
			เฉลี่ย	9.64	104.71

ผลการวิจัย

1. ผลการวิเคราะห์ปริมาณเฟอร์โรไซยาไนด์ โดยหาปริมาณ Fe^{2+} ที่เกิดจากการสลายตัวของสารประกอบเฟอร์โรไซยาไนด์ด้วย HgCl_2 ด้วยวิธีการสเปกโทรโฟโตเมทรี

1.1 ผลการศึกษาความเข้มข้นที่เหมาะสมของสารละลาย HgCl_2 ที่ใช้ในการสลายตัวของสารประกอบเฟอร์โรไซยาไนด์ จากผลการศึกษาความเข้มข้นที่เหมาะสมของ HgCl_2 ในรูปที่ 1 พบว่าอัตราเร่งในการสลายตัวของเฟอร์โรไซยาไนด์เพื่อให้ได้ Fe^{2+} โดย HgCl_2 นั้น เกิดขึ้นได้ดีในช่วงความเข้มข้นระหว่าง 0.25×10^{-4} - 4.00×10^{-4} M เพราะในช่วงความเข้มข้นของ HgCl_2 ดังกล่าว ให้ผลค่าการดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่าง Fe^{2+} กับ 1,10-Phenanthroline มากที่สุด ซึ่งผู้วิจัยจะเลือกใช้ความ

เข้มข้นในช่วงที่ให้ผลการทดลองที่ดีที่สุดข้างต้นสำหรับการทดลองต่อไป

1.2 ผลการศึกษาความเข้มข้นที่เหมาะสมของสารละลาย 1,10-Phenanthroline เพื่อวิเคราะห์ Fe^{2+} จากการสลายตัวของสารประกอบเฟอร์โรไซยาไนด์ จะเห็นว่าให้ค่าการดูดกลืนที่สูงตลอดช่วงความเข้มข้นที่ศึกษา ซึ่งอยู่ระหว่าง 0.40×10^{-3} - 3.20×10^{-3} M เมื่อพิจารณาจากรูปที่ 2 สามารถเลือกใช้ได้ตลอดช่วงความเข้มข้นดังกล่าว ผู้วิจัยจึงเลือกใช้ที่ความเข้มข้นของ 1,10-Phenanthroline ในช่วงที่ให้ผลการทดลองที่ดีที่สุดข้างต้น

1.3 ผลการสร้างกราฟมาตรฐานและประสิทธิภาพอื่น ๆ ของเทคนิคสเปกโทรโฟโตเมทรี พบว่ากราฟมาตรฐานที่ 5 ความเข้มข้นสารมาตรฐานเฟอร์โรไซยาไนด์ คือ 1.20×10^{-5} , 2.40×10^{-5} , 3.60×10^{-5} , 4.80×10^{-5} , และ 6.00×10^{-5} M สามารถดูดกลืนแสงที่ความยาว

คลื่น 510.5 นาโนเมตรเท่ากับ 0.149, 0.267, 0.381, 0.504 และ 0.612 Abs ตามลำดับ เมื่อสร้างกราฟมาตรฐานได้สมการเส้นตรง $Y = 9691.7X + 0.0337$ และค่า $R^2 = 0.9997$ ตามลำดับ แสดงดังรูปที่ 3 ผลการศึกษาค่าขีดจำกัดของการตรวจวัดพบว่ามีค่าเท่ากับ 3.71×10^{-7} M หรือคิดเป็น 0.14 mg/dm³ ในรูปของ $K_4Fe(CN)_6$ (น้ำหนักสูตรเท่ากับ 368.39) ที่ระดับความเชื่อมั่น 99 % และองศาความอิสระเท่ากับ 6 ขณะที่ผลการศึกษาค่าร้อยละคืนกลับมีค่าเท่ากับ 117.44 ± 0.79 ตามลำดับ

2. ผลการวิเคราะห์ปริมาณเฟอร์โรไซยาไนด์ด้วยวิธีการวิเคราะห์ปริมาณ Fe^{2+} ที่เกิดจากการสลายตัวของสารประกอบเชิงซ้อนเฟอร์โรไซยาไนด์ด้วยวิธีการไทเทรตกับ Ce^{4+}

ผลการศึกษาประสิทธิภาพต่าง ๆ ของวิธีการไทเทรต พบค่าขีดจำกัดการตรวจวัดที่ระดับความเชื่อมั่น 99 % เท่ากับ 1.08×10^{-4} M คิดเป็น 39.70 mg/dm³ ในรูปของ $K_4Fe(CN)_6$ มีค่าร้อยละคืนกลับเท่ากับ 109.32 ± 2.25 นอกจากนี้พบว่าเมื่อทำการทดลองลดความเข้มข้นของเฟอร์โรไซยาไนด์ลงต่ำกว่า 0.18 mg/dm³ ในรูปของ $K_4Fe(CN)_6$ จะไม่สามารถสังเกตเห็นสีแดงได้ กล่าวได้ว่าวิธีการไทเทรตสามารถวิเคราะห์เชิงคุณภาพได้ด้วยความเข้มข้นต่ำสุดเท่ากับ 0.18 mg/dm³ ในรูปของ $K_4Fe(CN)_6$

