

ISSN 2286-7708
วารสารผลงานวิชาการ



กรมวิทยาศาสตร์บริการ
DEPARTMENT OF SCIENCE SERVICE

BULLETIN OF APPLIED SCIENCES

ปีที่ 7 ฉบับที่ 7 สิงหาคม 2561
Vol. 7 No. 7 August 2018

<http://bas.dss.go.th>



วารสารผลงานวิชาการ กรมวิทยาศาสตร์บริการ

Bulletin of Applied Sciences

ปีที่ 7 ฉบับที่ 7 สิงหาคม 2561

Vol. 7 No. 7 August 2018

วารสารผลงานวิชาการ กรมวิทยาศาสตร์บริการ

Bulletin of Applied Sciences

ISSN 2286-7708

ปีที่ 7 ฉบับที่ 7 สิงหาคม 2561, Vol. 7 No. 7 August 2018

ชื่อวารสาร	วารสารผลงานวิชาการ กรมวิทยาศาสตร์บริการ Bulletin of Applied Sciences	
วัตถุประสงค์	1. เพื่อเป็นวารสารเผยแพร่ผลงานวิชาการ ผลงานวิจัย ของนักวิจัย นักวิทยาศาสตร์ ให้เป็นที่ ประจักษ์แก่ภาครัฐ ภาคเอกชน นักวิชาการ ผู้ประกอบการและประชาชนทั่วไป 2. เพื่อให้สามารถนำข้อมูลไปใช้ประโยชน์ในทางวิชาการ การอ้างอิง และการประกอบกิจการ ภาคการผลิตและอุตสาหกรรม	
เจ้าของ	กรมวิทยาศาสตร์บริการ กระทรวงวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี	
นโยบายการจัดพิมพ์	วารสารผลงานวิชาการ กรมวิทยาศาสตร์บริการ รับผิดชอบต่อความวิจัย บทความวิชาการ และบทความ ปฏิทัศน์ จากผู้เขียนทั้งภายในและภายนอกหน่วยงาน ในสาขาเคมี ฟิสิกส์ เทคโนโลยีชีวภาพ วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีการอาหาร วัสดุศาสตร์ มาตรวิทยา สารสนเทศศาสตร์และเทคโนโลยี สารสนเทศ วิศวกรรมศาสตร์ หรือวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีอื่นๆ ที่เกี่ยวข้อง	
ที่ปรึกษา	นางอุมาพร สุขม่วง	อธิบดีกรมวิทยาศาสตร์บริการ
หัวหน้ากองบรรณาธิการ	ดร. ลดา พันธุ์สุมนนา	ผู้อำนวยการสำนักหอสมุดและศูนย์สารสนเทศวิทยาศาสตร์ และเทคโนโลยี กรมวิทยาศาสตร์บริการ
กองบรรณาธิการ	ดร. ครรชิต จตุประสงค์ รศ. ดร. ชมณี ตัญเฒ่าวงศ์ นายพยับ นามประเสริฐ ผศ. ดร. ปานไพลิน สีหาราช ดร. วิภาวรัตน์ เชื้อชวดชัยสิทธิ์ นายลักขี แสนสุภา ผศ. ดร. สวัสดิ์ ตรีภูมโนลีห์ ดร. สุภาดา คนยัง รศ. ดร. อมร เพชรสม ผศ. ดร. อรทัย จงประทีป	มหาวิทยาลัยมหิดล มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ นักวิชาการอิสระ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้า เจ้าคุณทหารลาดกระบัง มหาวิทยาลัยนครสวรรค์ สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ มหาวิทยาลัยธรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

ฝ่ายประสานงาน	นางสาวอุดมลักษณ์ เวียนงาม นางสาวจอย ผิวสะอาด
ฝ่ายเผยแพร่	นางวลัยพร ร่มรื่น
เว็บไซต์วารสาร	นางสาวพรรัชล รัตนปานิ
การจัดพิมพ์และเผยแพร่	จัดพิมพ์ปีละ 1 ฉบับ กำหนดออกเผยแพร่เดือน สิงหาคม
จำนวนพิมพ์	1,000 เล่ม
สำนักงานวารสาร	สำนักงานเลขานุการกรม ฝ่ายประชาสัมพันธ์ กระทรวงวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี กรมวิทยาศาสตร์บริการ 75/7 ถนนพระรามที่ 6 เขตราชเทวี กรุงเทพฯ 10400 โทรศัพท์ 0 2201 7000 ต่อ 7095, 7097, 7098, 7470 โทรสาร 0 2201 7470 เว็บไซต์ http://bas.dss.go.th

บทความใน “วารสารผลงานวิชาการของกรมวิทยาศาสตร์บริการ” ถือเป็นผลงานทางวิชาการ และเป็นความเห็นส่วนตัวของผู้เขียน ไม่ใช่ความเห็นของกรมวิทยาศาสตร์บริการ หรือกองบรรณาธิการ ผู้เขียนต้องรับผิดชอบต่อบทความของตน และบทความที่ตีพิมพ์ในเล่มนี้ไม่เคยพิมพ์ในวารสารใดมาก่อน และจะไม่นำส่งไปเพื่อพิจารณาตีพิมพ์ในวารสารอื่น ภายใน 60 วัน

พิมพ์ที่

บริษัท ชัคเซสพับลิเคชั่น จำกัด

34 ซอยลาซาล 22 ถนนสุขุมวิท 105 แขวงบางนา เขตบางนา กรุงเทพมหานคร 10260

โทรศัพท์ 089 777 4067, 081 755 0969 อีเมล successpub56@gmail.com

บทบรรณาธิการ

Bulletin of Applied Sciences เป็นวารสารวิชาการด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี อย่างเข้าสู่ปีที่ 7 ฉบับที่ 7 โดยในฉบับนี้ นำเสนอผลงานวิชาการที่เกี่ยวกับการพัฒนาองค์ความรู้ใหม่ๆ แบ่งเป็น 2 ด้าน คือ ด้านการพัฒนาวิธีทดสอบ ได้แก่ การพัฒนาวิธีทดสอบหาปริมาณโลหะหนักที่ถูกชะจากกระเบื้องคอนกรีตมุงหลังคา การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบโลหะหนักที่ละลายจากภาชนะหุงต้มเหล็กกล้าไร้สนิม การหาปริมาณสารไนโตรเจนในรังนก และการศึกษาสภาวะในการแยกสารผสมในกระดาศบรจุภัณฑ์อาหาร

ด้านการพัฒนาวัสดุหรือผลิตภัณฑ์ใหม่ ได้แก่ เส้นใยสับปะรดที่ผ่านการปรับสภาพด้วยวิธีเคมี การผลิตแผ่นยางมาตรฐานสำหรับการทดสอบความทนทานต่อการขีดสี การพัฒนาฟิล์มไม่ชอบน้ำบนกระจก การสังเคราะห์สีเซรามิกสะท้อนรังสีอินฟราเรดใกล้ การพัฒนาเทคนิคและลดลายบนกระดาศบ การยืดอายุการเก็บรักษาฝอยทองสดด้วยสารให้ความหวานทดแทนน้ำตาล การพัฒนาสารทดแทนเกลือ และการพัฒนาคุณภาพน้ำมันปาล์มสำหรับการทอด

กองบรรณาธิการหวังเป็นอย่างยิ่งว่า Bulletin of Applied Sciences ฉบับนี้ มีเนื้อหาวิชาการที่ทันสมัยและที่จำเป็นสำหรับการพัฒนาห้องปฏิบัติการและอุตสาหกรรมการผลิตของประเทศ และเป็นประโยชน์ต่อนักวิจัย นักวิชาการ รวมถึงนักศึกษา ในการต่อยอดการพัฒนาเพื่อใช้ประโยชน์ต่อไป

ลดา พันธุ์สุนทนา
หัวหน้ากองบรรณาธิการ

สารบัญ

วารสารผลงานวิชาการ กรมวิทยาศาสตร์บริการ

ปีที่ 7 ฉบับที่ 7 สิงหาคม 2561

1

การพัฒนาวิธีโวลแทมเมตรีสำหรับการหาปริมาณแคดเมียมและตะกั่วที่ถูกละ
จากกระเบื้องคอนกรีตมุงหลังคา

จตุพร จันทร์สมบูรณ์, จตุพร จักรมณี

9

2

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบปริมาณ แคดเมียม โครเมียม ตะกั่ว
โมลิบดีนัมและนิกเกิลที่ละลายจากภาชนะหุงต้มเหล็กกล้าไร้สนิม

ดวงกมล เขาวนศรีหุมด, จิตวิไล เวฬุวนารักษ์, จิรพรรณ โรมา, นุจรินทร์ พลหงษ์

18

3

สมบัติของเส้นใยโพลีเอสเตอร์ที่ผ่านการปรับสภาพด้วยวิธีทางเคมี
สิริวรรณ ลีศรีสรรพ

25

4

การผลิตแผ่นยางมาตรฐานสำหรับการทดสอบความทนต่อการขัดสีที่เป็นมิตร
ต่อสิ่งแวดล้อม

ภรณ์ทิลา ภูมิระเบียบ, อรสา อ่อนจันทร์, ประเสริฐ แซ่จู่

32

5

การศึกษาปริมาณ SiO_2 ต่อสมบัติไม่ชอบน้ำ และสมบัติทางแสงของฟิล์ม
TEOS- SiO_2 -OTES บนกระจก

อุษณีย์ พันธุลาภ, เบญจมาล เพ็ชรเจริญมงคล, วราภรณ์ แก้วแดง, กนิษฐา ตะปะสา

41

6

การยืดอายุการเก็บรักษาผลของสดโดยการใช้สารให้ความหวานทดแทนน้ำตาล

ชนิษฐา อินทร์ประสิทธิ์, ปัญญะศ มงคลชาติ, ลลิตา ชูแก้ว, อีรพงศ์ เพ็งคำ,
สุทธยา ชื่นวัฒนา

49

สารบัญ

วารสารผลงานวิชาการ กรมวิทยาศาสตร์บริการ

ปีที่ 7 ฉบับที่ 7 สิงหาคม 2561

7

การสังเคราะห์สีผงเซรามิกสีน้ำเงินสะท้อนรังสีอินฟราเรดใกล้ $\text{Co}_{1-x}\text{Mg}_x\text{Al}_2\text{O}_4$ 60
พัฒนาะ รักความสุข, สิทธิสุนทร สุโพธิณะ, ลดา พันธุ์สุขุมธนา, ธีรศักดิ์ ดังกิตติมศักดิ์

8

การพัฒนาเทคนิคสีและลวดลายบนกระดาษสาเพื่อเพิ่มมูลค่าของผลิตภัณฑ์ 70
ก่องพงศ์ หงษ์ศรี, จูฑารินีย์ สุโรพันธ์, สุรวุฒิ พวงมาลี

9

การพัฒนาสารทดแทนเกลือเพื่อลดปริมาณโซเดียม 78
ในผลิตภัณฑ์ซूपเห็ดสำเร็จรูปและผลิตภัณฑ์ขนมขบเคี้ยว
วรรณดี มหรรณพกุล, จันทร์ฉาย ยศศักดิ์ศรี

10

การหาปริมาณสารไนโตรเจนในรังนกโดยเทคนิคไฮเพอร์ฟอร์แมนส์ลิควิดโครมาโทกราฟี 89
มโนวิช เรืองดิษฐ์, นิภาพร ชนะคช, วรินกาญจน์ ธรศิริภรณ์

11

การพัฒนาคุณภาพน้ำมันปาล์มสำหรับการทอดอาหารโดยใช้สารสกัดจากสมุนไพร 95
ปริญญญา จิยพงศ์, จันทร์ฉาย ยศศักดิ์ศรี

12

การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมของเทคนิค GC-MS ร่วมกับ เทคนิค IDMS ในการ 104
แยกสารผสมเบนโซฟีโนน และอนุพันธ์ในกระดาษบรรจุภัณฑ์อาหาร
หนึ่งฤทัย แสงแสงสีรุ่ง

Contents

Bulletin of Applied Sciences

Vol. 7 No. 7 August 2018

1

Development of voltammetric method for determination of cadmium and lead released from concrete roofing tiles

9

Jaroon Junsomboon, Jaroon Jakmunee

2

Method validation for determination of released cadmium, chromium, lead, molybdenum and nickel from stainless steel cookwares

18

Duangkamol Chaosrimud, Jitwilai Waluvanarak, Jirapan Roma,
Nootjarin Phonhong

3

Properties of pineapple-leaf fibers after chemical treatments

25

Siriwan Leesirisan

4

Production of environmental friendly standard rubber sheet for abrasion testing

32

Pantila Bhumirabiab, Orasa Onjun, Prasert Saeju

5

Study of effects of SiO_2 contents on hydrophobicity and optical properties of TEOS- SiO_2 -OTES film on glass panels

41

Usanee Pantulap, Benjamon Petchareanmongkol, Waraporn Kaewdang,
Kanit Tapasa

6

Shelf-life extension of Foi Thong by using sweeteners

49

Khanittha Inprasit, Panyot Mongkonchart, Lalita Chookaew,
Theerapong Pengkham, Sutachaya Chuenwattana

Contents

Bulletin of Applied Sciences

Vol. 7 No. 7 August 2018

7	The synthesis of near-infrared reflective blue ceramic pigment of $\text{Co}_{1-x}\text{Mg}_x\text{Al}_2\text{O}_4$ Pattana Rakkwamsuk, Sitthisuntorn Supothina, Lada Pansukhumthana, Teerasak Tangkittimasak	60
8	The development of color and pattern on mulberry craft paper for value added Korpong Hongsri, Thitarini Suropan, Surawut Puangmalee	70
9	Development of salt substitute for reduction of sodium in ready to eat mushroom soup and snack foods Wannadee Mahannopkul, Janchay Yossaksri	78
10	Quantitative analysis of nitrite in blood-red bird's nest by high-performance liquid chromatography Manowich Ruengdit, Nipaporn Chanacot, Warinkarn Torateekorntawat	89
11	Developing the quality of palm oil with herbal extracts Patinya Jiyipong, Janchay Yossaksri	95
12	Optimization study of GC-MS and IDMS technique for separation of benzophenone and its derivatives from food packaging paper Neungrutai Saesaengseerung	104

การพัฒนาวิธีโวลแทมเมตรีสำหรับการหาปริมาณแคดเมียมและตะกั่วที่ถูกระเบิดจากกระเบื้องคอนกรีตมุงหลังคา

Development of voltammetric method for determination of cadmium and lead released from concrete roofing tiles

1

จรรณ จันทรสมบัติ¹, จรรณ จักรมณี²
Jaroon Junsomboon¹, Jaroon Jakmunee²

บทคัดย่อ

ได้พัฒนาวิธีในการวิเคราะห์หาปริมาณแคดเมียมและตะกั่วที่ถูกระเบิดออกจากกระเบื้องคอนกรีตมุงหลังคาโดยวิธีดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์แอนอติกสทริปปิงโวลแทมเมตรี ตัวอย่างจะถูกสกัดด้วยน้ำเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ตามวิธีมาตรฐาน มอก.535-2556 เติมน้ำละลายตัวอย่างที่สกัดได้ 5 มิลลิกรัม และ 5 มิลลิกรัมของร้อยละ 4 โดยปริมาตรต่อปริมาตรกรดอะซิติกกลลงในโวลแทมเมตริกเซลล์ หลังจากนั้นสารละลายจะถูกกวนที่อัตราความเร็ว 2000 รอบต่อนาทีพร้อมกับกำจัดตัวรบกวนด้วยแก๊สไนโตรเจนเป็นเวลา 3 นาที ก่อนที่จะทำการสะสมปริมาณโลหะโดยการให้ศักย์ไฟฟ้าคงที่ -0.9 โวลต์ อย่างต่อเนื่องเทียบกับขั้วอ้างอิง ซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์ ที่ขั้วแขนพรอพอทไฮด (HMDE) เป็นเวลา 45 วินาที หลังจากนั้นทำการสแกนด้วยวิธีดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์จากศักย์ไฟฟ้า -0.90 โวลต์ ไปยังศักย์ไฟฟ้า -0.10 โวลต์ และทำการบันทึกออกมาเป็นโวลทอไมแกรมพีคสัญญาณสูงสุดของแคดเมียมและตะกั่วอยู่ที่ -0.555 โวลต์ และ -0.364 โวลต์ เมื่อเทียบกับขั้วอ้างอิง ซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์ ตามลำดับ ทำการวิเคราะห์หาปริมาณโดยวิธีเติมสารมาตรฐาน ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ที่ความเข้มข้น 8 ไมโครกรัมต่อลิตรของโลหะทั้งสองชนิดจำนวน 11 ซ้ำ อยู่ในช่วง 1.59-1.74 ร้อยละ การคืนกลับโดยการเติมสารมาตรฐานที่ความเข้มข้น 8 ไมโครกรัมต่อลิตร ของแคดเมียมและตะกั่วลงในสารละลายตัวอย่าง พบว่าเท่ากับ 107 และมีขีดจำกัดของการตรวจวัดเท่ากับ 0.15 ไมโครกรัมต่อลิตร ของโลหะทั้งสอง พบว่าปริมาณแคดเมียมและตะกั่ว ที่ถูกระเบิดออกจากตัวอย่างกระเบื้องคอนกรีตมุงหลังคาอยู่ในช่วง <0.15-0.55 ไมโครกรัมต่อลิตร และ <0.15- 11.95 ไมโครกรัมต่อลิตร ตามลำดับ ซึ่งต่ำกว่าเกณฑ์มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมของไทยกำหนด (มอก. 535-2556) วิธีที่นำเสนอไม่ยุ่งยาก สะดวก และมีความไวในการวิเคราะห์มากกว่าวิธีมาตรฐานที่ใช้เทคนิคอะตอมมิกสเปกโตรโฟโตเมตรี

Abstract

Differential pulse anodic stripping voltammetric method has been developed for determination of cadmium and lead released from concrete roofing tiles. The sample was extracted with water for 24 h according to the TIS 535-2556 standard method. An aliquot of 5 mL of the extracted solution and 5 mL of 4% v/v acetic acid solution were put in a voltammetric cell. Then, the solution was stirred at 2000 rpm and purged with nitrogen gas for 3 min before the deposition of the metals was carried out by applying a constant potential of -0.90 V versus Ag/AgCl to a hanging mercury drop electrode (HMDE) for 45 s. After that a differential pulse scanning waveform from -0.90 to -0.10 V was applied and a voltammogram was recorded. Peak current of cadmium and lead were measured at peak potentials of -0.555 and -0.364 V vs Ag/AgCl, respectively. Standard addition procedure was used for quantification. Relative standard deviation for 11 replicate determinations of 8 $\mu\text{g L}^{-1}$ of both metals were in the range of 1.59-1.74%. Percentage recoveries obtained by spiking 8 $\mu\text{g L}^{-1}$ of cadmium and lead to the sample solution were found to be 107% and with detection limit of 0.15 $\mu\text{g L}^{-1}$ for both metals. It was found that contents of cadmium and lead released from the concrete roofing tile samples were in the range of <0.15-0.55 $\mu\text{g L}^{-1}$ and <0.15-11.95 $\mu\text{g L}^{-1}$, respectively, which are lower than the regulated values of the Thailand industrial standard (TIS 535-2540). The proposed method is simpler, more convenient and more sensitive than the standard method based on an atomic absorption spectrophotometry.

คำสำคัญ: ดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์แอนอติกสทริปปิงโวลแทมเมตรี แคดเมียม ตะกั่ว กระเบื้องคอนกรีตมุงหลังคา
Keywords: Differential pulse anodic stripping voltammetry, Cadmium, Lead, Concrete roofing tiles

¹กรมวิทยาศาสตร์บริการ

²ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

E-mail address: jaroon@dss.go.th

^{*}Corresponding author. E-mail address: jaroon@dss.go.th

1. บทนำ (Introduction)

กระเบื้องคอนกรีตมุงหลังคาเป็นวัสดุก่อสร้างทั่วไปที่ตอบสนองความต้องการขั้นพื้นฐานของมนุษย์ ในการก่อสร้างที่อยู่อาศัย โดยที่กระเบื้องคอนกรีตมุงหลังคา ทำมาจากปูนซีเมนต์ผสมมวลผสมคอนกรีตและน้ำเข้าด้วยกัน โดยมีการใช้สื่เคลือบบนผิวกระเบื้องคอนกรีต เป็นสีต่างๆ เพื่อให้เกิดความสวยงามตามความต้องการของผู้บริโภค โดยในปัจจุบันกระเบื้องคอนกรีตได้รับความนิยมนำมาใช้ในการปลูกสร้างที่อยู่อาศัยมากกว่ากระเบื้องมุงหลังคาชนิดอื่นๆ สำหรับในประเทศไทยผลิตภัณฑ์กระเบื้องคอนกรีตมุงหลังคา มีแหล่งผลิตส่วนใหญ่ กระจายไปตามจังหวัดในภูมิภาคต่างๆ ของประเทศไทย อาทิเช่น กรุงเทพมหานคร ปทุมธานี ลพบุรี สระบุรี ชลบุรี ลำพูน ขอนแก่น และนครศรีธรรมราช เป็นต้น โดยแหล่งที่มาที่แตกต่างกันของวัตถุดิบจากธรรมชาติ และสีที่ใช้ในกระบวนการผลิต อาจมีสารที่เป็นอันตรายต่าง ๆ เช่น โลหะหนักละลายออกมาเมื่อนำไปใช้งาน ทำให้ต้องมีการควบคุมคุณภาพกระเบื้องคอนกรีตมุงหลังคา โดยที่แคดเมียมและตะกั่วเป็นที่รู้จักกันดีว่าเป็นโลหะที่มีพิษโลหะเหล่านี้จะพบในบริเวณพื้นผิวกระเบื้องคอนกรีตมุงหลังคา สำหรับประเทศไทยจะถูกควบคุมโดยมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม โดยกำหนดผลที่เกิดขึ้นกับน้ำของผลิตภัณฑ์กระเบื้องคอนกรีตมุงหลังคาที่กำหนดปริมาณแคดเมียมและตะกั่ว ที่ยอมให้มีได้ต้องไม่เกินเกณฑ์กำหนดสูงสุดตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม (มอก. 535-2556) [1] วิธีการสกัดโลหะจากกระเบื้องคอนกรีตมุงหลังคาทำได้โดยการแช่ตัวอย่างลงในน้ำปราศจากไอออนในภาชนะที่เก็บไว้ที่อุณหภูมิ $23 \pm 2^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 24 ± 1 ชั่วโมง และทำการวิเคราะห์โลหะในสารละลายที่สกัดออกมาได้ ด้วยเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์บชันสเปกโทรโฟโตเมตรี (AAS) ซึ่งวิธีนี้ต้องมีขั้นตอนยุ่งยากและใช้เวลานาน และมีขีดจำกัดต่ำสุดในการตรวจวัดค่อนข้างสูง ดังนั้น จึงต้องมีวิธีการและขั้นตอนในการเพิ่มความเข้มข้นหรือแยก เช่น การใช้คอลัมน์ที่บรรจุด้วยเรซิน Pb-Spec [2], คีเลตเรซิน Muramac A-1 [3], เรซิน thioureasulfonamide [4] และเทคนิคบิโธนิเจชั่นโดยใช้วัสดุที่ดูดซับ [5] ก่อนที่จะวิเคราะห์หาปริมาณแคดเมียม

และตะกั่วด้วยเทคนิค Flame AAS หรือ Electrothermal AAS สำหรับเทคนิคอื่นๆ ที่ถูกนำมาใช้ได้แก่ แอนโดกสทริปปิงโวลแทมเมตรี (ASV) ซึ่งมีการให้ศักย์ไฟฟ้าคงที่ ในขั้นตอนเพิ่มความเข้มข้นของโลหะบนขั้วไฟฟ้า (electrodeposition) โดยสามารถวิเคราะห์หาปริมาณแคดเมียมและตะกั่วได้โดยตรงพร้อมกัน [6-13] โดยมีการเพิ่มความเข้มข้นด้วยการสะสมปริมาณโลหะบนขั้วหยดปรอทแขวน (HMDE) หรือขั้วไฟฟ้าฟิล์มปรอท [6-8] ปัจจุบันได้มีการใช้ขั้วไฟฟ้าที่เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อมมากขึ้น ได้แก่ ขั้วไฟฟ้าฟิล์มบิสมีท์ [9-12,14-18,20] ขั้วไฟฟ้าคาร์บอน [19] หรือ ขั้วไฟฟ้าเงินอะมัลกัมแบบสั้น [21] หลังจากนั้นจะทำการสแกนศักย์ไฟฟ้าไปในทางบวก (ขั้วบวก) เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของโลหะที่สะสมบนขั้วไฟฟ้า โดยจะมีศักย์ไฟฟ้าที่เกิดขึ้นที่มีความเฉพาะเจาะจงสำหรับแต่ละโลหะ อย่างไรก็ตามวิธีนี้สามารถตรวจจับโลหะในสภาวะไอออนอิสระเท่านั้น และจะถูกรบกวน ในการวิเคราะห์จากสารอินทรีย์บนพื้นผิวที่ใช้งาน [6] จึงทำให้ขั้วไฟฟ้าได้รับการพัฒนาเพื่อเพิ่มความไว และความเฉพาะเจาะจง สำหรับการวิเคราะห์กลุ่มตัวอย่างที่มีความซับซ้อนมาก [8-10,15-21]

สำหรับสารสกัดจากกระเบื้องคอนกรีตมุงหลังคานั้นจะปราศจากสารอินทรีย์ ดังนั้น ในงานวิจัยนี้จึงเลือกใช้วิธี ASV ร่วมกับขั้วหยดปรอทแขวน (HMDE) ในการวิเคราะห์หาปริมาณแคดเมียมและตะกั่ว โดยสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ถูกนำมาใช้อย่างแพร่หลายในการวิเคราะห์หาปริมาณแคดเมียมและตะกั่ว คือ อะซิเตทบัฟเฟอร์ [6-10,14-18,21] ในงานวิจัยนี้กรดอะซิติกซึ่งมีความบริสุทธิ์สูงกว่าอะซิเตทบัฟเฟอร์ได้ถูกนำมาใช้เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค ASV ตารางที่ 1 ได้สรุปงานวิจัยที่ใช้วิธี ASV สำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณแคดเมียมและตะกั่ว เมื่อเปรียบเทียบกับวิธีมาตรฐาน FAAS วิธีที่พัฒนาขึ้น มีความสะดวกในการใช้งานมากกว่า มีความไวในการวิเคราะห์ที่ดีขึ้น รวดเร็วขึ้น ใช้สารเคมีน้อย มีค่าใช้จ่ายในการวิเคราะห์ต่ำ รวมทั้งเครื่องมือและวัสดุที่ใช้วิเคราะห์มีราคาไม่แพง

ตารางที่ 1 แอนโดกสทริปปิงโวลแทมเมตรีที่วิเคราะห์หาปริมาณแคดเมียมและตะกั่ว

Technique	Determination	Sample	Detection condition*	Linear range ($\mu\text{g L}^{-1}$)**	Detection limit ($\mu\text{g L}^{-1}$)	Precision (%RSD)	Ref.
SWASV	Cd(II), Pb(II), Zn(II), Cu(II)	glazed ceramic	Hanging mercury drop electrode (HMDE), E_d -1.20 V, E_r 0.15 V, t_d 45 s, 10 mV/s, ΔE 40 mV, E_{step} 10 mV, stir 2000 rpm, 4%v/v acetic acid	0 - 200 (t_d 45 s)	Cd(II) 0.25, Pb(II) 0.07, Cu (II)2.7, Zn(II) 0.5 (t_d 45 s)	2.8 - 3.6% (n=11)	13
SI-MSFA-SWASV	Cd(II), Pb(II)	surface water	Bismuth film working electrode (BiFE), E_d -1.10 V, E_r 0.20 V, t_d 90 s, 50mV/s, 0.2 M acetate buffer	10 - 100 (t_d 90 s)	Cd(II) 1.4 (t_d 90 s), Pb(II) 6.9 (t_d 90 s)	2.7 - 3.1% (n=11)	14
SWASV	Cd(II), Pb(II)	-	Bismuth-glassy carbon(Bi/C) composite electrode, E_d -1.20V, E_r -0.30 V, t_d 300 s, 20mV/s, f 50 Hz, E_{step} 5 mV, 0.1 M acetate buffer (pH 4.5)	0 - 100 (t_d 300 s)	Cd(II) 0.49 (t_d 300 s), Pb(II) 0.41 (t_d 300 s)	-	15
DPASV	Cd(II), Pb(II)	river water, human blood	Bismuth- film modified graphite nanofibers-Nafion glassy carbon electrode (BiF/GNFs-NA/GCE), E_d -1.20V, t_d 120 s, ΔE 80 mV, E_{step} 5 mV, pulse period 0.2s, pulse width 5ms, 0.1 M acetate buffer (pH 4.5)	0.2 - 50 (t_d 120 s)	Cd(II) 0.09 (td 120 s), Pb(II) 0.02 (td 120 s)	1.4 - 2.1% (n=16)	16
SWASV	Pb(II), Cd(II), Zn(II)	river water	Bismuth bulk electrode(BiBE), E_d -1.4 V, E_r -0.35 V, t_d 180 s, E_{step} 4 mV, ΔE 25 mV, f 15 Hz, stir 1200 rpm, 0.1 M Sodium acetate pH 5.0	10 - 100 (t_d 180 s)	Cd(II) 0.93 (td 180 s), Pb(II) 0.54 (td 180 s), Zn(II) 3.96 (td 180 s)	-	17
SI-SWASV	Pb(II), Cd(II)	water, food	Bismuth coated screen- printed carbon nanotube electrode (Bi-SPCNTe), E_d -1.3 V, E_r -0.30 V, E_{step} 4 mV, ΔE 50 mV, f 75 Hz, 0.1 M acetate buffer (pH 3.0)	0.5 - 15	0.01	2.56 - 5.67% (n=10)	18

Technique	Determination	Sample	Detection condition*	Linear range ($\mu\text{g L}^{-1}$)**	Detection limit ($\mu\text{g L}^{-1}$)	Precision (%RSD)	Ref.
SWASV	Pb(II), Cd(II)	several foodstuffs, water	Multi-walled carbon paste electrode (MWCNT), E_d -1.10 V, E_{dep} 6 mV E_r -0.22V, t_d 190 s, ΔE 65 mV, f 40 Hz, Britton – Robinson universal buffer pH 3.5	0.4 - 1200 Pb(II) 1.0 - 1200 Cd(II)	Pb(II) 0.25 (t_d 190s) Cd(II) 0.74 (t_d 190s)	2.30 - 3.56% (n=8)	19
SI-SWASV	Pb(II), Cd(II)	rice	Bismuth film/crown ether/Nafion modified screen-printed carbon electrode (Bi-D24C8/Nafion SPCE), E_d -1.2 V, E_r -0.00 V, t_d 180 s, E_{step} 7 mV, ΔE 50 mV, f 70 Hz, 0.5 M HCl	0.5 - 60	Pb(II) 0.11 (t_d 180s) Cd(II) 0.27 (t_d 180s)	-	20
SWASV	Pb(II), Cd(II)	sea water	Vibrating silver amalgam microwire electrode (SAM), E_d -1.2 V, E_r -0.20 V, t_d 60 s, E_{step} 5 mV, ΔE 50 mV, f 50 Hz, 40 mM acetate buffer (pH 4.5)	0.82 - 6.56	Pb(II) 0.066 (t_d 60s) Cd(II) 0.379 (t_d 60s)	-	21
DPASV	Cd(II), Pb(II)	concrete roofing tiles	Hanging mercury drop electrode (HMDE), E_d -0.90 V, E_r -0.10 V, t_d 45 s, 3 mV/s, ΔE 50 mV, stir 2000 rpm, 4%v/v acetic acid	0 - 20 (t_d 45 s)	Pb(II) 0.15 (t_d 45s) Cd(II) 0.15 (t_d 45s)	1.59% (n=11) 1.74% (n=11)	22

* E_d = deposition potential, E_r = final potential, t_d = deposition time, E_{step} = step potential, ΔE = amplitude, f = frequency, rpm = round per min

2. วิธีการวิจัย (Experimental)

2.1 สารเคมี

สารเคมีทั้งหมดเป็นเกรดที่ใช้สำหรับการวิเคราะห์ (Analytical grade) และใช้น้ำปราศจากไอออน (Deionized water, Millipore, Sweden) ในการเตรียมสารละลาย

สารละลายมาตรฐานของตะกั่ว (II) (1000 mg/L) เตรียมโดยละลาย 0.1615 กรัมของตะกั่วไนเตรท ((Merck, Germany) ใน 0.1 M กรดไนตริก ปริมาตรจนวนครบ 100 มิลลิลิตร สารละลายมาตรฐานแคดเมียม (II) (1000 mg/L) เตรียมโดยละลาย 0.1991 กรัม ของแคดเมียมคลอไรด์ (J.T. Baker, Canada) ใน 0.1 M กรดไฮโดรคลอริก ปริมาตรจนวนครบ 100 มิลลิลิตร สารละลายมาตรฐานในช่วงที่ใช้งานทำการเตรียมใหม่ทุกครั้งโดยการเจือจางจากสต็อกของสารละลายมาตรฐานความเข้มข้น 1000 mg/L ด้วยสารละลายกรดแอซิดิกเข้มข้นร้อยละ 4 โดยปริมาตรต่อปริมาตร สารละลายอิเล็กโตรไลต์ (กรดแอซิดิกเข้มข้นร้อยละ 4 โดยปริมาตรต่อปริมาตร) เตรียมโดยใช้กรดอะซิติกเข้มข้น 40 มิลลิลิตรทำการเจือจางในน้ำปราศจากไอออนและทำการปรับปริมาตรจนวนครบ 1000 มิลลิลิตร แก๊สไนโตรเจน (99.9995%, TIG, Thailand) ถูกใช้เพื่อกำจัดออกซิเจนที่ละลายอยู่ในสารละลาย

2.2 เครื่องมือ

ทำการวิเคราะห์ด้วยวิธีโพเทนชิโอสแตติกสทรีปปีงโวลแทมเมตรี โดยใช้เครื่อง Metrohm 797 VA Computrace Voltammograph (Metrohm, Switzerland) พร้อมด้วยโวลแทมเมตริกเซลล์ ขั้วหยดปรอทแขวน (HMDE) เป็นขั้วไฟฟ้าทำงาน ขั้วไฟฟ้าช่วยแพททินัม และขั้วอ้างอิง Ag/AgCl/3M KCl โดยทำการควบคุมการทำงานของเครื่องด้วยคอมพิวเตอร์โดยใช้ VA Computrace software version 1.3 (8.797.8067, 797 VA Computrace, Metrohm)

2.3 ขั้นตอนการสกัด

การสกัดโลหะจากกระเบื้องคอนกรีตมุงหลังคาได้ดำเนินการตามวิธีมาตรฐาน [1] กระเบื้องคอนกรีตมุงหลังคาที่จะใช้ทดสอบจะถูกทำความสะอาดให้ปราศจากไขมันและสิ่งสกปรกอื่น ๆ ที่จะส่งผลกระทบต่อผลการทดสอบ ตัวอย่างกระเบื้องคอนกรีตมุงหลังคาที่ถูกตัดให้มีพื้นที่ผิวประมาณ 5500 mm² จะถูกแช่ลงในภาชนะ ทำการเติมน้ำปราศจากไอออนลงไป 500 มิลลิลิตร ในภาชนะที่มีฝาครอบแล้วเก็บตัวอย่างที่

อุณหภูมิ 23±2°C เป็นเวลา 24±1 ชั่วโมง เมื่อครบเวลานำแผ่นกระเบื้องคอนกรีตมุงหลังคาออกและทำการเทน้ำตัวอย่างทั้งหมดที่สกัดได้ลงในขวดปริมาตร 500 มิลลิลิตรและเติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 2 มิลลิลิตร จากนั้นทำการปรับปริมาตรจนวนครบ 500 มิลลิลิตรและเก็บตัวอย่างในขวดพลาสติกเพื่อนำไปวิเคราะห์หาปริมาณโลหะที่ละลายออกมาโดยเทคนิคโวลแทม-เมตรีต่อไป

2.4 ขั้นตอนการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคโวลแทมเมตรี

นำสารละลายตัวอย่างที่สกัดได้ 5 มิลลิลิตรและสารละลายกรดแอซิดิกเข้มข้นร้อยละ 4 โดยปริมาตรต่อปริมาตร 5 มิลลิลิตรเติมลงในโวลแทมเมตริกเซลล์ หลังจากนั้นสารละลายจะถูกกวนที่อัตราความเร็ว 2000 รอบต่อนาทีพร้อมกับกำจัดตัวรบกวนด้วยแก๊สไนโตรเจนเป็นเวลา 3 นาที ก่อนที่จะทำการสะสมปริมาณโลหะบนขั้วหยดปรอทแขวน (HMDE) โดยการให้ศักย์ไฟฟ้าคงที่ -0.9 โวลต์ เทียบกับขั้วอ้างอิง ซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์อย่างต่อเนื่องเป็นเวลา 45 วินาที หลังจากนั้นหยุดกวนสารละลายเป็นเวลา 5 วินาที แล้วทำการสแกนด้วยวิธีสตีปเฟอว์เรเนียนัลพัลส์จากศักย์ไฟฟ้า -0.90 โวลต์ ไปยังศักย์ไฟฟ้า -0.10 โวลต์ โดยใช้ pulse amplitude 50 มิลลิโวลต์ step potential 6 มิลลิโวลต์ ด้วยอัตราในการเกิดพัลส์ 0.0298 โวลต์ต่อวินาที และทำการบันทึกโวลแทมโมแกรม หากกระแสไฟฟ้าสัญญาณสูงสุดของแคดเมียมและตะกั่ว และทำการวิเคราะห์หาปริมาณโดยวิธีเติมสารมาตรฐานโดยการเติมสารละลายมาตรฐานของแคดเมียมและตะกั่วลงไปในสารละลายตัวอย่าง ทำการสะสมปริมาณโลหะบนขั้วหยดปรอทแขวน ตามขั้นตอนที่ได้อธิบายไว้ข้างต้น โดยเติมสารละลายมาตรฐานซ้ำจำนวน 4 ครั้ง ความเข้มข้นของแคดเมียมและตะกั่วในตัวอย่างจะถูกประเมินจากกราฟมาตรฐานโดยการลบค่าความเข้มข้นของแคดเมียมและตะกั่วในสารละลายแบลนด์ออกก่อน รายงานปริมาณของแคดเมียมและตะกั่วที่ถูกชะออกมาจากกระเบื้องคอนกรีตมุงหลังคาเป็น ไมโครกรัม / ลิตร

3. ผลและวิจารณ์ (Results and discussion)

3.1 ผลของพารามิเตอร์บางอย่างเกี่ยวกับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคโวลแทมเมตรี

