abst

ข้อมูลข่าวสาร วศ.

ข้อมูลข่าวสารของกรมวิทยาศาสตร์บริการ
ตาม พ.ร.บ. ข้อมูลข่าวสารของราชการ พ.ศ. 2540

วศ
กช
อว 18

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมินเพื่อแต่งตั้งให้ดำรง
ตำแหน่งนักวิทยาศาสตร์ 7 ว

เรื่องที่ 2

การศึกษาทดลองวิธีวิเคราะห์ฟลูออไรด์ในผลิตภัณฑ์นม โดย Ion Selective Electrode

โดย

นางสาวสุจิตรา วิมลจิตต์

นักวิทยาศาสตร์ 6 ว

กลุ่มงานชีวเคมี กองวิทยาศาสตร์ชีวภาพ

กรมวิทยาศาสตร์บริการ กระทรวงวิทยาศาสตร์ เทคโนโลยีและสิ่งแวดล้อม

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

ข้อ... ...การ
ตาม พ.ร.บ. ... ... พ.ศ. 2540

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมินเพื่อแต่งตั้งให้ดำรง
ตำแหน่งนักวิทยาศาสตร์ 7 ว

เรื่องที่ 2

การศึกษาทดลองวิธีวิเคราะห์ฟลูออไรด์ในผลิตภัณฑ์นม โดย Ion Selective Electrode

เลขหมู่ วส/ก2/อว18
เลขทะเบียน 9883
วันที่ 4 พ.ค. 47

โดย

นางสาวสุจิตรา วิมลจิตต์

นักวิทยาศาสตร์ 6 ว

ด้วยอภินันทนาการ
จาก
วส.

กลุ่มงานชีวเคมี กองวิทยาศาสตร์ชีวภาพ

กรมวิทยาศาสตร์บริการ กระทรวงวิทยาศาสตร์ เทคโนโลยีและสิ่งแวดล้อม

บทคัดย่อ

การศึกษาวิธีวิเคราะห์ฟลูออไรด์ในผลิตภัณฑ์นมโดย Ion Selective Electrode เทคนิค known addition ชนิด multiple known addition เป็นวิธีที่มีประสิทธิภาพวิธีหนึ่ง พบว่าปริมาณต่ำสุดที่ตรวจวิเคราะห์ฟลูออไรด์ได้ มีค่าเท่ากับ 17.5 ไมโครกรัมต่อ 100 มิลลิลิตร จากการทดลองพบว่าได้ %recovery อยู่ในช่วง 89.0–94.8 เกณฑ์ที่ยอมรับ[6] ได้คือ 85–115 และมีค่าความแม่นยำคือ %RSD อยู่ในช่วง 1.26–1.78 เกณฑ์ที่ยอมรับไม่เกิน[6] 2 จากการวิเคราะห์ปริมาณฟลูออไรด์ในตัวอย่างนมสดยูเอชที 6 ตัวอย่าง นมปรุงแต่งชนิดพร้อมดื่มยูเอชที 3 ตัวอย่าง และนมผงปรุงแต่งชนิดละลายทันที 7 ตัวอย่าง พบว่ามีปริมาณฟลูออไรด์อยู่ในช่วง 80.1–1603 ไมโครกรัมต่อ 100 กรัม

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

สารบัญ

หน้า

1. **บทนำ** 1

1.1 คำนำ 1

1.2 ความเป็นมาของปัญหา 2

1.3 วัตถุประสงค์ 2

1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ 2

1.5 ระยะเวลาดำเนินการ 2

2. **วัสดุอุปกรณ์ เครื่องมือ และวิธีดำเนินการ** 3

2.1 ตัวอย่างที่ใช้ในการศึกษาทดลอง 3

2.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ 3

2.3 สารเคมี 3

2.4 วิธีเตรียมตัวอย่าง 4

2.5 วิธีดำเนินการทดลอง 5

2.6 วิธีทดลอง 5

2.7 การคำนวณ 6

3. **ผลการทดลอง** 7

4. **วิจารณ์** 8

5. **สรุป** 9

6. **เอกสารอ้างอิง** 10

7. **กิตติกรรมประกาศ** 11

สารบัญภาคผนวก

หน้า

- *ตารางที่ 1* 13
- *ตารางที่ 2* 14
- *ตารางที่ 3* 15
- *ตารางที่ 4* 16
- *ตัวอย่างที่ได้จากการวิเคราะห์หาปริมาณฟลูออไรด์ด้วยเครื่อง Auto titrater* 17
- *ขั้นตอนการใช้เครื่อง Auto titrater* 18

