การวิเคราะห์โซเดียมไฮโดรซัลไฟต์แบบง่ายโดยเทคนิคสเปกโทรโฟโตเมทรี

Simple Method for Determination of Sodium Hydrosulfite by Spectrophotometric Technique

ไสว ศิลา และ อภิญญา นวคุณ*

Sawai Sila and Apinya Navakhun*

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา

Chemistry Department, Faculty of Science, Burapha University

Received : 12 June 2017

Accepted : 12 July 2017

Published online : 20 July 2017

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ได้ศึกษาการเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์โซเดียมไฮโดรซัลไฟต์ด้วยเทคนิคสเปกโทรโฟโตเมทรี โดยตรวจวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ลดลงของคอปเปอร์ซัลเฟตหลังทำปฏิกิริยากับโซเดียมไฮโดรซัลไฟต์และใช้อุลตร้าโซนิคช่วย สภาวะที่เหมาะสมคือโซเดียมไฮโดรซัลไฟต์ทำปฏิกิริยากับคอปเปอร์ซัลเฟต เข้มข้น 1.0 โมลาร์ ที่มีกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 0.15 โมลาร์ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เวลาในการทำปฏิกิริยา 45 นาที และตรวจวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 815 นาโนเมตร ภายใต้สภาวะที่เหมาะสมได้กราฟมาตรฐานในช่วง 0.2-1.0 กรัม/ลิตร (R^2 0.9949) ค่าขีดจำกัดการตรวจวัดและขีดจำกัดการหาปริมาณเท่ากับ 0.05 และ 0.16 g/L ตามลำดับ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ อยู่ในช่วง 6.18- 9.01 % และค่าร้อยละการได้กลับคืนอยู่ในช่วง 93.0 - 103.1 เมื่อนำวิธีนี้ไปประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์สารโซเดียมไฮโดรซัลไฟต์ในตัวอย่างอาหาร 3 ชนิด คือ หน่อไม้ ตีนไก่ และถั่วงอก ซึ่งตรวจพบว่ามีโซเดียมไฮโดรซัลไฟต์เจือปนในตัวอย่างถั่วงอกในปริมาณ 0.27 กรัมต่อกิโลกรัม

คำสำคัญ : โซเดียมไฮโดรซัลไฟต์ สเปกโทรโฟโตเมทรี คอปเปอร์ซัลเฟต

*Corresponding author. E-mail : apinyan@buu.ac.th

Abstract

In this research, the samples preparation method for Sodium hydrosulfite analysis by spectrophotometric technique based on the decreasing absorbance signal decreased of copper sulfate and utilized with ultrasonic was studied. The optimum conditions were 1.0 M of copper sulfate, 0.15 M Sulfuric acid as catalyst, temperature of 70° C, reaction time of 45 minute, and detected at 815 nm. Under optimum conditions, Calibration graph was in range of 0.2-1.0 g/L (R^2 0.9949). The limit of detection and limit of quantification were 0.05 and 0.16 g/L, respectively. The relative standard deviations were 6.18 - 9.01 %. Percent recoveries were 93.0 - 103.1. The proposed method was applied to determination of sodium hydrosulfite in 3 types of food samples as bamboo shoots, bean sprouts, and chicken feet. The sodium hydrosulfite found in bean sprouts was 0.27 g/kg

Keywords: sodium hydrosulfite, spectrophotometry, copper sulfate

บทนำ

สารโซเดียมไฮโดรซัลไฟต์ (Sodium hydrosulfite : $Na_2S_2O_4$) หรือ โซเดียมไดไทโอไนต์ หรือสารซักมุ้ง มีสมบัติเป็นสารฟอกสีที่มีฤทธิ์ฟอกขาว นิยมใช้ในอุตสาหกรรมที่เกี่ยวกับการฟอกสี เช่น กระดาษ เส้นใยไหม แห อวน และเครื่องหนัง โซเดียมไฮโดรซัลไฟต์เป็นสารเคมีที่เป็นพิษ แต่มีผู้ผลิตและผู้จำหน่ายสินค้าบางรายนำมาผสมในผลิตภัณฑ์ประเภทถั่วงอก น้ำตาลปึก ขิงหั่นฝอย หน่อไม้ดอง เพื่อหวังผลในการจูงใจลูกค้าซึ่งทำให้ผู้บริโภคได้รับอันตรายจากการบริโภคได้ (Toxicology center, n.d.) การบริโภคอาหารปนเปื้อนโซเดียมไฮโดรซัลไฟต์ทำให้เกิดการอักเสบในอวัยวะที่สัมผัสอาหาร เช่น ปาก ลำคอและกระเพาะอาหาร หากกินเข้าไปมากเกิน 30 กรัม จะทำให้เกิดอาการปวดท้อง เวียนศีรษะ อาเจียน อุจจาระร่วง ความดันโลหิตลดต่ำลง แน่นหน้าอก หายใจไม่สะดวก หลอดลมหดตัว ทำให้หอบหืด ในผู้ที่เป็นโรคนี้อยู่แล้วอาจช็อก หมดสติและเสียชีวิตได้ (Institute for the Promotion of Teaching Science and Technology, 2011) ซึ่งตามกำหนดเกณฑ์มาตรฐานกระทรวงสาธารณสุข ได้กำหนดให้มีโซเดียมไฮโดรซัลไฟต์ปนเปื้อนอาหาร ได้ไม่เกิน 1,500 มิลลิกรัม/กิโลกรัม (Ministry of Public Health, 2005) และองค์กรมาตรฐานด้านอาหารของออสเตเรียและนิวซีแลนด์ (Food Standards Australia New Zealand, 2014) หรือ FSANZ ได้กำหนดเกณฑ์มาตรฐานของโซเดียมไฮโดรซัลไฟต์ในอาหาร (Maximum Permitted Level : MPL) ไว้ไม่เกิน 1,000 มิลลิกรัม/กิโลกรัม โดยจากรายงานของกรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ ที่ได้ทำการสุ่มตรวจสารฟอกขาว กับอาหารจำพวก ถั่งงอก หน่อไม้ดอง ขิงหั่นฝอย ผลไม้สด น้ำตาลปึก และทุเรียนกวน จำนวน 2,438 ตัวอย่าง พบสารปนเปื้อนโซเดียมไฮโดรซัลไฟต์ 392 ตัวอย่าง คิดเป็นร้อยละ 16 ซึ่งถือเป็นสถานการณ์การเจือปนของสารเคมีในอาหารที่เป็นอันตรายต่อผู้บริโภคอย่างมาก (Jintana & Yuparaid, 2014) ทั้งนี้ในปัจจุบันมีการใช้เทคนิคในการทดสอบโซเดียมไฮโดรซัลไฟต์ ในอาหารโดยการนำมาทดสอบกับสารคอปเปอร์ซัลเฟต ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) เป็นการทดสอบในเชิงคุณภาพ ไม่สามารถวัดในเชิงปริมาณได้ (Institute for the Promotion of Teaching Science and Technology, 2011) การวิเคราะห์ในเชิงปริมาณโดยเทคนิคการไทเทรตด้วยโพแทสเซียมเฮกซะไซยาโนเฟอเรต(III) โดยมีเมทิลีนบลู เป็นอินดิเคเตอร์ (De Groot, 1997) วีธีการไทเทรตแบบไอโอโดเมตริก (Danehy&Zubritsky, 1974) ซึ่งเป็นเทคนิคที่ให้ขีดจำกัดการตรวจวัดในระดับเปอร์เซนต์จึงไม่เหมาะสำหรับนำมา