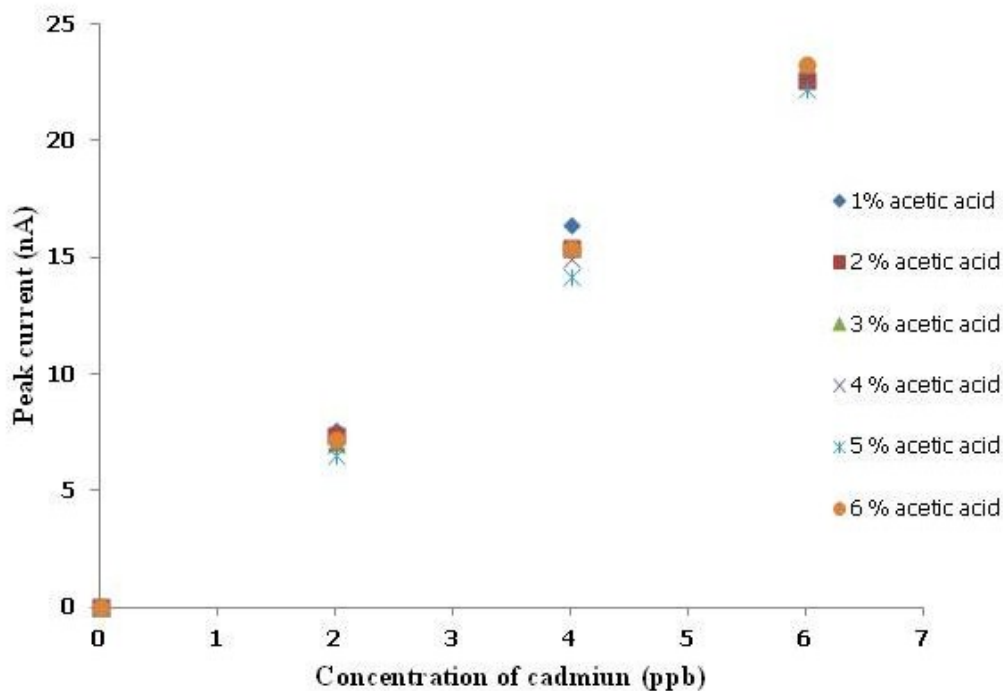
วิธีโพเทนชิโอสแตติกสทรีปปีงโวลแทมเมตรี

อาศัยการเกิดปฏิกิริยารีดักชันของไอออนของโลหะที่ขั้วไฟฟ้าทำงานโดยจะทำการสะสมปริมาณโลหะบนพื้นผิวของขั้วไฟฟ้าก่อนเป็นระยะเวลาที่แน่นอนค่าหนึ่ง หลังจากนั้นทำการสแกนศักย์ไฟฟ้าไปทางขั้วบวก ซึ่งโลหะจะเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันที่ศักย์ไฟฟ้าต่างกันตามลักษณะเฉพาะของไอออนโลหะแต่ละชนิด และทำการบันทึกเป็นโวลแทมโมแกรมออกมา ได้ศึกษาสถานะในขั้นตอนการสะสมปริมาณโลหะบนขั้วไฟฟ้าทำงานในการทดสอบด้วยแอนโอดิกสทริปปิงโวลแทมเมตรี โดยใช้รูปแบบศักย์ไฟฟ้าดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์ในขั้นตอนสทริปปิง ซึ่งทำให้สแกนได้อย่างรวดเร็วและมีความไวในการวิเคราะห์ที่ดี โดยใช้ pulse amplitude 50 มิลลิโวลต์ step potential 6 มิลลิโวลต์ ด้วยอัตราในการเกิดพัลส์ 0.0298 โวลต์ต่อวินาที

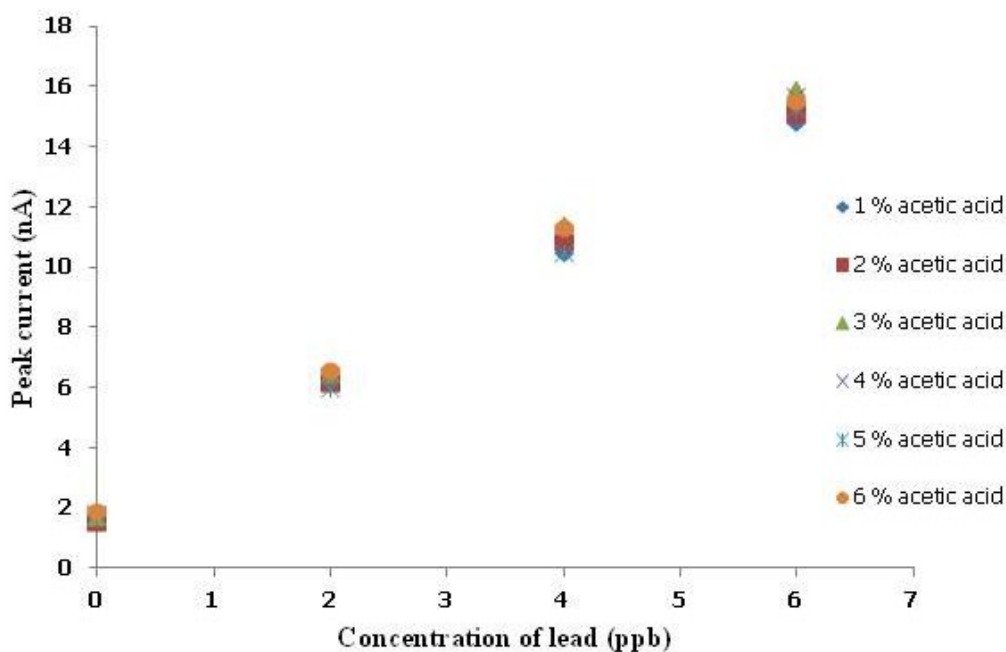
ขั้วหยดปรอทแขวน (HMDE) ถูกใช้เป็นขั้วไฟฟ้าทำงาน เพราะมันเป็นขั้วไฟฟ้าที่หาง่ายและสะดวกในการใช้ในการวิเคราะห์สำหรับงานประจำ ขั้วปรอทมีข้อดีหลายอย่าง เช่น มันมีศักย์ไฟฟ้าใช้งานทางลบที่กว้างเหมาะสำหรับนำมาใช้วิเคราะห์หาปริมาณตะกั่ว และ แคดเมียม พื้นผิวขั้วไฟฟ้าจะถูกเปลี่ยนใหม่ทุกครั้ง ทำให้สะอาดมาก และโลหะปรอทของเหลวสามารถละลายตะกั่วและแคดเมียมได้เป็นอย่างดี อยู่ในรูปโลหะอะมัลกัม ในขั้นตอนเพิ่มความเข้มข้น สิ่งเหล่านี้ทำให้มีความไวสำหรับการวิเคราะห์ที่ดีและผลการวิเคราะห์ซ้ำที่ติดด้วย ถึงแม้ว่าปริมาณสารปรอทที่น้อยมากจะถูกนำมาใช้ในการวิเคราะห์ แต่ปรอท

เป็นสารที่มีพิษอย่างมาก เพราะฉะนั้นปรอทที่เป็นของเสียหลังใช้งานแล้วจะต้องถูกรวบรวมเพื่อการเก็บรักษาที่เหมาะสม

สารละลายกรดแอสติคถูกนำมาใช้เป็นสารอิเล็กโทรไลต์ คล้ายกับที่รายงานในการศึกษาก่อนหน้านี้ [13, 22] โดยที่กรดแอสติคมี pH ประมาณ 2.3 เพื่อป้องกันการตกตะกอนของโลหะไฮดรอกไซด์ในสารละลาย นอกจากนี้ยังมีความบริสุทธิ์สูงกว่าเกลืออะซิเตตที่มักจะใช้สำหรับการเตรียมอะซิเตตบัฟเฟอร์ ทำให้มีสัญญาณของสารละลายแบลนด์ต่ำซึ่งเหมาะสำหรับการหาปริมาณโลหะหนัก ผลของความเข้มข้นของกรดแอสติคที่ให้สัญญาณสูงสุดที่ความเข้มข้น 8 โมลโครมต่อลิตรของโลหะแต่ละชนิดที่ใช้ทดสอบ พบว่ากรดแอสติคที่อยู่ในช่วงความเข้มข้นของ 1-6% v/v ไม่ได้ส่งผลกระทบต่อทั้งศักย์ไฟฟ้าและพีคสัญญาณสูงสุดของโลหะทุกชนิดที่ศึกษา ดังแสดงในรูป 1 และ 2 แต่ความแม่นยำของวิธีทดสอบจะแย่ลง เมื่อใช้ความเข้มข้นของกรดแอสติค สูงเกินไปหรือต่ำเกินไป (%RSD 9.25, 5.02, 4.77, 2.93, 8.15, 8.58 ที่ความเข้มข้น 1, 2, 3, 4, 5, 6% v/v กรดแอสติคตามลำดับ) นอกจากนี้ความเข้มข้นที่สูงขึ้นของกรดแอสติคจะทำให้ปริมาณตะกั่วที่สูงขึ้นในสารละลายแบลนด์ที่ใช้เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ ดังนั้นกรดแอสติคเข้มข้นร้อยละ 4 โดยปริมาตรต่อปริมาตรจึงถูกเลือกใช้สำหรับการศึกษาต่อไป



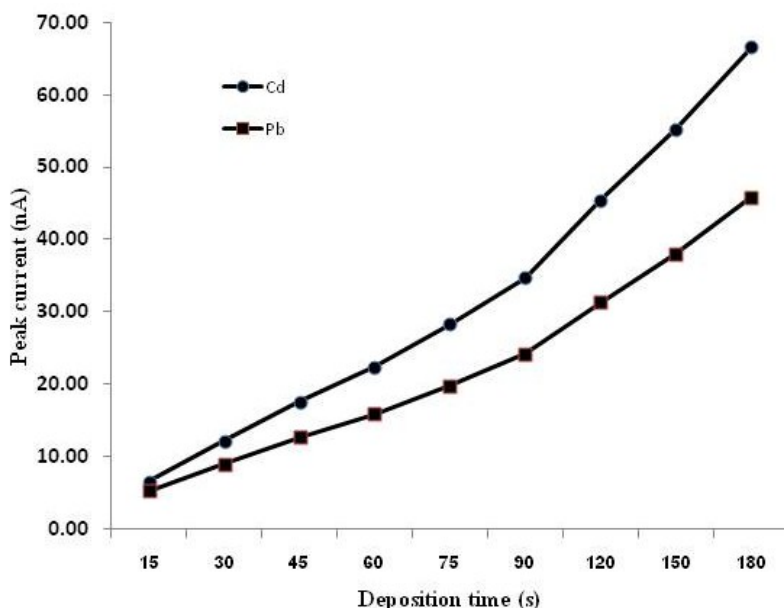
รูปที่ 1 ผลของความเข้มข้นของกรดแอสติคที่ใช้เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ สำหรับวิเคราะห์หาปริมาณแคดเมียม สภาวะที่ใช้ : deposition potential -0.90 V, deposition time 45 s, stirring rate 2000 rpm, differential pulse waveform with pulse amplitude of 50 mV, step potential of 6 mV, Voltage step time 0.2 s and sweep rate 0.0298 V/s, potential scan range -0.90 to -0.10 V.



รูปที่ 2 ผลของความเข้มข้นของกรดแอซิกที่ใช้เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ สำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่ว สภาวะที่ใช้: deposition potential -0.90 V, deposition time 45 s, stirring rate 2000 rpm, differential pulse waveform with pulse amplitude of 50 mV, step potential of 6 mV, Voltage step time 0.2 s and sweep rate 0.0298 V/s, potential scan range -0.90 to -0.10 V.

ได้ศึกษาผลของศักย์ไฟฟ้าคงที่ ที่ใช้ในการสะสมปริมาณโลหะบนขั้วไฟฟ้าทำงาน ที่ใช้ในการทดสอบในช่วง -0.90 ถึง 1.30 V โดยการเติมสารละลายมาตรฐานของแคดเมียมและตะกั่วลงไปในการละลายอิเล็กโทรไลต์และตรวจวัดหาปริมาณโลหะทั้งสองชนิด พบว่าที่ศักย์ไฟฟ้าที่เป็นลบมากขึ้นจะให้ความไวสำหรับการวิเคราะห์ที่สูงขึ้น อย่างไรก็ตาม ศักย์ไฟฟ้าคงที่ ที่ใช้ในการสะสมปริมาณโลหะบนขั้วไฟฟ้าทำงานที่ -0.90 V ได้ถูกเลือกนำมาใช้ต่อไป เพราะศักย์ไฟฟ้าที่เป็นลบมากเกินไปอาจนำไปสู่การรบกวนในขั้นตอนการสะสมปริมาณตะกั่ว หรือการเกิดก๊าซไฮโดรเจนที่ขั้วไฟฟ้าทำงานที่สภาวะเป็นกรดสูง

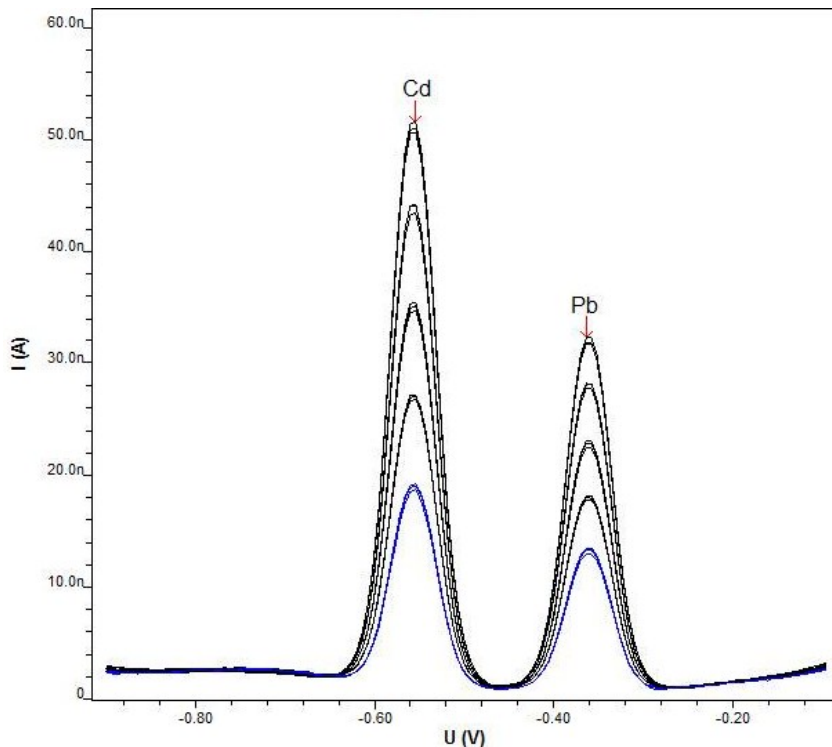
ได้ศึกษาเวลาที่ใช้ในการสะสมปริมาณโลหะที่ขั้วไฟฟ้าทำงาน โดยใช้ความเข้มข้น 8 ไมโครกรัมต่อลิตร ของแต่ละโลหะ ทำการพล็อตสัญญาณพีคสูงสุดเมื่อเทียบกับระยะเวลาที่ใช้ในการการสะสมปริมาณโลหะแสดงดังรูปที่ 3 พบว่าระยะเวลาที่ใช้ในการการสะสมปริมาณโลหะที่ให้ความสัมพันธ์เป็นเส้นตรงตามสัดส่วนเวลาที่ใช้ในการสะสมปริมาณโลหะไปจนถึงที่เวลา 3 นาที ส่วนในช่วงเวลาการสะสมที่นานกว่า 3 นาที โลหะที่ถูกสะสมบนขั้วไฟฟ้าทำงาน (HDME) จะอิ่มตัวบนพื้นที่ผิวของขั้ว จึงไม่มีการเพิ่มขึ้นอีกของพีคสัญญาณที่ได้



รูปที่ 3 ผลของเวลาที่ใช้ในการสะสมปริมาณโลหะบนขั้วไฟฟ้าทำงาน สภาวะที่ใช้ : deposition potential -0.90 V, stirring rate 2000 rpm, differential pulse waveform with pulse amplitude of 50 mV, step potential of 6 mV, Voltage step time 0.2 s and sweep rate 0.0298 V/s., potential scan range -0.90 to -0.10 V.

3.2 คุณลักษณะทางเคมีวิเคราะห์

ภายใต้สภาวะที่เลือกสำหรับการวิเคราะห์ : ใช้กรดแอสติคเข้มข้นร้อยละ 4 โดยปริมาตรต่อปริมาตรเป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์, ศักย์ไฟฟ้าคงที่ -0.9 โวลต์ ในการสะสมปริมาณโลหะที่ขั้วไฟฟ้าทำงาน, เวลาที่ใช้ในการสะสมโลหะ 45 วินาที, pulse amplitude 50 มิลลิโวลต์ step potential 6 มิลลิโวลต์ ด้วยอัตราในการเกิดพัลส์ 0.0298 โวลต์ต่อวินาที ได้โวลแทมโมแกรมดังแสดงในรูปที่ 4 สามารถให้กราฟมาตรฐานที่เป็นเส้นตรงในช่วงความเข้มข้น 0-20 ไมโครกรัมต่อลิตรของแต่ละโลหะ โดยมีสมการเส้นตรง ของแคดเมียม (Cd: $Y = 1.5696X + 0.282$, $r^2 = 0.9996$) และ ตะกั่ว (Pb: $Y = 0.9304X + 1.566$, $r^2 = 0.9996$) โดยที่ Y คือ ค่าความสูงของพีค มีหน่วยเป็น ไมโครแอมป์ (μA) และ X คือ ความเข้มข้น มีหน่วยเป็น ไมโครกรัมต่อลิตร ($\mu g L^{-1}$) โดยวิธีนี้มีขีดจำกัดต่ำสุดในการตรวจวัด (3SD blank/slope) [23] เท่ากับ 0.15 ไมโครกรัมต่อลิตรของทั้งแคดเมียมและตะกั่ว โดยที่ขีดจำกัดต่ำสุดในการตรวจวัด และความไวในการตรวจวัดอาจจะดีขึ้นอีกโดยใช้เวลาในการสะสมปริมาณโลหะที่ขั้วไฟฟ้าทำงานต่อไปอีกตามที่อธิบายไว้ในข้อ 3.1 อย่างไรก็ตามในงานวิจัยนี้ความเป็นเส้นตรงและขีดจำกัดต่ำสุดในการตรวจวัดที่ได้มีความเหมาะสมสำหรับการประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์เพื่อใช้ในการควบคุมคุณภาพของกระเบื้องคอนกรีตมุงหลังคาแล้ว ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ที่ความเข้มข้น 8 ไมโครกรัมต่อลิตรของโลหะแคดเมียมและตะกั่ว จำนวน 11 ซ้ำ อยู่ในช่วง 1.59-1.74% ค่าการคืนกลับของการวิเคราะห์ (Recovery) เท่ากับ 107% สำหรับการเติมโลหะทั้งสองลงไปนสารตัวอย่างกระเบื้องคอนกรีตมุงหลังคาที่ถูกชะออกมาที่ความเข้มข้น 8 ไมโครกรัมต่อลิตร เวลาที่ใช้ในการวิเคราะห์คือ 5 นาทีต่อตัวอย่าง โดยใช้วิธีการวิเคราะห์หาปริมาณแบบเติมสารมาตรฐาน (Standard addition) สำหรับการวิเคราะห์โลหะทั้ง 2 ชนิดพร้อม ๆ กัน ซึ่งจะเร็วกว่าวิธีมาตรฐานที่ใช้เทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตเมตรี [1]



รูปที่ 4 โวลแทมโมแกรมของแคดเมียมและตะกั่วในสารละลายอิเล็กโทรไลต์กรดแอสติกเข้มข้นร้อยละ 4 โดยปริมาตรต่อปริมาตร สภาวะที่ใช้ : deposition potential -0.90 V, deposition time 45 s, stirring rate 2000 rpm, differential pulse waveform with pulse amplitude of 50 mV, step potential of 6 mV, Voltage step time 0.2 s and sweep rate 0.0298 V/s, potential scan range -0.90 to -0.10 V.

3.3 การประยุกต์ใช้ในตัวอย่างจริง

วิธีที่พัฒนาขึ้นนี้สามารถนำไปประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณแคดเมียมและตะกั่วที่สกัดจากพื้นผิวของกระเบื้องคอนกรีตมุงหลังคา วิธีการวิเคราะห์แบบเติมสารมาตรฐาน (Standard addition) มักจะใช้ลดความคลาดเคลื่อนของผลการวิเคราะห์ที่เกิดจากสารรบกวนที่เป็นส่วนประกอบในตัวอย่าง อย่างไรก็ตามในที่นี้พบว่าผลการวิเคราะห์จากวิธีเติมสารมาตรฐานและวิธีกราฟมาตรฐานมีความสอดคล้องกันดีสำหรับ Pb, $Y = 0.9304X + 1.566$, $r^2 = 0.9996$ ซึ่งแสดงให้เห็นว่าไม่มีการรบกวนในการวิเคราะห์ในตัวอย่างด้วยวิธีที่ถ่วงน้ำหนักนี้ ผลการวิเคราะห์หาปริมาณแคดเมียมและตะกั่ว ได้สรุปไว้ในตารางที่ 2 จากการวิเคราะห์ตัวอย่างพบว่าปริมาณแคดเมียมและตะกั่ว ที่ถูกชะออกมาจากตัวอย่างกระเบื้องคอนกรีตมุงหลังคาอยู่ในช่วง <0.15 - 0.55 ไมโครกรัมต่อลิตร และ <0.15 - 11.95 ไมโครกรัมต่อลิตร ตามลำดับ ซึ่งต่ำกว่าที่เกณฑ์มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมของไทยกำหนดไว้ (มอก. 535-2556) ซึ่งกำหนดไว้ในระดับสูงสุดที่ 10 และ 50 ไมโครกรัมต่อลิตร สำหรับแคดเมียมและตะกั่วตามลำดับ วิธีการที่พัฒนาขึ้นนี้ไม่ยุ่งยาก สะดวกและมีความไวในการวิเคราะห์สูง และสามารถนำไปใช้เป็นวิธีทางเลือกกับวิธีมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณแคดเมียมและตะกั่ว ในตัวอย่างกระเบื้องคอนกรีตมุงหลังคาได้

ตารางที่ 2 ปริมาณแคดเมียมและตะกั่วในกระเบื้องคอนกรีตมุงหลังคาโดยวิธีดีฟเฟอร์เรนเชียลพัลส์แอนโอดิกสทริปปิงโวลแทมเมตรี

ตัวอย่าง	ปริมาณโลหะที่ถูกชะออกมา ($\mu\text{g/L}$)*	
	แคดเมียม	ตะกั่ว
1	0.34 ± 0.03	9.84 ± 0.04
2	0.34 ± 0.02	4.03 ± 0.03
3	0.16 ± 0.03	2.61 ± 0.03
4	N.D.	1.30 ± 0.02
5	N.D.	N.D.
6	0.45 ± 0.04	8.25 ± 0.05
7	N.D.	0.20 ± 0.02
8	N.D.	0.68 ± 0.03
9	N.D.	N.D.
10	N.D.	0.40 ± 0.03

ตัวอย่าง	ปริมาณโลหะที่ถูกชะออกมา (µg/L)*	
	แคดเมียม	ตะกั่ว
11	N.D.	0.20 ± 0.02
12	0.34 ± 0.03	9.07 ± 0.06
13	0.32 ± 0.02	3.26 ± 0.03
14	0.16 ± 0.02	1.84 ± 0.02
15	N.D.	0.53 ± 0.02
16	N.D.	N.D.
17	N.D.	0.30 ± 0.03
18	N.D.	0.86 ± 0.02
19	N.D.	0.40 ± 0.03
20	N.D.	0.38 ± 0.04
21	N.D.	2.78 ± 0.05
22	N.D.	2.89 ± 0.03
23	N.D.	0.67 ± 0.02
24	N.D.	0.47 ± 0.04
25	N.D.	0.21 ± 0.03
26	N.D.	2.24 ± 0.05
27	N.D.	1.76 ± 0.04
28	N.D.	1.62 ± 0.03
29	N.D.	2.21 ± 0.06
30	N.D.	2.05 ± 0.03
31	N.D.	0.63 ± 0.03
32	N.D.	N.D.
33	0.49 ± 0.03	11.95 ± 0.05
34	0.19 ± 0.03	0.43 ± 0.03
35	N.D.	0.98 ± 0.05
36	N.D.	0.31 ± 0.02
37	N.D.	1.94 ± 0.03
38	0.55 ± 0.07	2.41 ± 0.06
39	N.D.	0.63 ± 0.04
40	N.D.	0.57 ± 0.05

* mean of triplicated results, N.D. = not detected

4. สรุป (Conclusion)

วิธีแวนดิกสทริปปิงโวลแทมเมตรีสำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณแคดเมียมและตะกั่วในน้ำที่ถูกชะออกมาจากตัวอย่างกระเบื้องคอนกรีตมุงหลังคาได้ถูกพัฒนาขึ้น สารที่ถูกสกัดออกมาสามารถวิเคราะห์ได้โดยตรงหลังจากการเติมสารละลายอิเล็กโทรไลต์ กรดแอสติกเข้มข้นร้อยละ 4 โดยปริมาตรต่อปริมาตร วิธีนี้มีความไวสูงมากเป็นผลมาจากการเพิ่มความเข้มข้นของโลหะบนขั้วไฟฟ้าทำงาน วิธีการที่พัฒนาขึ้นนี้ง่าย รวดเร็ว มีความไวสูง และมีความจำเพาะ และสามารถวิเคราะห์หาปริมาณโลหะสองชนิดได้พร้อมกัน มีความแม่นยำและความถูกต้องสูง โดยสามารถใช้วิธีการวิเคราะห์เชิงปริมาณโดยการเติมสารมาตรฐาน หรือใช้วิธีการมาตรฐานก็ได้ ซึ่งสามารถนำวิธีที่พัฒนาขึ้นนี้ไปใช้วิเคราะห์หาปริมาณแคดเมียมและตะกั่วในตัวอย่างกระเบื้องคอนกรีตมุงหลังคา สำหรับการควบคุมคุณภาพผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม และสามารถนำไปใช้เป็นวิธีทางเลือกกับวิธีมาตรฐาน (มอก 535-2556) ได้

5. กิตติกรรมประกาศ (Acknowledgement)

ผู้เขียนขอขอบคุณ กลุ่มวัสดุก่อสร้าง กองวัสดุวิศวกรรม กรมวิทยาศาสตร์บริการ ที่ให้การสนับสนุนสารเคมี และเครื่องมือ ในงานวิจัยนี้

6. เอกสารอ้างอิง (References)

- [1] THAILAND INDUSTRIAL STANDARD. TIS.535-2556. *Test method for concrete roofing tiles.*
- [2] BAKIRCIOGLU, Y., S.R. SEGADE, E.R. YOURD and J.F. TYSON. Evaluation of Pb-Spec® for flow-injection solid-phase extraction preconcentration for the determination of trace lead in water and wine by flame atomic absorption spectrometry. *Anal. Chim. Acta.* 2003, 485, 9-18.
- [3] SUNG, H.Y. and S.D. HUANG. On-line preconcentration system coupled to electrothermal atomic absorption spectrometry for the simultaneous determination of bismuth, cadmium, and lead in urine. *Anal. Chim. Acta.* 2003, 495, 165-176.
- [4] FILIZ SENKAL, B., M. INCE, E. YAVUZ and M. YAMAN. The synthesis of new polymeric sorbent and its application in preconcentration of cadmium and lead in water samples. *Talanta.* 2007, 72, 962-967.
- [5] AMPAN, P., J. RUZICKA, R. ATALLAH, G.D. CHRISTIAN, J. JAKMUNEE and K. GRUDPAN. Exploiting sequential injection analysis with bead injection and lab-on-valve for determination of lead using electrothermal atomic absorption spectrometry. *Anal. Chim. Acta.* 2003, 499, 167-172.

- [6] JAKMUNEE, J., S. SUTEERAPATARANON, Y. VANEESORN and K. GRUDPAN. Determination of Cadmium, Copper, Lead and Zinc by Flow Voltammetric Analysis. *Anal. Sci.* 2001, 17, i399-i401.
- [7] JAKMUNEE, J., L. PATIMAPORNERT, S. SUTEERAPATARANON, N. LENGHOR and K. GRUDPAN. Sequential injection with lab-at-valve (LAV) approach for potentiometric determination of chloride. *Talanta*. 2005, 65, 789-793.
- [8] SHERIGARA, B.S., Y. SHIVARAJ, R.J. MASCARENHAS and A.K. SATPATI. Simultaneous determination of lead, copper and cadmium onto mercury film supported on wax impregnated carbon paste electrode: Assessment of quantification procedures by anodic stripping voltammetry. *Electrochim. Acta*. 2007, 52, 3137-3142.
- [9] HOCEVAR, S.B., I. SVANCARA, K. VYTRAS and B. OGOREVC. Novel electrode for electrochemical stripping analysis based on carbon paste modified with bismuth powder. *Electrochim. Acta*, 2005, 51, 706-710.
- [10] HWANG, G. H., W.K. HAN, J.S. PARK and S.G. KANG. Determination of trace metals by anodic stripping voltammetry using a bismuth-modified carbon nanotube electrode. *Talanta*. 2008, 76, 301-308.
- [11] CAO, L., J. JIA and Z. WANG. Sensitive determination of Cd and Pb by differential pulse stripping voltammetry with in situ bismuth-modified zeolite doped carbon paste electrodes. *Electrochimica Acta*. 2008, 53, 2177-2182.
- [12] ECONOMOU, A. Bismuth-film electrodes: recent developments and potentialities for electroanalysis. *Trends Anal. Chem.* 2005, 24, 334-340.
- [13] JAKMUNEE, J. and J. JUNSOMBOON. Determination of cadmium, lead, copper and zinc in the acetic acid extract of glazed ceramic surfaces by anodic stripping voltammetric method. *Talanta*. 2008, 77, 172-175.
- [14] SIRIANGKHAWUT, W., S. PENCHAREE, K. GRUDPAN and J. JAKMUNEE. Sequential injection monosegmented flow voltammetric determination of cadmium and lead using a bismuth film working electrode. *Talanta*. 2009, 79, 1118-1124.
- [15] HWANG, G.H., W.K. HAN, S.J. HONG, J.S. PARK and S.G. KANG. Determination of trace amounts of lead and cadmium using a bismuth/glassy carbon composite electrode. *Talanta*. 2009, 77, 1432-1436.
- [16] LI, D., J. JIA and J. WANG. Simultaneous determination of Cd(II) and Pb(II) by differential pulse anodic stripping voltammetry based on graphite nanofibers–Nafion composite modified bismuth film electrode. *Talanta*. 2010, 83, 332-336.
- [17] ARMSTRONG, K.C., C.E. TATUM, R.N. DANSBY-SPARKS, J.Q. CHAMBERS and Z.L. XUE. Individual and simultaneous determination of lead, cadmium, and zinc by anodic stripping voltammetry at a bismuth bulk electrode. *Talanta*. 2010, 82, 675-680.
- [18] NINWONG, B., S. CHUANWATANAKUL, O. CHAILAPAKUL, W. DUNGCHAI and S. OTOMIZU. On-line preconcentration and determination of lead and cadmium by sequential injection/anodic stripping voltammetry. *Talanta*. 2012, 96, 75-81.
- [19] AFKHAMI, A., H. GHAEI, T. MADRAKIAN and M. REZAEIVALA. Highly sensitive simultaneous electrochemical determination of trace amounts of Pb(II) and Cd(II) using a carbon paste electrode modified with multi-walled carbon nanotubes and a newly synthesized Schiff base. *Electrochim. Acta*. 2013, 89, 377-386.
- [20] KEAWKIM, K., S. CHUANWATANAKUL, O. CHAILAPAKUL and S. MOTOMIZU. Determination of lead and cadmium in rice samples by sequential injection/anodic stripping voltammetry using a bismuth film/crown ether/Nafion modified screen-printed carbon electrode. *Food Control*. 2013, 31, 14-21.
- [21] BI, Z., P. SALAÜN and C. M.G. VAN DEN BERG. Determination of lead and cadmium in seawater using a vibrating silver amalgam microwire electrode. *Anal. Chim. Acta*. 2013, 769, 56-64.
- [22] JUNSOMBOON, J. and J. JAKMUNEE. Determination of Cadmium and Lead in Concrete Roofing Tiles by Differential Pulse Anodic Stripping Voltammetric Method. *Chiang Mai J. Sci.* 2016, 43, 1122-1131.
- [23] CHRISTIAN G. D. *Analytical Chemistry*. 6th ed., New York : Wiley, 2004.

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบปริมาณ แคดเมียม โครเมียม ตะกั่ว โมลิบดีนัมและนิกเกิลที่ละลายจากภาชนะหุงต้ม เหล็กกล้าไร้สนิม

Method validation for determination of released cadmium, chromium, lead, molybdenum and nickel from stainless steel cookwares



ดวงกมล เซาว์ศรีหมุด¹, จิตวิไล เวฬุวนารักษ์¹, จิรพรรณ โรมา¹, นูตจรินทร์ พลหงษ์¹
Duangkamol Chaosrimud¹, Jitwilai Waluvanak¹, Jirapan Roma¹, Nootjarin Phonhong¹

บทคัดย่อ

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบปริมาณที่ละลายจากภาชนะหุงต้มเหล็กกล้าไร้สนิมตามเอกสาร Metals and alloys used in food contact materials and articles. A practical guide for manufacturers and regulators ด้วยเทคนิค ICP-OES พบว่าช่วงความเป็นเส้นตรงการทดสอบแคดเมียมเท่ากับ 0.05-1 มิลลิกรัมต่อลิตร และ โครเมียม ตะกั่ว โมลิบดีนัม นิกเกิล เท่ากับ 0.5-10 มิลลิกรัมต่อลิตร ค่าขีดจำกัดการตรวจหาของแคดเมียม โครเมียม ตะกั่ว โมลิบดีนัมและนิกเกิล เท่ากับ 0.4 0.8 3.3 3.0 และ 0.8 ไมโครกรัมต่อลิตร ค่าขีดจำกัดในการวัดเชิงปริมาณของแคดเมียมเท่ากับ 0.05 มิลลิกรัมต่อลิตร และธาตุที่เหลือ เท่ากับ 0.5 มิลลิกรัมต่อลิตร ค่าความเอนเอียงและความเที่ยงระหว่างกลางมีช่วงร้อยละการคืนกลับและร้อยละของค่าเบี่ยงมาตรฐานสัมพัทธ์ของทุกธาตุอยู่ในช่วง 97.8-118.4 และอยู่ในช่วง 0.95-6.36 ตามลำดับ ค่าความไม่แน่นอนของแต่ละธาตุที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 มีค่าไม่เกินร้อยละ 20

Abstract

Determination of released cadmium, chromium, lead, molybdenum and nickel from stainless steel cookwares by ICP-OES was validated according to the analytical method of metals and alloys used in food contact materials and articles: a practical guide for manufacturers and regulators by ICP-OES. Results showed that linear range of cadmium was 0.05-1.0 mg/L while chromium, lead, molybdenum and nickel were 0.5-10 mg/L. The limit of detection of cadmium, chromium, lead, molybdenum and nickel were 0.4, 0.8, 3.3, 3.0 and 0.8 µg/L. The limit of quantitation of cadmium was 0.05 mg/L and the others were 0.5 mg/L. % Bias and intermediate precision showed that percentage recovery and relative pooled standard deviation of all elements were 97.8-118.4 and 0.95-6.36, respectively. Measurement uncertainty at 95% confident limit of all elements was less than 20%.