ความหมายของอักษรย่อ (Abbreviations) ที่ใช้

$\bar{X}$ = ค่าเฉลี่ย

SD = Standard Deviation

%RSD = Percent Relative Standard Deviation

Thai RDI = Thai Recommended Daily Intakes

1. บทนำ

1.1 คำนำ

กลุ่มงานชีวเคมีมีหน้าที่รับผิดชอบวิเคราะห์และทดสอบผลิตภัณฑ์นม ในการหาปริมาณวิตะมินและแร่ธาตุที่เป็นสารอาหารตามที่กำหนดไว้ในพระราชบัญญัติของกระทรวงสาธารณสุข เด็กเล็กที่อยู่ในวัยกำลังเจริญเติบโตมีความต้องการแร่ธาตุฟลูออไรด์ค่อนข้างมาก เพื่อช่วยในการเสริมสร้างโครงกระดูกและฟันให้แข็งแรงสวยงาม กรมอนามัยจึงได้กำหนดให้แร่ธาตุฟลูออไรด์เป็นสารอาหารที่ควรได้รับประจำวันสำหรับคนไทย (Recommended Daily Dietary Allowances for Healthy Thais)[1] สารอาหารที่แนะนำให้บริโภคประจำวันสำหรับคนไทยอายุตั้งแต่ 6 ปีขึ้นไป (Thai RDI) สำหรับฟลูออไรด์ปริมาณที่แนะนำให้บริโภคต่อวันคือ 2 มิลลิกรัม

หลักการ

วิเคราะห์หาปริมาณฟลูออไรด์โดยวิธี Ion Selective Electrode[5] เทคนิค known addition ชนิด multiple known addition[2] โดยการเติมสารละลายมาตรฐานลงในสารละลายตัวอย่างครั้งละน้อย ๆ แล้วคำนวณความเข้มข้นของสารตัวอย่างจากค่าความต่างศักย์ (potential) ที่เปลี่ยนแปลง

เทคนิค known addition[2] มี 3 ชนิด คือ

1. Multiple known addition โดยการเติมสารละลายมาตรฐานลงในสารละลายตัวอย่าง 3 ครั้ง หรือมากกว่า ซึ่งจะได้ค่า slope, E_o, ค่าความแม่นยำ (precision) ของวิธีกำหนดไว้ไม่เกินร้อยละ 2 แล้วคำนวณหาความเข้มข้นของสารตัวอย่าง
2. Double known addition โดยการเติมสารละลายมาตรฐานลงในสารละลายตัวอย่าง 2 ครั้ง ซึ่งจะได้ค่า slope, E_o แล้วคำนวณหาความเข้มข้นของสารตัวอย่าง วิธีนี้วิเคราะห์ได้เร็วกว่าแบบ multiple known addition แต่จะไม่กำหนดค่าความแม่นยำ (precision)
3. Single known addition โดยการเติมสารละลายมาตรฐานลงในสารละลายตัวอย่าง 1 ครั้ง เทคนิคนี้จะไม่มีการ calibrate จะมีแต่ค่า slope แล้วคำนวณหาความเข้มข้นของสารตัวอย่าง

1.2 ความเป็นมาของปัญหา

ปัจจุบันนี้ยังไม่มีการกำหนดวิธีวิเคราะห์ฟลูออไรด์ในผลิตภัณฑ์นม และยังไม่มีวิธีวิเคราะห์ และศึกษาทดลองในเรื่องนี้ ฟลูออไรด์จะมีการตรวจวิเคราะห์ในอาหารสัตว์เท่านั้น เนื่องจากผลิตภัณฑ์นม และอาหารสัตว์มีความแตกต่างกันมาก กล่าวคือ ผลิตภัณฑ์นมจะมีส่วนประกอบหลักเป็นโปรตีนและไขมัน ส่วนอาหารสัตว์จะมีส่วนประกอบหลักเป็นธัญญพืชและแร่ธาตุ ดังนั้น จึงเป็นปัญหาสำหรับนำไปใช้วิเคราะห์ในผลิตภัณฑ์นม จึงได้ทำการศึกษาวิธีวิเคราะห์ฟลูออไรด์ในผลิตภัณฑ์นมโดย Ion Selective Electrode เทคนิค known addition เพื่อนำมาใช้เป็นวิธีในห้องปฏิบัติการต่อไป

1.3 วัตถุประสงค์

เพื่อศึกษาทดลองวิธีวิเคราะห์ฟลูออไรด์ในผลิตภัณฑ์นม โดย Ion Selective Electrode เทคนิค known addition ชนิด multiple known addition

1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ

1.4.1 ได้วิธีวิเคราะห์ทดสอบใช้ในห้องปฏิบัติการที่มีประสิทธิภาพในการหาปริมาณฟลูออไรด์ในผลิตภัณฑ์นม

1.4.2 ได้ข้อมูลปริมาณฟลูออไรด์ในผลิตภัณฑ์นมสำหรับเป็นแนวทางแก่ผู้บริโภคในการเลือกผลิตภัณฑ์ที่มีคุณภาพ

1.5 ระยะเวลาดำเนินการ

มกราคม – กันยายน 2542

2. วัสดุอุปกรณ์ เครื่องมือ และวิธีดำเนินการ

2.1 ตัวอย่างที่ใช้ในการศึกษาทดลอง

ตัวอย่างผลิตภัณฑ์นม จำนวน 16 ตัวอย่างเป็นตัวอย่างที่เอกชนส่งวิเคราะห์เพื่อขึ้นทะเบียนอาหาร