วิเคราะห์การปนเปื้อนในตัวอย่างอาหาร เทคนิคไอออนโครมาโทกราฟี (James, Apblett, & Materer, 2012) เป็นเทคนิคต้องใช้เครื่องมือที่มีราคาแพงและผู้ทำการวิเคราะห์ต้องมีความชำนาญ เทคนิคสเปกโทรโฟโตเมตรี (Carvalho&Schwedt, 2002) ซึ่งเป็นเทคนิคที่ง่ายแต่ไม่เหมาะสำหรับวิเคราะห์ตัวอย่างอาหารเนื่องจากต้องเพิ่มขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างและกำจัดสิ่งรบกวนการวิเคราะห์ ดังนั้นในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาเทคนิควิธีใหม่ในการวิเคราะห์หาปริมาณโซเดียมไฮโดรซัลไฟต์ในอาหาร โดยใช้เทคนิคการเกิดปฏิกิริยาของโซเดียมไฮโดรซัลไฟต์กับคอปเปอร์ซัลเฟตที่อยู่บนกระดาษทดสอบและใช้เทคนิคสเปกโทรโฟโทเมทรี ในการวิเคราะห์หาปริมาณโซเดียมไฮโดรซัลไฟต์ เพื่อเป็นการกำจัดสิ่งรบกวนการวิเคราะห์ ใช้เวลาในการวิเคราะห์น้อยและมีราคาถูก

วิธีดำเนินการวิจัย

1. อุปกรณ์ เครื่องมือและสารเคมีที่ใช้

ในการวิเคราะห์โซเดียมไฮโดรซัลไฟต์ใช้เครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (รุ่น 8350, Hewlett Packard, USA) เครื่องอุลตราโซนิคที่มีระบบควบคุมอุณหภูมิ (ISOLAB, Germany) เตาให้ความร้อน รุ่น M21/2 (Framo-Geratechnik, Norway) เครื่องชั่งแบบละเอียด รุ่น RC250S (Sartorius, Germany) เตาอบ รุ่น 1375 FX (Sheldon Manufacturing ,U.S.A) ไมโครปิเปต ขนาด 200 และ1000 ไมโครลิตร (Thermo Scientific, Finland) ขวดแก้วใส่ตัวอย่างพร้อมฝา ขนาด 4 และ 30 มิลลิลิตร กระดาษกรอง เบอร์ 4 ขนาด 25 มิลลิเมตร (Whatman, UK) โซเดียมไฮโดรซัลไฟต์เกรดอุตสหกรรม (ความบริสุทธิ์85%) (Ajax finechem, Australia) คอปเปอร์(II)ซัลเฟต เกรดวิเคราะห์ (VWR ,England) กรดไฮโดรคลอริก เกรดวิเคราะห์ (Merck, Germany) กรดซัลฟิวริก เกรดวิเคราะห์ (QREC, New Zealand) กรดไนตริก เกรดวิเคราะห์ (QREC, New Zealand) และน้ำปราศจากไอออน (DI-water) จากเครื่องทำน้ำปราศจากไอออน (Barnstead/ Thermolyne, UK)

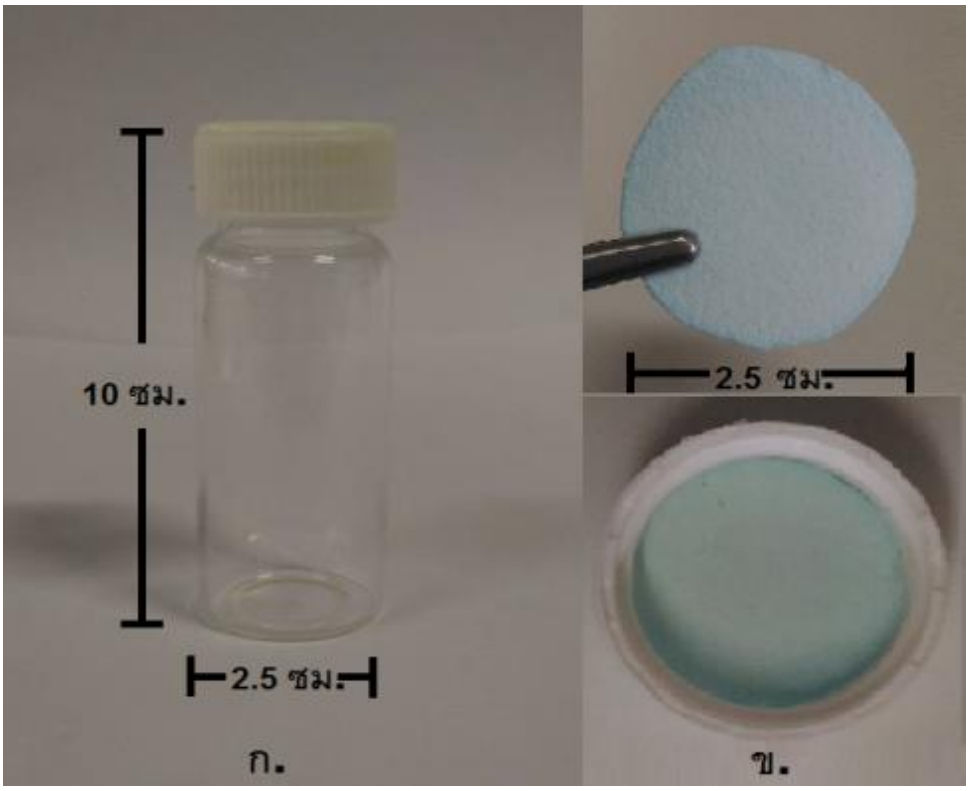
2. วิธีการทดลอง

ในงานวิจัยนี้ ผู้วิจัยทำการทดลองโดยอาศัย หลักการสสายตัวของโซเดียมไฮโดรซัลไฟต์ในสภาวะที่เป็นกรดแล้วเกิดแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ซึ่งระเหยเป็นไอแล้วมาทำปฏิกิริยากับคอปเปอร์ซัลเฟตที่เคลือบบนกระดาษกรอง และหาปริมาณโซเดียมไฮโดรซัลไฟต์ โดยการวัดความเข้มข้นที่ของคอปเปอร์ซัลเฟตลดลงเมื่อปริมาณโซเดียมไฮโดรซัลไฟต์เพิ่มขึ้น ด้วยเทคนิคสเปกโทรโฟโตเมทรี มีวิธีการทดลองดังนี้