คำสำคัญ: ภาชนะหุงต้มเหล็กกล้าไร้สนิม แคดเมียม โครเมียม ตะกั่ว โมลิบดีนัม นิกเกิล

Keywords: Stainless steel cookwares, Cadmium, Chromium, Lead, Molybdenum, Nickel

¹กรมวิทยาศาสตร์บริการ

*Corresponding author. E-mail address: dkpoo@dss.go.th

1. บทนำ (Introduction)

ประเทศไทยเครื่องใช้เครื่องครัวประเภทเหล็กกล้าไร้สนิมเป็นที่นิยมใช้กันอย่างแพร่หลาย เป็นอันดับสองรองจากอะลูมิเนียม และมีแนวโน้มจะมีการใช้เครื่องครัวเหล็กกล้าไร้สนิมเพิ่มมากขึ้น อย่างไรก็ตามมีงานวิจัยหลายเรื่องที่เกี่ยวข้องกับการปนเปื้อนของโครเมียม นิกเกิลและโลหะอื่นๆ ที่สามารถละลายออกมาปนเปื้อนกับอาหาร ที่ปรุงในภาชนะเหล็กกล้าไร้สนิมได้ [1,2,3] เพื่อความปลอดภัยของผู้บริโภคจึงจำเป็นต้องมีการตรวจสอบคุณสมบัติของผลิตภัณฑ์ดังกล่าว

ในประเทศไทยมีมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมสำหรับผลิตภัณฑ์เครื่องใช้เหล็กกล้าไร้สนิม ที่เกี่ยวกับการกำหนดคุณลักษณะด้านความปลอดภัยเรื่องปริมาณโลหะที่ละลายออกมาจากภาชนะ คือ มอก. 2440-2552 เครื่องใช้เหล็กกล้าไร้สนิม : ภาชนะหุงต้มที่มีรอยประสาน [4,5] โดยโลหะที่ละลายออกมาจากภาชนะ ได้แก่ ตะกั่ว แคดเมียม ทองแดง ดีบุกและสังกะสี โดยวิธีทดสอบใช้สารละลายกรดอะซิติกความเข้มข้นร้อยละ 4 เป็นตัวแทนอาหาร อย่างไรก็ตาม มาตรฐานดังกล่าวยังไม่ครอบคลุมโลหะที่สามารถละลายออกมาจากภาชนะได้ เช่น โครเมียม นิกเกิลโมลิบดีนัม

ในปี 2556 สภายุโรป (Council of Europe, CoE) โดย the Committee of Experts on Packaging Materials for Food and Pharmaceutical Products ได้ตีพิมพ์เอกสารเรื่อง Metals and alloys used in food contact materials and articles. A practical guide for manufacturers and regulators [6] ซึ่งระบุวิธีการทดสอบปริมาณโลหะที่ละลายจากผลิตภัณฑ์วัสดุสัมผัสอาหารประเภทโลหะหรือโลหะผสม รวมทั้งระบุปริมาณสูงสุดของธาตุต่างๆ ที่ละลายออกมา เพื่อกำหนดคุณลักษณะความปลอดภัยของผลิตภัณฑ์ วิธีทดสอบตามเอกสารนี้ใช้สารละลายกรดอะซิติก ความเข้มข้น 5 กรัม/ลิตร เป็นตัวแทนอาหารประเภทกรดซึ่งมีความใกล้เคียงกับอาหารมากกว่าสารละลายกรดอะซิติก หากผลิตภัณฑ์ที่ทดสอบด้วยวิธีนี้มีปริมาณโลหะไม่เกินเกณฑ์กำหนด แสดงว่าภาชนะนั้นมีความปลอดภัยในการใช้งาน

การประเมินคุณภาพผลิตภัณฑ์ภาชนะหุงต้มเหล็กกล้าไร้สนิม โดยตรวจสอบคุณลักษณะความปลอดภัยเฉพาะปริมาณโลหะที่ละลายออกจากภาชนะโดยวิธีทดสอบดังกล่าว ห้องปฏิบัติการต้องตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบก่อนนำไปใช้งาน งานวิจัยนี้ได้ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบปริมาณแคดเมียม โครเมียม ตะกั่ว โมลิบดีนัมและนิกเกิลที่ละลายจากภาชนะหุงต้มเหล็กกล้าไร้สนิม โดยกำหนดเป้าหมายค่าความไม่แน่นอนของผลการทดสอบไม่เกินร้อยละ 20 ทดสอบตัวอย่างตามวิธีของสหภาพยุโรป โดยตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะที่แสดงสมบัติของวิธีทดสอบ (Performance characteristics) ได้แก่ ช่วงความเป็นเส้นตรง (Linearity) ขีดจำกัดการตรวจหา (Limit of detection, LOD) ขีดจำกัดการวัดปริมาณ (Limit of

quantitation, LOQ) ความเอนเอียง (Bias) ความเที่ยงระหว่างกลาง (Intermediate precision) ผลกระทบจากเนื้อสาร (Matrix effect) อ้างอิงแนวทางตามเอกสาร The Fitness for Purpose of Analytical Methods. A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics.[7] และประมาณค่าความไม่แน่นอน วิธี method validation approach ตามเอกสาร VAM Project 3.2.1 Development and Harmonisation of Measurement Uncertainty Principles. Part (d): Protocol for uncertainty evaluation from validation data.[8]

2. วิธีการวิจัย (Experimental)

2.1 ตัวอย่าง

หม้อต้มเหล็กกล้าไร้สนิม เกรด 304 เส้นผ่านศูนย์กลาง 16 ซม. ขนาดความจุ 1 ลิตร โดยมีหมายเลขการผลิตเดียวกัน

2.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

2.2.1 เครื่องอินดักทีฟพีคเพิล พลาสมา ออฟติคคอลลิมิสชัน สเปกโตรมิเตอร์ (ICP-OES) ยี่ห้อ Perkin Elmer รุ่น Optima 5300 DV

2.2.2 แท่นให้ความร้อน

2.3 สารเคมี

2.3.1 สารละลายกรดอะซิติก ความเข้มข้น 5 กรัม/ลิตร ใช้เป็นสารละลายตัวแทนอาหาร

2.3.2 สารละลายมาตรฐานยี่ห้อ Merck สำหรับสร้างเส้นโค้งการสอบเทียบ

2.3.2.1 สารละลายมาตรฐานแคดเมียม ความเข้มข้น 1000 มก./ต่อลิตร

2.3.2.2 สารละลายมาตรฐานโครเมียม ความเข้มข้น 1000 มก./ต่อลิตร

2.3.2.3 สารละลายมาตรฐานตะกั่ว ความเข้มข้น 1000 มก./ต่อลิตร

2.3.2.4 สารละลายมาตรฐานโมลิบดีนัม ความเข้มข้น 1000 มก./ต่อลิตร

2.3.2.5 สารละลายมาตรฐานนิกเกิล ความเข้มข้น 1000 มก./ต่อลิตร

2.3.3 สารละลายมาตรฐานยี่ห้อ Perkin Elmer สำหรับการหาค่าขีดจำกัดการวัดปริมาณ การหาค่าความเอนเอียงและการหาความเที่ยง

2.3.3.1 สารละลายมาตรฐานแคดเมียม ความเข้มข้น 1000 มก./ต่อลิตร

2.3.3.2 สารละลายมาตรฐานโครเมียม ความเข้มข้น 1000 มก./ต่อลิตร

2.3.3.3 สารละลายมาตรฐานตะกั่ว ความเข้มข้น 1000 มก./ต่อลิตร

2.3.3.4 สารละลายมาตรฐานโมลิบดีนัม ความ

เข้มข้น 1000 มก.ต่อลิตร

2.3.3.5 สารละลายมาตรฐานนิกเกิล ความเข้มข้น 1000 มก.ต่อลิตร

2.4 วิธีการดำเนินงาน

2.4.1 ช่วงความเป็นเส้นตรง (Linear range)

สร้างเส้นโค้งการสอบเทียบ (calibration curve) ระหว่างค่าความเข้มข้นและความเข้มข้นของสารละลายตามตารางที่ 1 แล้วนำมาหาค่า R^2

ตารางที่ 1 ค่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานผสม

ชนิดที่	ความเข้มข้น (มก./ลิตร)				
	แคดเมียม	โครเมียม	ตะกั่ว	โมลิบดีนัม	นิกเกิล
สารละลายเบส (สารละลายกรดซัลฟิวริก ความเข้มข้น 5 กรัม/ลิตร)	-	-	-	-	-
สารละลายมาตรฐานชนิดที่ 1	0.05	0.5	0.5	0.5	0.5
สารละลายมาตรฐานชนิดที่ 2	0.1	1.0	1.0	1.0	1.0
สารละลายมาตรฐานชนิดที่ 3	0.2	2.0	2.0	2.0	2.0
สารละลายมาตรฐานชนิดที่ 4	0.3	3.0	3.0	3.0	3.0
สารละลายมาตรฐานชนิดที่ 5	0.5	5.0	5.0	5.0	5.0
สารละลายมาตรฐานชนิดที่ 6	1.0	10.0	10.0	10.0	10.0

2.4.2 การเตรียมและการทดสอบตัวอย่าง

เตรียมสารละลายกรดซัลฟิวริก ความเข้มข้น 5 กรัม/ลิตร ปริมาตร 2/3 ของความจุภาชนะ (สำหรับการทดสอบนี้ใช้ปริมาตร 700 มล.) ลงในภาชนะตัวอย่างที่ทำความสะอาดเรียบร้อยแล้ว ต้มเดือดนาน 2 ชั่วโมง โดยควบคุมอุณหภูมิและปริมาตรให้คงที่ ทั้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง นำสารละลายที่ได้จากการต้ม ถ่ายใส่ขวดพลาสติกแล้วไปวัดค่าความเข้มข้นด้วยเครื่อง ICP-OES

2.4.3 ขีดจำกัดการตรวจหา (LOD)

เตรียมและทดสอบตัวอย่างตามข้อ 2.4.2 โดยใช้ภาชนะตัวอย่าง จำนวน 10 ใบ

2.4.4 การหาค่าขีดจำกัดการวัดปริมาณ (LOQ)

เตรียมสารละลายมาตรฐานผสมของแคดเมียม โครเมียม ตะกั่ว โมลิบดีนัมและนิกเกิลความเข้มข้น 0.05, 0.5, 0.5, 0.5 และ 0.5 มก./ลิตร ในสารละลายกรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 5 กรัม/ลิตร เตรียมลงในภาชนะตัวอย่างจำนวน 10 ใบ เตรียมและทดสอบตามข้อ 2.4.2

2.4.5 การหาค่าความเอนเอียง (Bias)

เตรียมสารละลายกรดซัลฟิวริก ความเข้มข้น 5 กรัม/ลิตร และสารละลายมาตรฐานผสมที่ 3 ระดับความเข้มข้นในสารละลายกรดซัลฟิวริก ความเข้มข้น 5 กรัม/ลิตร ซึ่งมีความเข้มข้นของแต่ละธาตุตามตารางที่ 2 เตรียมลงในภาชนะตัวอย่างโดยแต่ละสารละลายใช้ตัวอย่างภาชนะจำนวน 10 ใบ แล้วเตรียมและทดสอบตามข้อ 2.4.2

ตารางที่ 2 ค่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานผสมที่ 3 ระดับความเข้มข้น

สารละลาย	ความเข้มข้น (มก./ลิตร)				
	แคดเมียม	โครเมียม	ตะกั่ว	โมลิบดีนัม	นิกเกิล
สารละลายกรดซัลฟิวริก ความเข้มข้น 5 กรัม/ลิตร	-	-	-	-	-
สารละลายมาตรฐานผสมที่ ความเข้มข้นระดับต่ำ	0.05	0.5	0.5	0.5	0.5

สารละลาย	ความเข้มข้น (มก./ลิตร)				
	แคดเมียม	โครเมียม	ตะกั่ว	โมลิบดีนัม	นิกเกิล
สารละลายมาตรฐานผสมที่ความเข้มข้นระดับกลาง	0.5	5.0	5.0	5.0	5.0
สารละลายมาตรฐานผสมที่ความเข้มข้นระดับสูง	1.0	10.0	10.0	10.0	10.0

2.4.6 การหาค่าความเที่ยงระหว่างกลาง (Intermediate precision)

เตรียมสารละลายตามตารางที่ 2 เติมน้ำในภาชนะตัวอย่าง โดยแต่ละสารละลายใช้ตัวอย่างภาชนะจำนวน 3 ใบ เตรียมและทดสอบตามข้อ 2.4.2 โดยการทดสอบแบ่งเป็น 4 วัน

n = จำนวนซ้ำของตัวอย่างที่ห้องปฏิบัติการใช้สำหรับออกรายงาน สำหรับการทดสอบนี้กำหนดให้เท่ากับ 3

n_b = จำนวนซ้ำของแบลนด์ ที่ห้องปฏิบัติการใช้ในการทดสอบ สำหรับการทดสอบนี้กำหนดให้เท่ากับ 1

ตารางที่ 4 ค่า LOD ของแคดเมียม โครเมียม ตะกั่ว โมลิบดีนัม และนิกเกิล

ธาตุ	LOD (ไมโครกรัม/ลิตร)
แคดเมียม	0.4
โครเมียม	0.8
ตะกั่ว	3.3
โมลิบดีนัม	3.0
นิกเกิล	0.8

3. ผลและวิจารณ์ (Results and discussion)

3.1 ช่วงความเป็นเส้นตรงของเส้นโค้งการสอบเทียบ ความชันและค่า R^2 ของแคดเมียม โครเมียม ตะกั่ว โมลิบดีนัม และนิกเกิล แสดงดังตารางที่ 3

ตารางที่ 3 ช่วงความเป็นเส้นตรง ความชัน และ R^2 ของแคดเมียม โครเมียม ตะกั่ว โมลิบดีนัม และนิกเกิล

ธาตุ	ช่วงความเป็นเส้นตรง (มก./ลิตร)	Slope	R^2
แคดเมียม	0.05-1.0	141583	0.9999
โครเมียม	0.5-10.0	63409	0.9997
ตะกั่ว	0.5-10.0	20069	0.9999
โมลิบดีนัม	0.5-10.0	22305	0.9999
นิกเกิล	0.5-10.0	58634	0.9997

3.3 ค่าขีดจำกัดการวัดปริมาณ (LOQ)

การคำนวณค่า LOQ สามารถคำนวณได้จากสมการที่ 2 โดยค่า LOQ จากการคำนวณแสดงดังตารางที่ 5

$$LOQ = 10(S'_0) \quad (2)$$

ตารางที่ 5 ค่า LOQ ที่ได้จากการคำนวณของแคดเมียม โครเมียม ตะกั่ว โมลิบดีนัม และนิกเกิล

ธาตุ	Calculated LOQ (มก./ลิตร)
แคดเมียม	0.001
โครเมียม	0.003
ตะกั่ว	0.01
โมลิบดีนัม	0.01
นิกเกิล	0.003

3.2 ค่าขีดจำกัดการตรวจหา (LOD)

นำผลการทดสอบมาคำนวณ LOD ตามสมการที่ 1 โดยค่า LOD ของแคดเมียม โครเมียม ตะกั่ว โมลิบดีนัม และนิกเกิล แสดงดังตารางที่ 4

$$LOD = 3(S'_0) \quad (1)$$

$$S'_0 = S_0 \sqrt{\frac{1}{n} + \frac{1}{n_b}}$$

S_0 = SD คำนวณจากผลการทดสอบค่า LOD จำนวน 10 ซ้ำ

สำหรับการทดสอบนี้พิสูจน์ค่า LOQ ที่ระดับความเข้มข้นของแคดเมียม โครเมียม ตะกั่ว โมลิบดีนัมและนิกเกิลเท่ากับ 0.05 0.5 0.5 0.05 และ 0.05 มก./ลิตร ตามลำดับ เพื่อประมาณค่าความเอนเอียงและค่าความเที่ยง โดยนำผลการทดสอบมาคำนวณค่าร้อยละการคืนกลับ (% recovery) และร้อยละค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (% RSD) แล้วเปรียบเทียบกับเกณฑ์กำหนด ซึ่งผลการคำนวณร้อยละการคืนกลับ (% recovery) ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (RSD) ของแคดเมียม โครเมียม ตะกั่ว โมลิบดีนัมและนิกเกิล แสดงดังตารางที่ 6

ตารางที่ 6 ค่าร้อยละการคืนกลับ (% recovery) และร้อยละค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (RSD) ของแคดเมียม โครเมียม ตะกั่ว โมลิบดีนัมและนิกเกิลที่ความเข้มข้น 0.05 0.5 0.5 0.05 และ 0.05 มก./ลิตร (คำนวณจากผลการทดสอบ 10 ซ้ำ)

ธาตุ	ความเข้มข้นเฉลี่ย (มก./ลิตร)	% recovery	%RSD
แคดเมียม	0.0488	97.5	1.6
โครเมียม	0.6804	115.1	1.7
ตะกั่ว	0.5141	102.8	1.8

ตารางที่ 7 ค่าร้อยละการคืนกลับ (% recovery) ของแคดเมียม โครเมียม ตะกั่ว โมลิบดีนัมและนิกเกิลของสารละลายตัวอย่าง (คำนวณจากผลการทดสอบ 10 ซ้ำ)

แคดเมียม		โครเมียม		ตะกั่ว		โมลิบดีนัม		นิกเกิล	
สารละลาย	% recovery	สารละลาย	% recovery	สารละลาย	% recovery	สารละลาย	% recovery	สารละลาย	% recovery
ตัวอย่าง + 0.05 มก./ลิตร	107.1	ตัวอย่าง + 0.5 มก./ลิตร	112.0	ตัวอย่าง + 0.5 มก./ลิตร	105.4	ตัวอย่าง + 0.5 มก./ลิตร	105.4	ตัวอย่าง + 0.5 มก./ลิตร	118.4
ตัวอย่าง + 0.5 มก./ลิตร	100.7	ตัวอย่าง + 0.5 มก./ลิตร	102.8	ตัวอย่าง + 0.5 มก./ลิตร	97.9	ตัวอย่าง + 0.5 มก./ลิตร	98.6	ตัวอย่าง + 0.5 มก./ลิตร	103.2
ตัวอย่าง + 1.0 มก./ลิตร	103.8	ตัวอย่าง + 0.5 มก./ลิตร	102.0	ตัวอย่าง + 0.5 มก./ลิตร	101.0	ตัวอย่าง + 0.5 มก./ลิตร	101.8	ตัวอย่าง + 0.5 มก./ลิตร	102.7
เกณฑ์กำหนด*		80-120							

3.5 ค่าความเที่ยงระหว่างกลาง (Intermediate precision)

นำผลการทดสอบทั้ง 4 ชุด มาคำนวณ pooled standard deviation ตามสมการ ที่ 3 และคำนวณค่า % RSDp ตามสมการ ที่ 4 แล้วนำไปเปรียบเทียบกับเกณฑ์กำหนด สรุปค่า RSDp ของแคดเมียม โครเมียม ตะกั่ว โมลิบดีนัมและนิกเกิลแสดงดังตารางที่ 8

$$S_p = \sqrt{\frac{(n_1-1)s_1^2 + (n_2-1)s_2^2 + \dots + (n_k-1)s_k^2}{(n_1-1) + (n_2-1) + \dots + (n_k-1)}} \quad (3)$$

$$\% RSD_p = \frac{S_p}{\bar{x}} \times 100 \quad (4)$$

ธาตุ	ความเข้มข้นเฉลี่ย (มก./ลิตร)	% recovery	%RSD
โมลิบดีนัม	0.5011	100.2	1.9
นิกเกิล	0.6281	106.8	1.8
เกณฑ์กำหนด*		80-120	≤16

* อ้างอิงตามเอกสาร Metals and alloys used in food contact materials and articles. A practical guide for manufacturers and regulators 2013

สรุปค่า LOQ ของแคดเมียม โครเมียม ตะกั่ว โมลิบดีนัม และนิกเกิลของการทดสอบนี้เท่ากับ 0.05 0.5 0.5 0.5 และ 0.5 มก./ลิตร ตามลำดับ เนื่องจากมีค่าความเอนเอียงและค่าความเที่ยงอยู่ในเกณฑ์กำหนด

3.4 ค่าความเอนเอียง (Bias)

นำผลการทดสอบของสารละลายตัวอย่างจากข้อ 2.4.4 มาคำนวณค่าร้อยละการคืนกลับ (% recovery) เพื่อประมาณค่าความเอนเอียง โดยค่าร้อยละการคืนกลับ (% recovery) ของแคดเมียม โครเมียม ตะกั่ว โมลิบดีนัมและนิกเกิล แสดงดังตารางที่ 7

ตารางที่ 8 สรุปค่า%RSDp ของแคดเมียม โครเมียม ตะกั่ว โมลิบดินัมและนิกเกิล (คำนวณจากผลการทดสอบ 12 ซ้ำ)

แคดเมียม		โครเมียม		ตะกั่ว		โมลิบดินัม		นิกเกิล	
สารละลาย	%RSDp	สารละลาย	%RSDp	สารละลาย	%RSDp	สารละลาย	%RSDp	สารละลาย	%RSDp
ตัวอย่าง + 0.05 มก./ลิตร	2.29	ตัวอย่าง + 0.5 มก./ลิตร	2.73	ตัวอย่าง + 0.5 มก./ลิตร	4.75	ตัวอย่าง + 0.5 มก./ลิตร	4.48	ตัวอย่าง + 0.5 มก./ลิตร	2.53
ตัวอย่าง + 0.5 มก./ลิตร	3.36	ตัวอย่าง + 0.5 มก./ลิตร	5.64	ตัวอย่าง + 0.5 มก./ลิตร	6.36	ตัวอย่าง + 0.5 มก./ลิตร	6.45	ตัวอย่าง + 0.5 มก./ลิตร	3.52
ตัวอย่าง + 1.0 มก./ลิตร	1.05	ตัวอย่าง + 0.5 มก./ลิตร	0.95	ตัวอย่าง + 0.5 มก./ลิตร	1.19	ตัวอย่าง + 0.5 มก./ลิตร	1.06	ตัวอย่าง + 0.5 มก./ลิตร	0.95
เกณฑ์กำหนด	0.1 มก./ลิตร ≤ 22.6 1 มก./ลิตร ≤ 16 10 มก./ลิตร ≤ 11.3								

*ตามเอกสาร Metals and alloys used in food contact materials and articles. A practical guide for manufacturers and regulators 2013

3.6 ผลกระทบจากเนื้อสาร (Matrix effect)

เปรียบเทียบความชันของเส้นโค้งการสอบเทียบกับความชันของกราฟที่พลอตระหว่างค่าความเข้มแสงกับค่าความเข้มข้นของสารละลายตามตารางที่ 2 โดยความชันของทั้งสองกราฟต้องมีความแตกต่างไม่เกิน 10% หรือคำนวณตามสมการที่ 5

$$\% \text{ ความแตกต่าง} = \frac{|\text{ความชันของกราฟมาตรฐาน} - \text{ความชันของกราฟ spiked sample}|}{\text{ความชันของกราฟมาตรฐาน}} \times 100 \quad (5)$$

ตารางที่ 9 ค่าความแตกต่างความชันของกราฟมาตรฐานและกราฟ spiked sample ของแคดเมียม โครเมียม ตะกั่ว โมลิบดินัมและนิกเกิล

ธาตุ	ความชันของกราฟมาตรฐาน	กราฟ spiked sample	% ความแตกต่าง	เกณฑ์กำหนด
แคดเมียม	83431	86752	3.98	≤ 10%
โครเมียม	36580	38533	5.34	
ตะกั่ว	11642	12065	3.63	
โมลิบดินัม	14888	15584	4.67	
นิกเกิล	32292	33679	4.30	

3.7 การประมาณค่าความไม่แน่นอน

การศึกษานี้ใช้วิธีการประมาณค่าความไม่แน่นอนของการวัดโดยใช้ method validation approach ตามเอกสาร VAM Project 3.2.1 Development and Harmonisation of Measurement Uncertainty Principles. Part (d): Protocol for uncertainty evaluation from validation data. โดย V J Barwick and S L R Ellison โดยใช้ค่าความไม่แน่นอนจากการทดสอบความไวเชิง $u(R)$ และค่าความไม่แน่นอนจากการทดสอบความเที่ยง $u(P)$ เพื่อประเมินค่าความไม่แน่นอนของการวัดนี้

$$u_c = C\sqrt{u(R)^2 + u(P)^2} \quad (6)$$

ค่าความไม่แน่นอนขยาย

$$U = k \times u_c \quad (7)$$

ตารางที่ 10 สรุปค่าความไม่แน่นอนที่ระดับความเชื่อมั่น 95%

รายการ		แคดเมียม	โครเมียม	ตะกั่ว	โมลิบดีนัม	นิกเกิล
แหล่งของค่าความไม่แน่นอน	ความเอนเอียง $u(R)$	0.03213	0.05895	0.04125	0.03987	0.09107
	ความเที่ยง $u(P)$	0.03358	0.05644	0.06368	0.06451	0.03522
ความเข้มข้น (มก./ลิตร) (C)		0.5	5.0	5.0	5.0	5.0
ค่าความไม่แน่นอนรวม (U)		0.02324	0.40809	0.38191	0.37919	0.48823
ค่าความไม่แน่นอนขยาย (U) ที่ระดับความเชื่อมั่น 95% ($k=2$)		0.04648	0.81617	0.76381	0.75838	0.97647
ความไม่แน่นอนขยายคิดเป็นร้อยละ		9.3	16.3	15.3	15.2	19.5

4. สรุป (Conclusion)

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบปริมาณ แคดเมียม โครเมียม ตะกั่ว โมลิบดีนัมและนิกเกิลที่ละลายจากภาชนะหุงต้มเหล็กกล้าไร้สนิมตามวิธี Metals and alloys used in food contact materials and article, A practical guide for manufactures and regulators โดยตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะที่แสดงสมบัติของวิธีทดสอบ ได้แก่ ช่วงความเป็นเส้นตรง การหาค่าขีดจำกัดการตรวจหา การหาค่าขีดจำกัดการวัดปริมาณ การหาค่าความเอนเอียง การหาความเที่ยงระหว่างกลาง ผลกระทบจากเนื้อสาร พบว่าเป็นไปตามเกณฑ์กำหนด และมีค่าความไม่แน่นอนของผลการทดสอบที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 ของแต่ละธาตุไม่เกินร้อยละ 20 ห้องปฏิบัติการสามารถนำวิธีทดสอบดังกล่าวมาใช้ทดสอบหาปริมาณ แคดเมียม โครเมียม ตะกั่ว โมลิบดีนัมและนิกเกิลที่ละลายจากภาชนะหุงต้มเหล็กกล้าไร้สนิมได้ นอกจากนี้หน่วยงานกำกับดูแลการกำหนดมาตรฐานสามารถนำข้อมูลจากการตรวจสอบนี้ไปประกอบในการพิจารณาร่างหรือพิจารณาปรับปรุงร่างมาตรฐานผลิตภัณฑ์ในเรื่องคุณลักษณะด้านความปลอดภัยของผลิตภัณฑ์ภาชนะหุงต้มประเภทเหล็กกล้าไร้สนิม

5. เอกสารอ้างอิง (References)

- [1] KAMERUD, KRISTIN L., KEVIN A. HOBBIE and KIM A. ANDERSON. Stainless Steel Leaches Nickel and Chromium into Foods During Cooking. *J. Agric. Food Chem.* 2013, 61(39), 9495–9501.
- [2] GUARNERI, F., C. COSTA, S.P. CANNAVO, S. CATANIA, G.D. BUA, C. FENGA and G. DUGO. Release of nickel and chromium in common foods during cooking in 18/10 (grade 316) stainless steel pots. *J. Contact Dermatitis.* 2017, 76(1), 40-48.

- [3] MAZINANIAN, N., G. HERTING, I. ODNEVALL WALLINDER and Y. HEDBERG. Metal release and corrosion resistance of different stainless steel grades in simulates food contact. *Corrosion.* 2016, 72(6), 775-790.

- [4] สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม. มอก. 2440-2552. เครื่องใช้เหล็กกล้าไร้สนิม ภาชนะหุงต้มที่มีรอยประสาน.

- [5] ดวงกมล เชาวนศรีหมุด. การทดสอบตะกั่วและแคดเมียมในตัวอย่างหม้อต้มถ้วยเตี๋ย. *สารานุกรมวิทยาศาสตร์บริการ.* มิถุนายน 2551.

- [6] EUROPEAN DIRECTORATE FOR THE QUALITY OF MEDICINE & HEALTHCARE COUNCIL OF EUROPE. *Metals and alloys used in food contact materials and article : A practical guide for manufactures and regulators.* 2013.

- [7] MAGNUSSON, B. and U. ÖRNEMARK (eds.). *Eurachem Guide : The Fitness for Purpose of Analytical Methods--A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics.* 2nd ed. 2014.

- [8] BARWICK, V. J. and S. L. R. ELLISON. *VAM Project 3.2.1 Development and Harmonisation of Measurement Uncertainty Principles, Part (d): Protocol for uncertainty evaluation from validation data.* LGC/VAM/1998/088. 2000.

สมบัติของเส้นใยใบสับปะรดที่ผ่านการปรับสภาพด้วยวิธีทางเคมี Properties of pineapple-leaf fibers after chemical treatments

สิริวรรณ ลี้ศิริสรณ์^{1*}

Siriwan Leesirisan^{1*}

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ศึกษาสมบัติของเส้นใยจากใบสับปะรดที่ผ่านการปรับสภาพด้วยวิธีทางเคมี โดยใช้วิธีสกัดด้วยสารละลายผสมระหว่างโซเดียมไฮดรอกไซด์และเอทานอลที่อัตราส่วนต่างๆ ที่อุณหภูมิ 95°C และเวลาในการสกัดในช่วง 2 ถึง 4 ชั่วโมง ต่อจากนั้น นำเส้นใยที่ผ่านการปรับสภาพไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR TGA XRD และ SEM FTIR สเปกตรัมชี้ว่าองค์ประกอบส่วนที่ไม่ใช่เซลลูโลสได้ถูกขจัดออก DTG เทอร์โมแกรมบ่งชี้ว่าอุณหภูมิการสลายตัวสูงสุดของเส้นใยที่ผ่านการปรับสภาพด้วยวิธีทางเคมีนี้ มีค่าใกล้เคียงกับเส้นใยเซลลูโลสทางการค้า ส่วนข้อมูลจาก XRD ทำให้ทราบว่าเส้นใยมีความเป็นผลึกสูงขึ้น 56% เมื่อเทียบกับเส้นใยที่ไม่ผ่านการปรับสภาพ นอกจากนี้ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนได้แสดงให้เห็นว่าเส้นใยที่ได้มีการกระจายตัวแยกออกจากมัดเส้นใย

Abstract

This research studied properties of pineapple-leaf cellulose fibers after chemical treatments using various ratios of a mixture of sodium hydroxide and ethanol extracting solvent at 95°C and a treatment time duration between 2-4 hr. The treated fibers were then investigated using FTIR, TGA, XRD and SEM techniques. FTIR spectra indicated that non-cellulosic components were effectively eliminated. DTG thermograms showed that the temperature at the maximum weight loss of a treated fiber was closed to that of commercial available cellulose. In addition, XRD results indicated that the crystallinity index of the treated fiber was higher 56%, when compared to that of untreated fiber. Furthermore, SEM images revealed that the treated fibers were defibrillated from fiber bundles.

คำสำคัญ: ใบสับปะรด เส้นใย การปรับสภาพ

Keywords: Pineapple-leaf, Fiber, Treatment

¹กรมวิทยาศาสตร์บริการ

*Corresponding author. E-mail address: Isiriwan@dss.go.th

1. บทนำ (Introduction)

เป็นที่ทราบดีว่าเส้นใยจากพืชนอกจากจะนำไปใช้ในอุตสาหกรรมกระดาษแล้ว ยังสามารถนำไปใช้เป็นสารเสริมแรงในพอลิเมอร์ได้ เนื่องจากมีความแข็งแรง เส้นใยจากใบสับปะรดมีความต้านแรงดึงถึง 413-1,627 MPa ซึ่งสูงพอๆ กับเส้นใยที่ได้จากป่าน (345-1,500 MPa) [1,2] นอกจากพืชแล้ว ชีวมวล (biomass) จากสิ่งเหลือทิ้งทางการเกษตรนับเป็นแหล่งของเส้นใยที่ดีอีกแหล่งหนึ่ง ที่ก่อให้เกิดการใช้ทรัพยากรอย่างคุ้มค่า โดยต้องนำมาจัดองค์ประกอบที่ไม่ใช่เซลลูโลสออกก่อนจะนำไปใช้ เนื่องจากองค์ประกอบหลักทางเคมีของพืชนอกเหนือจากเซลลูโลส ยังประกอบไปด้วยเฮมิเซลลูโลสและลิกนิน โดยทั้ง เฮมิเซลลูโลสและลิกนินเป็นองค์ประกอบที่มีเสถียรภาพทางความร้อนต่ำกว่าเซลลูโลส ในกรณีของเส้นใย ใบสับปะรดมีเฮมิเซลลูโลส และลิกนิน ประมาณ 18 และ 17% ตามลำดับ [3] จากงานวิจัยของ Okubo, K. และคณะ [4] พบว่าเส้นใยที่ไม่ผ่านการแยกลิกนินออก เมื่อนำไปใช้เป็นสารเสริมแรงในพอลิพรอพิลีน จะได้วัสดุประกอบมีค่าความต้านแรงดึงและมอดูลัสสูงกว่าวัสดุประกอบที่ผสมด้วยเส้นใยที่ไม่ผ่านการแยกถึง 15 และ 30% ตามลำดับ นอกจากนี้ วิธีที่ใช้ในการเตรียมและสกัดเส้นใยจะส่งผลต่อสมบัติของเส้นใยและวัสดุที่ใช้เส้นใยเป็นส่วนประกอบ เส้นใยที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารละลายไซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 10 wt% พบว่ามีความเรียบกว่าเส้นใยที่ปรับปรุงด้วยสารละลายไซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 1 wt% เมื่อศึกษาจากภาพถ่าย SEM และ AFM [5] กระดาษที่เตรียมจากเยื่อปอกระเจาที่ผ่านการต้มโดยใช้สารละลายไซเดียมไฮดรอกไซด์ตามเทคนิคดั้งเดิม พบว่ามีค่าความต้านแรงดึงต่ำกว่ากระดาษที่ได้จากเยื่อชนิดเดียวกัน ที่ต้มโดยใช้สารละลายผสมระหว่างเอทานอลและด่างที่อุณหภูมิ 175°C [6] ดังนั้น งานวิจัยนี้จึงมีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาสมบัติของเส้นใยใบสับปะรดที่ปรับสภาพด้วยสารละลายผสมระหว่างสารละลาย เอทานอลและไซเดียมไฮดรอกไซด์ และศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมในการปรับสภาพ

2. วิธีการวิจัย (Experimental)

2.1 วัตถุดิบและสารเคมี

2.1.1 เส้นใยใบสับปะรด

2.1.2 ไซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) บริษัท Merck จำกัด

2.1.3 เอทานอล (EtOH) บริษัท Merck จำกัด

2.2 วิธีศึกษาวิจัย

2.2.1 การปรับสภาพเส้นใย

2.2.1.1 นำเส้นใยใบสับปะรดที่ผ่านเครื่องรีดแยกกากใบและตากแห้งแล้ว มาตัดให้มีมีความยาวประมาณ 1 นิ้ว ก่อนนำไปปดด้วยเครื่องบดลดขนาด โดยใช้แรงขนาด 0.1μ

2.2.1.2 สกัดเส้นใยที่ปดแล้วโดยใช้สารละลายผสมระหว่างสารละลายเอทานอล 50% (v/v) (E) และสารละลายไซเดียมไฮดรอกไซด์ 20% (w/v) (N) อัตราส่วน E:N = 1:0.3 1:0.8 โดยน้ำหนัก เป็นเวลา 2 ชม. เรียกโดยย่อว่า 0.3 และ 0.8 ตามลำดับ (หรือที่เวลาระบุอื่น) โดยใช้เครื่องสกัดแบบซอกัลเลทที่อุณหภูมิประมาณ 95°C

2.2.1.3 กรองและล้างเส้นใยด้วยสารละลายเอทานอล 50% (v/v) ตามด้วยน้ำกลั่นจนเป็นกลาง แล้วอบจนแห้ง

2.2.1.4 นำไปปดด้วยเครื่องบดลดขนาด โดยใช้แรงขนาด 0.1μ

2.2.2 การวิเคราะห์สมบัติของเส้นใย

2.2.2.1 เทคนิคฟูเรียรทรานส์ฟอร์มอินฟราเรด (FTIR) สเปกโทรสโกปี

วิเคราะห์สมบัติทางเคมีของเส้นใยใบสับปะรดด้วยเทคนิค DRIFTS (Diffuse Reflectance Infrared Fourier Transform Spectroscopy) โดยใช้เครื่อง FTIR ยี่ห้อ Bruker รุ่น Tensor 27 ช่วงเลขคลื่น $4000-400 \text{ cm}^{-1}$ ความละเอียด 4 cm^{-1} จำนวนสแกน 16 สแกน

2.2.2.2 เทคนิคเทอร์โมกราวิเมทรี (TG)

วิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของเส้นใยใบสับปะรดโดยใช้เครื่อง TGA ยี่ห้อ Perkin Elmer รุ่น Pyris 1 ให้ความร้อนตั้งแต่อุณหภูมิ 30 ถึง 800°C ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5°C/min ในบรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน (20 mL/min)

2.2.2.3 เทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (XRD)

วิเคราะห์สมบัติความเป็นผลึกของเส้นใยใบสับปะรดโดยใช้เครื่อง WAXRDS ยี่ห้อ Bruker รุ่น D8 Advance สแกนในช่วง 2θ (Bragg angle) 5 ถึง 80°C ความเร็วในการสแกน $0.01^\circ/\text{s}$

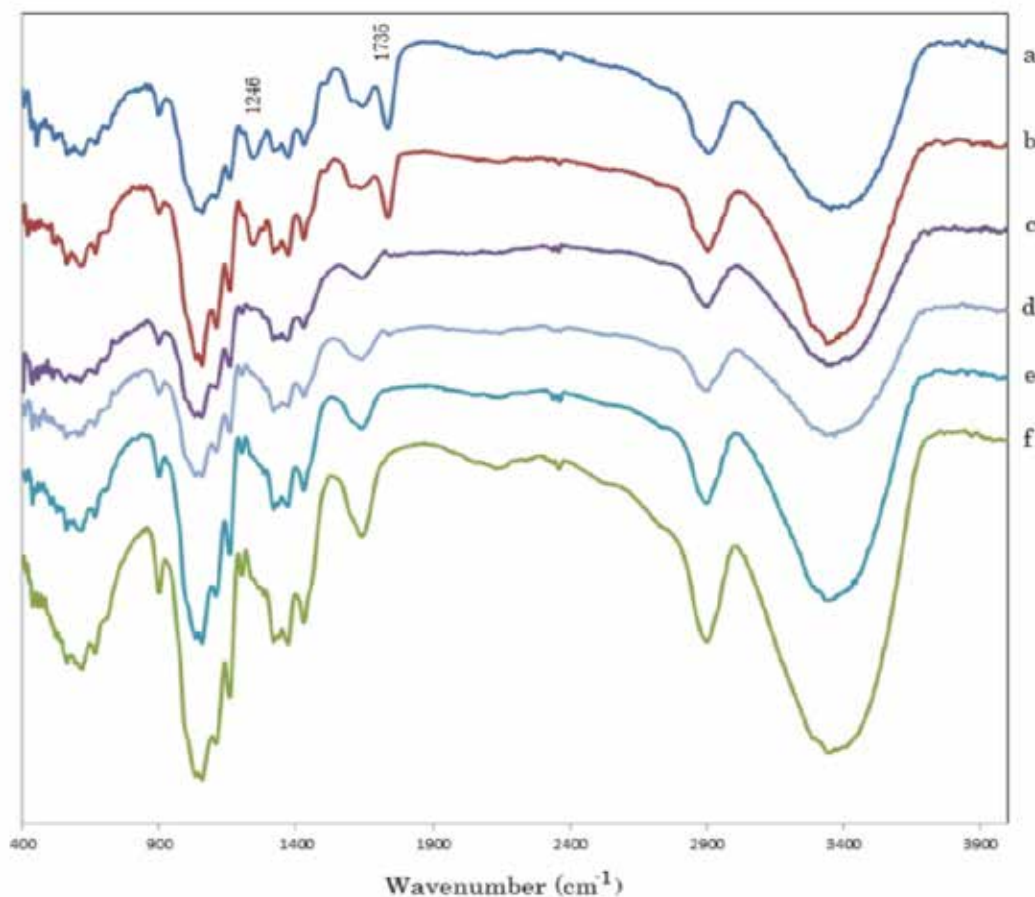
2.2.2.4 เทคนิคสแกนนิ่งอิเล็กตรอนไมโครสโกปี (SEM)

วิเคราะห์โครงสร้างทางสัณฐานวิทยาของเส้นใยใบสับปะรด โดยเคลือบพื้นผิวของเส้นใยด้วยอนุภาคทองคำโดยใช้เครื่อง Ion Sputter Coater เป็นเวลา 3 นาที ก่อนนำไปวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดในโหมด SEI ที่ 10 kV

3. ผลและวิจารณ์ (Results and discussion)

เมื่อตีใบสับปะรดสดด้วยเครื่องรีดแยกกากใบ จะสามารถแยกส่วนที่เป็นเส้นใยที่อยู่ภายในกับส่วนที่เป็นกากสีเขียวออกจากกันภายหลังการทำให้แห้งโดยการวางไว้ภายใต้แสงอาทิตย์ จะได้เส้นใยที่มีสีน้ำตาลอ่อน เมื่อนำเส้นใยที่ได้ไปปรับสภาพด้วยวิธีทางเคมีที่สภาวะต่างๆ สมบัติของเส้นใยก่อนและหลังการปรับสภาพ เป็นดังนี้