3. ผลการเปรียบเทียบประสิทธิภาพของวิธีการสเปกโทรโฟโตเมทรีและวิธีการไทเทรต

ผลการศึกษาเปรียบเทียบประสิทธิภาพต่าง ๆ ของทั้งสองวิธีการในตารางที่ 1 พบว่าวิธีการสเปกโทรโฟโตเมทรีมีความไว (Sensitivity) ที่ดีกว่าที่ 0.14 mg/dm³ ในรูปของ $K_4Fe(CN)_6$ ขณะที่วิธีการไทเทรตด้วยสารมาตรฐาน Ce^{4+} มีร้อยละคืนกลับที่น่าเชื่อถือกว่า (109.32 ± 2.25) มีต้นทุนต่ำกว่าที่ 1.50 บาทต่อตัวอย่าง อย่างไรก็ตามหากพิจารณาเกี่ยวกับความสะดวกในการวิเคราะห์และอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลองแล้ว จะเห็นว่าวิธีการไทเทรตมีความสะดวกมากกว่า อีกทั้งยังใช้อุปกรณ์พื้นฐานที่มีในห้องปฏิบัติการโดยทั่วไป นับเป็นวิธีการที่เหมาะสมสำหรับการเผยแพร่และประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์สารประกอบเฟอร์โรไซยาไนด์ต่อไป

4. ผลการวิเคราะห์ปริมาณสารประกอบเฟอร์โรไซยาไนด์ในเครื่องดื่ม

ผลการวิเคราะห์ปริมาณเฟอร์โรไซยาไนด์ในเครื่องดื่มประเภทต่างๆ รวมทั้งสิ้น 43 ยี่ห้อ เมื่อวิเคราะห์ปริมาณด้วยวิธีการไทเทรตกับสารมาตรฐาน Ce^{4+} พบปริมาณเฟอร์โรไซยาไนด์ต่ำกว่า 39.70 mg/dm³ (ต่ำกว่าขีดจำกัดของการตรวจวัดของวิธีการไทเทรต) อย่างไรก็ตามเมื่อทำการวิเคราะห์สารละลายตัวอย่างที่เติมสารมาตรฐานเฟอร์โรไซยาไนด์ปริมาณ 9.21 มิลลิกรัม พบปริมาณเฟอร์โรไซยาไนด์ในเครื่องดื่มต่างๆ รวมถึงแสดงค่าเฉลี่ย

ร้อยละคืนกลับของวิธีการวิเคราะห์ สำหรับเครื่องดื่มบำรุงกำลังเท่ากับ 119.80 น้ำผลไม้เท่ากับ 106.02 น้ำอัดลมเท่ากับ 106.30 กาแฟเท่ากับ 120.37 สุราแช่พื้นบ้านเท่ากับ 96.98 เบียร์เท่ากับ 106.41 สุราไทยเท่ากับ 87.38 สุราต่างประเทศเท่ากับ 86.78 และไวน์พื้นบ้านเท่ากับ 104.71 ตามลำดับ แสดงดังตารางที่ 2