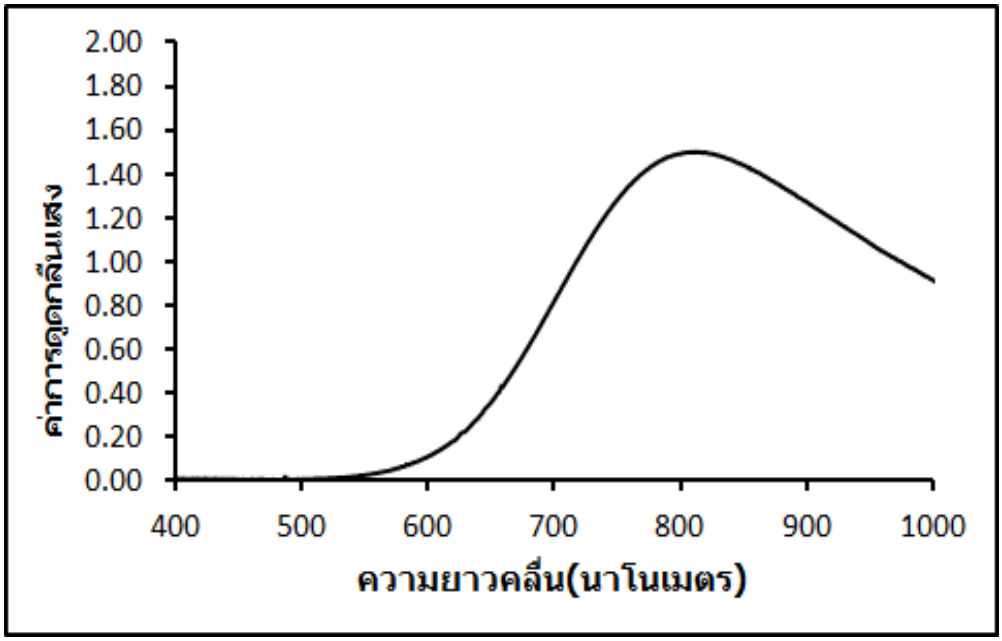
การเตรียมสารละลายคอปเปอร์ซัลเฟตเคลือบบนกระดาษกรอง ทำโดยปิเปตสารละลายการเตรียมสารละลายคอปเปอร์ซัลเฟตความเข้มข้น 1 โมลาร์ ปริมาตร 100 ไมโครลิตร ใส่ลงบนกระดาษกรอง ขนาด 25 มิลลิเมตร ทิ้งให้สารละลายการเตรียมสารละลายคอปเปอร์ซัลเฟตซึมซับบนกระดาษกรองทั่วทั้งแผ่น และแห้ง เก็บในภาชนะที่มีฝาโดยสามารถเก็บแผ่นกระดาษกรองที่เคลือบสารละลายคอปเปอร์ซัลเฟตแล้วไว้ใช้ได้เป็นเวลานานประมาณ 7 วัน โดยไม่ทำให้กระดาษกรองเสื่อมสภาพซึ่งสังเกตได้จากการเปลี่ยนแปลงสีของคอปเปอร์ซัลเฟตบนกระดาษกรอง

การหาสภาวะที่เหมาะสมในการหาปริมาณโซเดียมไฮโดรซัลไฟต์ โดยเทคนิคสเปกโทรโฟโตเมทรี ซึ่งสภาวะที่ศึกษาได้แก่ 1) วิธีให้ความร้อน เช่น เครื่องอ่างน้ำร้อนกับอ่างอุลตร้าโซนิค 2) ชนิดของกรด 3 ชนิด คือ กรดไฮโดรคลอริก กรดไนตริก และกรดซัลฟิวริก 3) ความเข้มข้นของกรดในช่วง 0.1- 0.2 โมลาร์ 4) อุณหภูมิ ในช่วง 30-80 องศาเซลเซียส 5) เวลาที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยาในช่วง 0 - 60 นาที 7) ความเข้มข้นของคอปเปอร์ซัลเฟตในช่วง 0.1- 1.5 โมลาร์ โดยใช้โซเดียมไฮโดรซัลไฟต์เข้มข้น 1 กรัม/ลิตร ในการหาสภาวะที่เหมาะสม ทำการทดลองในขวดแก้วที่มีปริมาตรสารละลาย

รวม 20 มิลลิลิตร ปิดฝาด้วยกระดาษกรองที่มีคอปเปอร์ซัลเฟตเคลือบ โดยแสดงดังรูปที่ 1 แล้วนำมาให้ความร้อน หลังจากนั้นละลายคอปเปอร์ซัลเฟตบนกระดาษกรองหลังเกิดปฏิกิริยาด้วยน้ำปราศจากไอออน ปริมาตร 2 มิลลิลิตร และนำมาวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิล ที่ความยาวคลื่น 815 นาโนเมตร (ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดของคอปเปอร์ซัลเฟตแสดงดังภาพที่ 2)



ภาพที่ 1 ก. ขวดแก้วทดสอบที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา
ข. กระดาษกรองเคลือบคอปเปอร์ซัลเฟต



ภาพที่ 2 สเปกตรัมค่าการดูดกลืนแสงของคอปเปอร์ซัลเฟต
ในช่วง 400- 1000 นาโนเมตร

การทดสอบความน่าเชื่อถือของวิธีวิเคราะห์ได้ศึกษาขีดจำกัดการตรวจวัด ขีดจำกัดการหาปริมาณ ช่วงความเป็นเส้นตรง กราฟมาตรฐาน ความเที่ยง และร้อยละการได้กลับคืน ตามมาตรฐาน AOAC (AOAC International, 1993) นอกจากนี้ได้นำวิธีวิเคราะห์ที่พัฒนาขึ้นมาใช้ในการวิเคราะห์โซเดียมไฮโดรซัลไฟต์ในตัวอย่างอาหาร 3 ชนิด ได้แก่ หน่อไม้ตีนไก่ และถั่วงอก ซึ่งสกัดโซเดียมไฮโดรซัลไฟต์ในตัวอย่างอาหารได้โดย นำตัวอย่างอาหาร จำนวน 5.xxxx กรัม มาปั่นให้ละเอียดแล้วใส่ในขวดทดสอบ เติมน้ำปราศจากไอออนปริมาตร 20 มิลลิลิตร และเติมกรดซัลฟิวริกเข้ม 5 โมลาร์ จำนวน 0.6 มิลลิลิตร ทำการปิดฝาขวดด้วยกระดาษกรองที่มีคอปเปอร์ซัลเฟตเคลือบอยู่ นำไปให้ความร้อนด้วยเครื่องอุลตร้าโซนิคบาร์ธที่อุณหภูมิและเวลาที่เหมาะสม และนำคอปเปอร์ซัลเฟตที่เหลือหลังเกิดปฏิกิริยามาวัดค่าการดูดกลืนแสงเทียบกับกราฟมาตรฐาน

ผลการวิจัยและวิจารณ์ผล

ในการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์โซเดียมไฮโดรซัลไฟต์โดยเทคนิคสเปกโทรโฟโตเมทรีจะพิจารณาจากค่าผลต่างค่าการดูดกลืนแสงที่ลดลงของคอปเปอร์ซัลเฟต (delta absorbance)