3.1 สมบัติทางเคมี



รูปที่ 1 FTIR สเปกตรัมของเส้นใยก่อนปรับสภาพ a)
และเส้นใยหลังปรับสภาพ b) 0; c) 0.8; d) 0.3_4hr; e) 0.3_3hr; f) 0.3

รูปที่ 1 แสดง FTIR สเปกตรัมของเส้นใยก่อนและหลังปรับสภาพ พีคที่ตำแหน่ง 3400-3340 cm⁻¹ 2923-2906 cm⁻¹ และ 900 cm⁻¹ แสดงถึงหมู่ O-H C-C และ C-O-C ตามลำดับ พีคที่สำคัญอื่นๆ ได้แก่ พีคที่ตำแหน่ง 1735 cm⁻¹ แสดงถึงหมู่คาร์บอนิล (C=O) ซึ่งเป็นองค์ประกอบของหมู่อะซิติก (CH₃CO-) และหมู่เอสเตอร์ของเฮมิเซลลูโลสและลิกนิน และที่ตำแหน่ง 1508-1513 cm⁻¹ และ 1246 cm⁻¹ แสดงถึงพันธะ C-C ในวงแหวนอะโรมาติกของลิกนิน และพันธะ C-O ที่ประกอบกับหมู่แอริล (Ar) ของลิกนิน ตามลำดับ

ภายหลังการปรับสภาพด้วยสารละลายอัตราส่วน 1:0 (b) FTIR สเปกตรัมของเส้นใยไม่แตกต่างจากเส้นใยก่อนปรับสภาพ ต่างจากการใช้สารละลายผสมระหว่างเอทานอลและโซเดียมไฮดรอกไซด์ (c-f) ที่จะเห็นได้ว่าพีคที่ตำแหน่ง 1735 cm⁻¹ หายไป และตำแหน่ง 1246 cm⁻¹ มีขนาดเล็กลงเรื่อยๆ บ่งชี้ถึงการลดลงขององค์ประกอบของเส้นใยที่เป็นเฮมิเซลลูโลสและลิกนิน

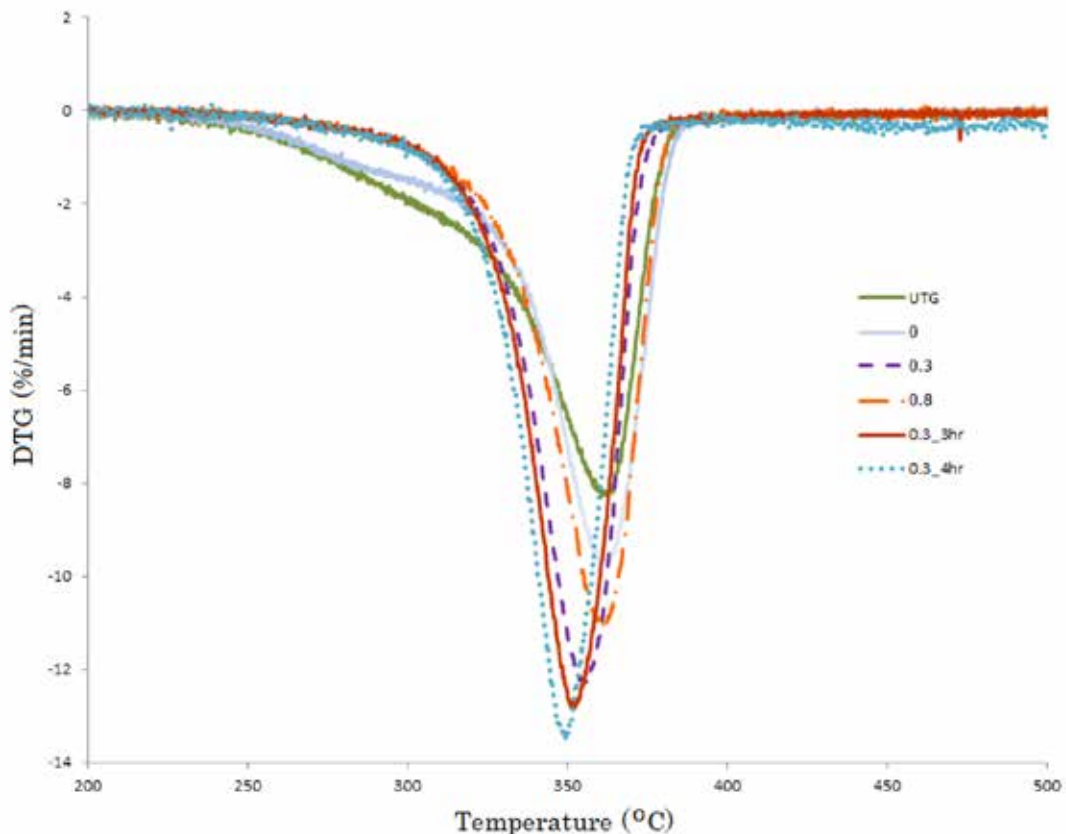
3.2 สมบัติทางความร้อน

เมื่อนำเส้นใยมาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง TGA เพื่อหาอุณหภูมิการสลายตัวสูงสุด (T_d) ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่ตำแหน่งปลายสุดของ DTG curve ดังแสดงในรูปที่ 2 และตารางที่ 1 จากข้อมูลในตารางจะเห็นได้ว่าเส้นใยก่อนปรับสภาพ (UTG) และที่ปรับสภาพด้วยสารละลาย 1:0 มีการเปลี่ยนแปลงในรูปแบบเดียวกัน คือช่วงที่หนึ่งประมาณ 240-310°C ซึ่งบ่งชี้ถึงการสลายตัวขององค์ประกอบที่เป็นเฮมิเซลลูโลส และช่วงที่สองประมาณ 310-400°C บ่งชี้ถึงการสลายตัวของเซลลูโลส โดยอุณหภูมิการสลายตัวสูงสุดในช่วงที่สองของเส้นใยทั้งสองอยู่ที่ประมาณ 362°C

เส้นใยที่ปรับสภาพด้วยสารละลายผสมจะมีการเปลี่ยนแปลงชัดเจนเฉพาะในช่วงที่สอง เมื่อใช้สารละลายผสม 1:0.8 อุณหภูมิการสลายตัวสูงสุดของเส้นใย (360.7°C) มีค่าลดลงเล็กน้อยเมื่อเทียบกับของเส้นใยก่อนปรับสภาพ สภาวะการปรับสภาพที่ทำให้ อุณหภูมิการสลายตัวสูงสุดของเส้นใยลดลงอย่างเห็นได้ชัดชัดเจนคือ ที่สารละลายผสม 1:0.3 ระยะเวลา 2 ชม. และมีค่าลดลงเรื่อยๆ ตามเวลาที่เพิ่มขึ้น ที่เวลา 4 ชม. อุณหภูมิการสลายตัวสูงสุดของเส้นใยมีค่าต่ำที่สุดเป็น 349.9°C

อุณหภูมิการสลายตัวสูงสุดของลิกนินและเซลลูโลสทางการค้าที่ทำการศึกษากับด้วยเครื่อง TGA มีค่า 271.5°C และ 441.5°C และ 349.3°C ตามลำดับ [7] ดังนั้น การที่เส้นใยก่อนปรับสภาพและที่ปรับสภาพด้วยสารละลายเอทานอล มีอุณหภูมิการสลายตัวสูงสุดที่สูงกว่าเส้นใยหลังปรับสภาพที่สภาวะอื่นๆ เป็นผลมาจากเส้นใยดังกล่าวมีปริมาณองค์ประกอบที่ไม่ใช่เซลลูโลสอยู่มากกว่า การที่อุณหภูมิการสลายตัวสูงสุดของเส้นใย 0.3_4 hr (349.9°C) มีค่าใกล้เคียงกับของเซลลูโลสทางการค้า บ่งชี้ว่า สภาวะการปรับสภาพที่ใช้ในการศึกษาวิจัยนี้มีความเหมาะสม ทำให้ได้เส้นใยที่มีปริมาณองค์ประกอบที่เป็นเซลลูโลสสูง

ความยากง่ายของการสลายตัวด้วยความร้อนของสารมีความสัมพันธ์กับลักษณะทางโครงสร้างและทางเคมีของสารนั้น ในกรณีของเฮมิเซลลูโลส ซึ่งประกอบด้วยแซ็กคาไรด์ต่างๆ เช่น กลูโคส กาแลกโตส แมนโนส ไซ-โรส มีสายโซ่ที่มีกิ่งก้านจัดเรียงตัวแบบไม่มีระเบียบ มีโครงสร้างเป็นแบบอสัณฐาน จึงส่งผลให้แตกตัวได้ง่าย และปลดปล่อยแก๊สมีเทน คาร์บอนมอนอกไซด์ คาร์บอนไดออกไซด์ และน้ำออกมา เป็นต้น [8] ต่างจากเซลลูโลส ซึ่งมีโครงสร้างประกอบด้วยกลูโคสต่อกันเป็นสายโซ่ยาว ไม่มีกิ่งก้าน และจัดเรียงตัวเป็นระเบียบจึงสามารถทนความร้อนได้สูงกว่า ส่วนลิกนินมีโครงสร้างประกอบไปด้วยวงแหวนอะโรมาติก และมีกิ่งก้านมากมาย จึงมีการสลายตัวในช่วงอุณหภูมิที่กว้างมาก



รูปที่ 2 DTG curve ของเส้นใยก่อนและหลังการปรับสภาพ

ตารางที่ 1 แสดงอุณหภูมิการสลายตัวสูงสุดของเส้นใย

เส้นใย	อุณหภูมิการสลายตัวสูงสุด (T _d), °C
UTG	362.6
0	362.3
0.3	355.0
0.8	360.7
0.3_3 hr	352.2
0.3_4 hr	349.9

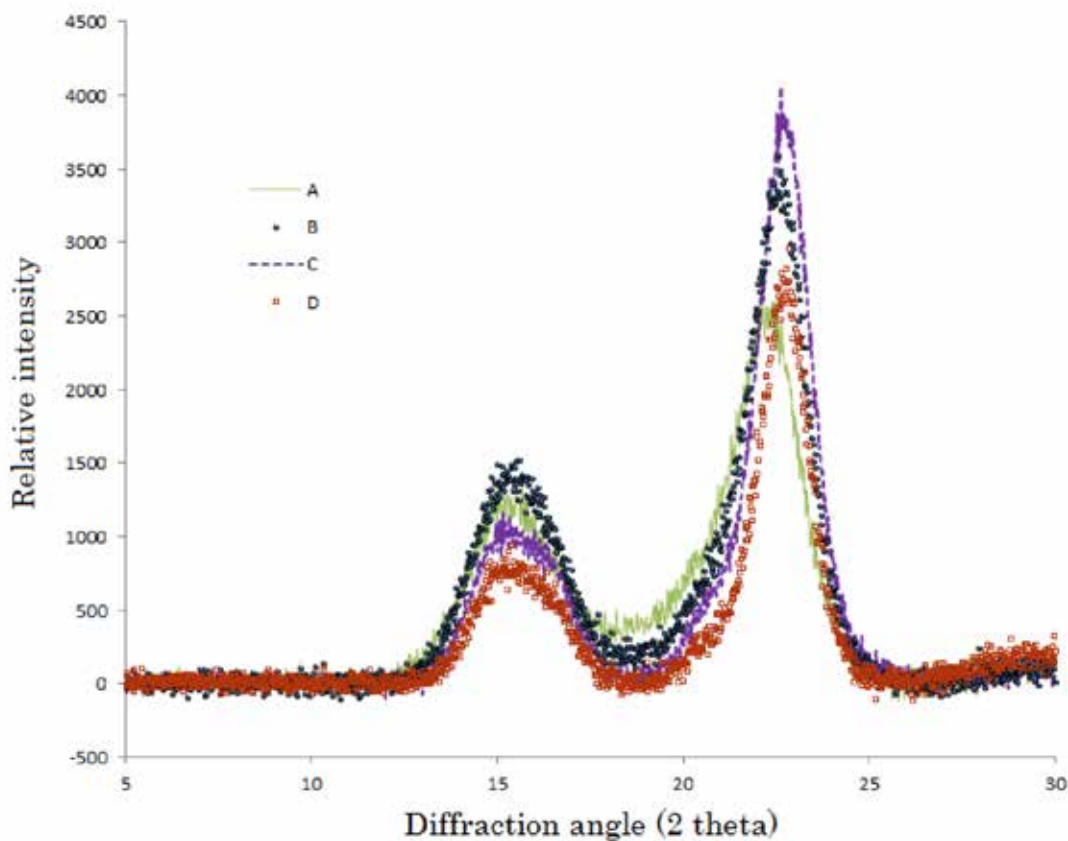
3.3 สมบัติทางโครงสร้างและความเป็นผลึก

3.3.1 เทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน

จาก XRD pattern ในรูปที่ 3 จะเห็นว่าเส้นใยก่อนและหลังการปรับสภาพด้วยวิธีทางเคมีทั้งหมดแสดงพีคที่

diffraction angle ประมาณ 14.8°, 16.7° และ 22.9° เช่นเดียวกัน ซึ่งตรงกับ diffraction plane (101) (10-1) และ (002) ตามลำดับ ข้อมูลที่ได้ชี้ว่าไม่มีการเปลี่ยนแปลงรูปแบบของโครงสร้างผลึกของเซลลูโลส เส้นใยหลังการปรับสภาพยังคงมีโครงสร้างเป็นแบบเซลลูโลส I [9]

เมื่อคำนวณความเป็นผลึกโดยใช้เทคนิค deconvolution method ผลที่ได้ดังแสดงในตารางที่ 2 จะเห็นได้ว่าเส้นใยก่อนการปรับสภาพมีค่าความเป็นผลึกเพียง 45.2% เมื่อผ่านการปรับสภาพด้วยสารละลายอัตราส่วน 1:0 ความเป็นผลึกมีค่าสูงขึ้น และเมื่อใช้สารละลายผสม 1:0.3 ระยะเวลา 4 ชม. ในการปรับสภาพ จะได้เส้นใยที่มีค่าความเป็นผลึก 70.5% สูงกว่าเมื่อใช้สารละลายอัตราส่วนเดียวกัน แต่เวลาดำเนินการหนึ่ง โดยมีค่าสูงขึ้นประมาณ 56% เมื่อเทียบกับเส้นใยก่อนการปรับสภาพ ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD สอดคล้องกับเทคนิค FTIR ที่ว่าสารละลายผสม 1:0.3 ระยะเวลา 4 ชม. เป็นสภาวะที่สามารถขจัดส่วนที่เป็น ออสันฐาน (เอมิเซลลูโลสและลิกนิน) ได้มากที่สุด ส่งผลให้เส้นใยมีความเป็นผลึกสูงสุด ความเป็นผลึกยิ่งสูง ยิ่งมีความแข็งแรง



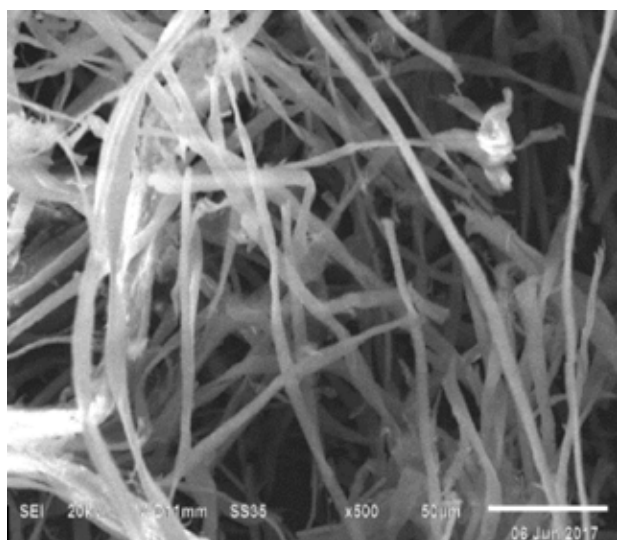
รูปที่ 3 XRD ดิฟแฟรกโตแกรมของ เส้นใยก่อนปรับสภาพ A) และเส้นใยหลังการปรับสภาพ B) 0; C) 0.3; D) 0.3_4hr

ตารางที่ 2 แสดงความเป็นผลึกของเส้นใย

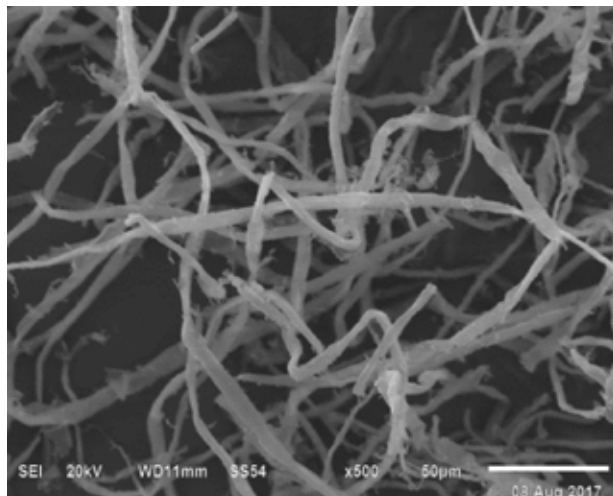
เส้นใย	Crystallinity index, (%)
UTG	45.2
0	58.9
0.3	70.2
0.3_4 hr	70.5

3.3.2 เทคนิคสแกนนิ่งอิเล็กตรอนไมโครสโกปี

เมื่อนำเส้นใยไปสับปะรดก่อนและหลังการปรับสภาพไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแสดงให้เห็นว่าเส้นใยไปสับปะรดก่อนการปรับสภาพในรูปที่ 4 มีส่วนที่เกาะกันเป็นมัดเส้นใยขนาดใหญ่ ส่วนรูปที่ 5 แสดงให้เห็นว่าเส้นใยหลังการปรับสภาพไม่ปรากฏลักษณะที่เป็นมัด ผลการวิเคราะห์นี้สอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ทางเคมีด้วยเครื่อง FTIR และทางโครงสร้างด้วยเครื่อง XRD และยืนยันว่าองค์ประกอบที่เป็นลิกนินและเฮมิเซลลูโลสที่เป็นที่ฝังตัวของเส้นใยได้ถูกขจัดออก



รูปที่ 4 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนของเส้นใย UTG



รูปที่ 5 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนของเส้นใย 0.3_4hr

จากผลการวิเคราะห์สมบัติต่างๆ ของเส้นใยพบว่าสารละลายเอทานอลและสารละลายโซเดียม ไฮดรอกไซด์ เมื่อใช้ร่วมกันมีประสิทธิภาพในการสกัดเฮมิเซลลูโลสและลิกนินได้ดีกว่าการใช้สารละลายเอทานอลเพียงอย่างเดียว โดยสารละลายที่มีสัดส่วน (ร้อยละ) ของสารละลายเอทานอลในสารละลายผสมสูงกว่ามีประสิทธิภาพในการสกัดสูงกว่า ซึ่งสอดคล้องกับผลการศึกษาของ AKGUL, M. และ TOZLUOGLU, A. [10] ที่มีการเติมเอทานอลลงในสารละลายโซดาต้มเยื่อจากต้นฝ้ายโดยเอทานอลช่วยลดแรงตึงผิว (surface tension) ของสารละลายผสม ทำให้ด่างที่ใช้สามารถแทรกซึมเข้าไปผนังเซลล์ได้ดีขึ้น และช่วยให้ลิกนินละลายในสารละลายผสมได้ดีขึ้นด้วย [6] นอกจากนี้ ยังพบว่าเมื่อเพิ่มระยะเวลาที่ใช้ในการสกัดทำให้สกัดได้มากขึ้น

4. สรุป (Conclusions)

จากผลการศึกษาวิจัยสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการปรับสภาพเส้นใยใบสับปะรด เพื่อขจัดองค์ประกอบที่ไม่ใช่เซลลูโลส คือการใช้สารละลายผสมระหว่างโซเดียมไฮดรอกไซด์และเอทานอล อัตราส่วน 1:0.3 โดยน้ำหนัก และระยะเวลา 4 ชม. ที่อุณหภูมิ 95°C เส้นใยที่ได้มีสมบัติทางความร้อนใกล้เคียงกับเซลลูโลสทางการค้า โดยอุณหภูมิการสลายตัวสูงสุดของเส้นใยมีค่าเป็น 349.9°C

5. เอกสารอ้างอิง (References)

[1] BISMARCK, A., S. MISHRA and T. LAMPKE. Plant fibers as reinforcement for green composites. In Mohanty, AK., Misra, M., and Drzal, LT. (Ed.). *Natural Fibers, Biopolymers, and Biocomposites*. New York : Taylor & Francis, 2005, pp. 37-108.

[2] PUJARI, S., A. RAMAKRISHNA and MS. KUMAR. Comparison of jute and banana fiber Composites : A review. *International Journal of Current Engineering and Technology*. 2014, 121-126.

[3] วิทยา ปันสุวรรณ. การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของวัตถุดิบที่ไม่ใช่ไม้สำหรับอุตสาหกรรมเยื่อและกระดาษ. *การประชุมวิชาการของมหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ ครั้งที่ 36*. 3-5 กุมภาพันธ์ 2541. กรุงเทพฯ.

[4] OKUBO, K., T. Fujii and Y. Yamamoto. Development of bamboo-based composites and their mechanical properties. *Composites: part A*. 2004, 35(3), 377-383.

[5] RAJ, G., et al. *Interfacial studies of polylactic acid (PLA)/flax biocomposite: from model surface to fibre treatment* [online]. [viewed 10 December 2016]. Available from: <http://iccm-central.org/Proceedings/ICCM17proceedings/Themes/Materials/NATURAL%20FIBRE%20COMPOSITES/D9.2%20Raj.pdf>

[6] SAHIN, H.T. Base-catalyzed organosolv pulping of jute. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*. 2003, 78, 1267-1273.

[7] SINGH, K., et al. Determination of composition of cellulose and lignin mixtures using thermogravimetric analysis (TGA), 15th *North American Waste to Energy Conference*, May 21-23, 2007, Miami, Florida USA.

[8] YANG, H., et al. Characteristic of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis. *Fuel*. 2007, 86, 1781-1788.

[9] KUSUMATTAQIIN, F. Preparation and characterization of microcrystalline cellulose (MCC) by acid hydrolysis using microwave assisted method from cotton wool. *Macromolecule Symposium*. 2015, 354, 35-41.

[10] AKGUL, M. and A. TOZLUOGLU. Alkaline-ethanol pulping of cotton stalks. *Scientific Research and Essays*. 2010, 5(10), 1068-1074.

การผลิตแผ่นยางมาตรฐานสำหรับการทดสอบความทนต่อการขัดสีที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม

Production of environmental friendly standard rubber sheet for abrasion testing

4

ภณทิลา ภูมิระเบียบ¹, อรสา อ่อนจันทร์^{1*}, ประเสริฐ แซ่จู¹
Pantila Bhumirabiab¹, Orasa Onjun^{1*}, Prasert Saeju¹

บทคัดย่อ

แผ่นยางมาตรฐานสำหรับการทดสอบความทนต่อการขัดสีนั้นมีการใช้งานอย่างกว้างขวางในห้องปฏิบัติการทดสอบผลิตภัณฑ์ยาง การทดสอบความทนต่อการขัดสีตามมาตรฐาน ISO 4649, ASTM D5963 และ DIN53516 จำเป็นต้องใช้แผ่นยางมาตรฐานเป็นตัวสอบเทียบกระดาศทรายก่อนจะทดสอบความทนต่อการขัดสีของตัวอย่าง แผ่นยางมาตรฐานดังกล่าวเป็นวัสดุสิ้นเปลืองมีราคาสูง และมีการใช้อย่างมาก การศึกษานี้จึงได้ทำการผลิตแผ่นยางมาตรฐานดังกล่าวขึ้นใช้เองในห้องปฏิบัติการ โดยอ้างอิงสูตรยางมาตรฐานที่ระบุไว้ในภาคผนวก B ของมาตรฐาน ISO 4649 ซึ่งกำหนดการทำให้ยางคงรูปที่อุณหภูมิ $150 \pm 2^\circ\text{C}$ และระยะเวลา 25 ± 1 นาที เนื่องจากเวลาที่ทำให้ยางมาตรฐานคงรูปที่กำหนดไว้ใช้เวลาค่อนข้างนาน จึงได้ทำการศึกษาอุณหภูมิและระยะเวลาที่เหมาะสมในการขึ้นรูปยางมาตรฐานดังกล่าว ผลจากการทดลองพบว่า การทำให้ยางคงรูปที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 20 นาที เป็นสภาวะที่เหมาะสมในการขึ้นรูปยางมาตรฐานที่มีสมบัติเป็นไปตามที่มาตรฐานกำหนด คือ ความแข็งเท่ากับ 60 ± 3 Shore A น้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปภายหลังการขัดสีอยู่ในช่วง 180-220 mg และมีความแตกต่างของน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปภายหลังการขัดสีเปรียบเทียบกับยางมาตรฐานที่ผลิตจำหน่ายน้อยกว่า 15 mg การใช้ระยะเวลาที่สั้นขึ้นช่วยประหยัดพลังงานและเวลานอกจากนั้นในการศึกษานี้ได้ปรับสูตรของยางมาตรฐานเพื่อลดการใช้สารเคมีที่เป็นพิษต่อสิ่งมีชีวิตและสิ่งแวดล้อม เช่น ZnO และสารตัวเร่ง MBTS ทั้งนี้เนื่องจากแนวโน้มของอุตสาหกรรมทุกวันนี้เป็นไปในทางที่เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อมสูงมาก และในอนาคตอันใกล้จะไม่อนุญาตให้ใช้สารเคมีที่เป็นพิษเหล่านี้ในผลิตภัณฑ์ยางอีกต่อไป ผลจากการทดลองพบว่าสามารถเตรียมยางมาตรฐานที่ใช้ ZnO ลดลงจาก 50 phr เหลือเพียง 5 phr และสามารถใส่สารตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดที่เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม เช่น CBS แทนสารตัวเร่งปฏิกิริยาที่ก่อให้เกิดสารก่อมะเร็งที่เป็นอนุพันธ์ของไนโตรซามีน ผลที่ได้จากการทดลองนอกจากได้ยางมาตรฐานสูตรที่เป็นไปตามที่มาตรฐาน ISO 4649 กำหนดแล้ว ยังเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมอีกด้วย ผลการศึกษาสูตรยางที่ผ่านเกณฑ์มาตรฐาน ISO 4649 กำหนดทั้งรายการความแข็งและน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปภายหลังการขัดสีมี 3 สูตร คือ สูตร Zo50 (ZnO 50 phr ขึ้นรูปที่ 150°C เป็นเวลา 20 นาที) สูตร ZoCc (ZnO 5 phr ขึ้นรูปที่ 160°C เป็นเวลา 10 นาที) และสูตร ZoCBS (ใช้ CBS แทน MBTS ขึ้นรูปที่ 160°C เป็นเวลา 20 นาที)

คำสำคัญ: การทดสอบความทนต่อการขัดสี แผ่นยางมาตรฐาน ผลิตภัณฑ์เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม การประหยัดพลังงาน

¹กรมวิทยาศาสตร์บริการ

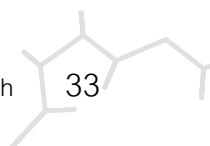
^{*}E-mail address: pantila@dss.go.th

^{**}Corresponding author. E-mail address: orasa@dss.go.th

Abstract

Standard rubber sheet for abrasion testing is widely used in rubber product testing laboratories. Abrasion testing according to ISO 4649, ASTM D5963 and DIN53516 standard need to used standard rubber sheet for calibrating the abrasive sheet. This standard rubber sheet is consumable and expensive. Therefore, this study aims to produce the standard rubber for their own use of the laboratories by referring standard reference compound No.1 in ISO 4649:2010(E) Annex B. In ISO 4649:2010(E), the vulcanization is suggested to be done at $150\pm 2^{\circ}\text{C}$ for 25 ± 1 minutes which is quite a long period of time. In order to save energy in production, the vulcanization time was reduced to 20 minutes. The result showed that the in-house rubber sheet meet the requirements of the standard; 60 ± 3 Shore A in hardness and 180-220 mg of the mass loss and the difference in a mass loss was less than 15 mg from the commercial rubber sheet. In conclusion; shorter vulcanization time did not made different in abrasion results. Moreover, this study also attempted to prepared environmental friendly standard rubber sheet which has less amount of hazardous chemicals i.e. ZnO and MBTS. In order to be ready for future trend, the amount of ZnO used was reduce to 5 phr instead of 50 phr. The accelerator like MBTS was changed to be less carcinogenic type like CBS. The results showed that the environmental friendly standard rubber sheet met the requirement of ISO 4649:2010(E) standard. Zo50 (ZnO 50 phr and vulcanization at 150°C for 20 min), ZoCc (ZnO 5 phr and vulcanization at 160°C for 10 min), and ZoCBS (CBS was used instead of MBTS and vulcanization at 160°C for 20 min) were the proper formulas for producing standard rubber sheet for abrasion testing according to ISO 4649:2010(E).

Keywords: Abrasion testing, Standard rubber sheet, Environmental friendly product, Energy saving



1. บทนำ (Introduction)

ความทนต่อการขัดสี (Abrasion resistance) คือความสามารถของพื้นผิววัสดุในการต้านทานต่อการขัดสีเนื่องจาก การสัมผัสเสียดสีกัน เป็นสมบัติพื้นฐานที่ใช้ทดสอบผลิตภัณฑ์ยาง วิธีการวัดทำได้โดยการขัดตัวอย่างด้วยเครื่อง Rotary Drum Abrader (รูปที่ 1) ที่ระยะขัด 40 m แล้วชั่งน้ำหนัก ถ้าน้ำหนักหายไปน้อยหมายถึงทนต่อการขัดสีมาก และถ้าน้ำหนักหายไปมากหมายถึงทนต่อการขัดสีน้อย การทดสอบความทนต่อการขัดสีของยางสามารถทดสอบได้ตามมาตรฐาน ASTM D5963 DIN53516 และ ISO 4649 โดยใช้ยางมาตรฐาน (Standard reference compounds) เป็นตัวสอบเทียบกระดาศทรายที่มาจาก Aluminium oxide มีขนาดเม็ดหรือความหยาบ (Grain size) เท่ากับ 60 โดยแผ่นกระดาศทรายมีความกว้างอย่างน้อย 400 mm ความยาว 474 ± 1 mm และความหนาเฉลี่ย 1 mm ซึ่งกระดาศทรายนี้จะนำมาใช้ได้ก็ต่อเมื่อสามารถขัดยางมาตรฐานให้มีน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปภายหลังการขัดสี (Mass loss) ที่ระยะขัด 40 m อยู่ในช่วง 180-220 mg ถ้าน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปภายหลังการขัดสีของยางมาตรฐานต่ำกว่าหรือสูงกว่าช่วงนี้ให้เปลี่ยนกระดาศทรายใหม่ ปัจจุบันยางมาตรฐานที่ใช้ในห้องปฏิบัติการทดสอบยางต้องสั่งซื้อจากต่างประเทศและมีราคาแพง เพื่อเป็นการลดค่าใช้จ่ายในการซื้อขายมาตรฐาน จึงได้มีแนวคิดที่จะผลิตยางมาตรฐานใช้เอง โดยใช้สูตร กระบวนการ บดผสม การขึ้นรูป และการควบคุมคุณภาพ ตามที่ระบุไว้ใน ISO 4649 Annex B เป็นสูตรเริ่มต้น



รูปที่ 1 เครื่อง Rotary Drum Abrader

นอกจากนั้นงานวิจัยนี้ยังได้ปรับสูตรยางเพื่อลดการใช้สารที่เป็นพิษ (ZnO และ MBTS) เพื่อให้ได้ยางมาตรฐานสำหรับใช้ในการทดสอบความทนต่อการขัดสีที่มีคุณภาพตามมาตรฐาน และเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม

2. วิธีการวิจัย (Experimental)

2.1 ยางและสารเคมี

2.1.1 ยางธรรมชาติ: STR 5L

2.1.2 สารตัวเติม: เขม่าดำ (Carbon black), แคลเซียมคาร์บอเนต (CaCO_3)

2.1.3 สารกระตุ้นสารเร่งปฏิกิริยายางคงรูป: ซิงค์ออกไซด์ (zinc oxide; ZnO), ซิงค์ออกไซด์นาโน (Zinc oxide-nanopowder, <100 nm particle size), แคลเซียมออกไซด์ (calcium oxide; CaO), แมกนีเซียมออกไซด์ (Magnesium oxide; MgO)

2.1.4 สารเร่งปฏิกิริยายางคงรูป: ไดเบนโซไทอะซัลไดซัลไฟด์ (dibenzothiazyl disulfide; MBTS) และ ไโซโคลเฮกซิลเบนโซไทอะซัลซัลฟิनाไมด์ (N-cyclohexyl-2-benzothiazole sulfonamide; CBS)

2.1.5 สารทำให้ยางคงรูป: กำมะถัน (Sulfur)

2.1.6 สารป้องกันการเสื่อมสภาพ: ไอโซโพรพิลฟีนิลฟีนิลลีนไดเอมีน (N-Isopropyl-N'-phenyl-p-phenylenediamine; IPPD)

2.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

2.2.1 เครื่องผสมระบบปิด (Kneader)

2.2.2 เครื่องบดผสมยางแบบสองลูกกลิ้ง (two-rolls mill)

2.2.3 เครื่องอัดขึ้นรูป (compression molding machine)

2.2.4 เครื่องชั่ง (Electric balance) มีความละเอียดในการอ่านค่า 0.01 กรัม และ 0.0001 กรัม

2.2.5 เครื่องหาอุณหภูมิและเวลาคงรูป (Moving die rheometer, MDR)

2.2.6 แม่พิมพ์ (Molding, size 8 mm x 181 mm x 181 mm)

2.3 สูตรยางมาตรฐานสำหรับทดสอบความทนต่อการขัดสี

ตารางที่ 1 แสดงสูตรยางมาตรฐานสำหรับทดสอบความทนต่อการขัดสีที่ระบุไว้ใน ISO 4649 Annex B งานวิจัยนี้ได้ใช้เป็นสูตรยางเบื้องต้นสำหรับศึกษาผลของสารกระตุ้นสารเร่งปฏิกิริยายางคงรูป และสารเร่งปฏิกิริยายางคงรูป เพื่อให้ได้สูตรที่เหมาะสมที่เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อมต่อไป

ตารางที่ 1 สูตรเริ่มต้นที่ใช้ศึกษาการทำยางมาตรฐานสำหรับการทดสอบความทนต่อการขีดสี

Ingredient	Parts by mass (phr)
Natural rubber (STR 5L)	100.0
Zinc oxide, class B4c	50.0
N-Isopropyl-N'-phenyl-p-phenylenediamine (IPPD)	1.0
Benzothiazyl disulfide (MBTS)	1.8
Carbon black N330	36.0
Sulfur	2.5
Total	191.3

สารกระตุ้นสารเร่งปฏิกิริยายางคงรูป (Accelerator activators) ที่ใช้ในสูตรยางเบื้องต้นคือ ซิงค์ ออกไซด์ (ZnO) ซึ่งเป็นสารที่มีกลุ่มโลหะสังกะสีและตกค้างในผลิตภัณฑ์ขณะเป็นซากทั้ง อาจก่อผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อมเมื่อนำไปกำจัดเพื่อให้ได้ยางมาตรฐานสำหรับทดสอบความทนต่อการขีดสีสูตรที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมและมีสมบัติเป็นไปตามมาตรฐาน ISO 4649 กำหนด จึงได้ศึกษาเปรียบเทียบ 3 ประเด็นคือ 1) ผลของการใช้สารกระตุ้นสารเร่งปฏิกิริยายางคงรูปต่างชนิดกันในปริมาณที่เท่ากัน (แมกนีเซียมออกไซด์, MgO และ แคลเซียมออกไซด์, CaO) 2) ผลของการใช้ ZnO และ Zinc Oxide Nanoparticles ในปริมาณที่ต่างกัน และ 3) สารเร่งปฏิกิริยายางคงรูปต่างชนิดในปริมาณที่เท่ากัน สูตรยางที่ใช้ในการศึกษาทดลองนี้แสดงไว้ในตารางที่ 2

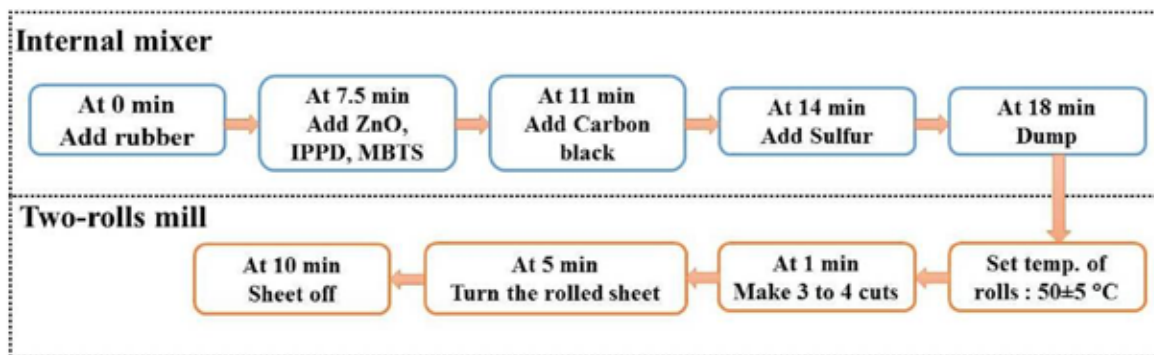
ตารางที่ 2 สูตรยางที่ใช้ศึกษาสารกระตุ้นสารเร่งปฏิกิริยายางคงรูปและสารเร่งปฏิกิริยายางคงรูป

Ingredient	Parts by mass (phr)							
	Zo50*	Co50	Mo50	Zo5	Zn5	ZoCc	ZnCc	ZoCBS
Natural rubber	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0
Zinc oxide (Zo)	50.0	-	-	5	-	5	-	50.0
Calcium Oxide (Co)	-	-	50.0	-	-	-	-	-
Magnesium Oxide (Mo)	-	50.0	-	-	-	-	-	-
Zinc oxide-nano (Zn)	-	-	-	-	5	-	5	-
CaCO ₃ (Cc)	-	-	-	-	-	45	45	-
IPPD	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
MBTS	1.8	1.8	1.8	1.8	1.8	1.8	1.8	-
CBS (CBS)	-	-	-	-	-	-	-	1.8
Carbon black N330	36.0	36.0	36.0	36.0	36.0	36.0	36.0	36.0
Sulfur	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5
Total	191.3	191.3	191.3	146.3	191.3	191.3	146.3	191.3

หมายเหตุ * ยางสูตร Zo50 เป็นยางสูตรมาตรฐานที่กำหนดไว้ใน ISO 4649 Annex B ซึ่งใช้เป็นตัวควบคุม