2.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

2.2.1 เครื่อง Auto titrater "ORION" รุ่น 960 Combination fluoride electrode และ single junction reference electrode

2.2.2 เครื่องชั่ง Mettler สามารถอ่านละเอียดได้ถึง 0.0001 กรัม

2.2.3 ถ้วยพลาสติก ขนาด 100 มิลลิลิตร สำหรับใช้กับเครื่อง (ข้อ 2.2.1)

2.2.4 เครื่องแก้วที่ใช้ในห้องปฏิบัติการชนิดต่าง ๆ

2.2.5 บิวเรต ขนาด 50 มิลลิลิตร

2.2.6 เครื่องกวนด้วยแม่เหล็ก (magnetic stirrer)

2.2.7 น้ำหมายถึงน้ำดีไอออนไนซ์

2.3 สารเคมีชนิดคุณภาพสำหรับวิเคราะห์ (analytical grade) และวิธีเตรียม

2.3.1 โซเดียมฟลูออไรด์
ก่อนนำไปใช้ ให้อบที่ 100 °ซ 4 ชั่วโมง

2.3.2 สารละลายมาตรฐานโซเดียมฟลูออไรด์ 0.096 นอร์มอล
ชั่งโซเดียมฟลูออไรด์ที่อบแล้ว 4.031 กรัม ละลายด้วยน้ำถ่ายใส่ขวดปริมาตรขนาด 1 ลิตร แล้วเติมน้ำจนถึงขีดปริมาตร

2.3.3 สารละลายมาตรฐานโซเดียมฟลูออไรด์ 0.005 นอร์มอล
เติมสารละลาย (ข้อ 2.3.2) ลงในบิวเรต (ข้อ 2.2.5) ไขสารละลาย 26.0 มิลลิลิตร ลงในขวดปริมาตรขนาด 500 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำจนถึงขีดปริมาตร

2.3.4 สารละลายมาตรฐานฟลูออไรด์ 45.6 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร
เติมสารละลาย (ข้อ 2.3.2) ลงในบิวเรต (ข้อ 2.2.5) ไขสารละลาย 5.0 มิลลิลิตรลงในขวดปริมาตร 200 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำจนถึงขีดปริมาตร

2.3.5 สารละลายมาตรฐานฟลูออไรด์ 35.0 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร
ชั่งโซเดียมฟลูออไรด์ (ข้อ 2.3.1) ที่อบแล้ว 1.9321 กรัม ละลายด้วยน้ำถ่ายใส่ขวดปริมาตร 250 มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำจนถึงขีดปริมาตร

2.3.6 กรดไฮโดรคลอริก ความถ่วงจำเพาะ 1.19

2.3.7 กรดเปอร์คลอริก ความถ่วงจำเพาะ 1.53

2.3.8 กรดอะซิติก ความถ่วงจำเพาะ 1.05

2.3.9 โซเดียมอะซิเตตแอนไฮดรัส

2.3.10 โซเดียมซิเตรตไดไฮเดรต

2.3.11 กรดไฮโดรคลอริก 1 นอร์มอล
เติมกรด (ข้อ 2.3.6) 83.3 มิลลิลิตร ลงในขวดปริมาตรขนาด 1 ลิตร ที่มีน้ำอยู่พอควร แล้วเติมน้ำจนถึงขีดปริมาตร

2.3.12 สารละลายโซเดียมอะซิเตรต 3 โมลาร์
ชั่งโซเดียมอะซิเตตแอนไฮดรัส 246 กรัม (ข้อ 2.3.9) ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 1 ลิตร เติมน้ำ 750 มิลลิลิตร คนจนสารละลายหมดแล้วปรับความเป็นกรด-ด่าง ให้ได้ 7 ด้วยกรด (ข้อ 2.3.8) ถ่ายใส่ขวดปริมาตรขนาด 1 ลิตร แล้วเติมน้ำจนถึงขีดปริมาตร

2.3.13 สารละลายโซเดียมซิเตรต 1.32 โมลาร์
ชั่งโซเดียมซิเตรตไดไฮเดรต (ข้อ 2.3.10) 222 กรัม ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 1 ลิตร เติมน้ำ 250 มิลลิลิตร คนจนละลายหมด เติมกรด (ข้อ 2.3.7) 28 มิลลิลิตร ถ่ายใส่ขวดปริมาตรขนาด 1 ลิตร แล้วเติมน้ำจนถึงขีดปริมาตร

2.4 วิธีเตรียมตัวอย่าง

2.4.1 ชั่งตัวอย่างนมผงให้ได้น้ำหนักแน่นอน 1–2 กรัม ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร เติมกรด (ข้อ 2.3.11) 20 มิลลิลิตร คนโดยใช้เครื่องกวน (ข้อ 2.2.6) นาน 20 นาที เติมสารละลาย (ข้อ 2.3.12 และ 2.3.13) อย่างละ 25 มิลลิลิตร คนต่ออีก 10 นาที ถ่ายใส่ขวดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร เติมน้ำจนถึงขีดปริมาตร แล้วถ่ายใส่ถ้วยพลาสติก (ข้อ 2.2.3) ใช้เป็นสารละลายสำหรับจะวิเคราะห์ต่อไปใน (ข้อ 2.6)