1. ผลการศึกษาการให้ความร้อนด้วยอ่างอุลตร้าโซนิคกับอ่างน้ำร้อน

จากการศึกษาผลให้ความร้อนด้วยอ่างน้ำร้อนกับอ่างอุลตร้าโซนิค เพื่อใช้ในการหาปริมาณโซเดียมไฮโดรซัลไฟต์ โดยมีตัวแปรควบคุมดังนี้ 1) สารมาตรฐานโซเดียมไฮโดรซัลไฟต์เข้มข้น 1 กรัม/ลิตร 2) สารละลายคอปเปอร์ซัลเฟตเข้มข้น 1 โมลาร์ จำนวน 100 ไมโครลิตร 3) กรดไฮโดรคลอริก 0.125 โมลาร์ 4) ปริมาตรสารละลายรวม 20 มิลลิลิตร 5) อุณหภูมิที่ใช้ในการทำการทดลอง 70 องศาเซลเซียส 6) เวลาที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยา 30 นาที เมื่อสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างวิธีการให้ความร้อนกับค่าผลต่างค่าการดูดกลืนแสงที่ลดลงพบว่า วิธีการให้ความร้อนด้วยอ่างอุลตร้าโซนิคให้ค่าการตรวจวัดได้ดีกว่าอ่างน้ำร้อน โดยให้ค่าผลต่างค่าการดูดกลืนแสงที่ลดลง เท่ากับ 0.12280 และ 0.10059 โดยแสดงไว้ดังภาพที่ 3 ซึ่งเกิดจากการให้ความร้อนด้วยอ่างอุลตร้าโซนิค มีการสั่นสะเทือนด้วยคลื่นอุลตร้าโซนิคช่วยเร่งกระบวนการระเหยแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์มาเกิดปฏิกิริยากับคอปเปอร์ซัลเฟตได้ดีขึ้น ดังนั้นจึงเลือกอ่างอุลตร้าโซนิคช่วยสำหรับการศึกษาต่อไป

2. ผลการศึกษาชนิดของกรด

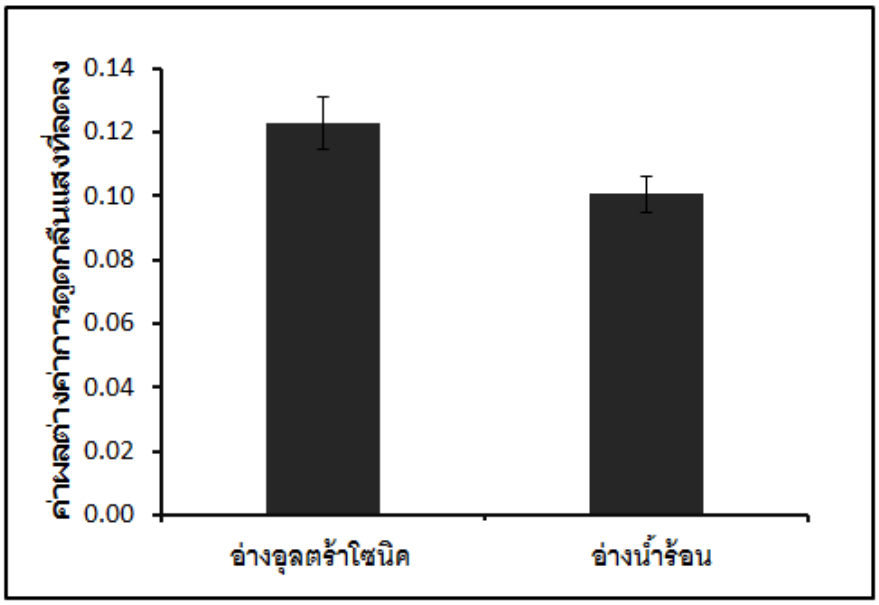
กรดที่มีผลต่อการเกิดปฏิกิริยาการสลายตัวของโซเดียมไฮโดรซัลไฟต์ได้ผลิตภัณฑ์เป็นแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ (ดังสมการที่ 1- 2) โดยกรดจะเป็นตัวเร่งให้เกิดปฏิกิริยาเป็นแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ในสมการ (2) และแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ที่เกิดขึ้นจะระเหยเป็นไอแล้วมาทำปฏิกิริยากับคอปเปอร์ซัลเฟตที่เคลือบบนกระดาษกรอง (Ter Maat, Hogendoorn& Versteeg, 2005 (ดังสมการที่ 3)

$$2\ Na_2S_2O_4 + H^+ \longrightarrow H_2S_2O_4 + 2\ Na^+ \quad (1)$$

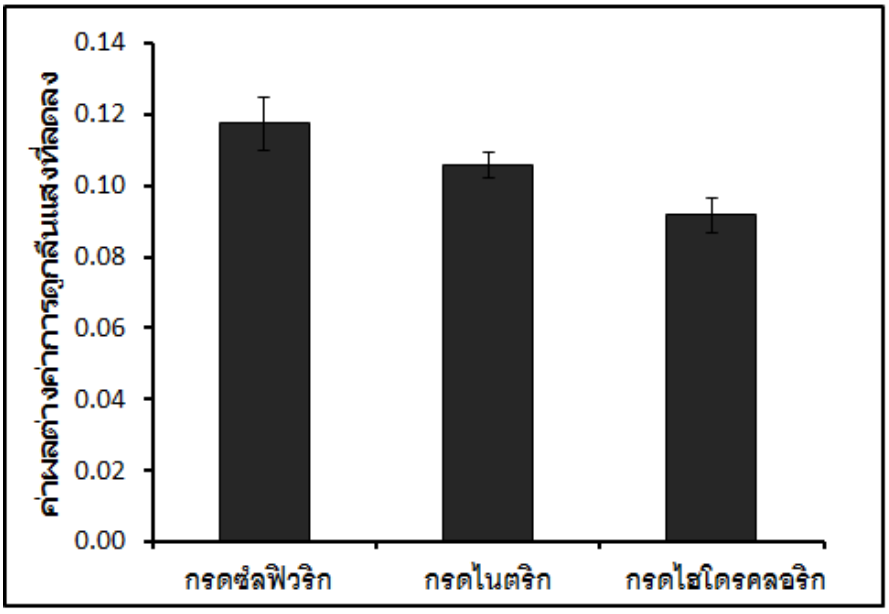
$$3\ H_2S_2O_4 \longrightarrow 5\ SO_2 + H_2S + 2\ H_2O \quad (2)$$

$$CuSO_4 + H_2S \longrightarrow CuS + H_2SO_4 \quad (3)$$

และทำการวัดปริมาณคอปเปอร์ซัลเฟตที่เหลือจากการเกิดปฏิกิริยา โดยในการทดลองนี้ได้ศึกษาชนิดของกรด 3 ชนิด คือ กรดกรดซัลฟิวริก กรดไนตริกและกรดไฮโดรคลอริก ซึ่งเป็นกรดแก่ที่หาได้ง่ายในห้องปฏิบัติการ โดยมีตัวแปรควบคุมดังนี้ 1) สารมาตรฐานโซเดียมไฮโดรซัลไฟต์เข้มข้น 1 กรัม/ลิตร 2) สารละลายเปอร์ซัลเฟตเข้มข้น 1 โมลาร์ จำนวน 100 ไมโครลิตร 3) ความเข้มข้นของกรด 0.125 โมลาร์ 4) ปริมาตรสารละลายรวม 20 มิลลิลิตร 5) ให้ความร้อนด้วยอ่างอุลตร้าโซนิคที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส 6) เวลาที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยา 30 นาที เมื่อสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างชนิดของกรดกับค่าผลต่างค่าการดูดกลืนแสงที่ลดลงพบว่ากรดกรดซัลฟิวริกให้ค่าสัญญาณการตรวจวัดดีที่สุดเมื่อเทียบกับกรดไนตริก และกรดไฮโดรคลอริก โดยแสดงดังภาพที่ 4 ดังนั้นจึงเลือกกรดซัลฟิวริกเป็นสภาวะที่เหมาะสม