2.4 การบดผสมยางกับสารเคมี

ซึ่งนำหนักรยางและสารเคมีให้มีความละเอียด 0.1 g โดยลำดับขั้นตอนและเวลาที่ใช้ในกระบวนการบดผสมยางมาตรฐานเป็นไปตาม ISO 4649 Annex B ดังรูปที่ 2



รูปที่ 2 กระบวนการบดผสมยางมาตรฐานที่ระบุไว้ใน ISO 4649 Annex B

2.5 การขึ้นรูปและการทำให้ยางคงรูป

วัตถุดิบและเวลาที่ใช้ในการคงรูปของยางคอมปาวด์แต่ละสูตรตามตารางที่ 2 โดยใช้เครื่อง Moving Die Rheometer (MDR) ทั้งนี้การขึ้นรูปยางคอมปาวด์ด้วยเครื่องอัดขึ้นรูปใช้สภาวะเบื้องต้น (ระยะเวลาและอุณหภูมิ) ที่กำหนดใน ISO 4649 Annex B คือ $150 \pm 2^{\circ}\text{C}$ และ 25 ± 1 นาที แม่พิมพ์ที่ใช้มีขนาด $181 \times 181 \times 8$ mm เนื่องจากเวลาในการทำให้ยางคงรูปในมาตรฐานกำหนดไว้ให้เวลาค่อนข้างนาน จึงได้มีการศึกษาปรับเปลี่ยนอุณหภูมิและระยะเวลาในการขึ้นรูป โดยการใช้อุณหภูมิเดิมแต่ลดเวลาในการขึ้นรูปเป็น 20 นาที และ 10 นาที และเพิ่มอุณหภูมิเป็น 160°C ระยะเวลา 25 นาที 20 นาที และ 10 นาที เพื่อศึกษาสภาวะในการขึ้นรูปที่เหมาะสม โดยเน้นที่ระยะเวลาที่สั้นลงเพื่อเป็นการประหยัดเวลาและพลังงาน

2.6 การควบคุมคุณภาพยางมาตรฐานที่ผลิตเอง

2.6.1 ทดสอบน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปภายหลังการขัดสีตามมาตรฐาน ISO 4649 ด้วยเครื่อง Rotary drum abrader จำนวน 3 ชิ้น แล้วรายงานค่าเฉลี่ย โดยผลการทดสอบจะต้องอยู่ระหว่าง 180-220 mg

2.6.2 ทดสอบความแข็งตามมาตรฐาน ISO 7619-1 ด้วยเครื่อง Durometer type A ตัวอย่างหนาประมาณ 8 mm โดยใช้เวลาสัมผัส 3 วินาที แล้วบันทึกผลการทดสอบ จำนวน 5 ครั้งแล้วรายงานค่ากลาง มาตรฐาน ISO 4649 Annex B ได้กำหนดเกณฑ์ความแข็งของยางมาตรฐานไว้ที่ 60 ± 3 Shore A

2.6.3 เปรียบเทียบผลการทดสอบน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลง

ไปภายหลังการขัดสีระหว่างยางมาตรฐานที่ผลิตจำหน่ายและยางมาตรฐานที่ผลิตขึ้นเอง โดยทดสอบจำนวน 15 ชิ้นๆ ละ 3 ครั้ง รายงานค่ากลางของแต่ละชิ้น และผลการทดสอบน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปภายหลังการขัดสีของค่าเฉลี่ยทั้ง 15 ชิ้นต้องอยู่ระหว่าง 180-220 mg โดยที่ค่าเฉลี่ยของยางที่ผลิตขึ้นเองจะต้องมีความแตกต่างจากค่าเฉลี่ยของยางมาตรฐานที่ผลิตจำหน่ายไม่เกิน 15 mg

3. ผลและวิจารณ์ (Results and discussion)

3.1 ผลของอุณหภูมิและเวลาการคงรูป

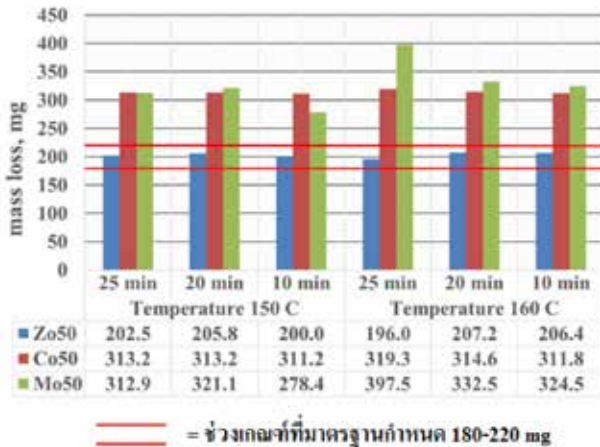
อุณหภูมิและระยะเวลาการคงรูปที่ทำการวัดด้วยเครื่อง Moving Die Rheometer (MDR) แสดงในตารางที่ 3 เมื่อพิจารณาเปรียบเทียบสูตร Mo50, Co50 และ Zo50 พบว่าสูตรยางที่ใช้สารกระตุ้นสารเร่งปฏิกิริยาแต่ละชนิดใช้ระยะเวลาในการทำให้ยางคงรูปแตกต่างกันตามลำดับ ดังนี้ $\text{MgO} < \text{CaO} < \text{ZnO}$ นั้นแสดงว่า MgO เป็นสารกระตุ้นสารเร่งปฏิกิริยาที่มีประสิทธิภาพสูงสุดในระบบนี้ ผลการศึกษา สูตร Zo50 (ZnO 50 phr), Zo5 (ZnO 5 phr), ZoCc (ZnO 5 และ CaCO_3 45 phr), Zn5 (ZnO nano power 5 phr) ยังแสดงให้เห็นอีกว่าปริมาณของ ZnO ที่ลดลงไม่ส่งผลต่อระยะเวลาที่ใช้ในการคงรูปอย่างมีนัยสำคัญ นอกจากนี้การศึกษาชนิดของสารเร่งปฏิกิริยาอย่างคงรูป 2 ชนิด พบว่า CBS (ZoCBS) เป็นสารเร่งปฏิกิริยาอย่างคงรูปที่ทำให้เกิดการวัลคาไนซ์เร็วกว่า MBTS (Zo50)

ตารางที่ 3 อุณหภูมิและระยะเวลาการคงรูปของยางสูตรที่ทำการศึกษา

Temperature, $^{\circ}\text{C}$	Cure time (TC90), min							
	Zo50*	Co50	Mo50	Zo5	Zn5	ZoCc	ZnCc	ZoCBS
150	5.21	4.79	1.48	5.95	6.16	5.70	5.44	3.59
160	3.06	2.55	0.99	3.09	3.31	2.53	2.01	2.30

3.2 ผลของชนิดของสารกระตุ้นสารเร่งปฏิกิริยา

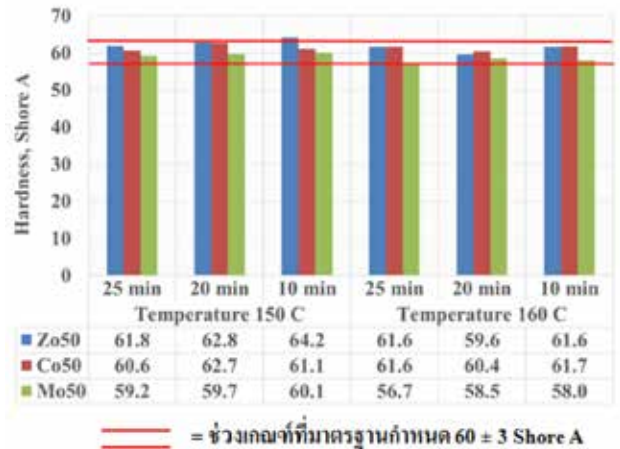
ผลของชนิดของสารกระตุ้นสารเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ต่อค่าน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปภายหลังจากการขัดสีแสดงในรูปที่ 3 โดยทำการเปรียบเทียบน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปหลังจากการทดสอบการทนต่อการขัดสีของยางสูตร Zo50, Co50 และ Mo50 ขึ้นรูปที่อุณหภูมิ 150°C และ 160°C เป็นเวลา 10 นาที 20 นาที และ 25 นาที



รูปที่ 3 ผลของชนิดของสารกระตุ้นสารเร่งปฏิกิริยาต่อค่าน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปภายหลังจากการขัดสี

จากผลการทดสอบที่แสดงในรูปที่ 3 พบว่าในปริมาณที่เท่ากันของสารกระตุ้นสารเร่งปฏิกิริยาอย่างคงรูปทั้ง 3 ชนิด ค่าน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปภายหลังจากการขัดสีของสูตร Zo50 ให้ผลการทดสอบอยู่ในช่วงเกณฑ์ที่มาตรฐานกำหนดทุกรายการคือ ค่าน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปภายหลังจากการขัดสีอยู่ระหว่าง 180-220 mg ซึ่งสามารถอธิบายได้ว่าสภาวะการขึ้นรูปยางมาตรฐานทั้งอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการเตรียมยางมาตรฐานส่งผลกระทบบ้างเล็กน้อยกับสมบัติการทนต่อการขัดสีของยางสูตรมาตรฐาน Zo50 ในขณะที่ค่าน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปภายหลังจากการขัดสีของสูตร Co50 และ Mo50 สูงกว่าเกณฑ์ที่มาตรฐานกำหนดในทุกสภาวะการขึ้นรูป นั้นแสดงให้เห็นว่า CaO และ MgO ไม่สามารถใช้เป็นสารกระตุ้นสารเร่งปฏิกิริยาอย่างคงรูปในสูตรยางมาตรฐานทดแทนการใช้ ZnO ได้

รูปที่ 4 แสดงผลของชนิดของสารกระตุ้นสารเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ต่อค่าความแข็งของยางมาตรฐาน ผลการทดสอบความแข็งแบบชาร์เออยู่ในเกณฑ์ที่มาตรฐานกำหนดคือ 60±3 Shore A ทั้ง 3 สูตร ยกเว้นสูตร Zo50 ขึ้นรูปที่ 150°C เป็นเวลา 10 นาที ให้ผลการทดสอบที่สูงกว่าเกณฑ์มาตรฐานกำหนด



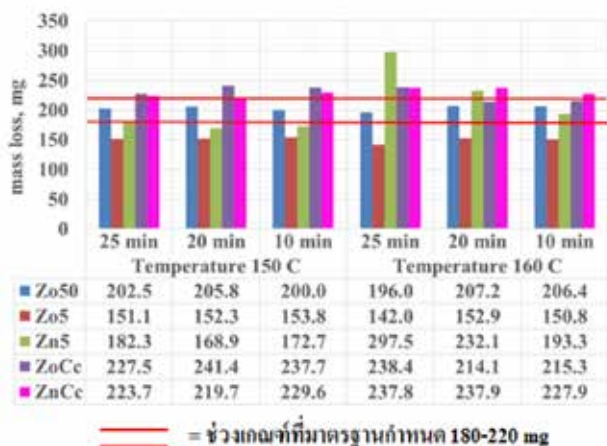
รูปที่ 4 ผลของชนิดของสารกระตุ้นสารเร่งปฏิกิริยาต่อค่าความแข็งของยาง

จากผลการทดลองที่แสดงในรูปที่ 3 และรูปที่ 4 สามารถสรุปได้ว่าสูตร Zo50 เป็นสูตรเดียวที่ผ่านเกณฑ์มาตรฐานทุกรายการศึกษาค่าน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปภายหลังจากการขัดสีและความแข็งตามที่มาตรฐานกำหนด ในการเตรียมยางมาตรฐานสามารถเปลี่ยนแปลงสภาวะการขึ้นรูปให้แตกต่างจากที่มาตรฐาน ISO 4649 Annex B กำหนด คือ ที่อุณหภูมิ 150±2 °C และ 25±1 นาที ได้โดยที่ยังมาตรฐานที่เตรียมขึ้นยังมีสมบัติเป็นไปตามเกณฑ์กำหนดของมาตรฐาน เพื่อเป็นการประหยัดเวลาและพลังงานในการขึ้นรูป ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าสูตร Zo50 ที่อุณหภูมิ 150°C และ 20 นาที เป็นสูตรที่เหมาะสมสำหรับการทำแผ่นยางมาตรฐาน

3.3 ผลของชนิดและปริมาณของซิงค์ออกไซด์

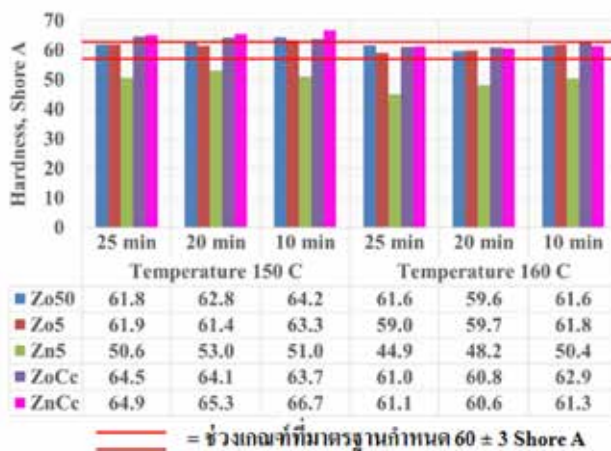
ส่วนนี้เป็นการศึกษาเพื่อลดปริมาณการใช้ ZnO และการใช้ ZnO-nano powder ทดแทน ZnO ในสูตรยางมาตรฐานรูปที่ 5 แสดงผลของชนิดและปริมาณของซิงค์ออกไซด์ต่อค่าน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปภายหลังจากการขัดสี จากรูปพบว่า การลดปริมาณซิงค์ออกไซด์จาก 50 phr เป็น 5 phr ทำให้ค่าน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปภายหลังจากการขัดสีต่ำกว่าเกณฑ์กำหนดของมาตรฐาน ทั้งนี้เนื่องจากซิงค์ออกไซด์ปริมาณ 50 phr นั้นทำหน้าที่เป็นทั้งสารกระตุ้นตัวเร่งปฏิกิริยาและสารตัวเติม การลดปริมาณสารตัวเติมลงทำให้ชิ้นงานมีปริมาณยางสูงมากขึ้นส่งผลให้การสูญเสียค่าน้ำหนักเมื่อทดสอบการคงทนต่อการขัดสีมีค่าลดลงอย่างชัดเจน นอกจากนี้ผลการทดสอบยังชี้ชัดว่าการใช้ซิงค์ออกไซด์ค่าน้ำหนัก 5 phr ทดแทนซิงค์ออกไซด์ 50 phr นั้น ทำให้ค่าน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปภายหลังจากการขัดสีสูงขึ้น อย่างไรก็ตามในสภาวะการขึ้นรูปที่อุณหภูมิ 150°C นั้นค่าที่ได้ยังไม่ถึงเกณฑ์กำหนดของมาตรฐาน และที่สภาวะการขึ้นรูปที่อุณหภูมิ 160°C ค่าน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปภายหลังจากการขัดสีสูงเกินกว่าที่มาตรฐานกำหนด

จากนั้นจึงได้เติมแคลเซียมคาร์บอเนตลงในสูตรยางมาตรฐานเพื่อทดแทนปริมาณของซิงค์ออกไซด์ โดยใช้ซิงค์ออกไซด์หรือซิงค์ออกไซด์นาโนปริมาณ 5 phr และแคลเซียมคาร์บอเนตเพิ่มเติมอีก 45 phr นั่นคือสูตร ZoCc และ Zncc ตามลำดับ ผลการทดสอบความทนต่อการขีดสีแสดงให้เห็นว่าสูตร ZoCc ที่ลดปริมาณ ZnO เหลือ 5 phr ที่ใช้ร่วมกับแคลเซียมคาร์บอเนต 45 phr ซึ่งเป็นสารตัวเติม ในสภาวะการขึ้นรูปที่ 160°C เป็นระยะเวลา 20 และ 10 นาที ให้ผลการทดสอบน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปภายหลังการขีดสีในช่วงเกณฑ์กำหนดของมาตรฐาน ส่วนการใช้ซิงค์นาโน 5 phr ร่วมกับแคลเซียมคาร์บอเนต 45 phr มีผลของค่าน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปภายหลังการขีดสีไม่ผ่านเกณฑ์กำหนดในทุกสภาวะการขึ้นรูป



รูปที่ 5 ผลของชนิดและปริมาณของซิงค์ออกไซด์ต่อค่าน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปภายหลังการขีดสี

รูปที่ 6 เป็นผลของชนิดและปริมาณของซิงค์ออกไซด์ต่อค่าความแข็งแรงของยาง โดยจะเน้นพิจารณาเฉพาะสูตรที่มีค่าน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปภายหลังการขีดสีผ่านเกณฑ์มาตรฐานเท่านั้น นั่นคือ สูตร Zo50 และ สูตร ZoCc ผลการทดสอบค่าความแข็งแรงสรุปได้ว่า สูตร Zo50 และ สูตร ZoCc สภาวะการขึ้นรูปที่ใช้เวลาลดลงเป็น 20 นาที (ทั้งที่อุณหภูมิ 150°C และ 160°C) ให้ค่าความแข็งแรงของยางอยู่ในช่วงที่เกณฑ์กำหนด

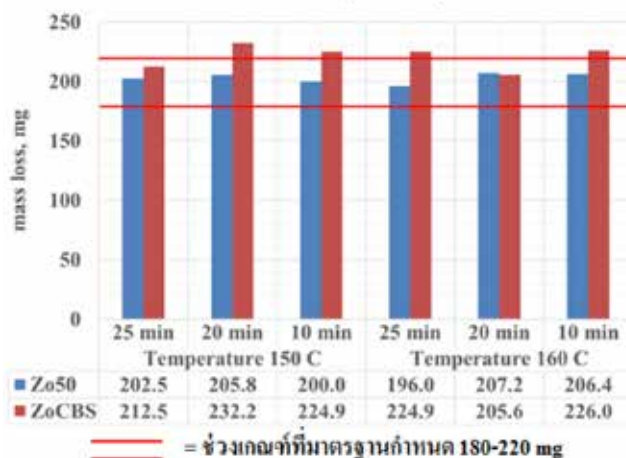


รูปที่ 6 ผลของชนิดและปริมาณของซิงค์ออกไซด์ต่อค่าความแข็งแรงของยาง

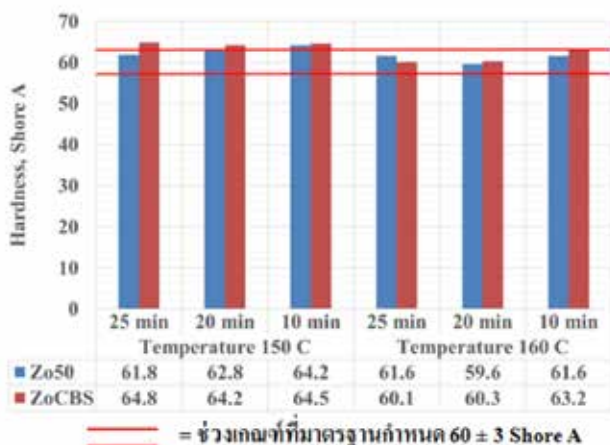
จากผลการทดสอบในรูปที่ 5 และรูปที่ 6 สามารถสรุปได้ว่า นอกจากสูตรมาตรฐาน Zo50 แล้ว สูตร ZoCc ที่ลดปริมาณซิงค์ออกไซด์เหลือ 5 phr และใช้ร่วมกับแคลเซียมคาร์บอเนต 45 phr ในสภาวะการขึ้นรูปที่ 160°C เป็นระยะเวลา 20 นาที และ 10 นาที ให้ผลการทดสอบน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปภายหลังการขีดสีและความแข็งแรงผ่านเกณฑ์มาตรฐานกำหนดทั้ง 2 รายการ ทั้งนี้ได้เลือกใช้สูตร ZoCc ที่สภาวะการขึ้นรูปที่ 160°C เป็นระยะเวลา 10 นาที เนื่องจากเป็นการประหยัดพลังงานเพราะใช้ระยะเวลาในการขึ้นรูปที่สั้นกว่า ในขณะที่ซิงค์ออกไซด์นาโนเป็นสารกระตุ้นสารเร่งปฏิกิริยาที่ไม่เหมาะสมในการทำยางมาตรฐานดังกล่าว

3.4 ผลของสารเร่งปฏิกิริยาอย่างคงรูป

ผลการทดสอบน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปภายหลังการขีดสีและความแข็งแรงของการศึกษาสารเร่งปฏิกิริยาอย่างคงรูปต่างชนิดกัน คือ MBTS และ CBS ในปริมาณที่เท่ากัน แสดงดังรูปที่ 7 และ รูปที่ 8 ตามลำดับ



รูปที่ 7 ผลของชนิดสารเร่งปฏิกิริยาอย่างคงรูปต่อค่าน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปภายหลังการขีดสี



รูปที่ 8 ผลของชนิดสารเร่งปฏิกิริยาอย่างคงรูปต่อค่าความแข็งของยาง

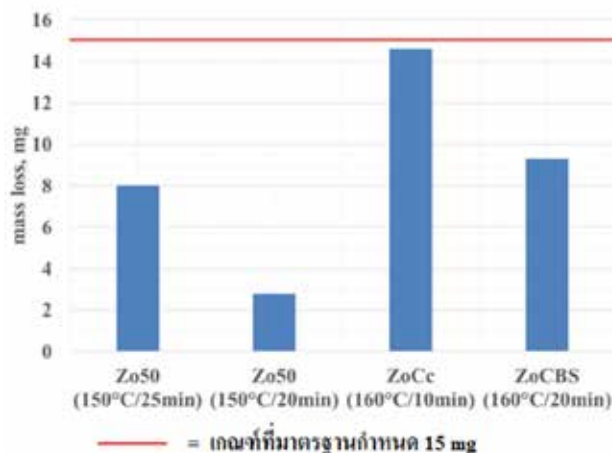
จากผลการทดลองพบว่าสูตร ZoCBS ขึ้นรูปที่ 160°C เป็นเวลา 20 นาที ให้ผลการทดสอบน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปภายหลังการขัดสีและความแข็งอยู่ในเกณฑ์ที่มาตรฐานกำหนด จึงสามารถสรุปได้ว่า CBS ซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอย่างคงรูปที่เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อมสามารถใช้ทดแทน MBTS ได้

3.5 การคำนวณเพื่อการควบคุมคุณภาพยางมาตรฐานที่ผลิตขึ้นเอง

มาตรฐานกำหนดให้ยางมาตรฐานที่ผลิตขึ้นเองต้องมีน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปภายหลังการขัดสีของค่าเฉลี่ยทั้ง 15 ชิ้น (Δm_{Prod}) อยู่ระหว่าง 180-220 mg และต้องมีความแตกต่างจากค่าเฉลี่ยของยางมาตรฐานที่ผลิตจำหน่าย (Δm_{Ref}) ไม่เกิน 15 mg

$$|\Delta m_{Prod} - \Delta m_{Ref}| \leq 15 \text{ mg}$$

รูปที่ 9 แสดงผลของการเปรียบเทียบน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปภายหลังการขัดสีของยางมาตรฐานที่ผลิตจำหน่ายกับสูตรยางที่ได้จากการศึกษาผลของสารกระตุ้นสารเร่งปฏิกิริยาและสารเร่งปฏิกิริยาอย่างคงรูป ซึ่งได้แก่สูตร Zo50 ขึ้นรูปที่ 150°C ระยะเวลา 20 นาที, สูตร ZoCc (ZnO 5 phr และ CaCO_3 45 phr) ในสภาวะการขึ้นรูปที่ 160°C ระยะเวลา 10 นาที และสูตร ZoCBS ขึ้นรูปที่ 160°C ระยะเวลา 20 นาที โดยที่ค่าเฉลี่ยของน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปภายหลังการขัดสีของยางมาตรฐานที่ผลิตจำหน่ายทั้ง 15 ชิ้นที่การขัดสีครั้งละ 3 ครั้งคือ 207.3 mg ผลการทดสอบในรูปที่ 9 แสดงให้เห็นได้ว่าสูตรยางที่ได้จากการศึกษาทั้ง 3 สูตรนี้ให้ผลการทดสอบน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปภายหลังการขัดสีน้อยกว่า 15 mg เมื่อเทียบกับยางมาตรฐานที่ผลิตจำหน่าย



รูปที่ 9 ผลการเปรียบเทียบน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปภายหลังการขัดสีระหว่างยางมาตรฐานที่ผลิตจำหน่ายกับยางมาตรฐานที่ผลิตเอง

4. สรุป (Conclusion)

การผลิตแผ่นยางมาตรฐานสำหรับการทดสอบความทนต่อการขัดสีที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมโดยใช้สูตรยางที่ระบุไว้ในภาคผนวก B ของมาตรฐาน ISO 4649 เป็นสูตรเบื้องต้นในวัตถุประสงค์หลักเพื่อลดค่าใช้จ่าย ลดการใช้สารเคมีที่เป็นพิษ ประหยัดพลังงานและเวลาในการทำยางคงรูป งานวิจัยนี้ได้ศึกษาสภาวะการขึ้นรูปจากเดิมที่มาตรฐานกำหนดไว้ที่อุณหภูมิ $150 \pm 2^\circ\text{C}$ และระยะเวลา 25 ± 1 นาที โดยลดเวลาการขึ้นรูปลงเหลือ 20 นาที และ 10 นาที และปรับอุณหภูมิขึ้นเป็น 160°C ระยะเวลา 25 นาที 20 นาที และ 10 นาที พบว่าสามารถลดเวลาในการขึ้นรูปที่อุณหภูมิเดียวกับที่มาตรฐานกำหนดเป็น 20 นาที (สูตร Zo50)

นอกจากนั้นเพื่อลดสารเคมีที่เป็นพิษต่อสิ่งมีชีวิตและสิ่งแวดล้อมอันเกิดจากการตกค้างของสารเหล่านี้ในผลิตภัณฑ์ จึงได้ศึกษาการใช้สารกระตุ้นสารเร่งปฏิกิริยาอย่างคงรูปชนิดอื่นทดแทน ZnO โดยศึกษาเปรียบเทียบระหว่างสารกระตุ้นสารเร่งปฏิกิริยาอย่างคงรูป 3 ชนิดคือ ZnO, CaO และ MgO และศึกษาผลของการใช้ ZnO ในปริมาณที่น้อยลง พบว่าสูตรยางที่ใช้ ZnO ในปริมาณที่น้อยลงร่วมกับสารตัวเติม CaCO_3 (สูตร ZoCc) ขึ้นรูปที่ 160°C ระยะเวลา 10 นาที เป็นสูตรที่เหมาะสมสำหรับการทำยางมาตรฐาน ผลการทดลองสรุปได้อีกว่าสารเร่งปฏิกิริยาอย่างคงรูปที่เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม CBS สามารถใช้ทดแทน MBTS ในการทำยางมาตรฐานสำหรับการทดสอบความทนต่อการขัดสีได้ ที่สภาวะการขึ้นรูปที่ 160°C ระยะเวลา 20 นาที (สูตร ZoCBS)

จากผลการทดลองสามารถสรุปได้ว่า สูตรยาง 3 สูตร คือ สูตร Zo50 (ZnO 50 phr ขึ้นรูปที่ 150°C เป็นเวลา 20 นาที) สูตร ZoCc (ZnO 5 phr ขึ้นรูปที่ 160°C เป็นเวลา 10 นาที) และ

สูตร ZoCBS (ใช้ CBS แทน MBTS ขึ้นรูปที่ 160°C เป็นเวลา 20 นาที) สามารถผลิตยางมาตรฐานสำหรับการทดสอบความทนต่อการขัดสีที่เป็นไปตามเกณฑ์กำหนดของมาตรฐาน คือน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปภายหลังการขัดสีอยู่ในช่วง 180-220 mg ความแข็งแบบชอร์เอ 60±3 และมีความแตกต่างของน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปภายหลังการขัดสีเปรียบเทียบกับยางมาตรฐานที่ผลิตจำหน่ายน้อยกว่า 15 mg สูตรยางที่ได้จากงานวิจัยนี้เป็นทางเลือกสำหรับห้องปฏิบัติการในการผลิตยางมาตรฐานที่เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อมขึ้นใช้เอง

5. เอกสารอ้างอิง (References)

[1] AMERICAN SOCIETY OF TESTING MATERIALS. ASTM D5963-04 (Reapproved 2015). *Standard test method for rubber property--Abrasion resistance (Rotary drum abrader)*.

[2] DEUTSCHES INSTITUT FÜR NORMUNG. DIN 53516 : 1987. *Testing of rubber and elastomers—Determination of abrasion resistance*.

[3] INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. ISO 4649 : 2002. *Rubber, vulcanized or thermoplastic—Determination of abrasion resistance using a rotating cylindrical drum device*.

[4] INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. ISO 7619-1 : 2010. *Rubber, vulcanized or thermoplastic—Determination of indentation hardness-Part 1: Durometer method (Shore hardness)*.

[5] พงษ์ธร แซ่ฮุย และ ชาคิต สิริสิงห. ยาง : กระบวนการผลิตและทดสอบ. ปทุมธานี : ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ, 2550, 164 หน้า.

[6] วราภรณ์ ขจรไชยกูล. *ผลิตภัณฑ์ยาง : กระบวนการผลิตและเทคโนโลยี*. พิมพ์ครั้งที่ 2. กรุงเทพฯ : สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย, 2554, 203 หน้า.

การศึกษาปริมาณ SiO_2 ต่อสมบัติไม่ชอบน้ำ และสมบัติทางแสง ของฟิล์ม TEOS- SiO_2 -OTES บนกระจก

Study of effects of SiO_2 contents on hydrophobicity and optical properties of TEOS- SiO_2 -OTES film on glass panels

5

อุษณีย์ พันธุลาภ¹, เบญจมล เพ็ชรเจริญมงคล¹, วราภรณ์ แก้วแดง¹, กนิษฐา ตะปะสา¹
Usanee Pantulap¹, Benjamin Petchareanmongkol¹, Waraporn Kaewdang¹, Kanit Tapasa¹

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาผลของปริมาณ SiO_2 ต่อสมบัติความไม่ชอบน้ำในฟิล์มไฮบริดระหว่าง TEOS (Tetraethyl Orthosilicate) และ OTES (Octyltriethoxysilane) ที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการโซล-เจล โดยใช้ TEOS : OTES : โพรพานอล : น้ำ ในอัตราส่วน 2.4 : 0.6 : 94 : 3 และเติมอนุภาคซิลิกา ปริมาณ 0.5, 1, 3, 5, และ 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก จากนั้นเคลือบลงบนผิวกระจกโดยวิธีการปั่นเหวี่ยง และนำไปอบที่อุณหภูมิ 200-450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 20 นาที จากนั้นนำมาศึกษาสมบัติของฟิล์มด้วยเทคนิค FT-IR, UV-VIS Spectroscopy, XRD, AFM และ Contact angle ผลการศึกษาพบว่าเมื่อปริมาณซิลิกาเพิ่มขึ้น จะมีความมุมสัมผัสของหยดน้ำเพิ่มขึ้น ในขณะที่ค่าการส่องผ่านของแสงลดลง จากการทดลองนี้สรุปได้ว่าฟิล์มไฮบริด TEOS-OTES ที่ดีที่สุดคือฟิล์มที่เติมซิลิกา 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ซึ่งมีสมบัติความไม่ชอบน้ำ (ค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำ 119 ± 4.1 องศา) และฟิล์มยังคงความใส (ค่าการส่องผ่านแสง 75 เปอร์เซ็นต์)

Abstract

The purpose of this research was to study the effect of silica addition on TEOS-OTES hybrid films on hydrophobic properties. The film was prepared by sol-gel method from solvents such as, tetraethylorthosilicate (TEOS), octyltriethoxysilane (OTES), isopropanol alcohol (IPA), deionized water (DI) and silica particles. The sols were prepared at a volumetric ratio of TEOS : OTES : IPA : DI equal to 2.4 : 0.6 : 94 : 3. Silica particles at 0.5, 1, 3, 5 and 10 weight percent were subsequently added to the sol. The sol-gel precursor was spin-coated onto glass slides and heated at 200-450 °C for 30 minutes. After the heat treatment, the film properties were characterized by FT-IR, UV-VIS Spectroscopy, XRD, AFM and contact angle. It was found that contact angle of film increased with increasing amounts of silica particles whereas the transmittance decreased with increasing amounts of silica particles. The optimal hydrophobic (Water contact angle of $119 \pm 4.1^\circ$) and optical (transmittance of 75%) properties were obtained in TEOS-OTES hybrid film containing 1 weight percentage of silica particles.

คำสำคัญ: มุมสัมผัส, เคลือบไม่ชอบน้ำ, เคลือบซิลิกา, กระบวนการโซล-เจล

Keywords: Contact angle, Hydrophobic coatings, Silica film, Sol-gel process

¹กรมวิทยาศาสตร์บริการ

^{*}Corresponding author. E-mail address: usanee@dss.go.th

1. บทนำ (Introduction)

ประเทศไทยทุกวันนี้ใช้กระจกแทนการก่อกองน้ำในห้องน้ำ เนื่องจากกระจกเป็นวัสดุสำเร็จรูป ที่ติดตั้งได้ง่าย สะดวก รวดเร็วกว่าการก่อกองน้ำ และด้วยสมบัติพิเศษด้านความโปร่งใสของกระจกยังทำให้ ได้รับแสงสว่างจากธรรมชาติ และเพิ่มความสวยงาม ความหรูหรา ทันสมัย แต่การใช้งานจะพบปัญหาเกี่ยวกับคราบสกปรกที่เกาะติดบนกระจก ซึ่งผู้บริโภคจะต้องเสียค่าใช้จ่ายเป็นจำนวนมากในการทำทำความสะอาดและดูแลรักษา จึงทำให้มีความต้องการใช้งานกระจกทำความสะอาดตัวเองได้ (Self-cleaning) มากขึ้นเรื่อย ๆ แต่อย่างไรก็ตามกระจกทำความสะอาดตัวเองได้ ยังไม่มีผลิตขายในประเทศไทย ผู้บริโภคต้องนำเข้ากระจกชนิดนี้จากต่างประเทศในราคาค่อนข้างสูง หากประเทศไทยสามารถสร้างนวัตกรรมการผลิตกระจกทำความสะอาดตัวเองได้ขึ้นเอง จะช่วยให้ผู้บริโภคสามารถซื้อกระจกชนิดนี้ได้ ในราคาที่ไม่แพง และยังช่วยเพิ่มมูลค่าผลิตภัณฑ์กระจกให้กับผู้ประกอบการด้านกระจกอีกด้วย

กระจกทำความสะอาดตัวเองได้ หมายถึงกระจกที่ไม่ยอมให้สิ่งสกปรก เช่น ฝุ่นละอองและสารอินทรีย์ต่าง ๆ มาเกาะติดแน่นที่กระจก มีการทำงานภายใต้ความเปียก (Wetting) โดยแบ่งประเภทกระจกเป็น 2 ประเภท ตามหลักการทำงานคือ กระจกที่ทำงานโดยหลักการชอบน้ำ (Hydrophilic) และกระจกที่ทำงานโดยหลักการไม่ชอบน้ำ (Hydrophobic) ในงานวิจัยนี้จะกล่าวถึงเฉพาะกระจกที่ทำงานโดยหลักการไม่ชอบน้ำ ซึ่งเป็นกระจกมีค่ามุมสัมผัสกับน้ำตั้งแต่ 90 องศาขึ้นไป ทำให้น้ำรวมตัวกันเป็นหยดรูปร่างค่อนข้างกลม และหยดน้ำจะทำหน้าที่พาสสิ่งสกปรกที่ติดบนกระจกให้ออกไปพร้อมหยดน้ำ ซึ่งคล้ายกับน้ำกลิ้งบนใบบัว (Lotus Effect)

การเคลือบผิวกระจกด้วยวัสดุเคลือบผิวไฮบริด (Hybrid Coating Material) เป็นนวัตกรรมที่ใช้ในการผลิตกระจกทำความสะอาดตัวเองได้ [1-5] ซึ่งวัสดุเคลือบผิวไฮบริดเกิดจากการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการโซล-เจล ที่มีส่วนประกอบหลักของ TEOS เป็นสารประกอบอนินทรีย์ (Inorganic Components) ทำหน้าที่เป็นสารตั้งต้นในกระบวนการโซล-เจล และเติมสารประกอบอินทรีย์ (Organic Components) เพื่อเพิ่มสมบัติความไม่ชอบน้ำ Octyltriethoxysilane (OTES) เป็นสารประกอบอินทรีย์ประเภทหนึ่งที่ถูกนำมาใช้สังเคราะห์ฟิล์มซิลิกาเพื่อเพิ่มสมบัติความไม่ชอบน้ำ ในงานวิจัยของ Purcar และคณะ [1] ใช้ OTES เป็นสารปรับแต่งสมบัติความไม่ชอบน้ำในฟิล์มซิลิกา บนกระจกสไลด์ โดยแผ่นฟิล์มสังเคราะห์ด้วยเทคนิคกระบวนการโซล-เจลในสภาวะอุณหภูมิห้อง ซึ่งมีประกอบด้วย TEOS และ OTES ผลการศึกษาพบว่า ฟิล์มซิลิกาบนกระจกสไลด์มีสมบัติไม่ชอบน้ำและวัดค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำได้ 107 ± 3 องศา นอกจากนี้ยังมีการวิจัยของ Holubova และคณะ [6] ศึกษาการสังเคราะห์ฟิล์มที่มีส่วนผสมของ TEOS และ OTES โดยใช้เทคนิคโซล-เจลในสภาวะอุณหภูมิต่ำ และไม่ผ่านการให้ความร้อนหลังเคลือบฟิล์มบนกระจก ผลการศึกษาพบว่าฟิล์มที่สังเคราะห์ได้มีความใส ยึดเกาะ

กับกระจกได้ดี มีสมบัติไม่ชอบน้ำ และวัดค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำได้ 105.8 ± 1.6 องศา และจากการศึกษาของ Kumar และคณะ [5] พบว่าสามารถเตรียมเคลือบฟิล์มบาง TEOS-PDMS (polydimethyl siloxane) ที่มีสมบัติความไม่ชอบน้ำยิ่งยวดบนกระจก โดยใช้เทคนิคโซล-เจล และมีการเติมผงซิลิกาปริมาณ 5-10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักเพื่อเพิ่มสมบัติความไม่ชอบน้ำของแผ่นฟิล์ม ผลการศึกษาพบว่า ปริมาณซิลิกาเพิ่มขึ้น ทำให้ฟิล์มมีค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำสูงขึ้น เนื่องจากสภาพผิวเคลือบมีความขรุขระ ฟิล์มที่มีซิลิกาปริมาณ 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักวัดค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำได้สูงที่สุดในงานวิจัย คือ 154 องศา แต่อย่างไรก็ตามยังไม่พบรายงานการศึกษาผลของการเติมปริมาณซิลิกาเพื่อเพิ่มสมบัติไม่ชอบน้ำในฟิล์ม TEOS-OTES ดังนั้นงานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์หลักเพื่อสังเคราะห์ฟิล์ม TEOS-SiO₂-OTES ด้วยกระบวนการโซล-เจล ให้มีสมบัติความไม่ชอบน้ำ และสามารถนำไปใช้ได้จริงกับอุตสาหกรรมกระจก