2.4.2 ชั่งตัวอย่างนมชนิดน้ำให้ได้น้ำหนักแน่นอน 5–7 กรัม ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร เติมกรด (ข้อ 2.3.11) 20 มิลลิลิตร คนโดยใช้เครื่องกวน (ข้อ 2.2.6) นาน 20 นาที เติมสารละลาย (ข้อ 2.3.12 และ 2.3.13) อย่างละ 25 มิลลิลิตร คนต่ออีก 10 นาที ถ่ายใส่ขวดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร เติมน้ำจนถึงขีดปริมาตร แล้วถ่ายใส่ถ้วยพลาสติก (ข้อ 2.2.3) ใช้เป็นสารละลายสำหรับวิเคราะห์ต่อไปใน (ข้อ 2.6)

2.5 วิธีดำเนินการทดลอง

2.5.1 ศึกษาทดลองหาค่าความถูกต้อง (accuracy) และความแม่นยำ (precision) โดย

ชั่งตัวอย่างนมชนิดน้ำใสในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร จำนวน 18 ใบ ใบละ 5–7 กรัม ให้ได้น้ำหนักแน่นอน แล้วปิเปตสารละลาย (ข้อ 2.3.4) 1, 2 และ 3 มิลลิลิตร ลงในบีกเกอร์ทั้งหมด ความเข้มข้นละ 6 ใบ ตามลำดับ เติมกรด (ข้อ 2.3.11) 20 มิลลิลิตร คนโดยใช้เครื่องกวน (ข้อ 2.2.6) 20 นาที เติมสารละลาย (ข้อ 2.3.12 และ 2.3.13) อย่างละ 25 มิลลิลิตร คนต่ออีก 10 นาที ถ่ายใส่ขวดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร เติมน้ำจนถึงขีดปริมาตร แล้วถ่ายใส่ถ้วยพลาสติก (ข้อ 2.2.3) จะได้สารละลายตัวอย่างที่เติมฟลูออไรด์ 45.6, 91.2 และ 136.8 ไมโครกรัม ตามลำดับ นำไปดำเนินการต่อใน (ข้อ 2.6)

2.5.2 ศึกษาค่าต่ำสุดที่ตรวจวิเคราะห์ฟลูออไรด์ได้ โดย

ปิเปตสารละลาย (ข้อ 2.3.5) 250 ไมโครลิตร, 0.5 มิลลิลิตร และ 1 มิลลิลิตร ลงในบีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร ความเข้มข้นละ 6 ใบ ตามลำดับ เติมกรด (ข้อ 2.3.11) 20 มิลลิลิตร คนโดยใช้เครื่องกวน (ข้อ 2.2.6) 20 นาที เติมสารละลาย (ข้อ 2.3.12 และข้อ 2.3.13) อย่างละ 25 มิลลิลิตร คนต่ออีก 10 นาที ถ่ายใส่ขวดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร เติมน้ำจนถึงขีดปริมาตร แล้วถ่ายใส่ขวดพลาสติก (ข้อ 2.2.3) จะได้สารละลายฟลูออไรด์ความเข้มข้น 8.75, 17.5 และ 35 ไมโครกรัมต่อ 100 มิลลิลิตร ตามลำดับ นำไปดำเนินการต่อใน (ข้อ 2.6)

2.6 วิธีทดลอง

นำสารละลายที่เตรียมไว้ในข้อ 2.4.1, 2.4.2, 2.5.1 และ 2.5.2 มาวิเคราะห์หาปริมาณฟลูออไรด์โดยใช้เครื่อง Auto titrater (ข้อ 2.2.1) โดยจุ่มอิเลคโทรดลงในถ้วยพลาสติกที่มีสารละลาย เปิดเครื่องกวนนานประมาณ 15 นาที ก่อนปฏิบัติตามขั้นตอนการใช้เครื่อง (หน้า 18–22) เครื่องจะประมวลผลปริมาณฟลูออไรด์ออกมา

2.7 การคำนวณ

$$\text{ปริมาณฟลูออไรด์ (ไมโครกรัมต่อ 100 กรัม)} = QC_{Std} \times M \times \frac{10^7}{W}$$

เมื่อ Q = reading from known addition (โมล)

$$Q = \frac{\rho}{\left\{(1+\rho)^{10^{\Delta E/S}}\right\}-1}$$

E = ค่าความต่างศักย์ (mv)

ΔE = $E_2 - E_1$ (mv)

S = slope

ρ = $\frac{\text{ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานที่ใช้ (มิลลิลิตร)}}{\text{ปริมาตรของสารละลายตัวอย่าง (มิลลิลิตร)}}$

C_{Std} = ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานที่ใช้ (โมล)