ภาพที่ 3 ผลการศึกษาการให้ความร้อนด้วยอ่างอุลตร้าโซนิค และอ่างน้ำร้อน



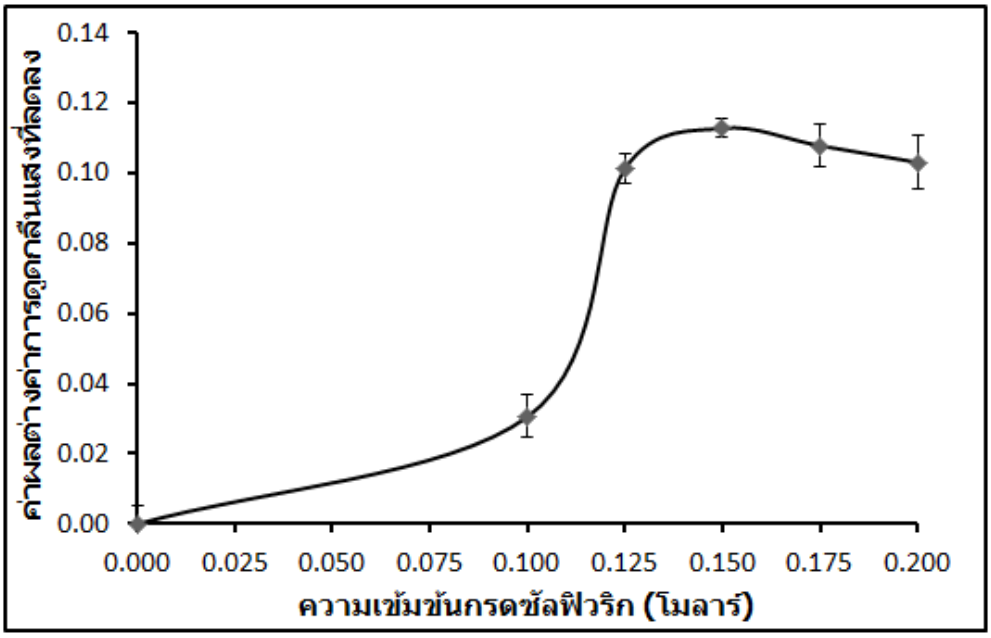
ภาพที่ 4 ผลการศึกษาชนิดของกรดที่ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

3. ผลการศึกษาความเข้มข้นของกรด

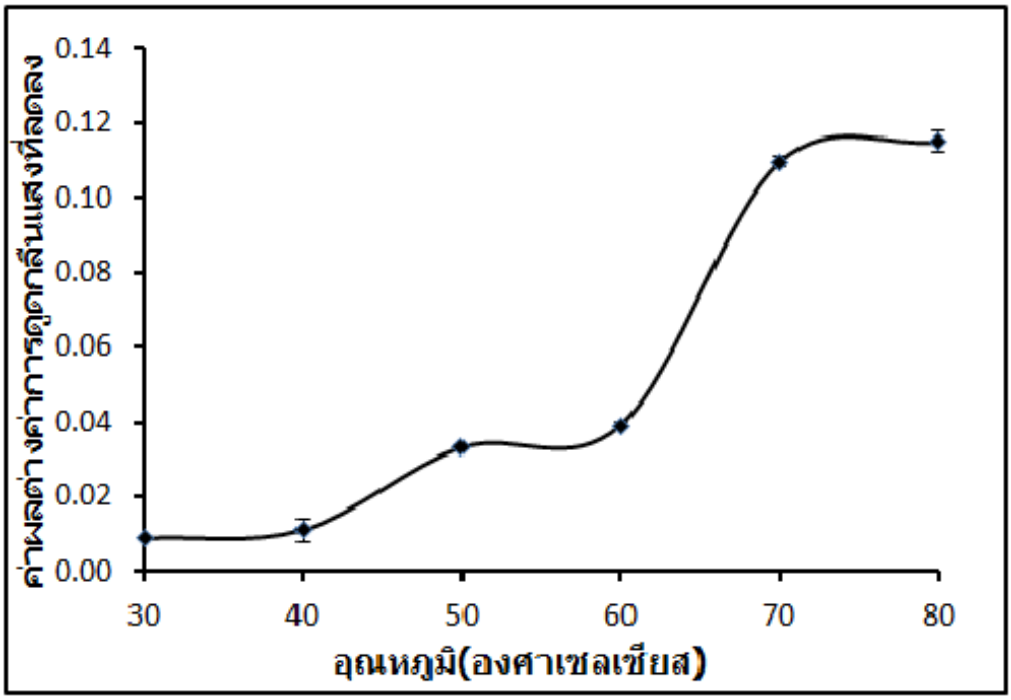
จากการศึกษาความเข้มข้นของกรดที่เหมาะสมต่อการหาปริมาณโซเดียมไฮโดรซัลไฟต์ โดยศึกษากรดซัลฟิวริกที่ความเข้มข้น 0.100 , 0.125, 0.150, 0.175 และ 0.200 โมลาร์ โดยมีตัวแปรควบคุมดังนี้ 1) สารมาตรฐานโซเดียมไฮโดรซัลไฟต์เข้มข้น 1 กรัม/ลิตร 2) สารละลายเปอร์ซัลเฟตเข้มข้น 1 โมลาร์ จำนวน 100 ไมโครลิตร 3) ปริมาตรสารละลายรวม 20 มิลลิลิตร 4) ให้ความร้อนด้วยอ่างอุลตร้าโซนิคที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส 5) เวลาที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยา 30 นาที ได้ค่าผลต่างค่าการดูดกลืนแสงที่ลดลง เท่ากับ 0.03057, 0.10131, 0.11281, 0.10784 และ 0.10312 ตามลำดับ พบว่ากรดซัลฟิวริกที่ความเข้มข้น 0.150 โมลาร์ ให้ค่าผลต่างค่าการดูดกลืนแสงที่ลดลงมากที่สุดและมีค่าการเบี่ยงเบนมาตรฐานน้อย จึงเลือกกรดที่ความเข้มข้น 0.150 โมลาร์ เป็นความเข้มข้นที่เหมาะสม โดยแสดงดังภาพที่ 5

4. ผลการศึกษาอุณหภูมิ

จากการศึกษาอุณหภูมิที่เหมาะสมต่อการหาปริมาณโซเดียมไฮโดรซัลไฟต์ โดยศึกษาที่อุณหภูมิ 30, 40, 50, 60 , 70 และ 80 องศาเซลเซียส ด้วยอ่างอุลตร้าโซนิค โดยมีตัวแปรควบคุมดังนี้ 1) สารมาตรฐานโซเดียมไฮโดรซัลไฟต์เข้มข้น 1 กรัม/ลิตร 2) สารละลายเปอร์ซัลเฟตเข้มข้น 1 โมลาร์ จำนวน 100 ไมโครลิตร 3) กรดซัลฟิวริกเข้มข้น 0.150 โมลาร์ 4) ปริมาตรสารละลายรวม 20 มิลลิลิตร 5) เวลาที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยา 30 นาที ให้ค่าผลต่างค่าการดูดกลืนแสงที่ลดลง เท่ากับ 0.00889, 0.01111, 0.03318, 0.03917, 0.10960 และ 0.11498 ตามลำดับ พบว่าที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส และ อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เกิดการเปลี่ยนแปลงของค่าผลต่างค่าการดูดกลืนแสงที่ลดลงที่ใกล้เคียงกัน แต่ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส ให้ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานต่ำกว่าที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส โดยแสดงดังรูปที่ 6 จึงเลือกอุณหภูมิที่ 70 องศาเซลเซียสเป็นอุณหภูมิที่เหมาะสม