อภิปรายผลการวิจัย

การพัฒนาวิธีการวิเคราะห์สารประกอบเฟอร์โรไซยาไนด์ในตัวอย่างเครื่องดื่ม ได้ทำการศึกษาวิธีการวิเคราะห์ จำนวนทั้งสิ้น 2 วิธีการ ได้แก่วิธีสเปกโทรโฟโตเมทรีและวิธีการไทเทรต พบสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการสลายตัวของสารประกอบเฟอร์โรไซยาไนด์ ใช้ความเข้มข้นของ $HgCl_2$ อยู่ระหว่าง $0.25 \times 10^{-4} - 4.00 \times 10^{-4}$ M และใช้ความเข้มข้นของ 1,10-Phenanthroline ในการทำปฏิกิริยากับ Fe^{2+} ที่ได้จากการสลายตัวของสารประกอบเฟอร์โรไซยาไนด์อยู่ระหว่าง $0.40 \times 10^{-3} - 3.20 \times 10^{-3}$ M จากช่วงความเข้มข้นที่ได้ศึกษาแล้วข้างต้น ผู้วิจัยได้เลือกใช้ความเข้มข้น $HgCl_2$ เท่ากับ 4.00×10^{-4} M และ 1,10-Phenanthroline เท่ากับ 2.00×10^{-3} M ตามลำดับ จากนั้นจึงทำการศึกษาประสิทธิภาพต่างๆของวิธีการทั้งสองต่อไป พบว่าวิธีการสเปกโทรโฟโตเมทรีได้ผลการสร้างกราฟมาตรฐานในช่วงความเข้มข้นเฟอร์โรไซยาไนด์ระหว่าง $1.20 \times 10^{-5} - 6.00 \times 10^{-5}$ M ได้กราฟมาตรฐานมีสมการเส้นตรง $Y = 9691.7X + 0.0337$ และค่า $R^2 = 0.9997$ ได้ค่าขีดจำกัดการตรวจวัดเท่ากับ 3.71×10^{-7} M คิดเป็น 0.14 mg/dm³ ในรูปของ $K_4Fe(CN)_6$ ที่ระดับความเชื่อมั่น 99 % ค่าร้อยละคืนกลับมีค่าเท่ากับ 117.44 ± 0.79 และมีต้นทุนการวิเคราะห์ 24 บาทต่อตัวอย่าง ส่วนวิธีไทเทรตนักวิจัยได้ประยุกต์ให้สารเชิงซ้อน $[Fe(1,10-phen)_3]^{2+}$ ที่เกิดขึ้นทำหน้าที่เป็นอินดิเคเตอร์ของการไทเทรตซึ่งสารดังกล่าวจะสีเปลี่ยนจากสีแดงเป็นใสไม่มีสีที่จุดยุติ พบขีดจำกัดการตรวจวัดที่ระดับความเชื่อมั่น 99 % เท่ากับ 1.08×10^{-4} M คิดเป็น 39.70 mg $K_4Fe(CN)_6/dm^3$ มีค่าร้อยละคืนกลับเท่ากับ 109.32 ± 2.25 นอกจากนี้พบว่าเมื่อทดลองลดความเข้มข้นของเฟอร์โรไซยาไนด์ลงต่ำกว่า 0.18 mg $K_4Fe(CN)_6/dm^3$ จะไม่สามารถสังเกตเห็นสีแดงได้ จึงกล่าวได้ว่าวิธีการนี้สามารถวิเคราะห์เชิงคุณภาพได้ด้วยความเข้มข้นต่ำสุดเท่ากับ 0.18 mg $K_4Fe(CN)_6/dm^3$ และมีต้นทุนการวิเคราะห์ต่อตัวอย่างเท่ากับ 1.50 บาท ทั้งนี้ทั้งสองเทคนิคต่างใช้เวลาในการวิเคราะห์เท่ากับ 2 ชั่วโมง รวมถึงปัจจัยอื่น ๆ ในการวิเคราะห์ ได้แก่ความเป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม ความปลอดภัยและความยืดหยุ่นของวิธีการอยู่ในเกณฑ์ที่ใกล้เคียงกัน อย่างไรก็ตามหากพิจารณาถึงความสะดวกในการวิเคราะห์และอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลองแล้ว จะเห็นว่าเทคนิคการไทเทรตมีความสะดวกมากกว่า อีกทั้งยังใช้

อุปกรณ์พื้นฐานที่มีในห้องปฏิบัติการโดยทั่วไป นอกจากนี้ หากเปรียบเทียบกับวิธีการมาตรฐาน AOAC Official Method 973.19 พบว่ามีความสะดวกและปลอดภัยกว่า เป็นอย่างมาก เนื่องจากวิธีมาตรฐานเกิดแก๊สไฮโดรเจนไซยาไนด์ซึ่งมีพิษร้ายแรง ทั้งยังใช้อุปกรณ์การกลั่นที่มีความซับซ้อนซึ่งยากต่อการดูแลรักษา วิธีการไทเทรตจึงเป็นทางเลือกที่เหมาะสมสำหรับการเผยแพร่และประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์เฟอร์โรไซยาไนด์ เพื่อบริการวิชาการแก่ชุมชนต่อไป