M = น้ำหนักโมเลกุลของฟลูออไรด์

W = น้ำหนักตัวอย่างเป็นกรัม

3. ผลการทดลอง

3.1 การศึกษาทดลองหาค่าความถูกต้อง (accuracy) โดยการเติมสารละลายมาตรฐานฟลูออไรด์ 45.6, 91.2 และ 136.8 ไมโครกรัม ลงในตัวอย่างนม ตามลำดับ ทำการทดลอง 6 ซ้ำ พบว่าค่า %recovery อยู่ในช่วง 89.0–94.8 (ตารางที่ 1)

3.2 การศึกษาทดลองหาค่าความแม่นยำ (precision) โดยการเติมสารละลายมาตรฐานฟลูออไรด์ 45.6, 91.2 และ 136.8 ไมโครกรัม ลงในตัวอย่างนม ตามลำดับ ทำการทดลอง 6 ซ้ำ พบว่า %RSD อยู่ในช่วง 1.26–1.78 (ตารางที่ 2)

3.3 การศึกษาทดลองค่าต่ำสุดที่ตรวจวิเคราะห์ฟลูออไรด์ได้ โดยใช้สารละลายมาตรฐานฟลูออไรด์ 8.75, 17.5 และ 35 ไมโครกรัมต่อ 100 มิลลิลิตร ทำการทดลองความเข้มข้นละ 6 ซ้ำ ผลการทดลองพบว่า ได้ค่า %RSD ไม่เกิน 2 เฉพาะปริมาณฟลูออไรด์ที่มีความเข้มข้น 17.5 และ 35.0 ไมโครกรัมต่อ100 มิลลิลิตร ส่วนความเข้มข้น 8.75 ไมโครกรัมต่อ 100 มิลลิลิตร ทำการทดลองซ้ำ 6 ซ้ำ พบว่าลำดับที่ 6 มีค่า %RSD 11.8 ซึ่งมีค่า %RSD เกิน 2 ดังนั้นปริมาณต่ำสุดที่ตรวจวิเคราะห์ได้คือ 17.5 ไมโครกรัมต่อ 100 มิลลิลิตร (ตารางที่ 3)

3.4 วิเคราะห์หาปริมาณฟลูออไรด์ในตัวอย่างนมสดยูเอชที 6 ตัวอย่าง นมปรุงแต่งชนิดพร้อมดื่มยูเอชที 3 ตัวอย่าง และนมผงปรุงแต่งชนิดละลายทันที 7 ตัวอย่าง พบว่าปริมาณฟลูออไรด์มีค่าตั้งแต่ 80.1–1603.5 ไมโครกรัมต่อ 100 กรัม (ตารางที่ 4)

4. วิจารณ์

4.1 ในการเตรียมสารละลายตัวอย่างจะต้องควบคุมให้ค่าความเป็นกรด–ด่างของสารละลายอยู่ระหว่าง 5.0–5.5 โดยการเติมกรดและสารละลายบัฟเฟอร์ มิฉะนั้นจะเกิดสารประกอบเชิงซ้อนของฟลูออไรด์กับไฮโดรเจน (HF ที่ไม่แตกตัว และ HF_2^-) จะทำให้ผลวิเคราะห์ปริมาณฟลูออไรด์มีค่าน้อยกว่าที่ควรจะเป็น

4.2 ต้องให้อิเลคโทรดจุ่มอยู่ในสารละลายตัวอย่างที่จะทำการวิเคราะห์อย่างน้อย 15 นาที พร้อมกับคนตลอดเวลา เพื่อให้สารละลายกับอิเลคโทรดอยู่ในภาวะที่สมดุลก่อนทำการวัดค่า

4.3 วิธีวิเคราะห์หาปริมาณฟลูออไรด์โดยวิธี Ion Selection Electrode เทคนิค known addition ชนิด multiple known addition มีข้อดี ดังนี้

- การเตรียมตัวอย่างไม่ยุ่งยาก ไม่มีขั้นตอนมาก วิเคราะห์ได้ทันที ใช้เวลาในการวิเคราะห์ 45 นาทีต่อหนึ่งตัวอย่าง
- มีค่าความถูกต้องและค่าความแม่นยำอยู่ในเกณฑ์ดี
- ปริมาณฟลูออไรด์ต่ำสุดที่ตรวจวิเคราะห์ได้เพียง 17.5 ไมโครกรัมต่อ 100 มิลลิลิตร