ภาพที่ 5 ผลการศึกษาความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก



ภาพที่ 6 ผลการศึกษาอุณหภูมิที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยา

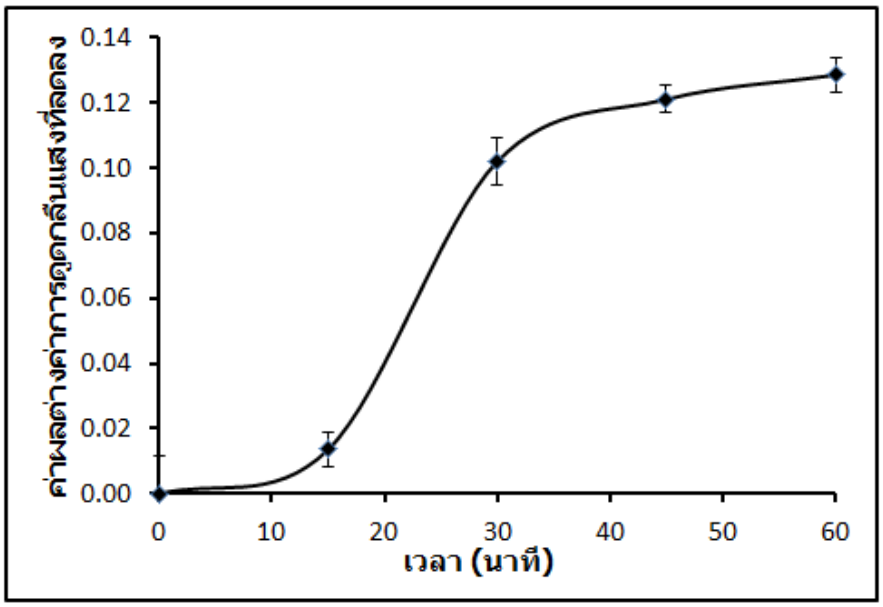
5. ผลการศึกษาเวลาที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยา

จากการศึกษาเวลาที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยาเคมีเหมาะสมต่อการหาปริมาณโซเดียมไฮโดรซัลไฟต์ โดยศึกษาที่เวลา 15, 30, 45 และ 60 นาที โดยมีตัวแปรควบคุมดังนี้ 1) สารมาตรฐานโซเดียมไฮโดรซัลไฟต์เข้มข้น 1 กรัม/ลิตร 2) สารละลายเปอร์ซัลเฟตเข้มข้น 1 โมลาร์ จำนวน 100 ไมโครลิตร 3) กรดซัลฟิวริกเข้มข้น 0.150 โมลาร์ 4) ปริมาตรสารละลายรวม 20 มิลลิลิตร 5) ให้ความร้อนด้วยอ่างอุลตร้าโซนิคที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส ให้ค่าผลต่างค่าการดูดกลืนแสงที่ลดลง เท่ากับ 0.01449, 0.10289, 0.12196 และ 0.12942 ตามลำดับ ดังรูปที่ 7 พบว่าที่เวลา 45 และ 60 นาที เกิดการเปลี่ยนแปลงของค่าผลต่างค่าการดูดกลืนแสงที่ลดลง ใกล้เคียงกัน แต่ที่เวลา 45 นาที ให้ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานต่ำกว่าที่เวลา 60 นาที จึงเลือกเวลาที่ 45 นาที เป็นเวลาที่เหมาะสมที่ต่อการหาปริมาณโซเดียมไฮโดรซัลไฟต์

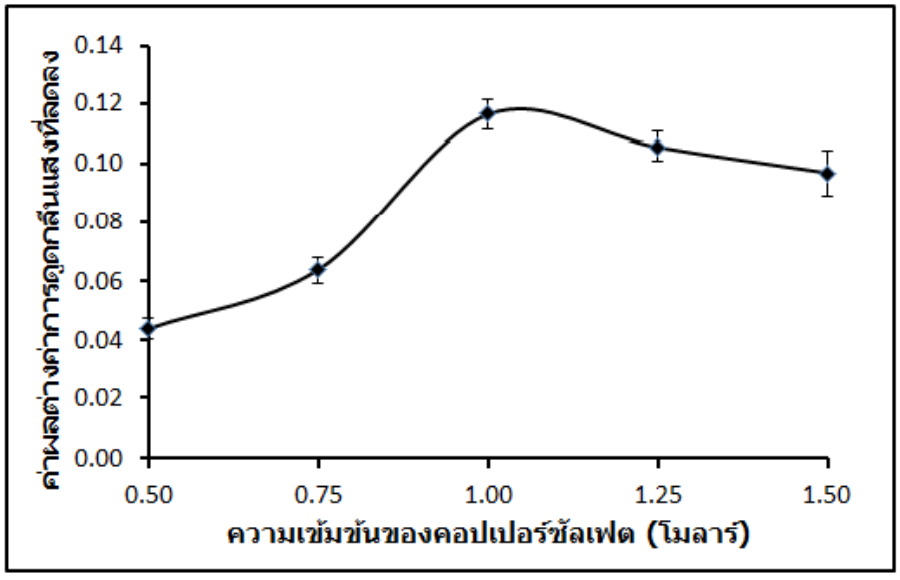
6. ผลการศึกษาความเข้มข้นของคอปเปอร์ซัลเฟต

จากการศึกษาความเข้มข้นของคอปเปอร์ซัลเฟตที่เหมาะสมต่อการหาปริมาณโซเดียมไฮโดรซัลไฟต์ โดยศึกษาที่ความเข้มข้น 0.50, 0.75, 1.00, 1.25 และ1.50 โมลาร์ จำนวน 100 ไมโครลิตร และมีตัวแปรควบคุมดังนี้ 1) สารมาตรฐานโซเดียมไฮโดรซัลไฟต์เข้มข้น 1 กรัม/ลิตร 2) กรดซัลฟิวริกเข้มข้น 0.150 โมลาร์ 3) ปริมาตรสารละลายรวม 20 มิลลิลิตร 4) ให้ความร้อนด้วยอ่างอุลตร้าโซนิคที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส 5) เวลาที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยา 45 นาที ได้ค่าผลต่างค่าการดูดกลืนแสงที่ลดลง เท่ากับ 0.04328, 0.06581, 0.11043, 0.10823 และ 0.08837 ตามลำดับ พบว่าเมื่อใช้ความเข้มข้นของคอปเปอร์ซัลเฟต 1.25 และ 1.50 โมลาร์ ให้สัญญาณลดลงเมื่อเทียบกับความเข้มข้นของคอปเปอร์ซัลเฟต 1.00 โมลาร์ เนื่องจากในการทดลองนี้วัดการเปลี่ยนแปลงค่าการดูดกลืนแสงที่เกิดจากการ