ผลการวิเคราะห์ปริมาณเฟอร์โรไซยาไนด์ด้วยวิธีการไทเทรตในตัวอย่างที่เติมเฟอร์โรไซยาไนด์ปริมาณแน่นอนเท่ากับ 9.21 มิลลิกรัม พบว่าได้ค่าเฉลี่ยร้อยละคืนกลับในเครื่องต้ม 9 ประเภท รวม 43 ยี่ห้อ ดังนี้ เครื่องต้มบำรุงกำลังเท่ากับ 119.80 น้ำผลไม้เท่ากับ 106.02 น้ำอัดลมเท่ากับ 106.30 กาแฟเท่ากับ 120.37 สุราแช่พื้นบ้านเท่ากับ 96.98 เบียร์เท่ากับ 106.41 สุราไทยเท่ากับ 87.38 สุราต่างประเทศเท่ากับ 86.78 และไวน์พื้นบ้านเท่ากับ 104.71 ตามลำดับ ซึ่งพบว่าร้อยละคืนกลับสำหรับเครื่องต้มบำรุงกำลัง กาแฟ สุราไทย และสุราต่างประเทศ มีค่าอยู่นอกช่วงร้อยละ 100 ± 15 สาเหตุเนื่องจากเครื่องต้มข้างต้นซึ่งมีสีที่เข้มอยู่แต่เดิม ส่งผลให้การสังเกตสีที่จุดยุติเกิดความคลาดเคลื่อนขึ้นได้ อย่างไรก็ตามสำหรับเครื่องต้มประเภทอื่นๆ ให้ค่าร้อยละคืนกลับที่น่าพอใจ โดยเฉพาะเครื่องต้มสุราแช่พื้นบ้านซึ่งผู้วิจัยมีวัตถุประสงค์ต้องการวิเคราะห์สารประกอบเฟอร์โรไซยาไนด์เพื่อให้บริการแก่ชุมชนตามข้อกำหนดขององค์การอาหารและยา จึงนับได้ว่าผลการวิจัยประสบความสำเร็จและบรรลุตามวัตถุประสงค์ที่ตั้งไว้ ซึ่งผู้วิจัยจักได้นำผลการวิจัยไปใช้ประโยชน์ในการบริการวิชาการแก่ชุมชนในลำดับต่อไป

กิตติกรรมประกาศ

ผู้วิจัยต้องขอขอบพระคุณมหาวิทยาลัยราชภัฏนครราชสีมาเป็นอย่างสูง ที่ได้อนุมัติงบประมาณทั้งสิ้น 89,500 บาท เพื่ออุดหนุนในการทำวิจัยในครั้งนี้ นอกจากนี้ยังได้อนุเคราะห์อุปกรณ์และเครื่องมือทางวิทยาศาสตร์ต่างๆ เพื่ออำนวยความสะดวกในการทำวิจัย ส่งผลให้การดำเนินงานของผู้วิจัยสำเร็จลุล่วงลงด้วยดี จึงขอขอบคุณเป็นอย่างสูงมา ณ โอกาสนี้

เอกสารอ้างอิง

รัฐบาลไทย. (4 ธันวาคม 2545) อนุมัติงบประมาณสนับสนุนโครงการส่งเสริมการผลิตสุราแช่จากผลิตภัณฑ์การเกษตร . ออนไลน์เมื่อ 9 กรกฎาคม 2546, จาก <http://WWW.thaigov.go.th/news/press/thaksin/pr04dec45-04.htm>
AOAC Official Method 973.19 (1995), Cyanide in Distilled Liquors (Qualitative test), Chapter 26. 17

Cerimetric Determination of Sodium Ferrocyanide in Ferricyanide Bleach. Retrieved July 9, 2004, from <http://www.kodak.com/US/plugins/acrobat/en/motion/support/processing/h243/ec1101.pdf>

Daniel C. Harris, Quantitative Chemical Analysis. 6th edition. New York United State of America: W.H. Freeman and Company, 2003. 348

European commission.(2001). Health and consumer Production Diretoeat-general, Opinion of the Scientific Committee for animal Natrition on the safety of Potassium -and Sodium ferrocyanide used as a anticaking agents. Retrieved July 9, 2004, from <http://WWW.inchem.org/documents/jecfa/jecmono/v05je02.html>

Potentionmetric Determination of Ferrocyanide in Process ECN Ferricyanide Bleach and Ferrocyanide Stock Solutions. Retrieved July 9, 2004, from <http://WWW.Kodak.com/US/en/motion/support/processing/h243/h2403ecn00021.shtml>

Wisconsin Department of Natural Resources Laboratory Certification Program. ANALYTICAL DETECTION LIMIT GUIDANCE & Laboratory Guide for Determining Method Detection Limits, PUBL-TS-056-96. (1996). Retrieved August 16, 2010, from <http://www.dnr.state.wi.us/org/es/science/lc/OUTREACH/-Publications/LOD%20Guidance%20Document.PDF>

Yong-Lai Feng, Hisatake Narasaki, Li-Ching Tian, Sao-Ming Wu & Hong-Yuan Chen.(1999). Flow - Injection Spectrophotometric Determination of Mercury (II) in water by the Catalytic Decomposition of Ferrocyanide. *Analytical Sciences Journal*, **15**, 915.