2. วิธีการวิจัย (Experimental)

เตรียมฟิล์ม TEOS-SiO₂-OTES ด้วยกระบวนการโซล-เจล โดยใช้ TEOS (Acros Organics, 98%) : OTES (Acros Organics, 97%) : โพรพานอล : น้ำ ในอัตราส่วนโดยปริมาตร 2.4 : 0.6 : 94 : 3 ตามลำดับ จากนั้นปรับค่า pH ประมาณ 2 ด้วยกรดไนตริก บั่นกวนสารละลายที่ความเร็ว 400 รอบต่อนาที เป็นเวลา 2 ชั่วโมง หลังจากนั้นเก็บสารละลายไว้เป็นเวลา 1 วัน ลำดับถัดไปเติมอนุภาคซิลิกา (ขนาดประมาณ 11 ไมครอน) ปริมาณ 0.5, 1, 3, 5 และ 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ตามลำดับ และบั่นกวนต่ออีก 2 ชั่วโมง เก็บสารละลายไว้เป็นเวลา 1 วัน จากนั้นเคลือบสารละลายลงบนกระจกใสด้วยวิธีเคลือบแบบปั่นเหวี่ยง (spin coating) ด้วยความเร็วรอบ 200 รอบต่อนาที เพื่อให้ฟิล์มมีความหนาประมาณ 85 ไมครอน จากนั้นปล่อยให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง และนำกระจกที่เคลือบแล้วเข้าเตาอบที่อุณหภูมิช่วง 200-400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที หลังจากอบฟิล์มแล้วนำไปวัดสมบัติต่าง ๆ ได้แก่ ค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำ ค่าการส่องผ่านแสง ค่าความหนาแน่นผิว และทำการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์ม ได้แก่ โครงสร้างจุลภาค และพันธะทางเคมี

3. ผลและวิจารณ์ (Results and discussion)

ผลของอุณหภูมิในการอบฟิล์ม TEOS-SiO₂-OTES ต่อมุมสัมผัสของหยดน้ำแสดงดังตารางที่ 1 พบว่าเมื่อใช้อุณหภูมิในการอบฟิล์มเพิ่มขึ้น มุมสัมผัสของหยดน้ำบนผิวฟิล์มมีค่าลดลง โดยมุมสัมผัสของหยดน้ำบนชิ้นงานที่ค่าสูงสุดที่อุณหภูมิอบฟิล์ม 200 องศาเซลเซียส มีค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำ 110 ± 4.2 องศา และฟิล์มที่เติมซิลิกา 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก มีค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำ 140.5 ± 1.7 องศา นอกจากนี้ยังพบว่าอุณหภูมิที่ 250-450 องศาเซลเซียส ทำให้ฟิล์มที่เคลือบบนกระจกมีสมบัติไม่ชอบน้ำ ค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำน้อยกว่า 90 องศา

จากรูปที่ 1 พบว่าฟิล์ม TEOS-SiO₂-OTES ที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส มีเนื้อฟิล์มค่อนข้างเรียบ เป็นเนื้อเดียวกัน ในขณะที่เพิ่มอุณหภูมิในการอบเป็น 250 องศาเซลเซียส เริ่มการสลายตัวของฟิล์ม สังเกตได้จากคราบน้ำมันที่เกิดขึ้นในเนื้อฟิล์ม ทำให้เนื้อฟิล์มไม่เป็นเนื้อเดียว เกิดการขาดของฟิล์ม ส่งผลให้ค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำลดลง และฟิล์มที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 300-450 องศาเซลเซียสขึ้นไปเกิดการสลายตัวของฟิล์มบนกระจก ทำให้ไม่สามารถวัดค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำได้ ดังนั้นจากการศึกษาผลของอุณหภูมิในการอบฟิล์ม TEOS-SiO₂-OTES สามารถสรุปได้ว่า ฟิล์ม TEOS-SiO₂-OTES ที่ผ่านอุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียสมีค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำสูงที่สุดในงานวิจัยนี้

ตารางที่ 1 ค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำบนฟิล์ม TEOS-SiO₂-OTES ที่มีอุณหภูมิในการอบฟิล์มแตกต่างกัน

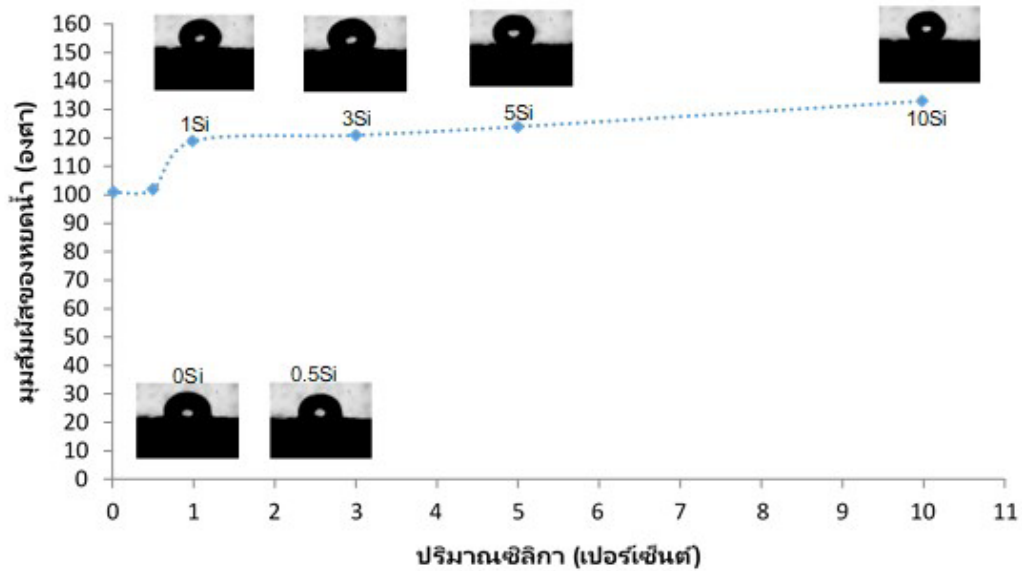
อุณหภูมิในการอบฟิล์ม (องศาเซลเซียส)	มุมสัมผัสของหยดน้ำ (องศา)	
	เดิมซิลิกา 0 เปอร์เซนต์	เดิมซิลิกา 10 เปอร์เซนต์
200	110±4.2	140.5±1.7

250	88.9±2.5	89.6±6.4
300	81.6±4.8	34.8±4.1
350	60.6±5.0	35.3±8.6
400	43.7±6.8	37.4±6.4
450	35.2±1.8	31.5±1.9

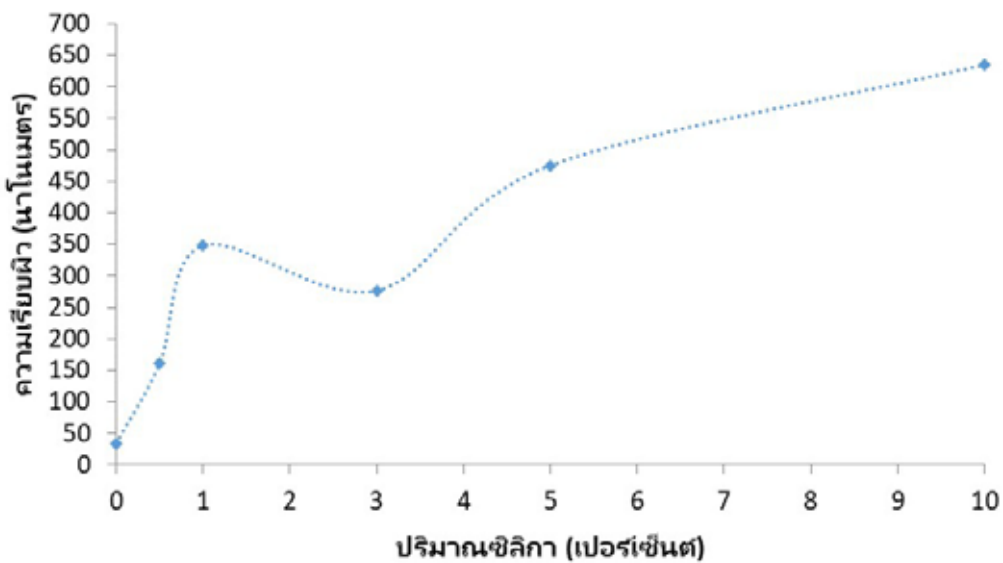
ผลของปริมาณซิลิกาที่เติมในฟิล์ม TEOS-SiO₂-OTES หลังอบที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียสต่อสมบัติความไม่ชอบน้ำหรือมุมสัมผัสของหยดน้ำแสดงดังรูปที่ 2 พบว่า ปริมาณซิลิกาเพิ่มขึ้น ค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำบนแผ่นฟิล์มสูงขึ้น เนื่องจากอนุภาคซิลิกาเพิ่มความขรุขระให้กับเนื้อฟิล์มแสดงดังรูปที่ 3 และ 4 ซึ่งความขรุขระที่เกิดขึ้นเพิ่มช่องว่างระหว่างของจุดสัมผัสระหว่างน้ำกับผิวเคลือบ นารวมตัวเป็นหยดค่อนข้างกลม ส่งผลให้ค่ามุมสัมผัสของน้ำมากกว่า 90 องศาเซลเซียส ซึ่งผลการศึกษาสอดคล้องกับ อติรัตน์ เปริดแก้ว [6] และ Kumar และคณะ [5] ที่พบว่า การเติมซิลิกาเพิ่มขึ้น ในฟิล์ม TEOS-SiO₂-PDMS ทำให้ค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำบนแผ่นฟิล์มมีค่าสูงขึ้นเช่นกัน

อุณหภูมิในการอบฟิล์ม	เดิมซิลิกา 0 เปอร์เซนต์	เดิมซิลิกา 10 เปอร์เซนต์
200 องศาเซลเซียส		
250 องศาเซลเซียส		
300 องศาเซลเซียส		
350 องศาเซลเซียส		
400 องศาเซลเซียส		
450 องศาเซลเซียส		

รูปที่ 1 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคของฟิล์ม TEOS-SiO₂-OTES ที่มีอุณหภูมิในการอบฟิล์มแตกต่างกัน

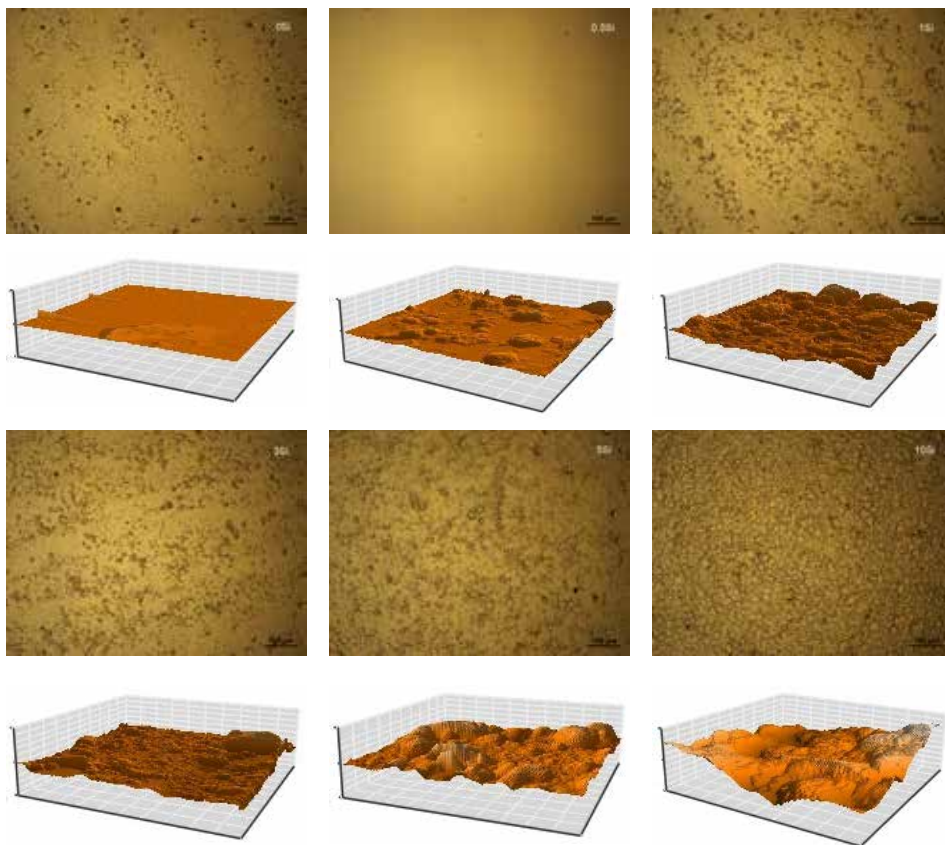


รูปที่ 2 มุมสัมผัสของหยดน้ำบนฟิล์ม TEOS-SiO₂-OTES ที่เติมซิลิกาปริมาณต่าง ๆ หลังอบที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส



รูปที่ 3 ความเรียบผิวของฟิล์ม TEOS-SiO₂-OTES ที่เติมซิลิกาปริมาณต่าง ๆ หลังอบอุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส

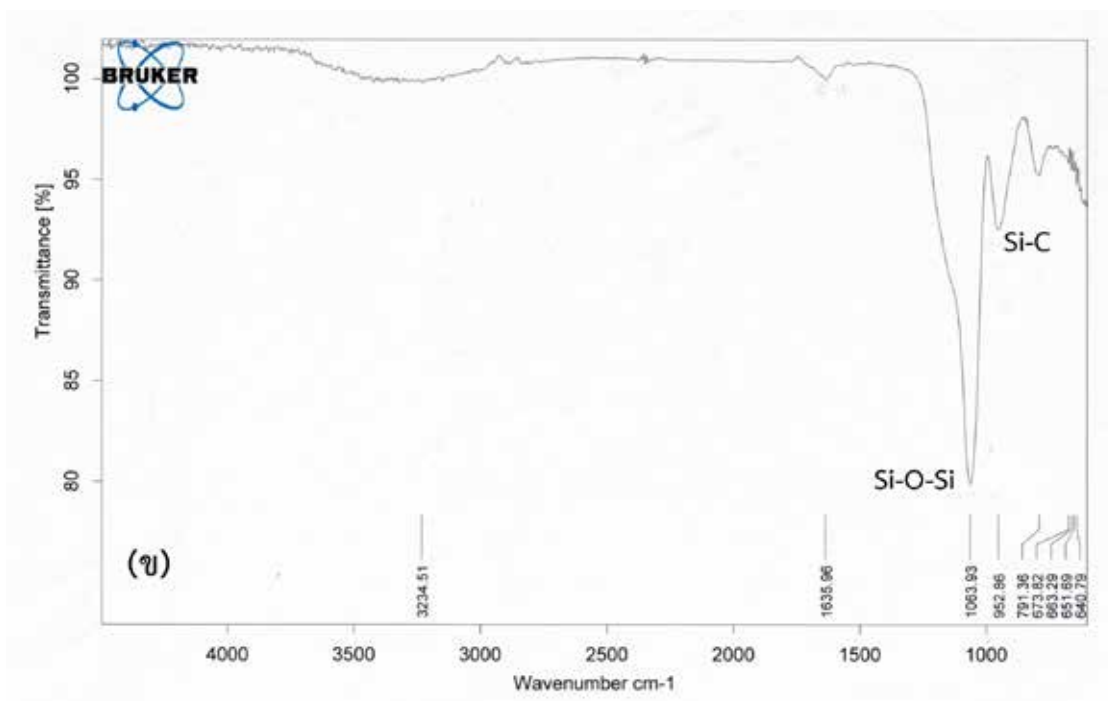
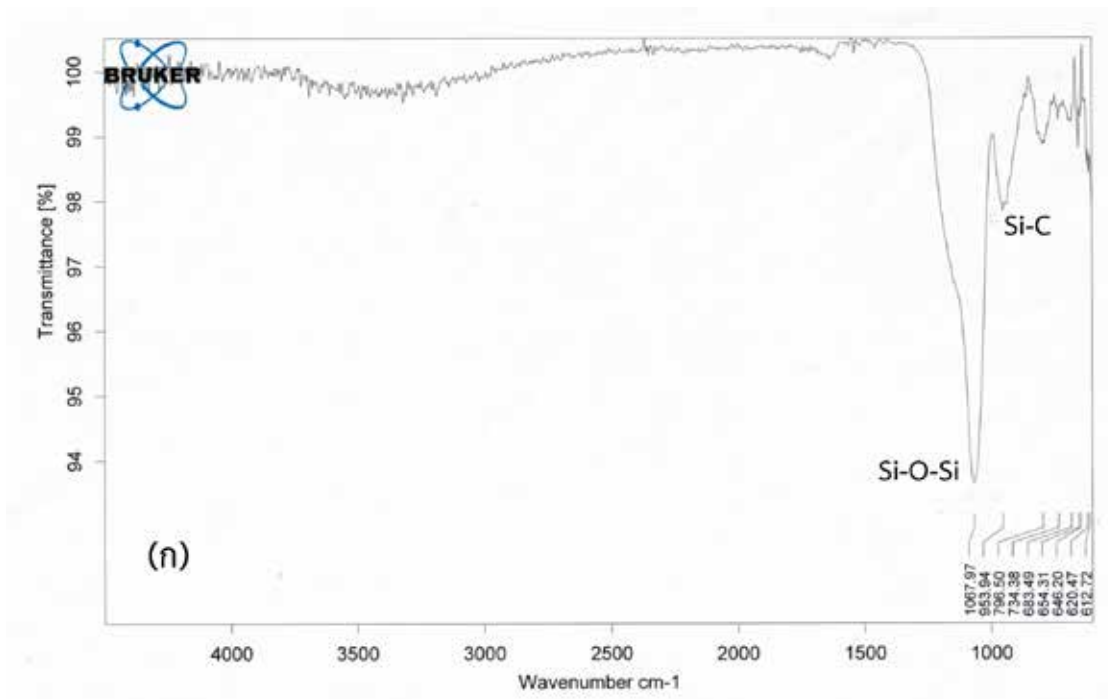
รูปที่ 5 แสดงผล FTIR ของฟิล์ม TEOS-SiO₂-OTES ที่เติมซิลิกาปริมาณ 0 และ 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก พบว่าที่ความยาวคลื่นประมาณ 1000 เซนติเมตร⁻¹ เกิดพีคของพันธะ Si-O-Si และ Si-C ซึ่งมาจากการเกิดปฏิกิริยาของ TEOS กับ OTES ซึ่งพันธะ C มาจาก OTES ที่ใช้ มีสูตรเคมีดังนี้ $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$



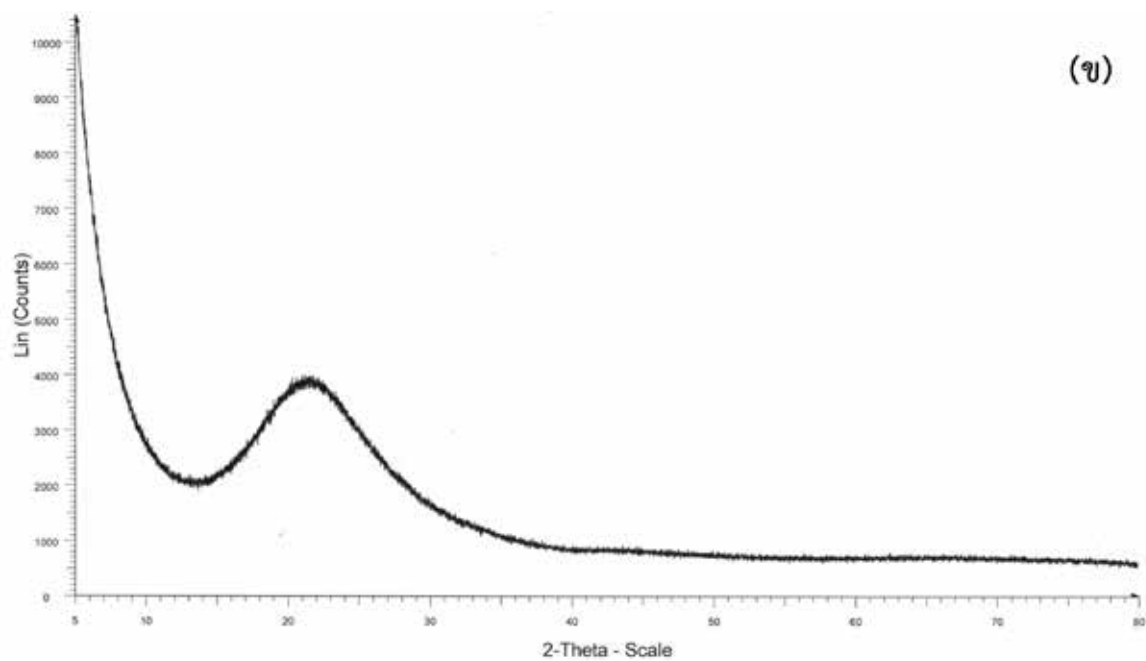
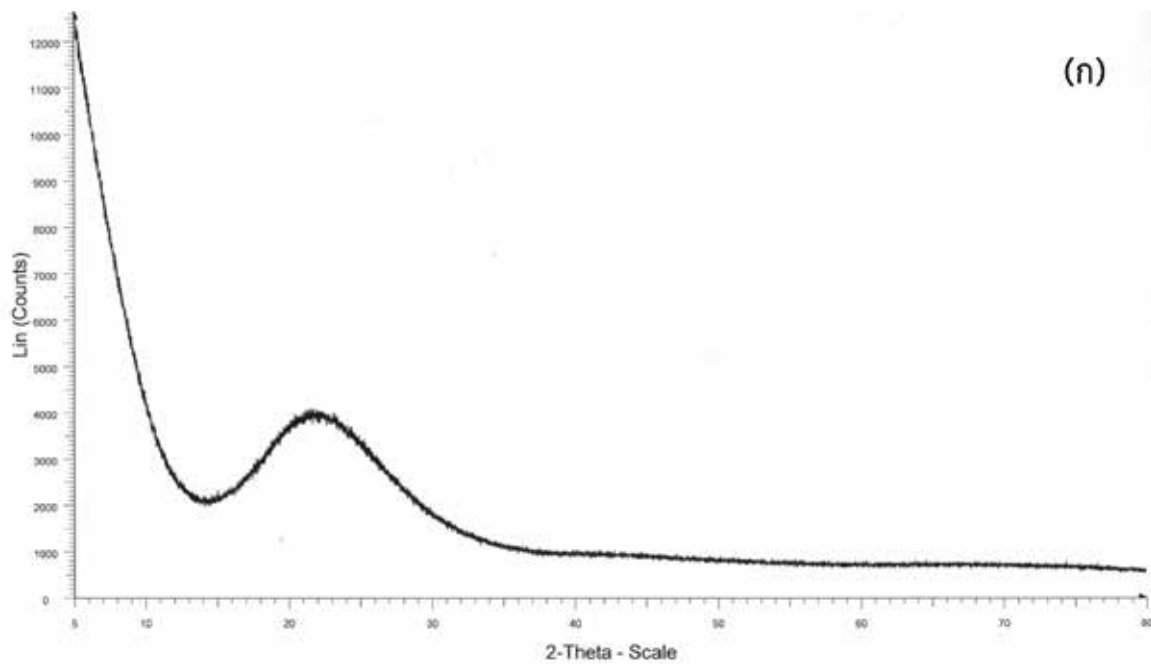
รูปที่ 4 โครงสร้างจุลภาค และ AFM ของฟิล์ม TEOS-SiO₂-OTES ที่เติมซิลิกาปริมาณต่าง ๆ หลังอบที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส

ผลการศึกษาเฟสองค์ประกอบของฟิล์ม TEOS-SiO₂-OTES ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันแสดงดังรูปที่ 6 พบพิคกว้าง ๆ แสดงให้เห็นว่าฟิล์ม TEOS-SiO₂-OTES มีโครงสร้างแบบอสัณฐาน (Amorphous)

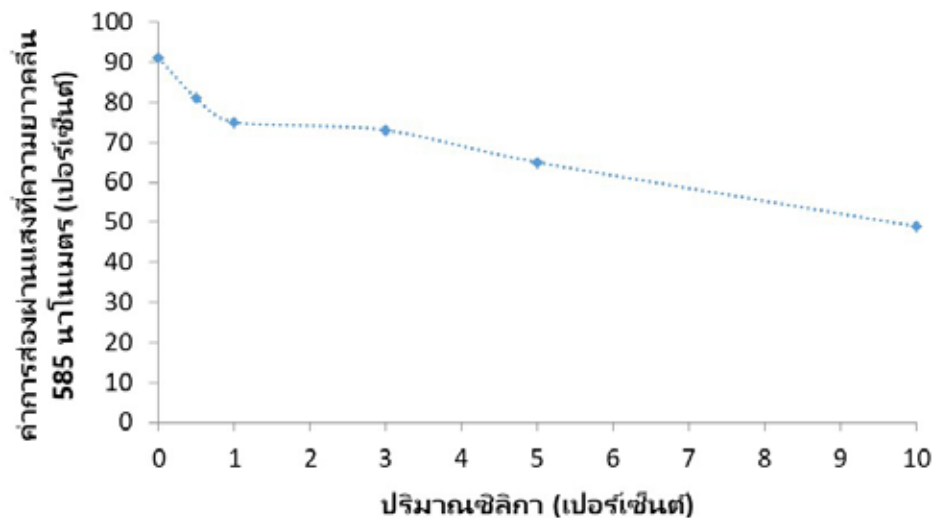
ผลการศึกษาค่าการส่งผ่านแสงของฟิล์ม TEOS-SiO₂-OTES ที่เติมซิลิกาปริมาณต่าง ๆ หลังอบอุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียสแสดงดังรูปที่ 7 พบว่าค่าการส่งผ่านแสงของฟิล์มมีค่าลดลงเมื่อปริมาณซิลิกาเพิ่มขึ้น โดยค่าการส่งผ่านของแสงสูงสุดเท่ากับ 81 เปอร์เซ็นต์ในฟิล์มที่เติมซิลิกาปริมาณ 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก การลดลงของค่าการส่งผ่านแสงเมื่อปริมาณซิลิกาเพิ่มขึ้นเกิดจากอนุภาคซิลิกาที่อยู่ในฟิล์มบดบังแสงที่ผ่านเข้ามาในเกิดการสะท้อนและดูดกลืนแสง ทำให้ความสามารถของแสงส่งผ่านได้ลดลง ฟิล์มจึงมีความทึบแสงมากขึ้น ผลการทดลองสอดคล้องกับงานวิจัย [6]



รูปที่ 5 FTIR ของฟิล์ม TEOS-SiO₂-OTES ที่เติมซิลิกาปริมาณต่าง ๆ หลังอบที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส
(ก) 0 เปอร์เซนต์ และ (ข) 10 เปอร์เซนต์



รูปที่ 6 XRD ของฟิล์ม TEOS-SiO₂-OTES ที่เติมซิลิกาปริมาณต่าง ๆ หลังอบที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส
(ก) 0 เปอร์เซ็นต์ และ (ข) 10 เปอร์เซ็นต์



รูปที่ 7 ค่าการส่องผ่านแสงของฟิล์ม TEOS-SiO₂-OTES ที่เติมซิลิกาปริมาณต่าง ๆ หลังอบที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส

4. สรุป (Conclusion)

ฟิล์ม TEOS-SiO₂-OTES ที่เติมซิลิกา เพื่อปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำสามารถเตรียมจากเทคนิคโซล-เจล ซึ่งปริมาณซิลิกาส่งผลต่อสมบัติความไม่ชอบน้ำและสมบัติทางแสง โดยปริมาณซิลิกาในเนื้อฟิล์มเพิ่มขึ้น ทำให้ค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำเพิ่มขึ้นหรือเพิ่มสมบัติความไม่ชอบน้ำ แต่กลับลดสมบัติทางแสงของฟิล์มหรือค่าการส่องผ่านแสงลดลง งานวิจัยนี้สามารถสรุปได้ว่าการเติมซิลิกา 1 เปอร์เซ็นต์ลงในเตรียมฟิล์ม TEOS-SiO₂-OTES ทำให้ฟิล์มมีสมบัติทั้งความไม่ชอบน้ำและสมบัติทางแสงดีที่สุดซึ่งมีค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำเท่ากับ 120 องศา และค่าการส่องผ่านแสง 75 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งฟิล์มดังกล่าวเป็นฟิล์มทำความสะอาดตัวเองได้ และสามารถนำไปประยุกต์ใช้เป็นเคลือบบนกระจกภายในอาคารบ้านเรือนเช่น ห้องน้ำหรือห้องครัว เป็นต้นได้

5. กิตติกรรมประกาศ (Acknowledgement)

ขอขอบคุณกองวัสดุวิศวกรรม กรมวิทยาศาสตร์บริการที่สนับสนุนให้จัดทำกิจกรรมวิจัยเรื่องการสังเคราะห์ฟิล์มบางเคลือบผิวกระจกด้วยกระบวนการโซล-เจลเพื่อสมบัติความทนทานต่อสภาพอากาศ ในปี 2560 ซึ่งงานวิจัยนี้เป็นส่วนหนึ่งของกิจกรรมวิจัยดังกล่าว

6. เอกสารอ้างอิง (References)

- [1] PURCAR, V., I. STANMATIN, O. CINTEZA, C. PRTCUI, V. RADITOIU, M. GHIUREA, T. MICLAUS and A. ANDRONIE. Fabrication of Hydrophobic and Antireflective Coatings Base on Hybrid Silica Films by Sol-Gel Process. *Surface & Coatings Technology*. 2012, 206, 4449-4454.
- [2] GAO, L. and J. HE. A Facile Dip-Coating Approach Based on Three Silica Sols to Fabrication of Broadband Antireflective Superhydrophobic Coating. *Journal of Colloid and Interface Science*. 2013, 400, 24-30.
- [3] WANG, S.D. and S.S. LUO. Fabrication of Transparent Superhydrophobic Silica-Based Film on a Glass Substrate. *Applied Surface Science*. 2012, 258, 5443-5450.
- [4] RAMEZANI, M., M.R. VAEZI and A. KAZEMZADEH. Preparation of Silane-Functionalized Silica Film via Two-Step Dip Coating Sol-Gel and Evaluation of Their Surperhydrophobic Properties. *Appiled Surface Science*. 2014, 317, 147-153.
- [5] KUMAR, D., X. Wu., Q. Fu., J.W.C. Ho., and P.D. KANHERE. Hydrophobic Sol-Gel Coating Based on Polydimethylsiloxane for Self-Cleaning Application. *Materials and Design*. 2015, 86, 855-862.
- [6] PRERTKAEW, T., et al. Effect of Sol-Gel Processing Parameters on Properties of TEOS-SiO₂-PDMS Film. *Suranaree J. Sci. Technol*. 2012, 19(4), 237-249.

การยืดอายุการเก็บรักษาฝอยทองสด โดยใช้สารให้ความหวานทดแทนน้ำตาล

Shelf-life extension of Foi Thong by using sweeteners

ชนิษฐา อินทรประสิทธิ์^{1*}, ปัญญศ มงคลชาติ¹, ลลิตา ชูแก้ว¹, ธีรพงศ์ เพ็งคำ¹, สุทธชยา ชื่นวัฒนา¹
Khanittha Inprasit¹, Panyot Mongkonchart¹, Lalita Chookaew¹,
Theerapong Pengkham¹, Sutachaya Chuenwattana¹

บทคัดย่อ

ฝอยทองเป็นของหวานที่มีเอกลักษณ์ทางวัฒนธรรมประจำชาติ ฝอยทองประกอบด้วยไข่ น้ำตาลเป็นส่วนใหญ่ ส่วนประกอบเหล่านี้ทำให้ฝอยทองมีความชื้นสูง เกิดการเสื่อมเสียเนื่องจากจุลินทรีย์ได้ง่ายมีอายุการเก็บรักษาที่สั้นงานวิจัยนี้จึงมีวัตถุประสงค์เพื่อยืดอายุการเก็บรักษาฝอยทองสด โดยใช้สารให้ความหวานทดแทนน้ำตาล โดยศึกษาผลของชนิดและปริมาณสารให้ความหวานทดแทนน้ำตาลร่วมกับการศึกษาอายุการเก็บรักษาและการยอมรับของผู้บริโภค ในการศึกษานี้ได้ใช้สารให้ความหวานทดแทนน้ำตาลทราย 4 ชนิด คือ ซอร์บิทอล มอลทิทอล ไอโซมอลท์และแมนนิทอล ที่ระดับร้อยละ 25, 50, 75 และ 100 ของแต่ละชนิด ตามลำดับเปรียบเทียบกับสูตรควบคุม โดยวิเคราะห์ผลการทดลองด้วยวิธีการวิเคราะห์ความแปรปรวน (Analysis of Variance, ANOVA) และเปรียบเทียบค่าเฉลี่ยด้วยวิธี Duncan New's Multiple Range Test ที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 พบว่าการใช้สารให้ความหวานทดแทนน้ำตาลในปริมาณที่เพิ่มขึ้น มีแนวโน้มทำให้ฝอยทองสดมีปริมาณความชื้นและค่าวอเตอร์แอคทีวิตีลดลงค่าความสว่าง (L^*) ไม่แตกต่างจากสูตรควบคุม ค่าสีแดง (a^*) มีค่าเพิ่มขึ้น ค่าสีเหลือง (b^*) มีค่าลดลง และยังทำให้ฝอยทองสดมีลักษณะเนื้อสัมผัสที่มีความแข็งแรง (Tensile strength) ความยืดตัว (Extensibility) และความเหนียว (Toughness) เพิ่มขึ้น จากการทดสอบทางประสาทสัมผัส พบว่า ผู้บริโภคชอบผลิตภัณฑ์ฝอยทองสดที่มีการใช้ซอร์บิทอลทดแทนน้ำตาลทรายที่ร้อยละ 100 จึงนำมาศึกษาผลของการยืดอายุการเก็บรักษาผลิตภัณฑ์ฝอยทองสด พบว่าการใช้ซอร์บิทอลทดแทนน้ำตาลทรายที่ร้อยละ 100 สามารถยืดอายุการเก็บรักษาฝอยทองสดที่อุณหภูมิห้องได้นานขึ้นจากเดิม 4 วัน เป็นมากกว่า 1 สัปดาห์ โดยที่ผลิตภัณฑ์เป็นที่ยอมรับของผู้บริโภค

Abstract

Foi Thong is a dessert of National identity. The main ingredients are egg and sugar which resulted in high moisture, microorganism deterioration, and short shelf-life. The objectives of this research were 1) to study of types and quantities of sweeteners on the qualities of Foi Thong and 2) to study of method to extend the shelf-life of Foi Thong by using sweeteners. The sweeteners including sorbital, maltitol, isomalt and mannitol were added to replace sugar at the level of 25, 50, 75, and 100% as compared with control. Analyzing data using analysis of variance (ANOVA) and the mean score was compared in pair with Duncan's New Multiple Range Test. The confidence level was at 95%. It was found that addition of the sweeteners with higher replacement tended to have higher a^* , tensile strength, extensibility, toughness and without affecting L^* . Foi Thong had lower b^* , moisture content and water activity. Sensory testing showed that consumers prefer Foi Thong by using sorbital to replace sugar at the level of 100%. Furthermore, study of method to extend the shelf-life of Foi Thong, it was found that using sorbital to replace sugar at the level of 100%, its increased the shelf-life from 4 days to more than 1 week at room temperature that product qualities were accepted from consumer.