ลดลงของคอปเปอร์ซัลเฟต โดยเมื่อใช้ความเข้มข้นของคอปเปอร์ซัลเฟตที่สูงจะทำให้ค่าการดูดกลืนเริ่มต้นน้อยกว่าจริง เนื่องจากค่าการดูดกลืนแสงอยู่เกินช่วงความเป็นเส้นตรงของเครื่องตรวจวัด และมีผลทำให้ได้ค่าการดูดกลืนแสงที่ลดลงมีค่าน้อยกว่าที่ความเข้มข้นคอปเปอร์ซัลเฟต 1.00 โมลาร์ ดังนั้นในการทดลองนี้จึงเลือกคอปเปอร์ซัลเฟตที่ความเข้มข้น 1.00 โมลาร์ เป็นความเข้มข้นที่เหมาะสมเนื่องจากให้ค่าผลต่างค่าการดูดกลืนแสงที่ลดลงมากที่สุด แสดงดังภาพที่ 8



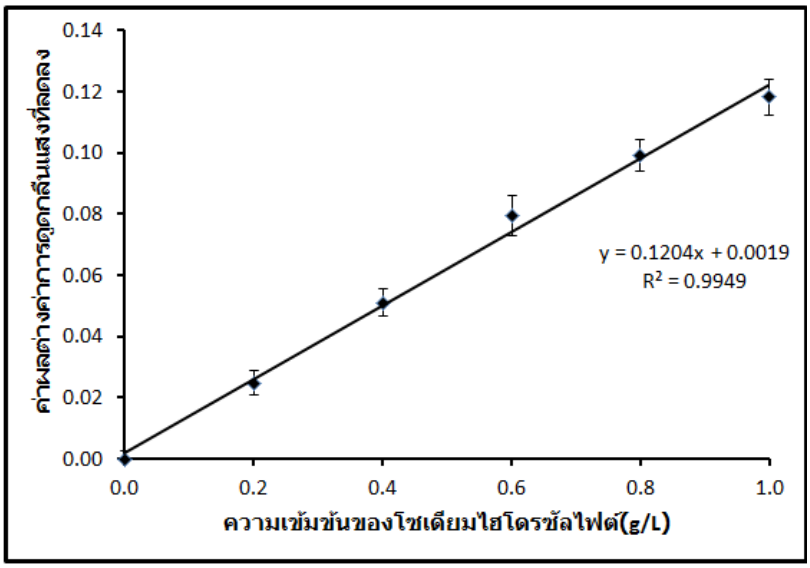
ภาพที่ 7 ผลการศึกษาเวลาที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยาเคมี



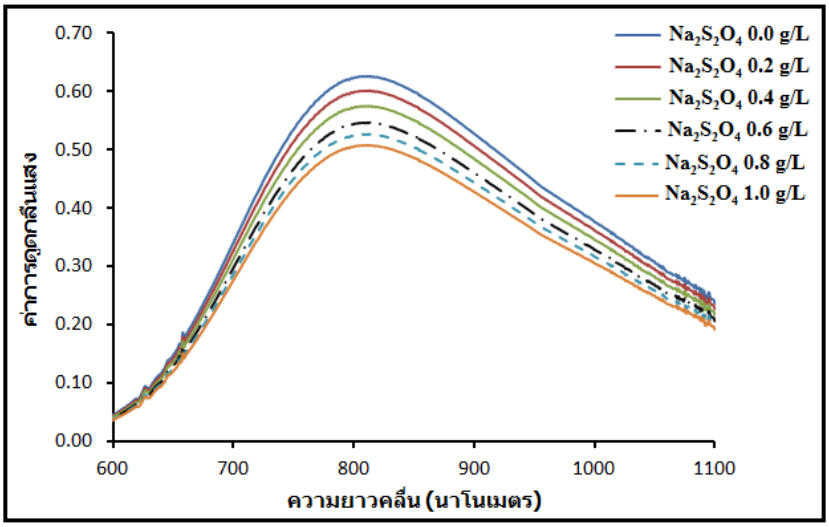
ภาพที่ 8 ผลการศึกษาความเข้มข้นของคอปเปอร์ซัลเฟตที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยาเคมี

7. การทดสอบความน่าเชื่อถือของวิธีการวิเคราะห์ (Method Validation)

จากสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์โซเดียมไฮโดรซัลไฟต์ ดังตารางที่ 1 ได้นำมาทดสอบความน่าเชื่อถือของวิธีการวิเคราะห์ ดังนี้ ความเป็นเส้นตรง (linearity) โดยเตรียมสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮโดรซัลไฟต์ที่ความเข้มข้นแตกต่างกัน 5 ความเข้มข้นโดยความเข้มข้นสูงสุดต้องให้ค่าการดูดกลืนแสงไม่เกินขีดจำกัดการตรวจวัดของเครื่องยูวี - วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์แต่ละความเข้มข้นวิเคราะห์ซ้ำ 3 ครั้ง ได้สมการเส้นตรงจากที่ช่วงความเข้มข้น 0.2–1.0 กรัม/ลิตร คือ y = 0.1204x + 0.0019 และ ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ คือ 0.9949 ดังภาพที่ 9 และ 10



ภาพที่ 9 กราฟมาตรฐานที่ใช้ในการหาปริมาณโซเดียมไฮโดรซัลไฟต์



ภาพที่ 10 สเปกตรัมค่าการดูดกลืนแสงคอปเปอร์ซัลเฟตหลังเกิดปฏิกิริยากับโซเดียมไฮโดรซัลไฟต์

ขีดจำกัดการตรวจวัด (LOD) และขีดจำกัดการหาปริมาณ (LOQ) ศึกษาโดยการสกัดและวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลาย แบลงค์ 12 ครั้ง คำนวณค่าการดูดกลืนแสงโดยผลบวกของค่าเฉลี่ยของแบลงค์กับ 3 เท่าของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานและ 10 เท่าสำหรับการหา LOD และ LOQ ตามลำดับ แทนค่าการดูดกลืนแสงที่ได้ลงในสมการที่ได้จากกราฟมาตรฐาน ค่าขีดจำกัดการตรวจวัดและขีดจำกัดการหาปริมาณที่หาได้จากงานวิจัยนี้มีค่าเท่ากับ 0.05 และ 0.16 กรัมต่อลิตร ตามลำดับ ซึ่งค่าขีดจำกัดการตรวจวัดและขีดจำกัดการหาปริมาณที่ได้จากวิธีการนี้มีค่าต่ำกว่าค่ามาตรฐานของกระทรวงสาธารณสุขที่กำหนดไว้ให้มีปริมาณโซเดียมไฮโดรซัลต์ไม่เกิน 1,500 ppm ทำให้สามารถนำงานวิจัยนี้ไปประยุกต์ใช้ตรวจสอบการปนเปื้อนของไฮโดรซัลไฟต์ในตัวอย่างอาหารได้จริง