5. สรุป

การศึกษาทดลองวิธีวิเคราะห์ฟลูออไรด์ในผลิตภัณฑ์นม โดย Ion Selective Electrode เทคนิค known addition ชนิด multiple known addition วิธีนี้มีประสิทธิภาพอยู่ในเกณฑ์ดีและเครื่องมือมีความแม่นยำดี จากการทดลอง พบว่าการเติมสารละลายมาตรฐานฟลูออไรด์ความเข้มข้น 45.6, 91.2 และ 136.8 ไมโครกรัมลงในตัวอย่าง ได้ค่า %recovery อยู่ในช่วง 89.0–94.8 อยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับคือ 85–115 % และมีความแม่นยำได้ค่า %RSD อยู่ในช่วง 1.26–1.78 อยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับไม่เกินร้อยละ 2 นอกจากนี้ปริมาณต่ำสุดที่ตรวจวิเคราะห์ฟลูออไรด์ในตัวอย่างได้เท่ากับ 17.5 ไมโครกรัมต่อ 100 มิลลิลิตร และได้ทำการวิเคราะห์ปริมาณฟลูออไรด์ในตัวอย่างนมสดยูเอชที 6 ตัวอย่าง นมปรุงแต่งชนิดพร้อมดื่มยูเอชที 3ตัวอย่าง นมผงปรุงแต่งชนิดละลายทันที 7 ตัวอย่าง และพบว่าปริมาณฟลูออไรด์ มีค่าตั้งแต่ 80.1–1603.5 ไมโครกรัมต่อ 100 กรัม

6. เอกสารอ้างอิง

1. พระราชบัญญัติอาหาร พ.ศ. 2541 ประกาศกระทรวงสาธารณสุข ฉบับที่ 182 **เรื่องฉลากโภชนาการ**.

2. ORION 960 Autochemistry. Instruction Manual Orion Research Incorporated. 1991. p 92–98.

3. Orion Research Incorporated. Handbook of Electrode Technology. 1982. p.F-1–F-2.

4. Orion Research Incorporated Laboratory Products Group INSTRUCTION MANUAL MODEL 93–35 AND 94–53 HALIDE ELECTRODES. p 11–12.

5. Cunniff Patricia, ed. 1995. Official methods of analysis of AOAC International. Chapter 4, Animal feed, 16th ed. Arlington, Virginia : AOAC International, 1995, p. 33–34.

6. กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ กระทรวงสาธารณสุข หนังสือคู่มือเชิงปฏิบัติการ 10–13 มีนาคม 2541 AAS Technique for food Analysis.

7. กิตติกรรมประกาศ

ผู้เขียนขอขอบคุณ คุณสุจินต์ ศรีคงศรี ผู้อำนวยการกอง กองวิทยาศาสตร์ชีวภาพ และคุณสุนทรี เปรื่องการ หัวหน้ากลุ่มงานชีวเคมี ที่กรุณาให้คำแนะนำอันเป็นประโยชน์ และขอขอบคุณทุกท่านในกลุ่มงานที่มีส่วนร่วมในการช่วยให้ผลงานสำเร็จสมบูรณ์ด้วยดี

ภาคผนวก

ตารางที่ 1 แสดงผลการศึกษาทดลองหาค่าความถูกต้อง (accuracy) ในการวิเคราะห์ปริมาณฟลูออไรด์โดยวิธี Ion Selective Electrode ในตัวอย่างนมชนิดน้ำ

ลำดับที่	หมายเลขปฏิบัติการ	น้ำหนักของตัวอย่าง (กรัม)	ปริมาณฟลูออไรด์ที่เติมลงในตัวอย่าง (ไมโครกรัม)	ปริมาณฟลูออไรด์ที่วัดได้ (ไมโครกรัม)	%recovery
1	UB.440	5.08	45.6	42.32	92.8
2	UB.440	5.80	45.6	42.11	92.3
3	UB.440	5.28	45.6	40.58	89.0
4	UB.440	5.12	45.6	41.77	91.6
5	UB.440	5.82	45.6	41.72	91.5
6	UB.440	6.01	45.6	42.36	92.9
1	UB.440	5.46	91.2	81.31	89.2
2	UB.440	6.20	91.2	85.10	93.3
3	UB.440	5.89	91.2	83.49	91.5
4	UB.440	5.18	91.2	86.04	94.8
5	UB.440	6.45	91.2	84.65	92.8
6	UB.440	5.33	91.2	84.61	92.8
1	UB.440	6.33	136.8	125.18	91.5
2	UB.440	6.55	136.8	126.75	92.7
3	UB.440	6.25	136.8	123.35	90.2
4	UB.440	5.64	136.8	122.70	89.7
5	UB.440	5.39	136.8	124.75	91.2
6	UB.440	5.34	136.8	126.15	92.7

ตารางที่ 2 แสดงผลการศึกษาทดลองหาค่าความแม่นยำ (precision) ในการวิเคราะห์ปริมาณฟลูออไรด์โดยวิธี Ion Selective Electrode ในตัวอย่างนมชนิดน้ำ