คำสำคัญ: ฝอยทอง สารให้ความหวาน การยืดอายุ

Keywords: Foi Thong, Sweetener, Shelf- life extension

¹ กรมวิทยาศาสตร์บริการ

^{*} E-mail address: khanittha@dss.go.th

1. บทนำ (Introduction)

ขนมไทยเป็นของหวานที่มีเอกลักษณ์ทางวัฒนธรรมประจำชาติ สามารถเป็นจุดขายของสินค้าท้องถิ่น เกิดการเชื่อมโยงเข้ากับอุตสาหกรรมการท่องเที่ยวของไทยจึงอยู่ในกระแสความนิยมมาโดยตลอดร่วมกับรัฐบาลมีนโยบายสนับสนุนขนมไทยเนื่องจากเห็นว่าขนมไทยเป็นผลิตภัณฑ์อีกกลุ่มที่น้ำจะมีการพัฒนาเป็นอุตสาหกรรมที่สามารถขยายตลาดได้ทั้งในประเทศและต่างประเทศ พร้อมกับการยกระดับคุณภาพให้ได้มาตรฐานและความปลอดภัยระดับประเทศไปถึงระดับสากล

ฝอยทองเป็นของหวานมีเอกลักษณ์เฉพาะตัวทั้งในด้านกลิ่นรสชาติและรูปลักษณ์ ฝอยทองมีลักษณะเป็นเส้นสีทอง ทำจากไข่แดงของไข่เป็ดหรือไข่ไก่ เคี้ยวในน้ำเชื่อม [1] จึงสามารถสร้างเป็นจุดขายของสินค้าท้องถิ่น แต่เนื่องจากฝอยทองมีอายุการเก็บรักษาที่สั้น เนื่องจากส่วนประกอบหลักคือ ไข่ ไข่แดง และน้ำตาล ทำให้ฝอยทองสดมีความชื้นสูง เกิดการเสื่อมเสียจากจุลินทรีย์ได้ง่าย ดังนั้น หากต้องการยืดอายุการเก็บรักษาผลิตภัณฑ์ฝอยทองสดจึงต้องคำนึงถึงการลดปริมาณน้ำในอาหาร หรือลดปริมาณวอเตอร์แอกทิวิตี (a) ในผลิตภัณฑ์ลง ซึ่งอาจทำได้โดยการเติมสารในกลุ่มดูดความชื้น (Humectant) มีคุณสมบัติในการช่วยลดค่า a ของอาหาร ได้แก่ สารกลุ่มพอลิไฮดรอกซ์แอลกอฮอล์ เช่น ซอร์บิทอล เป็นต้น เป็นอีกทางเลือกหนึ่งที่ช่วยพัฒนาผลิตภัณฑ์ฝอยทองสดให้มีคุณภาพเป็นที่ยอมรับของผู้บริโภค เป็นการเพิ่มมูลค่าให้กับผลิตภัณฑ์และยังทำให้สะดวกต่อการผลิตในปริมาณที่มากขึ้น ดังนั้น งานวิจัยนี้จึงมีเป้าหมายเพื่อยืดอายุการเก็บรักษา

ผลิตภัณฑ์ฝอยทองสดให้นานขึ้น และเป็นแนวทางในการเพิ่มช่องทางการขยายตลาดผลิตภัณฑ์ขนมไทยให้กว้างขึ้น

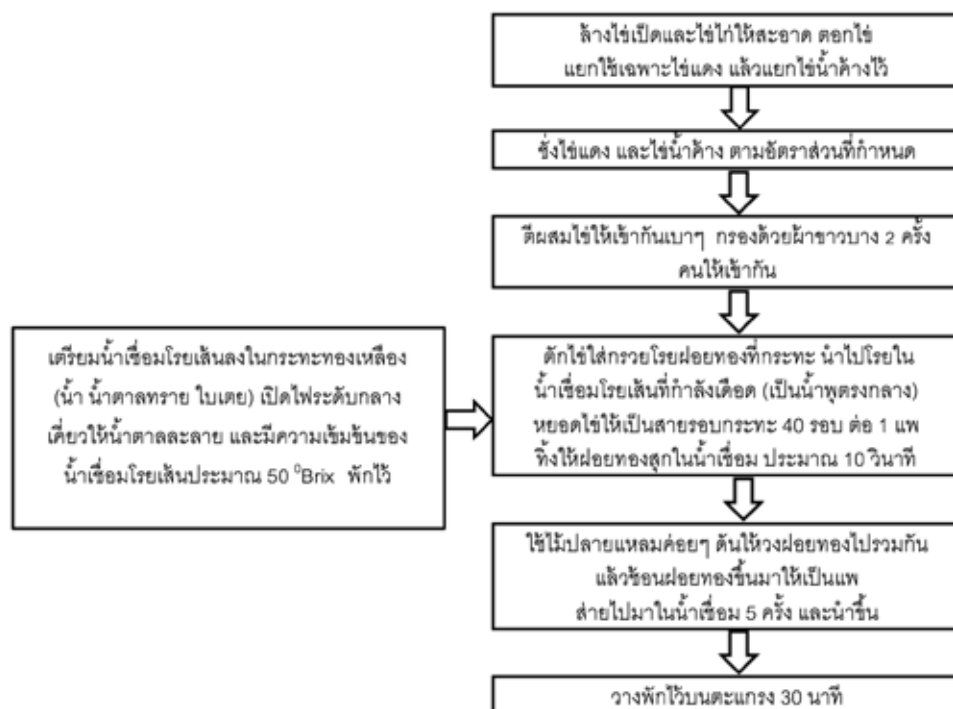
2. วิธีการวิจัย (Experimental)

2.1 การเตรียมวัตถุดิบ และการตรวจสอบคุณภาพผลิตภัณฑ์เบื้องต้น

ทำการผลิตผลิตภัณฑ์ฝอยทองสด ที่มีอัตราส่วน ไข่แดงของไข่เป็ด และไข่แดงของไข่ไก่ 30 : 70 และใช้น้ำคั่ง 12% ของไข่แดงที่ใช้ทั้งหมด ส่วนผสมน้ำเชื่อมโรยเส้น (สำหรับโรยไข่แดงให้สุกเป็นเส้นฝอยทอง) ดังตารางที่ 1 และทำตามวิธีการผลิตใน รูปที่ 1 จากนั้นนำผลิตภัณฑ์ฝอยทองสดที่ผลิตได้ไปตรวจสอบคุณภาพผลิตภัณฑ์เบื้องต้นโดยอ้างอิงตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์ชุมชน เรื่อง ขนมไทย (มผช.1/2552) [2]

ตารางที่ 1 แสดงส่วนผสมที่ใช้ทำน้ำเชื่อมโรยเส้น (สำหรับโรยไข่แดงให้สุกเป็นเส้นฝอยทอง)

ส่วนผสม	ปริมาณที่ใช้ (g)
น้ำตาลทราย	350
น้ำ	350
ใบเตย	6



รูปที่ 1 แผนภูมิกระบวนการผลิตฝอยทองสด

2.2 ศึกษาผลของชนิดและปริมาณสารให้ความหวานทดแทนน้ำตาล ต่อคุณภาพของผลิตภัณฑ์ฟอยทองสด

การศึกษาค้นคว้าของชนิดและปริมาณสารให้ความหวานทดแทนน้ำตาลต่อคุณภาพของผลิตภัณฑ์ฟอยทองสด แบ่งการทดลองออกเป็น 17 สูตร ทำการผลิตฟอยทองสดในแต่ละสูตรโดยเตรียมตัวอย่างตามวิธีการผลิตในข้อ 2.1 โดยมีการใช้สารให้ความหวานทดแทนน้ำตาลทรายในสูตรของน้ำเชื่อมโรยเส้นที่แตกต่างกัน 4 ชนิด คือ ซอร์บิทอล มอลทิทอล ไอโซมอลท์ และแมนนิทอล แต่ละชนิดทดแทนน้ำตาลทราย 5 ระดับ ได้แก่ ร้อยละ 0 (Control), 25, 50, 75 และ 100 ตามลำดับ ดังตารางที่ 2 โดยที่ระดับร้อยละ 25, 50, 75 และ 100 มีการเติมชูคราโลส เพื่อปรับให้ได้ความหวานเท่ากับน้ำตาลทรายในสูตรต้นแบบ (คำนวณจากค่า Relative sweetness ของชูคราโลส และชูคราโลส) ในขณะที่คงชนิดและปริมาณของส่วนผสมอื่นๆ เช่น ไข่แดงของไข่ไก่ ไข่แดงของไข่เป็ด ไข่ น้ำคั้น ไข่ตามเดิม ซึ่งจะนำไปวิเคราะห์ทดสอบทางด้านกายภาพ ทางด้านเคมีและคุณภาพทางประสาทสัมผัสต่อไป

2.2.1 คุณภาพทางกายภาพและเคมี

-ปริมาณความชื้น โดยเครื่องวัดความชื้น บริษัท

Diethelm รุ่น Mettler LP16 ประเทศสวิตเซอร์แลนด์
-ค่าวอเตอร์แอคทิวิตี้ (Water activity) บริษัท Scientific Promotion จำกัด รุ่น LabPartner ประเทศสวิตเซอร์แลนด์

-ค่าสี โดยเครื่อง Hunter lab Colorimeter บริษัท Color Global รุ่น Miniscan EZ ประเทศอเมริกา

-ลักษณะเนื้อสัมผัส โดยใช้เครื่อง Texture Analyzer บริษัท Chapra Techcenter รุ่น TA-XTplus ประเทศอังกฤษ

2.2.2 คุณภาพทางประสาทสัมผัส (การประเมินความชอบของผู้บริโภค)

การประเมินคุณภาพทางประสาทสัมผัส ด้วยการประเมินแบบ 9-point hedonic scale ใช้วิธีทดสอบแบบให้คะแนนความชอบ หรือ Hedonic Scaling 1 ถึง 9 (1 = ไม่ชอบมากที่สุด และ 9 = ชอบมากที่สุด) โดยทดสอบปัจจัยคุณภาพในเรื่องลักษณะเนื้อสัมผัสในด้านลักษณะปรากฏ สี รสชาติ กลิ่น และความชอบโดยรวมเปรียบเทียบกับสูตรควบคุม (สูตรไม่มีการเติมสารให้ความหวานทดแทนน้ำตาลในน้ำเชื่อมโรยเส้นของฟอยทองสด) โดยการประจักษ์ร่วมกับผู้ประกอบการขนมไทยเพื่อคัดเลือกสูตร

ตารางที่ 2 ปริมาณการใช้สารให้ความหวานที่ใช้น้ำตาลแอลกอฮอล์ น้ำตาลทราย ชูคราโลส ในน้ำเชื่อมโรยเส้นสำหรับผลิตฟอยทองสด

ระดับการแทนที่ (%)	ส่วนผสม	ปริมาณที่ใช้ (g)			
		sorbitol	maltitol	isomalt	mannitol
25%	น้ำตาลทราย	262.50	262.50	262.50	262.50
	น้ำตาลแอลกอฮอล์	87.50	87.50	87.50	87.50
	ชูคราโลส	0.0583	0.0292	0.0875	0.0729
	น้ำ	350.00	350.00	350.00	350.00
50%	น้ำตาลทราย	175.00	175.00	175.00	175.00
	น้ำตาลแอลกอฮอล์	175.00	175.00	175.00	175.00
	ชูคราโลส	0.1167	0.0583	0.1750	0.1458
	น้ำ	350.00	350.00	350.00	350.00
75%	น้ำตาลทราย	87.50	87.50	87.50	87.50
	น้ำตาลแอลกอฮอล์	262.50	262.50	262.50	262.50
	ชูคราโลส	0.1750	0.0875	0.2625	0.2188
	น้ำ	350.00	350.00	350.00	350.00
100%	น้ำตาลทราย	0.00	0.00	0.00	0.00
	น้ำตาลแอลกอฮอล์	350.00	350.00	350.00	350.00
	ชูคราโลส	0.2333	0.1167	0.3500	0.2917
	น้ำ	350.00	350.00	350.00	350.00

2.3 การวางแผนการทดลองและวิเคราะห์ผลทางสถิติ

การวิเคราะห์ผลการทดลองด้วยวิธีวิเคราะห์ความแปรปรวน (Analysis of Variance, ANOVA) และเปรียบเทียบค่าเฉลี่ยด้วยวิธี Duncan New's Multiple Range Test ที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95

2.4 ศึกษาผลของการใช้สารให้ความหวานทดแทนน้ำตาลต่อการเจริญของจุลินทรีย์ของผลิตภัณฑ์ฟอยทองสด

การศึกษาผลของการใช้สารให้ความหวานทดแทนน้ำตาล ต่อการเจริญของจุลินทรีย์ของผลิตภัณฑ์ฟอยทองสด โดยการคัดเลือกสูตรที่เหมาะสม จากข้อ 2.2 โดยจะทำการพิจารณาจากสมบัติทางด้านกายภาพ ด้านเคมี และด้านคุณภาพทางประสาทสัมผัส เพื่อประเมินความชอบของผู้บริโภคโดยการประชุมร่วมกับผู้ประกอบการขนมไทย เพื่อใช้ในการศึกษาผลของการใช้สารให้ความหวานทดแทนน้ำตาล เพื่อยืดอายุการเก็บรักษาผลิตภัณฑ์ฟอยทองสดเปรียบเทียบกับสูตรควบคุมที่ไม่มีการใช้สารให้ความหวาน ร่วมกับการวิเคราะห์ทดสอบทางด้านจุลินทรีย์ ทุกๆ 4 วัน เป็นเวลาไม่น้อยกว่า 1 สัปดาห์ อ้างอิงตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์ชุมชน เรื่องขนมไทย (มผช.1/2552) [2]

3. ผลและวิจารณ์ (Results and discussion)

3.1 การเตรียมวัตถุดิบ และการตรวจสอบคุณภาพผลิตภัณฑ์เบื้องต้น

ผลการตรวจสอบคุณภาพผลิตภัณฑ์ฟอยทองสดเบื้องต้น พบว่า ผลิตภัณฑ์ฟอยทองสดผ่านตามเกณฑ์ที่มาตรฐานผลิตภัณฑ์ชุมชน เรื่องขนมไทย (มผช. 1/2552) [2] กำหนด ดังตารางที่ 3

ตารางที่ 3 แสดงผลการทดสอบทางด้านจุลินทรีย์ และวัตถุเจือปนอาหารของผลิตภัณฑ์ฟอยทองสด

รายการทดสอบ	ค่ามาตรฐาน	ปริมาณเชื้อจุลินทรีย์ของผลิตภัณฑ์ฟอยทองสด สูตรควบคุม
เชื้อจุลินทรีย์		
Total viable plate count (CFU/g)	$\leq 1 \times 10^6$	15
<i>Escherichia coli</i> (MPN/g)	<3	<3.0
<i>Salmonella</i> spp. (MPN/g)	ไม่พบ	ไม่พบ
<i>Staphylococcus aureus</i> (CFU/g)	≤ 100	<10

<i>Bacillus cereus</i> (CFU/g)	≤ 100	<10
Yeast (CFU/g)	$\leq 1 \times 10^4$	<10
Mold (CFU/g)	≤ 500	<10
วัตถุเจือปนอาหาร		
Benzoic Acid (mg/kg)	500	ไม่พบ
Sorbic Acid (mg/kg)	1000	ไม่พบ
สีสังเคราะห์ (mg/kg)	ใช้ได้ตามชนิดและปริมาณที่กฎหมายกำหนด	ไม่พบ

3.2 ผลของชนิดและปริมาณสารให้ความหวานทดแทนน้ำตาล ต่อคุณภาพของผลิตภัณฑ์ฟอยทองสด

3.2.1 ผลของการใช้สารให้ความหวานทดแทนน้ำตาลต่อลักษณะทางกายภาพของฟอยทองสด

ลักษณะปรากฏของผลิตภัณฑ์ฟอยทองสดทั้ง 17 สูตร ได้ผลฟอยทองสดที่มีลักษณะปรากฏ ดังรูปที่ 2 (ก-ง) ผลการทดสอบพบว่าเมื่อทดแทนน้ำตาลด้วยซอร์บิทอล ในระดับที่ 25% และ 50% เส้นฟอยทองมีลักษณะกลมสวย และสีเส้นใกล้เคียงกับสูตรควบคุม (สูตรควบคุม คือ มีระดับการทดแทนน้ำตาล 0% หรือ ไม่มีการใช้สารให้ความหวาน) สำหรับการใส่ซอร์บิทอลทดแทนน้ำตาลในระดับ 75% และ 100% เส้นฟอยทองมีลักษณะค่อนข้างแบน เส้นติดกัน และเกาะกันเป็นกลุ่ม เนื้อสัมผัสของเส้นฟอยทองนุ่มขึ้น ส่วนสีของเส้นฟอยทองใกล้เคียงกับสูตรควบคุม ดังรูปที่ 2(ก) ทั้งนี้ เกิดจากการเปลี่ยนแปลงสภาพของโปรตีนขณะได้รับความร้อน (ขณะโรยไข่แดงในน้ำเชื่อม) โปรตีนจะจับกันด้วยพันธะไฮโดรเจน พันธะไฮโดรโฟบิก และพันธะไดซัลไฟด์ ระหว่างโมเลกุลของโปรตีน [3] ซึ่งจุดเดือดของน้ำเชื่อมส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงสภาพของโปรตีน ไข่แดงเกิดการแข็งตัวที่อุณหภูมิ 65°C ถ้าใช้อุณหภูมิสูงจะทำให้โปรตีนในไข่แดงแข็งตัวได้ดี [4] แต่น้ำตาลแอลกอฮอล์ทำให้อุณหภูมิจุดเดือดของน้ำเชื่อมปรับสูงขึ้น การเปลี่ยนแปลงสภาพของโปรตีนช้าลง [5] จึงทำให้โปรตีนในไข่แดงสุกช้า เห็นได้จากขณะโรยเส้นฟอยทองในน้ำเชื่อมที่มีการใช้สารให้ความหวานทดแทนน้ำตาลพบว่า เมื่อโรยเส้นฟอยทองอย่างต่อเนื่องทำให้ได้เส้นฟอยทองที่แบนและจับกันเป็นก้อน เนื่องจากฟอยทองเส้นแรกยังไม่สุกดี จากรูปที่ 2 (ข) เมื่อทดแทนน้ำตาลทรายด้วยมอลทิทอล ในระดับที่ 25% ได้เส้นฟอยทองมีลักษณะกลม เส้นสวย และสีเส้นใกล้เคียงกับสูตรควบคุม แต่การทดแทนน้ำตาลทรายด้วยมอลทิทอล ในระดับที่ 50% 75% และ 100% ได้เส้นฟอยทองที่ค่อนข้างแบนและจับกันเป็นก้อน จากรูปที่ 2 (ค) เมื่อทดแทนน้ำตาล

ทรายด้วยไอโซมอลท์ในระดับที่ 75% และ 100% เส้นฝอยทองมีลักษณะเส้นจับกันเป็นก้อน และแข็งกระด้าง มีผลให้น้ำตาลเกิดขึ้นจากการตกผลึกของไอโซมอลท์ จากรูปที่ 2 (ง) การทดแทนน้ำตาลทรายด้วยแมนนิทอลในระดับที่ 50% 75% และ 100% เส้นฝอยทองมีลักษณะเส้นจับกันเป็นก้อน และแข็ง

กระด้าง ขาดง่าย เกิดการตกผลึกของแมนนิทอล เนื่องจากความสามารถในการละลายน้ำของไอโซมอลท์ และแมนนิทอลน้อยมากเมื่อเทียบกับน้ำตาลแอลกอฮอล์ชนิดอื่น [6] จึงเป็นสาเหตุให้ตกผลึกได้ง่าย ยิ่งในระดับความเข้มข้นที่เพิ่มขึ้นการตกผลึกของแมนนิทอลยิ่งเพิ่มมากขึ้น



ร้อยละ 0 (Control)

ร้อยละ 25

ร้อยละ 50

ร้อยละ 75

ร้อยละ 100

รูปที่ 2 (ก) ลักษณะปรากฏของฝอยทองที่ซอร์บิทอลทดแทนน้ำตาลทรายในระดับต่างกัน



ร้อยละ 0 (Control)

ร้อยละ 25

ร้อยละ 50

ร้อยละ 75

ร้อยละ 100

รูปที่ 2 (ข) ลักษณะปรากฏของฝอยทองที่มอลทิทอลทดแทนน้ำตาลทรายในระดับต่างกัน



ร้อยละ 0 (Control)

ร้อยละ 25

ร้อยละ 50

ร้อยละ 75

ร้อยละ 100

รูปที่ 2 (ค) ลักษณะปรากฏของฝอยทองที่ไอโซมอลท์ทดแทนน้ำตาลทรายในระดับต่างกัน



ร้อยละ 0 (Control)

ร้อยละ 25

ร้อยละ 50

ร้อยละ 75

ร้อยละ 100

รูปที่ 2 (ง) ลักษณะปรากฏของฝอยทองที่แมนนิทอลทดแทนน้ำตาลทรายในระดับต่างกัน

รูปที่ 2 ลักษณะปรากฏของฝอยทองสดที่ใช้ชนิดและปริมาณสารให้ความหวานทดแทนน้ำตาลทรายต่างชนิดในปริมาณต่างๆ

3.2.2 ผลของการใช้สารให้ความหวานทดแทนน้ำตาลต่อปริมาณความชื้น (Moisture content) ของฝอยทองสด

จากผลการทดลอง การใช้สารให้ความหวานมีผลต่อปริมาณความชื้นในผลิตภัณฑ์ฝอยทองสด พบว่าเมื่อทดแทนระดับน้ำตาลทรายในปริมาณเพิ่มขึ้น ฝอยทองสดมีปริมาณความชื้นลดลงแต่มีปริมาณความชื้นมากกว่าสูตรควบคุมอย่างมีนัยสำคัญ และเมื่อเปรียบเทียบการใช้สารให้ความหวานต่างชนิดกันทดแทนน้ำตาลทรายในระดับเดียวกัน พบว่า การใช้สารให้ความหวานต่างชนิดกัน ปริมาณความชื้นไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ เนื่องจากตัวผลิตภัณฑ์ฝอยทองสดมีปริมาณน้ำในตัวผลิตภัณฑ์มาก การเติมสารให้ความหวานปริมาณน้อยจึงไม่มีผลแต่อย่างใด แต่พบว่า การใช้ซอร์บิทอลทดแทนน้ำตาลทรายปริมาณความชื้นของฝอยทองสดน้อยกว่าการใช้สารให้ความหวานชนิดอื่น ดังตารางที่ 4

ตารางที่ 4 ปริมาณความชื้น (Moisture content) ของฝอยทองสดที่เติมสารให้ความหวานทดแทนน้ำตาลทรายแตกต่างกัน

สารให้ความหวาน	ระดับการทดแทนน้ำตาลทราย				
	0%	25%	50%	75%	100%
Sorbitol	19.89±0.83 ^{aC}	24.65±0.90 ^{bA}	24.26±0.23 ^{bA}	21.61±0.09 ^{bB}	21.39±0.75 ^{bB}
Maltitol	19.98±0.86 ^{aC}	27.09±0.34 ^{aA}	24.93±1.10 ^{bB}	24.53±0.77 ^{aB}	25.36±0.07 ^{aB}
Isomalt	19.91±0.79 ^{aC}	26.52±0.43 ^{aA}	24.54±0.53 ^{bB}	24.15±0.27 ^{aB}	*
Mannitol	19.87±0.75 ^{aB}	26.70±1.03 ^{aA}	27.03±1.42 ^{aA}	*	*

หมายเหตุ ตัวอักษรเล็กกำกับค่าเฉลี่ยตามแนวตั้ง หรือตัวอักษรพิมพ์ใหญ่กำกับค่าเฉลี่ยตามแนวนอนที่แตกต่างกัน แสดงถึงความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ ($P < 0.05$) * ไม่เป็นเส้นฝอยทอง

3.2.3 ผลของการใช้สารให้ความหวานทดแทนน้ำตาลทรายต่อค่า Water activity (a_w) ของฝอยทองสด

จากผลการทดลอง การใช้สารให้ความหวานมีผลต่อค่า a_w ในผลิตภัณฑ์ฝอยทองสด พบว่า เมื่อทดแทนระดับน้ำตาลทรายในปริมาณที่เพิ่มขึ้น ค่า a_w ของฝอยทองสดมีแนวโน้มลดลง และเมื่อเปรียบเทียบการใช้สารให้ความหวานต่างชนิดกัน ทดแทนน้ำตาลทรายในระดับเดียวกัน พบว่า การใช้ซอร์บิทอลทดแทนน้ำตาลทราย ค่า a_w ของฝอยทองสดน้อยกว่าการใช้สารให้ความหวานชนิดอื่น ดังตารางที่ 5 เนื่องจากซอร์บิทอลเป็นสารฮิวเมกแทนท์ (Humectant) เมื่อถูกเติมในอาหารเป็นสาเหตุให้ความชื้นของสารละลายในอาหารลดลงทำให้อาหารมีค่า a_w ลดลง หรือเป็นการลดปริมาณน้ำในอาหารลง [7]

ตารางที่ 5 ค่า Water activity (a_w) ของฝอยทองที่เติมสารให้ความหวานทดแทนน้ำตาลทรายแตกต่างกัน

สารให้ความหวาน	ระดับการทดแทนน้ำตาลทราย				
	0%	25%	50%	75%	100%
Sorbitol	0.727±0.003 ^{aBC}	0.734±0.002 ^{aA}	0.731±0.005 ^{bAB}	0.722±0.004 ^{bC}	0.716±0.002 ^{bD}
Maltitol	0.728±0.006 ^{aB}	0.739±0.005 ^{aA}	0.732±0.003 ^{bB}	0.731±0.002 ^{aB}	0.729±0.005 ^{aB}
Isomalt	0.727±0.004 ^{aC}	0.738±0.002 ^{aA}	0.734±0.004 ^{bAB}	0.730±0.001 ^{aBC}	*
Mannitol	0.727±0.002 ^{aB}	0.738±0.004 ^{aA}	0.740±0.002 ^{aA}	*	*

หมายเหตุ ตัวอักษรเล็กกำกับค่าเฉลี่ยตามแนวตั้ง หรือตัวอักษรพิมพ์ใหญ่กำกับค่าเฉลี่ยตามแนวนอนที่แตกต่างกัน แสดงถึงความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ ($P < 0.05$) * ไม่เป็นเส้นฝอยทอง

3.2.4 ผลของการใช้สารให้ความหวานทดแทนน้ำตาลต่อค่าสี (Color) ของฝอยทองสดจากการทดลอง

จากตารางที่ 6 ค่า L^* แสดงถึงความขาว หรือ ความสว่างของฝอยทองสด ถ้าค่า L^* มาก แสดงว่าฝอยทองสดมีความสว่างมาก แต่ถ้าค่า L^* น้อย แสดงว่าฝอยทองสดมีความสว่างน้อย จากผลการทดลอง พบว่า การใช้สารให้ความหวานทดแทนปริมาณน้ำตาลทรายในขนมฝอยทองสดไม่มีผลต่อค่า L^* มากนัก แต่เมื่อใช้สารให้ความหวานทดแทนปริมาณน้ำตาลทรายในปริมาณมากขึ้น ค่า L^* มีแนวโน้มเพิ่มขึ้น และเมื่อเปรียบเทียบการใช้สารให้ความหวานต่างชนิดกัน ค่า L^* ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ เนื่องจาก

การทำฝอยทองใช้ความร้อนระยะสั้น จึงไม่เกิดปฏิกิริยาเมลลาร์ด (Maillard reaction) มากพอที่ส่งผลต่อค่า L* ของฝอยทอง ยกเว้นเมื่อทดแทนน้ำตาลทรายด้วยแมนนิทอลที่ระดับ 25% และ 50% เนื่องจากเกิดการตกผลึกน้ำตาลของแมนนิทอล เป็นผลให้ฝอยทองขรุขระเกิดการกระจายแสง การสะท้อนของแสงมีมากขึ้น สีจึงจางลง [8]

ตารางที่ 6 ค่า L* ของฝอยทองที่เติมสารให้ความหวานทดแทนน้ำตาลทรายแตกต่างกัน

สารให้ความหวาน	ระดับการทดแทนน้ำตาลทราย				
	0%	25%	50%	75%	100%
sorbitol	52.43±0.38 ^{aB}	52.52±0.36 ^{bB}	52.75±0.12 ^{bB}	52.49±0.23 ^{bB}	53.47±0.09 ^{bA}
maltitol	52.67±0.69 ^{aB}	53.33±0.33 ^{bB}	53.23±0.23 ^{bB}	54.72±0.08 ^{aA}	54.17±0.02 ^{aA}
isomalt	52.30±0.75 ^{aB}	52.66±0.71 ^{bB}	52.67±0.39 ^{bB}	54.80±0.49 ^{aA}	*
mannitol	52.61±0.41 ^{aB}	55.09±0.08 ^{aA}	55.33±0.15 ^{aA}	*	*

หมายเหตุ ตัวอักษรเล็กกำกับค่าเฉลี่ยตามแนวตั้ง หรือตัวอักษรพิมพ์ใหญ่กำกับค่าเฉลี่ยตามแนวนอนที่แตกต่างกัน แสดงถึงความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ (P<0.05) * ไม่เป็นเส้นฝอยทอง

จากตารางที่ 7 ค่า a* แสดงถึงสีแดง-เขียว ถ้ามีค่า a* มากแสดงว่าฝอยทองสดมีแนวโน้มเป็นสีแดง ถ้ามีค่า a* น้อยแสดงว่าฝอยทองสดมีแนวโน้มเป็นสีเขียว พบว่า การใช้สารให้ความหวานทำให้ฝอยทองมีค่า a* เพิ่มขึ้น แสดงว่าฝอยทองมีแนวโน้มสีแดงมากขึ้น เมื่อเปรียบเทียบการใช้สารให้ความหวานต่างชนิดกันทดแทนน้ำตาลในระดับเดียวกัน พบว่า ค่า a* ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ สำหรับการใส่ซอร์บิทอลมีแนวโน้มทำให้ค่า a* น้อยกว่าการใช้สารให้ความหวานชนิดอื่นในทุกระดับการทดแทนด้วยน้ำตาลทราย

ตารางที่ 7 ค่า a* ของฝอยทองที่เติมสารให้ความหวานทดแทนน้ำตาลทรายแตกต่างกัน

สารให้ความหวาน	ระดับการทดแทนน้ำตาลทราย				
	0%	25%	50%	75%	100%
Sorbitol	18.71±0.09 ^{aA}	16.32±0.02 ^{bD}	16.56±0.12 ^{cC}	16.58±0.06 ^{bC}	16.79±0.12 ^{bB}
Maltitol	18.78±0.06 ^{aA}	16.65±0.02 ^{aD}	17.20±0.05 ^{aC}	17.14±0.02 ^{aC}	17.87±0.06 ^{aB}
Isomalt	18.74±0.02 ^{aA}	16.61±0.03 ^{aD}	16.97±0.01 ^{bC}	17.14±0.04 ^{aB}	*
Mannitol	18.76±0.05 ^{aA}	16.21±0.06 ^{cC}	16.47±0.05 ^{dB}	*	*

หมายเหตุ ตัวอักษรเล็กกำกับค่าเฉลี่ยตามแนวตั้ง หรือตัวอักษรพิมพ์ใหญ่กำกับค่าเฉลี่ยตามแนวนอนที่แตกต่างกัน แสดงถึงความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ (P<0.05) * ไม่เป็นเส้นฝอยทอง

จากตารางที่ 8 ค่า b* แสดงถึงสีเหลือง-น้ำเงิน ถ้ามีค่า b* มากฝอยทองสดมีแนวโน้มเป็นสีเหลืองแต่ถ้ามีค่า b* น้อยแสดงว่าฝอยทองสดมีแนวโน้มเป็นสีน้ำเงิน พบว่า การใช้สารให้ความหวานทำให้ฝอยทองสดมีค่า b* ลดลง หรือฝอยทองสดมีแนวโน้มสีเหลืองน้อยลง เมื่อเปรียบเทียบการใช้สารให้ความหวานต่างชนิดกันทดแทนน้ำตาลในระดับเดียวกัน พบว่าการใส่ซอร์บิทอล ทำให้ฝอยทองสดมีค่า b* มากที่สุด ทั้งนี้ เนื่องจากไข่แดงของไข่ไก่ประกอบด้วยรงควัตถุที่มีสีของกลุ่มแคโรทีนอยด์ให้สีเหลืองในไข่แดง จะเปลี่ยนสีเมื่อโดนความร้อนเป็นสีเขียวดำ [6] ซึ่งสารให้ความหวานแต่ละชนิดมีอุณหภูมิของจุดเดือดของน้ำเชื่อมต่างกันทำให้ส่งผลต่อสีของเส้นฝอยทองที่ต่างกัน

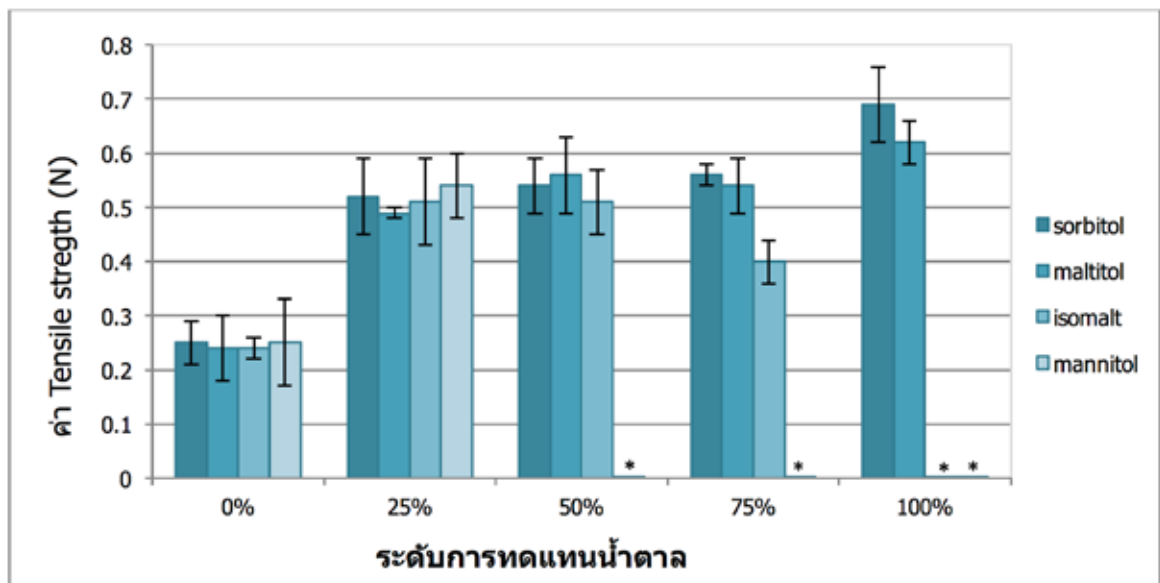
ตารางที่ 8 ค่า b* ของฝอยทองที่เติมสารให้ความหวานทดแทนน้ำตาลทรายแตกต่างกัน

สารให้ความหวาน	ระดับการทดแทนน้ำตาลทราย				
	0%	25%	50%	75%	100%
sorbitol	51.98±0.24 ^{aA}	49.77±0.08 ^{dB}	49.46±0.38 ^{cB}	48.81±0.25 ^{cC}	48.43±0.24 ^{bC}
maltitol	51.91±0.08 ^{aA}	51.61±0.07 ^{aAB}	51.23±0.23 ^{aB}	51.57±0.15 ^{aAB}	50.32±0.24 ^{aC}
isomalt	51.89±0.32 ^{aA}	51.07±0.08 ^{bB}	50.79±0.12 ^{bAB}	50.49±0.40 ^{bB}	*
mannitol	51.92±0.18 ^{aA}	50.15±0.14 ^{cB}	49.62±0.12 ^{cC}	*	*

หมายเหตุ ตัวอักษรเล็กกำกับค่าเฉลี่ยตามแนวตั้ง หรือตัวอักษรพิมพ์ใหญ่กำกับค่าเฉลี่ยตามแนวนอนที่แตกต่างกัน แสดงถึงความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ (P<0.05) * ไม่เป็นเส้นฝอยทอง

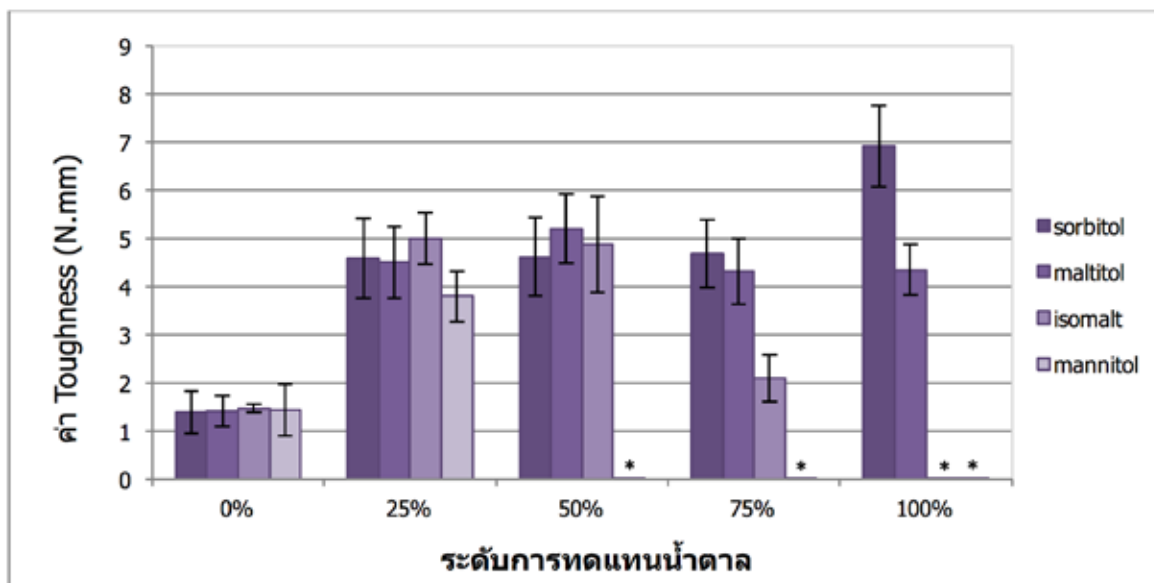
3.2.5 ผลของการใช้สารให้ความหวานทดแทนน้ำตาลต่อลักษณะเนื้อสัมผัส (Texture) ของฝอยทองสด

จากผลการทดลอง การใช้สารให้ความหวานทดแทนน้ำตาลต่อค่า Tensile strength (การทนต่อแรงดึง) แสดงถึงความแข็งแรงของเส้นฝอยทองสด ถ้ามี ค่า Tensile strength มากแสดงว่ามีความแข็งแรงมาก การใช้สารให้ความหวานทำให้ฝอยทองสดมีค่า Tensile strength มากกว่าสูตรควบคุมอย่างมีนัยสำคัญ และเมื่อทดแทนในปริมาณที่เพิ่มขึ้นทำให้ค่า Tensile strength เพิ่มขึ้นแสดงว่าเส้นฝอยทองสดมีความแข็งแรงมากขึ้น เมื่อเปรียบเทียบการใช้สารให้ความหวานต่างชนิดกันทดแทนน้ำตาลทรายในระดับเดียวกัน ไม่มีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญในทุกระดับการทดแทนด้วยน้ำตาลทราย ยกเว้นการใช้ซอร์บิทอลทดแทนที่ระดับ 100% และพบว่าการใช้ซอร์บิทอลมีแนวโน้มทำให้มีค่า Tensile strength มากกว่าการใช้สารให้ความหวานชนิดอื่น แสดงว่าเส้นฝอยทองมีความแข็งแรงมากขึ้น เนื่องจากน้ำตาลแอลกอฮอล์ที่มีโมเลกุลเล็ก (ซอร์บิทอล) สามารถแทรกตัวระหว่างพอลิเมอร์ของโปรตีน เกิดพันธะไฮโดรเจนเป็นพันธะที่มีความแข็งแรงทำให้เจลของโปรตีนมีความแข็งแรง เส้นฝอยทองจึงมีค่า Tensile strength สูง ถึงแม้ว่าน้ำตาลซูโครส มอลทิทอล และไอโซมอลที่มีขนาดโมเลกุลใกล้เคียงกัน แต่มอลทิทอล และไอโซมอลที่ถูกรีดิวซ์หมู่แอลดีไฮด์ไปเป็นหมู่ไฮดรอกซิลที่สามารถเกิดพันธะไฮโดรเจนระหว่างสายพอลิเมอร์ของโปรตีนได้ดีกว่า จึงทำให้มีค่า Tensile strength มากกว่าสูตรควบคุม ดังรูปที่ 3