ความเที่ยงของการวิเคราะห์โดยศึกษา 3 ความเข้มข้น คือ 0.2, 0.5 และ 0.8 กรัม/ลิตร โดยการสกัดและวิเคราะห์ซ้ำภายใน วันเดียวกัน (repeatability) คำนวณจากค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์(%RSD) จากการวิเคราะห์ซ้ำ 12 ครั้ง ได้ค่า %RSD อยู่ในช่วง 6.18- 9.01 % และเมื่อทำการวิเคราะห์ซ้ำระหว่างวัน (intermediate precision) 4.61-9.51 % ซึ่งได้ค่า%RSD ที่ยอมรับได้ตามมาตรฐาน AOAC (AOAC International, 1993) ซึ่งมีค่าไม่เกิน 11.09% จากการศึกษาความแม่นของวิธีการวิเคราะห์โดยนำตัวอย่างอาหารมาเติมสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮโดรซัลไฟต์ (Spike Standard) 3 ความเข้มข้น และทำการทดลองหาค่าร้อยละการได้กลับคืน พบว่าวิเคราะห์ได้ค่าร้อยละการได้กลับคืนในตัวอย่างอาหารอยู่ในช่วง 93.04 – 103.08 % ซึ่งค่าที่ยอมรับได้ตามมาตรฐาน AOAC (AOAC International, 1993) อยู่ในช่วง 80 - 110% โดยสรุปผลการทดสอบความน่าเชื่อถือของวิธีการวิเคราะห์ ดังตารางที่ 1

ตารางที่ 1 สรุปสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ปริมาณโซเดียมไฮโดรซัลไฟต์ และผลการทดสอบความน่าเชื่อถือของวิธีการวิเคราะห์

สภาวะทีศึกษา	ผลการศึกษา
1. วิธีการการให้ความร้อนในปฏิกิริยา	ใช้อ่างอุลตร้าโซนิค
2. ชนิดของกรด	กรดซัลฟิวริก
3. ความเข้มข้นของกรด	0.150 โมลาร์
4. อุณหภูมิ	70 องศาเซลเซียส
5. เวลา	45 นาที
6. ความเข้มข้นของคอปเปอร์ซัลเฟต	1.0 โมลาร์
7. ช่วงการตรวจวัดปริมาณโซดียมไฮโดรซัลไฟต์	0.2 – 1.0 กรัม/ลิตร
8. ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพัทธ์	0.9949
9. ขีดจำกัดการตรวจวัด	0.05 กรัม/ลิตร
10. ขีดจำกัดการหาปริมาณ	0.16 กรัม/ลิตร
11. ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์	
Repeatability	6.18-9.01 %RSD
Intermediate precision	4.61-9.51 %RSD
12. ร้อยละการได้กลับคืน	93.04 – 103.08 %

8. การวิเคราะห์ตัวอย่าง

เมื่อได้สภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ปริมาณโซเดียมไฮโดรซัลไฟต์ จึงนำวิธีนี้ไปประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์สารโซเดียมไฮโดรซัลไฟต์ในตัวอย่างอาหาร 3 ชนิด คือ หน่อไม้ ตีนไก่ และถั่วงอก ซึ่งตรวจพบว่ามีโซเดียมไฮโดรซัลไฟต์ปนเปื้อนในตัวอย่างถั่วงอกเท่านั้น ในปริมาณ 0.27 กรัม/กิโลกรัม โดยแสดงดังตารางที่ 2

ตารางที่ 2 ผลการการวิเคราะห์ปริมาณโซเดียมไฮโดรซัลไฟต์ในตัวอย่างอาหาร

ตัวอย่างอาหารที่ทดสอบ	ปริมาณโซเดียมไฮโดรซัลไฟต์ (กรัม/กิโลกรัม)
หน่อไม้	ND*
หน่อไม้	ND*
ถั่วงอก	0.27

หมายเหตุ*ND คือ not detectable

สรุปผลการวิจัย

ในการวิเคราะห์โซเดียมไฮโดรซัลไฟต์ โดยอาศัยปฏิกิริยาการสลายตัวโซเดียมไฮโดรซัลไฟต์ในสภาวะที่เป็นกรดเกิดแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ระเหยเป็นไอแล้วทำปฏิกิริยากับคอปเปอร์ซัลเฟตที่เคลือบบนกระดาษกรองและใช้เทคนิคสเปกโทรโฟโตเมทรีวัดสัญญาณค่าผลต่างค่าการดูดกลืนแสงของคอปเปอร์ซัลเฟตที่ลดลง ซึ่งเทคนิคการวิเคราะห์โซเดียมไฮโดรซัลไฟต์ด้วยวิธีนี้สามารถลดการรบกวนจากแมททริกซ์ในตัวอย่างอาหารได้ และมีขีดจำกัดการตรวจวัดที่ต่ำกว่าค่ามาตรฐานการปนเปื้อนสารโซเดียมไฮโดรซัลไฟต์ในตัวอย่างอาหาร ทำให้สามารถนำเทคนิคนี้ไปวิเคราะห์ในตัวอย่างจริงได้

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณโครงการส่งเสริมครูผู้มีความสามารถทางวิทยาศาสตร์และคณิตศาสตร์(สควค.)และภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา ที่ให้ใช้ห้องปฏิบัติการทำงานวิจัยและสนับสนุนทุนวิจัยบางส่วน

เอกสารอ้างอิง

AOAC International. (1993). AOAC® peer-verified method program: manual on policies and procedures. Washington DC: AOAC International.

Carvalho, L., and Schwedt, G. (2002). Spectrophotometric determination in household commercial formulations using Napthol yellow S. *MiKrochim. Acta., 138*, 83-87.

Danehy, J. P., and Zubritsky, C. W. (1974). Iodometric method for the determination of dithionite, bisulfite, and thiosulfate in the presence of each other and its use in following the decomposition of aqueous solution of sodium dithionite. *Anal. Chem., 46*(3), 391–395.

De Groot, D. C. (1997). Titrimetric determination of sodium dithionite with potassium hexacyanoferrate (III) as reagent and methylene blue as indicator. *Journal Fresenius Zeitschrift fur analytische Chemie, 229* (5), 335-339.

Food Standards Australia New Zealand (FSANZ). (2014). Sod*ium Hydrosulphite as a Food Additive.* Retrieved April 16, 2015, from https://www.foodstandards.gov.au/code/applications/Documents/A1088-AppR.pdf

Institute for the Promotion of Teaching Science and Technology. (2011). *Sodiumhydrosulfite food bleaching agents.* Retrieved April 13, 2015, from http://fieldtrip.ipst.ac.th/intro_sub_content.php?content_id=21&content_folder_id=205 (in Thai)

James, T., Apblett, A. and Materer, N. F. (2012). Rapid Quantification of Sodium Dithionite by Ion Chromatography. *Chem. Res, 51*, 7742-7746.

Jintana, K., and Yuparaid, U. (2014). The Exposure Assessment of Sulfur Dioxide Intake from Imported Dried Vegetable and Fruit in Thai Populations 2005 - 2014. *Department of Medical Sciences Journal*, *57*(1), 58-68. (in Thai)

Ministry of Public Health. (2005). Food Act BE 2522 (1979) Food Additives Regulations No. 2. Nonthaburi: Food and Drug Administration. (in Thai)

Pratt, L. A. (1924). The Manufacture of Sodium Hyposulfite. *Industrial & Engineering Chemistry. 16* (7), 676 –677.

Ter Maat, H., Hogendoorn J..A., and Versteeg, G.F. (2005). The removal of hydrogen sulfide from gas streams using an aqueous metal sulfate absorbent: Part I. The absorption of H_2S in metalsulfate solutions, *Sep. Pur. Tech., 43,* 183–97.

Toxicology center. (n.d.). Be careful of bleaching agents hazards from consuming raw sprouts.. Retrieved April 13, 2015, from http://webdb.dmsc.moph.go.th/ifc_toxic/a_tx_1_001c.asp?info_id=13 (in Thai)