ลำดับที่	หมายเลขปฏิบัติการ	น้ำหนักของตัวอย่าง (กรัม)	ปริมาณฟลูออไรด์ที่เติมลงในตัวอย่าง (ไมโครกรัม)	ปริมาณฟลูออไรด์ที่วัดได้ (ไมโครกรัม)
1	UB.440	5.08	45.6	42.32
2	UB.440	5.80	45.6	42.11
3	UB.440	5.28	45.6	40.58
4	UB.440	5.12	45.6	41.77
5	UB.440	5.82	45.6	41.72
6	UB.440	6.01	45.6	42.36
$\bar{X}$				41.8123
SD				0.6029
%RSD				1.44
1	UB.440	5.46	91.2	81.31
2	UB.440	6.20	91.2	85.10
3	UB.440	5.89	91.2	83.49
4	UB.440	5.18	91.2	86.04
5	UB.440	6.45	91.2	84.65
6	UB.440	5.33	91.2	84.61
$\bar{X}$				84.1984
SD				1.50
%RSD				1.78
1	UB.440	6.33	136.8	125.18
2	UB.440	6.55	136.8	126.75
3	UB.440	6.25	136.8	123.35
4	UB.440	5.64	136.8	122.70
5	UB.440	5.39	136.8	124.75
6	UB.440	5.34	136.8	126.15
$\bar{X}$				124.81
SD				1.57
%RSD				1.26

ตารางที่ 3 แสดงปริมาณต่ำสุดของวิธีที่ตรวจวิเคราะห์ฟลูออไรด์

ลำดับที่	%RSD		
	ชุดที่ 1 ปริมาณฟลูออไรด์ 8.75 ไมโครกรัมต่อ 100 มิลลิลิตร	ชุดที่ 2 ปริมาณฟลูออไรด์ 17.5 ไมโครกรัมต่อ 100 มิลลิลิตร	ชุดที่ 3 ปริมาณฟลูออไรด์ 35.0 ไมโครกรัมต่อ 100 มิลลิลิตร
1	1.5	1.0	1.4
2	0.9	0.6	2.0
3	1.9	0.6	1.6
4	0.5	0.5	1.6
5	1.7	0.5	1.9
6	11.8	0.5	1.5

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

ตารางที่ 4 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณฟลูออไรด์ในตัวอย่างผลิตภัณฑ์นม

ลำดับที่	หมายเลขปฏิบัติการ	ลักษณะตัวอย่าง	ปริมาณฟลูออไรด์ (ไมโครกรัมต่อ 100 กรัม)			
			ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ค่าเฉลี่ย
1	UA.650	เป็นผง	960.0	940.0	950.3	950.1
2	UA.651	เป็นผง	896.0	895.0	890.0	893.7
3	UA.652	เป็นของเหลว	149.0	154.0	153.0	152.0
4	UA.653	เป็นผง	891.5	887.9	936.4	905.3
5	UB.440	เป็นของเหลว	88.4	73.3	87.7	83.2
6	UC.286	เป็นของเหลว	114.5	119.2	107.4	113.7
7	UC.321	เป็นผง	839.7	847.8	857.9	848.5
8	UG.357	เป็นผง	768.0	768.6	761.0	765.9
9	UG.358	เป็นของเหลว	240.0	256.0	252.0	249.3
10	UG.359	เป็นของเหลว	274.2	271.3	263.9	269.8
11	UG.854	เป็นของเหลว	85.2	81.2	84.6	83.6
12	UG.855	เป็นของเหลว	85.3	87.3	83.3	85.3
13	UG.856	เป็นของเหลว	79.3	82.0	78.9	80.1
14	UG.857	เป็นของเหลว	87.5	85.1	81.4	84.7
15	UG.899	เป็นผง	931.9	987.7	946.7	955.4
16	UG.901	เป็นผง	1648.5	1527.6	1634.3	1603.5

ตัวอย่างที่ได้จากการวิเคราะห์หาปริมาณฟลูออไรด์ด้วยเครื่อง Auto titrater

```
Copyright 1986-1991 Orion Research, Inc.
960 AUTOCHEMISTRY SYSTEM  Rev 5.00


==========================================
              METHOD 17 SUMMARY
==========================================
SAMPLE ID NUMBER: 2    UG. 901
TEST:     Fluoride
SITE:
ANALYST:
00:38     08-26-99     ELECTRODE: 1:F-
TECHNIQUE      2       MULTIPLE KNOWN ADDN
TOTAL SOLN VOL    100.000 mL
SAMPLE WEIGHT     1.50000 g
STANDARD          .005000 M of NaF
PRECISION             2.0 %
CONST INCREMENT      18.0 mV
MAX STANDARD VOL   15.000 mL
STABILITY CRITERION   3.0 mV/min
PRESTIR               2.0 sec
CONTINUOUS STIRRING
REACTION RATIO     1.0000
MOLECULAR WEIGHT    19.00
CAL CONSTANT      1.02445

electrode check:+/-  0.0 mV
ok

 0   v=  0.000 mL  E=  111.5 mV     12 sec
      0.0 mV/min drift  +/-  0.0 mV noise
 1   v=  0.563 mL  E=   78.9 mV     70 sec
     -2.8 mV/min drift  +/-  0.0 mV noise
                        unkn= 1.3831

 2   v=  5.378 mL  E=   27.2 mV     60 sec
     -1.7 mV/min drift  +/-  0.0 mV noise
   S= -62.7 Eo=-196.9   unkn= 1.5308

 3   v= 11.832 mL  E=    8.1 mV     41 sec
     -2.7 mV/min drift  +/-  0.0 mV noise
   S= -62.7 Eo=-196.7   unkn= 1.5276
   std dev=   0.0 mV     precn= 0.3 %

3.6 min
==========================================
       MULTIPLE INCREMENT ANALYSIS
==========================================

SAMPLE    = 1.5276 mg/100g +/-    0.3%

SPIKE RECOVERY=      99.9%

RECOVERY ERROR=       0.1%
```

ขั้นตอนการใช้เครื่อง Auto titrater

Analytical Techniques

	Display	Action
1.	- - - - - -	Press speed then 7
2.	AUTOCHEM STANDBY (Press YES to start)	Press yes
3.	USE SAVED METHOD?	Press no
4.	XXXXX XXXXXXXX? (technique x)	Enter 2
5.	MULTIPLE KNOWN ADDN? (technique 2)	Press yes
6.	KAP analysis selected...	No action necessary, momentary display
	Single increment ...1 Double...2 Multiple...3	Press 3
7.	PRINT OUT: short...1 long...2	Press 1 or 2, try long printout if this is a new method
8.	Result unit = X?	Press yes if displayed units are correct for your method; if not, press no until correct units are displayed, then press number associated with your choice
9.	Reaction ratio = x.xx?	Enter reaction ratio value then press yes; for known addition, ratio usually is 1
10.	M.W. of sample = x.xx?	Enter the molecular weight of the species being measured, then press yes Asked only if required by choice of units

	Display	Action
11.	**BLANK REQUIRED?**	Press yes if blank value will be used; if not, press no and go to step 14
12.	**ENTER NOW ...1** **ENTER LATER ...2**	Press 1 to enter blank value now; press 2 to enter blank value for each sample before analysis, then go to step 14
13.	**Blank value = x.xxxxxx mmol?**	Enter blank value in mmol, then press yes
14.	**mV READINGS by...**	No action necessary momentary display
	TIME ...Press 1 **STABILITY ...Press 2**	Press 2
15.	**STABILITY criterion x.x mV/min?**	Enter 3, then press yes
16.	**BEFORE analysis stir x.x sec?**	Enter 0, then press yes; unless sample is solid or viscous; experimentally determine time needed to dissolve sample, and enter that number
17.	**Continuous stirring required?**	Press yes
18.	**SAMPLE ID NUMBER required?**	Press yes or no

	Display	Action
19.	DISPENSER is...	No action necessary, momentary display
	AUTOMATIC ...Press 1 PIPET ...Press 2	Press 1 or 2, depending upon which will be used to dispense working solution
20.	Dispenser No. X to be used?	Enter correct dispenser number then press yes, asked only if more than one dispenser is defined in Accessories
21.	Stirrer No. X to be used?	Enter correct stirrer number then press yes
22.	Electrode No. 1 to be used?	Enter correct electrode input then press yes
23.	level of PRECISION = x.x%?	Enter 2, then press yes
24.	SAMPLE VOLUME = xx.xxmL?	Enter volume of sample, then press yes; volume is in mL; asked only if sample volume is required for result unit calculation
25.	STANDARD = x.xxxxxxM?	Prepare a working solution whose concentration is approximately 100 to 1,000 times expected sample concentration; enter concentration. Enter concentration of working solution, then press yes

	Display	Action
26.	TOTAL SOLUTION VOL = xx.x mL?	Enter volume of sample, plus ISA and any diluent, then press yes, if ISA is added by auxiliary dispenser, the volume of ISA automatically will be added to the total solution volume
27.	STANDARD increments by...	No action necessary, momentary display
	constant mL...1 constant mV...2	Press 2
28.	Constant Increment = xx.x mV?	Appropriate value will be suggested by ORION 960; unless another value has been found useful, just press yes
29.	PRE-DOSE VOLUME = x.xx ML?	Enter 0, then press yes
30.	add AUXILIARY REAGENT?	Press yes if additional reagent will be added by an AUTO-dispenser prior to analysis; if not, press no and go to step 33, asked only if defined in Accessories
31.	DISPENSER No. 2 to be used?	Enter correct dispenser number then press yes
32.	AUX REAGENT volume = x.xxx mL?	Enter volume of auxiliary reagent, then press yes

	Display	Action
33.	**PIPET = x.xxx mL?**	Enter volume of pipet to be used, try **0.200** mL, then press yes Asked only if pipet was indicated in choice of dispenser
34.	**MAX TOTAL STANDARD VOL = x.xx mL?**	Enter **10**, then press yes, or choose an appropriate value
35.	**SAVE METHOD?**	Press yes or no
36.	**SAMPLE WEIGHT = x.xxx g?**	Enter weight of sample then press yes; weight is in grams Asked only if sample weight is required for result unit calculation
37.	**1: X ELECTRODE IN SOLUTION?**	Flashing message indicates ORION 960 is ready to begin analysis; make sure electrode, working solution, beaker, and rest of system are ready. Press yes to start analysis or speed **7** to go to AUTOCHEM STANDBY