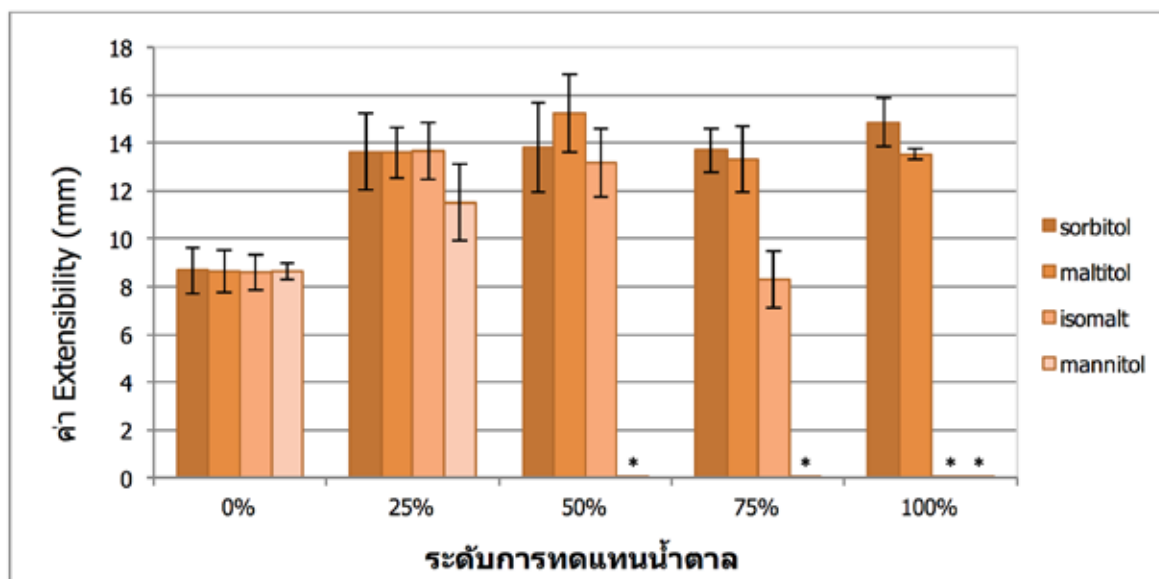
รูปที่ 3 ค่า Tensile strength (N) ของฝอยทองที่เติมสารให้ความหวานทดแทนน้ำตาลทรายแตกต่างกัน
หมายเหตุ * ไม่เป็นเส้นฝอยทอง

จากผลการทดลอง การใช้สารให้ความหวานทดแทนน้ำตาลต่อค่า Toughness (ความเหนียว) แสดงถึงความเหนียวของเส้นฝอยทองสด ถ้ามีค่า Toughness มากแสดงว่าเส้นฝอยทองมีความเหนียวมาก การใช้สารให้ความหวานทำให้ฝอยทองมีค่า Toughness มากขึ้น และเมื่อทดแทนในปริมาณเพิ่มขึ้นทำให้มีค่า Toughness เพิ่มขึ้นด้วย ยกเว้นการใช้โมลที่ทดแทนที่ระดับ 100% ส่วนการใช้ไอโซมอลที่ระดับ 75% และ ใช้แมนนิทอลที่ระดับ 50% ค่า Toughness ลดลงสอดคล้องกับค่า Extensibility ดังรูปที่ 4



รูปที่ 4 ค่า Toughness (N.mm) ของฝอยทองที่เติมสารให้ความหวานทดแทนน้ำตาลทรายแตกต่างกัน
หมายเหตุ * ไม่เป็นเส้นฝอยทอง

จากผลการทดลอง การใช้สารให้ความหวานทดแทนน้ำตาลต่อค่า Extensibility (การยืดตัว) แสดงถึงความยืดหยุ่นของเส้นฝอยทองสด ถ้ามีค่า Extensibility มากแสดงว่าเส้นฝอยทองมีความยืดหยุ่นมาก การใช้สารให้ความหวานทำให้ฝอยทองมีค่า Extensibility เพิ่มขึ้น และเมื่อทดแทนในปริมาณที่เพิ่มขึ้นทำให้มีค่า Extensibility เพิ่มขึ้นด้วย ยกเว้นการใช้ไอโซมอลที่ระดับ 100% และใช้แมนนิทอลที่ระดับ 50% ค่า Extensibility ลดลงเนื่องจากการตกผลึกของไอโซมอลและ แมนนิทอล ทำให้เจลของโปรตีนไข่แดงเกิดการฉีกขาด ส่งผลให้เส้นขนมมีความแข็งแต่เปราะ ขาดง่าย ดังรูปที่ 5



รูปที่ 5 ค่า Extensibility (mm) ของฝอยทองที่เติมสารให้ความหวานทดแทนน้ำตาลทรายแตกต่างกัน
หมายเหตุ * ไม่เป็นเส้นฝอยทอง

3.2.6 ผลของการใช้สารให้ความหวานทดแทนน้ำตาลต่อความชอบด้านประสาทสัมผัสของฝอยทอง

จากผลการทดสอบ พบว่าผู้ประกอบการขนมไทยเลือกการใช้ซอร์บิทอลทดแทนน้ำตาลทรายในระดับที่ 100% ในการผลิตผลิตภัณฑ์ฝอยทองสด เนื่องจากผลิตภัณฑ์ใกล้เคียงสูตรควบคุมทั้งด้านลักษณะของเส้น สี และเนื้อสัมผัสของฝอยทองสดใกล้เคียงกับสูตรพื้นฐาน

3.3 ผลของการใช้สารให้ความหวานทดแทนน้ำตาลต่อการเจริญของจุลินทรีย์ของผลิตภัณฑ์ฝอยทองสด

จากผลการทดลองของการใช้สารให้ความหวานทดแทนน้ำตาลต่อการเจริญของจุลินทรีย์ของผลิตภัณฑ์ฝอยทองสดพบว่า ฝอยทองสดสูตรควบคุม (ไม่มีการใช้สารให้ความหวาน) มีปริมาณเชื้อจุลินทรีย์ทั้งหมดเท่ากับ 15 CFU/g มีปริมาณเชื้อ *Escherichia coli*, *Salmonella spp.*, *Staphylococcus aureus*, *Bacillus cereus*, ยีสต์และรา อยู่ในเกณฑ์มาตรฐานกำหนด แต่มีแนวโน้มปริมาณจุลินทรีย์ที่เพิ่มขึ้นตลอดระยะเวลาการเก็บรักษาของผลิตภัณฑ์ฝอยทองสด โดยมีอายุการเก็บรักษาได้นาน 4 วัน ดังตารางที่ 9 และเมื่อเปรียบเทียบฝอยทองสดที่มีการใช้สารให้ความหวานทดแทนน้ำตาล พบว่า การใช้ซอร์บิทอลทดแทนน้ำตาลทรายที่ระดับร้อยละ 100 สามารถยืดอายุการเก็บรักษาผลิตภัณฑ์ฝอยทองสดที่อุณหภูมิห้องได้นานมากกว่า 1 สัปดาห์ ดังตารางที่ 9 โดยอ้างอิงจากผลการวิเคราะห์ทดสอบด้านจุลินทรีย์ตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์ชุมชน เรื่องขนมไทย (มพช. 1/2552) [2] เนื่องจากซอร์บิทอลช่วยลดปริมาณ a ดังตารางที่ 5 ส่งผลให้ปริมาณน้ำในผลิตภัณฑ์ฝอยทองสดลดลง เป็นสาเหตุทำให้อัตราการเจริญเติบโตของจุลินทรีย์ลดลงผลิตภัณฑ์ฝอยทองสดจึงสามารถเก็บได้นานขึ้น

ตารางที่ 9 แสดงผลการทดสอบจุลินทรีย์ ตามระยะเวลาของการเก็บรักษาผลิตภัณฑ์ฝอยทองสดสูตรควบคุม (ที่ไม่มีการเติมสารทดแทนน้ำตาล) และใช้ซอร์บิทอลทดแทนน้ำตาลในระดับร้อยละ 100

รายการทดสอบ	ปริมาณจุลินทรีย์ของผลิตภัณฑ์ฝอยทองสด							
	Control				100% Sorbitol			
	0 วัน	4 วัน	8 วัน	12 วัน	0 วัน	4 วัน	8 วัน	12 วัน
Total viable plate count (CFU/g)	15	4.4×10^3	*	*	$4.0 \times 10^{\text{est}}$	3.4×10^3	4.9×10^3	*
<i>Escherichia coli</i> (MPN/g)	< 3.0	< 3.0	*	*	< 3.0	< 3.0	< 3.0	< 3.0
<i>Salmonella spp.</i> (MPN/g)	ไม่พบ	ไม่พบ	*	*	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ
<i>Staphylococcus aureus</i> (CFU/g)	<10	<10	*	*	<10	<10	<10	<10
<i>Bacillus cereus</i> (CFU/g)	<10	<10	*	*	<10	<10	<10	5.0
Yeast (CFU/g)	<10	<10	*	*	$2.0 \times 10^{\text{est}}$	$2.1 \times 10^2 \text{est.}$	$5.8 \times 10^2 \text{est.}$	$1.3 \times 10^3 \text{est.}$
Mold (CFU/g)	<10	<10	*	*	<10	<10	4.6×10^2	*

หมายเหตุ * คือ ปริมาณจุลินทรีย์เกินมาตรฐานกำหนด

4. สรุป (Conclusion)

การใช้สารให้ความหวานทดแทนน้ำตาลทรายที่แตกต่างกัน 4 ชนิด คือ ซอร์บิทอล มอลทิทอล ไอโซมอลท์และแมนนิทอล แต่ละชนิดทดแทนน้ำตาลทรายที่ระดับร้อยละ 25, 50, 75 และ 100 ตามลำดับ พบว่าการใช้สารให้ความหวานทดแทนน้ำตาลในปริมาณที่เพิ่มขึ้นมีแนวโน้มทำให้ผลิตภัณฑ์ฟอยทองสดมีปริมาณความชื้นและค่าวอเตอร์แอกทีวิตีที่ลดลงมีความสว่าง (L^*) ไม่แตกต่างจากสูตรควบคุม ค่าสีแดง (a^*) มีค่าเพิ่มขึ้นค่าสีเหลือง (b^*) มีค่าลดลงและยังทำให้ฟอยทองสดมีลักษณะเนื้อสัมผัสมีความแข็งแรง (Tensile strength) ความยืดตัว (Extensibility) และความเหนียว (Toughness) เพิ่มขึ้นนอกจากนี้ พบว่าผู้บริโภคชอบผลิตภัณฑ์ฟอยทองสดที่มีการใช้ซอร์บิทอลทดแทนน้ำตาลทรายที่ระดับร้อยละ 100 จึงนำมาศึกษาผลของการยืดอายุการเก็บรักษาผลิตภัณฑ์ฟอยทองสด พบว่า การใช้ซอร์บิทอลทดแทนน้ำตาลทรายที่ร้อยละ 100 สามารถยืดอายุการเก็บรักษาผลิตภัณฑ์ฟอยทองสดที่อุณหภูมิห้องได้นานขึ้นจากเดิม 4 วัน เป็นมากกว่า 1 สัปดาห์ โดยอ้างอิงจากผลการวิเคราะห์ทดสอบด้านจุลินทรีย์ตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์ชุมชน เรื่องขนมไทย (มผช. 1/2552) [2] การพัฒนาการผลิตฟอยทองสด โดยการใช้สารให้ความหวานทดแทนน้ำตาลทราย ช่วยลดค่าความชื้นและค่าวอเตอร์แอกทีวิตีของฟอยทองสด ทำให้ชะลอการเจริญของจุลินทรีย์สามารถยืดอายุการเก็บรักษาผลิตภัณฑ์ฟอยทองสดได้นานขึ้น โดยคุณภาพของผลิตภัณฑ์เป็นที่ยอมรับของผู้บริโภค และเป็นการเพิ่มช่องทางในการขยายตลาดผลิตภัณฑ์ขนมไทยให้กว้างขึ้น

5. กิตติกรรมประกาศ (Acknowledgement)

คณะผู้วิจัยขอขอบคุณกรมวิทยาศาสตร์บริการที่ให้ทุนสนับสนุนงานวิจัย ขอขอบคุณกลุ่มงานคุณภาพทางประสาทสัมผัสในอาหาร ให้ความอนุเคราะห์เครื่องมือในการวิเคราะห์ทดสอบด้านเนื้อสัมผัส และค่าสี และขอบคุณกลุ่มผู้ประกอบการขนมไทยในลักษณะที่ให้ความอนุเคราะห์ตัวอย่างสำหรับงานวิจัยในครั้งนี้

6. เอกสารอ้างอิง (References)

- [1] นิธดา หงษ์วิวัฒน์. *เส้นทางขนมไทย*. กรุงเทพฯ : พิมพ์ดี, 2553. หน้า 110-111.
- [2] สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม. มผช. 1/2552. *มาตรฐานผลิตภัณฑ์ชุมชน ขนมไทย*. หน้า 1-4.
- [3] MORR, C. V. and E. Y. W. HA. Whey-protein concentrates and isolates-Processing and functional-properties. *CRC Critical Review in Food Science and Nutrition*. 1993, 33(6): 431-476.
- [4] LOWE, B. *Experimental cookery*. 4th ed. New York : John Wiley and Sons, 1955, 573 p.
- [5] LEE, J. C. and S. N. TIMASHEFF. The stabilization of proteins by sucrose. *Journal of Biological Chemistry*. 1981, 256(14): 7193-7201.
- [6] STADELMAN, W. J. and O. J. COTTERILL. *Egg Science and Technology*. 4th ed. New York : Food Produce Press, 1990, 591 p.
- [7] GHOSH, SANDSUDHA, M. L. A review on polyols: new frontier for health-based bakery products. *International Journal of Food Science and Nutrition*. 2012, 63, 1-8.
- [8] KINSELLA, J. E. Functional properties of food protein: thermal modification involving denaturation and gelation, In: *Research in Food and Nutrition Volume 5*. Kinsella, J. E. (editor). Dublin : Book Press, 1983, pp. 226-246.

การสังเคราะห์สีผงเซรามิกสีน้ำเงิน
สะท้อนรังสีอินฟราเรดใกล้ $\text{Co}_{1-x}\text{Mg}_x\text{Al}_2\text{O}_4$
The synthesis of near-infrared reflective blue ceramic
pigment of $\text{Co}_{1-x}\text{Mg}_x\text{Al}_2\text{O}_4$



พัฒนะ รักความสุข¹, สิทธิสุนทร สุโพธิณะ², ลดา พันธุ์สุขุมธนา³, ธีรศักดิ์ ตั้งกิตติมงคล¹
Pattana Rakkwamsuk¹, Sittisuntorn Supothina², Lada Pansukhumthana³, Teerasak Tangkittimasak¹

บทคัดย่อ

บทความนี้นำเสนอผลการสังเคราะห์สีผงเซรามิกสีน้ำเงินด้วยปฏิกิริยาของเซรามิกจากความร้อน (solid state reaction) จากโคบอลต์ออลูมิเนต (Cobalt aluminate) ที่เจือด้วยแมกนีเซียมออกไซด์ (Magnesium oxide) เพื่อเกิดเป็นสารประกอบอินทรีย์เชิงซ้อน (Complex inorganic compound pigment, CICP) $\text{Co}_{1-x}\text{Mg}_x\text{Al}_2\text{O}_4$ ที่ให้สีน้ำเงินและมีความสามารถในการสะท้อนรังสีอาทิตย์ช่วงอินฟราเรดใกล้ (Near infrared) ผงสีที่สังเคราะห์ได้สามารถใช้ประกอบเป็นผลิตภัณฑ์สีทาอาคารเพื่อสะท้อนรังสีอาทิตย์ และลดปริมาณความร้อนที่สะสมบนแผ่นหลังคา ส่งผลต่อการประหยัดพลังงานของระบบปรับอากาศ และช่วยเพิ่มสภาพสบายเชิงอุณหภูมิ (Thermal comfort) ภายในอาคาร การสังเคราะห์ผงสีทำโดยการบดผสม CoO MgO และ Al_2O_3 ที่สัดส่วนต่าง ๆ เพื่อเกิดปฏิกิริยาเป็นสารประกอบอินทรีย์ $\text{Co}_{1-x}\text{Mg}_x\text{Al}_2\text{O}_4$ โดยมีการแปรค่า x ระหว่าง 0 ถึง 1 และถูกเผาที่อุณหภูมิ 1,200 1,300 และ 1,400 องศาเซลเซียส แล้วนำมาล้าง อบ และบดจนได้เป็นผงสีเซรามิกสีน้ำเงิน สีของผงสี ซึ่งคำนวณจากระบบ $\text{CIE } L^* a^* b^*$ ไม่เปลี่ยนแปลงมากนักเมื่ออุณหภูมิเผาเปลี่ยนแปลง แต่แปรเปลี่ยนมากตามค่า x หรือ ตามปริมาณ MgO ที่เจือ และพบว่า สีจะเปลี่ยนจากสีน้ำเงินเข้มเป็นสีฟ้า เมื่อ x มีค่าเพิ่มขึ้น และจะเป็นสีขาวเมื่อ x มีค่าเท่ากับ 1 เมื่อทำการวิเคราะห์ค่าการสะท้อนรังสีอาทิตย์ พบว่าผงสีเซรามิกสีน้ำเงินที่มีสูตรสารประกอบ $\text{Co}_{0.2}\text{Mg}_{0.8}\text{Al}_2\text{O}_4$ มีความสามารถในการสะท้อนรังสีอาทิตย์ช่วงอินฟราเรดใกล้ได้ดี โดยค่าการสะท้อนมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อ x มีค่าเพิ่มขึ้น ซึ่งจากชุดตัวอย่างทั้งหมดพบว่า $\text{Co}_{0.2}\text{Mg}_{0.8}\text{Al}_2\text{O}_4$ เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 1,300 °C จะได้ผงสีน้ำเงินที่มีค่าการสะท้อนรังสีอินฟราเรดใกล้สูงสุด เท่ากับ 66.8%

คำสำคัญ: ผงสีสีน้ำเงิน ผงสีสะท้อนรังสีอาทิตย์ ผงสีสะท้อนรังสีอินฟราเรดใกล้ สารประกอบอินทรีย์เชิงซ้อน

¹ คณะพลังงานสิ่งแวดล้อมและวัสดุ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี

² ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ

³ กรมวิทยาศาสตร์บริการ

E-mail address: pattana.rak@kmutt.ac.th

Corresponding author. E-mail address: pattana.rak@kmutt.ac.th

Abstract

This paper presents the research and development of blue ceramic pigment synthesized by solid-state reaction of cobalt aluminate doped with magnesium oxide that formed complex inorganic compound pigment (CICP) of $\text{Co}_{1-x}\text{Mg}_x\text{Al}_2\text{O}_4$. The pigment offered shades of blue and high reflectivity in the near-infrared (NIR) region. The pigment can be used as a vehicle for a high solar reflective coating that reduces heat stored in building structures, promotes energy conservation in an air-conditioning system, and enhance human thermal comfort in the building. The synthesis was performed by ball-milling raw materials composed of CoO, MgO and Al_2O_3 at various compositions to reactively form $\text{Co}_{1-x}\text{Mg}_x\text{Al}_2\text{O}_4$ in the calcination process at 1,200, 1,300 and 1,400 °C, where x was varied between 0 and 1. The calcined compound was then washed, oven-dried and ground, that yielded powdered pigment with the shade of blue. The color of pigment, measured and computed in compliance with CIE L* a* b*, did not alter as the calcining temperature changed but varied significantly with x. As x increased, the color changed from deep blue to light blue and became white as x was equal to 1.0. The blue pigment possessed high solar reflectance in the NIR region. Its reflectance increased with x. It was found that the pigment synthesized with $x = 0.8$, $\text{Co}_{0.2}\text{Mg}_{0.8}\text{Al}_2\text{O}_4$, and calcined at 1,300 °C offered the highest NIR reflectance at 66.8%

Keywords: Blue pigment, Solar reflective pigment, Near-infrared reflective pigment, Complex inorganic compound pigment (CICP)

1. บทนำ (Introduction)

ในภูมิภาคที่มีความชื้นรังสีอาทิตย์สูง เช่นประเทศที่อยู่ใกล้เส้นศูนย์สูตร อาคารและที่พักอาศัยต่าง ๆ จะสิ้นเปลืองพลังงานไปกับการปรับอากาศซึ่งอาจมีสัดส่วนสูงถึงร้อยละ 50 -60 ของพลังงานที่ใช้ทั้งหมดในอาคาร [1] แนวทางการลดการใช้พลังงานอาจทำได้หลายวิธี แต่การใช้วัสดุเปลือกอาคารที่มีความสามารถในการสะท้อนรังสีอาทิตย์ ได้รับการพิสูจน์ว่าเป็นวิธีที่มีประสิทธิภาพสูง เพราะลดการสะสมความร้อนภายในโครงสร้างอาคาร ส่งผลโดยตรงต่อการลดการใช้พลังงานกับการปรับอากาศ [2-4] เป็นประโยชน์โดยตรงต่อการอนุรักษ์พลังงาน และลดปัญหาการปลดปล่อยก๊าซเรือนกระจกที่เป็นสาเหตุสำคัญของปัญหามลภาวะของโลกเปลี่ยนแปลง

จากงานวิจัยที่ผ่านมา พบว่า เปลือกอาคารที่เคลือบด้วยสีที่มีค่าการสะท้อนรังสีอาทิตย์ (Solar reflectance) ได้ถึง 94% สามารถลดการใช้พลังงานลงได้ไม่น้อยกว่า 20% [5] สอดคล้องส่วนใหญ่เป็นสีในกลุ่มโทนสีอ่อน ซึ่งอาจจะไม่ตอบสนองความพึงพอใจของเจ้าของอาคาร อย่างไรก็ตาม การใช้สีโทนเข้มทั่วไป จะมีการสะท้อนรังสีอาทิตย์น้อยกว่าหรือมีการดูดกลืนรังสีอาทิตย์ในปริมาณมากกว่า [6] ดังนั้นโจทย์สำคัญของสีสะท้อนรังสีอาทิตย์จึงได้แก่ การที่สียังคงให้สีในโทนสีต่าง ๆ ได้ แต่ยังคงมีความสามารถในการสะท้อนรังสีอาทิตย์ในย่านรังสีอินฟราเรดใกล้ (Near infrared) ได้ดี

บทความนี้นำเสนอผลงานวิจัยและพัฒนาผงสีสีน้ำเงินที่สามารถสะท้อนรังสีอาทิตย์ช่วงอินฟราเรดใกล้ (NIR) ได้ดี ในอดีตผงสีเซรามิกสีน้ำเงินมีการผลิตและใช้กันมาตั้งแต่สมัยยุคโบราณ โดยทั่วไปคือ Egyptian blue โดยมี ซิลิกา แคลเซียมออกไซด์ และคอปเปอร์ออกไซด์ เป็นองค์ประกอบหลัก ต่อมาได้มีการคิดค้นผลิตผงสีเซรามิกสีน้ำเงินจากออกไซด์ต่าง ๆ เพิ่มมากขึ้น โดยใช้สูตรสารประกอบต่าง ๆ [7-11] นอกจากนี้ยังมีการพัฒนาจนถึงสามารถผลิตเชิงพาณิชย์ได้เช่น บริษัท Ferro Corporation ได้มีการพัฒนาและผลิตผงสีสีน้ำเงิน Pigment Blue 28 และ Pigment Blue 29 ที่ใช้โคบอลออกไซด์ และอลูมิเนียมออกไซด์ นอกจากนี้ ยังมีการใช้โคบอลออกไซด์ และโครเมียมออกไซด์ สำหรับ Pigment Blue 36 [12] ซึ่งผงสีเซรามิกสีน้ำเงินแต่ละชนิดที่ผลิตได้ก็มีการสะท้อนรังสีอาทิตย์ที่แตกต่างกันออกไป

สำหรับงานวิจัยนี้จะเป็นการสังเคราะห์สีผงเซรามิกสีน้ำเงินด้วยปฏิกิริยาของเซรามิกจากความร้อน (Solid state reaction) ที่อาศัยสารประกอบหลักตาม Pigment Blue 28 และ Pigment Blue 29 แต่จะมีการเจือด้วยแมกนีเซียมออกไซด์ (Magnesium oxide) เพื่อเกิดเป็นสารประกอบอินทรีย์เชิงซ้อน (Complex inorganic compound pigment, CICP) $\text{Co}_{1-x}\text{Mg}_x\text{Al}_2\text{O}_4$ ที่ให้สีน้ำเงิน และมีความสามารถในการสะท้อนรังสีอาทิตย์ช่วงอินฟราเรดใกล้

2. วิธีการวิจัย (Experimental)

2.1 ขั้นตอนการเตรียมผงสีสีน้ำเงิน

การสังเคราะห์ผงสีสีน้ำเงินในงานวิจัยนี้ ทำโดยการบดผสม cobalt(II,III) oxide (100%, Sigma-Aldrich) และ aluminum oxide (99.5%, Sigma-Aldrich) เพื่อเป็นวัตถุดิบฐาน (Based raw material) และมีการลดปริมาณ cobalt(II,III) oxide ด้วยการแทนที่ด้วย magnesium oxide (98%, Fluka) ในปริมาณต่าง ๆ กัน เพื่อทำให้เกิดสารประกอบ $\text{Co}_{1-x}\text{Mg}_x\text{Al}_2\text{O}_4$ ตามแผนการเตรียมตัวอย่างแสดงดังตารางที่ 1 แล้วจึงนำสารประกอบแต่ละสูตรผสมทำการเผาที่อุณหภูมิ 1200 1300 และ 1400 องศาเซลเซียส ด้วยเตาเผา (Modu Temp รุ่น SC96BV-N) เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ใช้อัตราเพิ่มอุณหภูมิเตาเผาที่ 4 °C/นาที จากนั้นนำไปบดละเอียด ด้วยเครื่อง Planetary Ball Mill (Retsch รุ่น PM200) ด้วยความเร็ว 300 รอบต่อนาที เป็นเวลา 10 นาที จากนั้นนำผงสีไปล้างด้วยน้ำ และอบแห้งด้วยอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ซึ่งเมื่อเสร็จสิ้นกระบวนการ จะได้ตัวอย่าง 24 ตัวอย่าง แบ่งเป็น กลุ่มที่ 1 ตัวอย่าง M1-M8 เผาที่ 1200 °C กลุ่มที่ 2 ตัวอย่าง M9-M16 เผาที่ 1300 °C และกลุ่มที่ 3 ตัวอย่าง M17-M24 เผาที่ 1400 °C ซึ่งจะถูกนำไปวิเคราะห์สมบัติต่าง ๆ ต่อไป

ตารางที่ 1 อัตราส่วนผสมส่วนผสมสูตรสารประกอบ $\text{Co}_{1-x}\text{Mg}_x\text{Al}_2\text{O}_4$

x	สูตรสารประกอบ	ชื่อตัวอย่าง		
		อุณหภูมิเผา(°C)		
		1200	1300	1400
0	CoAl_2O_4	M1	M9	M17
0.2	$\text{Co}_{0.8}\text{Mg}_{0.2}\text{Al}_2\text{O}_4$	M2	M10	M18
0.4	$\text{Co}_{0.6}\text{Mg}_{0.4}\text{Al}_2\text{O}_4$	M3	M11	M19
0.6	$\text{Co}_{0.4}\text{Mg}_{0.6}\text{Al}_2\text{O}_4$	M4	M12	M20
0.8	$\text{Co}_{0.2}\text{Mg}_{0.8}\text{Al}_2\text{O}_4$	M5	M13	M21
0.9	$\text{Co}_{0.1}\text{Mg}_{0.9}\text{Al}_2\text{O}_4$	M6	M14	M22
0.95	$\text{Co}_{0.05}\text{Mg}_{0.95}\text{Al}_2\text{O}_4$	M7	M15	M23
1.0	MgAl_2O_4	M8	M16	M24

2.2 การวัดและคำนวณค่าการสะท้อนรังสีอาทิตย์ของผงสีสีน้ำเงินและค่าฟักดสี

การวิเคราะห์การสะท้อนรังสีอาทิตย์ของผงสีที่สังเคราะห์ได้ ทำด้วยการวัดค่าการสะท้อนรังสีอาทิตย์ ด้วยเครื่อง UV-VIS-NIR spectrophotometer (Shimadzu, 3100) และนำค่าการสะท้อนรังสีอาทิตย์ที่ความยาวคลื่น 780 ถึง 2500 นาโนเมตร มาคำนวณค่าการสะท้อนรังสีอาทิตย์ช่วงอินฟราเรดใกล้ ตามมาตรฐาน ASTM E903 และทำการวิเคราะห์ค่าฟักดสี ด้วยโปรแกรมวิเคราะห์สีที่อ้างอิงระบบฟักด CIE $L^* a^* b^*$

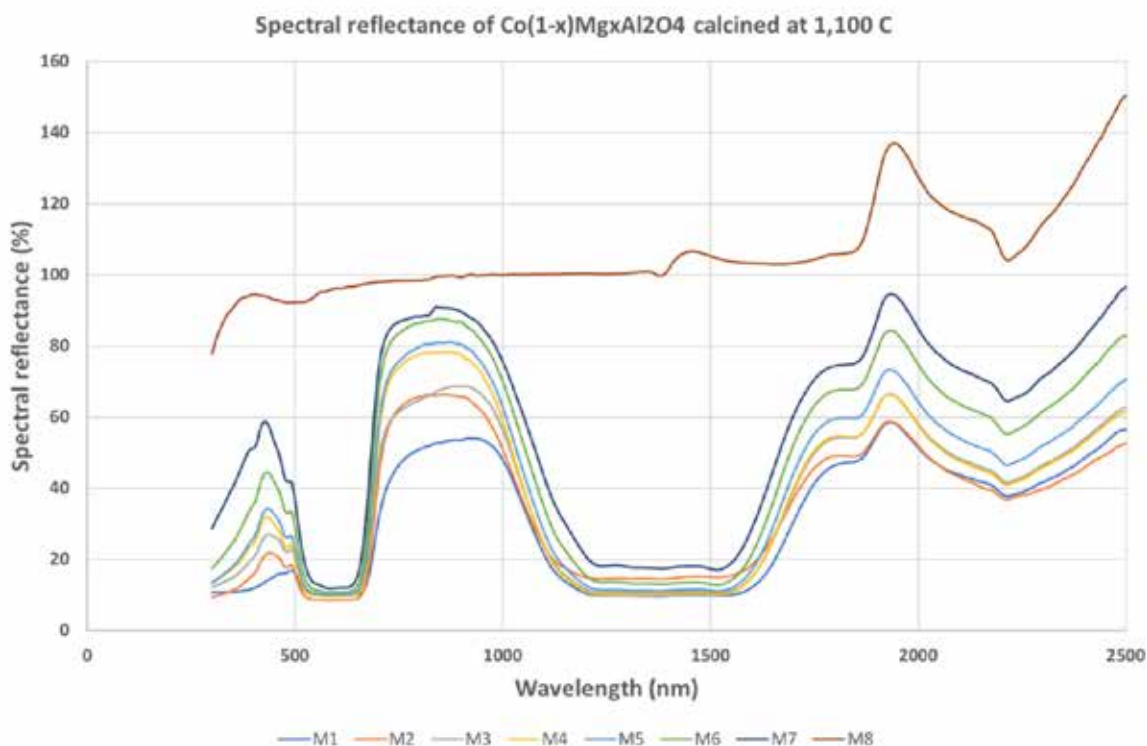
2.3 การศึกษาลักษณะโครงสร้างผลึก

วิเคราะห์โครงสร้างผลึกทำด้วยเครื่อง X-ray diffractometer (XRD) ด้วยรังสี Cu $K\alpha$, 40 kV, 20 mA ในช่วงมุม 2θ ระหว่าง 20–80 องศา จากนั้นนำข้อมูลที่ได้มาวิเคราะห์ชนิดโครงสร้างผลึก โดยเปรียบเทียบสัญญาณ (Peak matching) มุมที่เกิดขึ้นกับโครงสร้างมาตรฐานในฐานะข้อมูล

3. ผลและวิจารณ์ (Results and discussion)

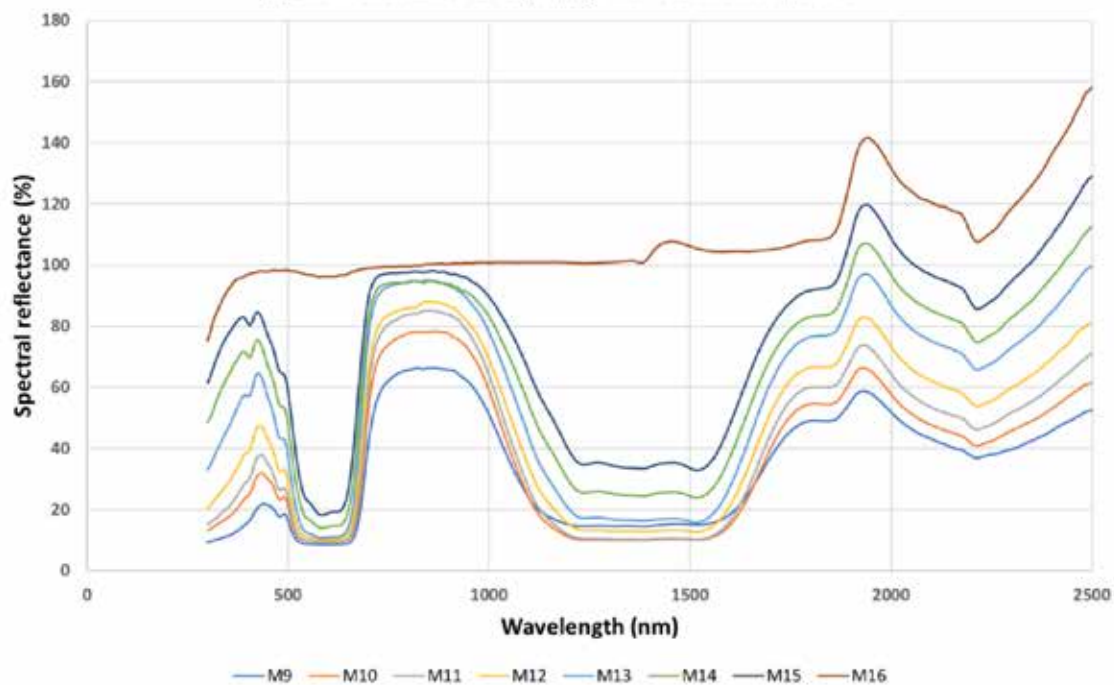
3.1 ค่าการสะท้อนรังสีอาทิตย์ของผงสีสีน้ำเงินและค่าฟักดสี

ค่าการสะท้อนรังสีอาทิตย์ในช่วงความยาวคลื่น 300 ถึง 2500 นาโนเมตรของตัวอย่างผงสีสีน้ำเงิน M1-M24 ที่วัดได้จากเครื่อง spectrophotometer แสดงในรูปที่ 1-3 และเมื่อนำมาคำนวณค่าการสะท้อนรังสีอาทิตย์ช่วงอินฟราเรดใกล้ ตามมาตรฐาน ASTM E903 และค่าวิเคราะห์สี ตามหลัก CIE $L^* a^* b^*$ จะได้ผล ดังแสดงในตารางที่ 2 และรูปที่ 4



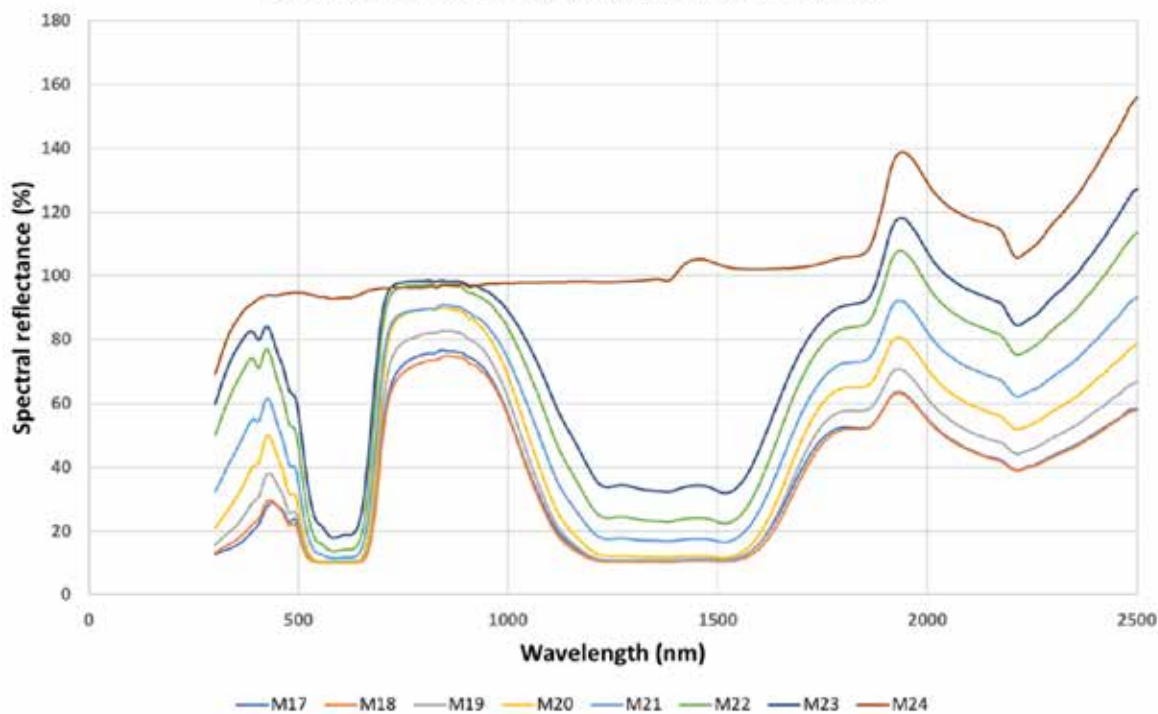
รูปที่ 1 การสะท้อนรังสีอาทิตย์ที่ความยาวคลื่น 300 ถึง 2500 นาโนเมตร
ของตัวอย่าง M1-M8 (อุณหภูมิเผา 1200 °C)

Spectral reflectance of $\text{Co}_{(1-x)}\text{Mg}_x\text{Al}_2\text{O}_4$ calcined at 1,300 C



รูปที่ 2 การสะท้อนรังสีอาทิตย์ที่ความยาวคลื่น 300 ถึง 2500 นาโนเมตร
ของตัวอย่าง M9–M16 (อุณหภูมิเผา 1300 °C)

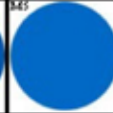
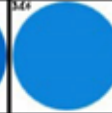
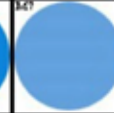
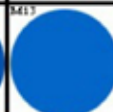
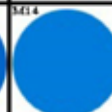
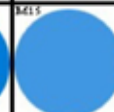
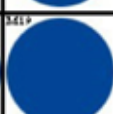
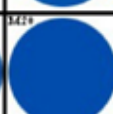
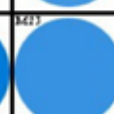
Spectral reflectance of $\text{Co}_{(1-x)}\text{Mg}_x\text{Al}_2\text{O}_4$ calcined at 1,400 C



รูปที่ 3 การสะท้อนรังสีอาทิตย์ที่ความยาวคลื่น 300 ถึง 2500 นาโนเมตร
ของตัวอย่าง M17–M24 (อุณหภูมิเผา 1400 °C)

ตารางที่ 2 ค่าพิกัดสีที่คำนวณได้ตามระบบ CIE $L^* a^* b^*$ และ ค่าการสะท้อนรังสีอาทิตย์ในช่วงอินฟราเรดใกล้ (R_{NIR}) ของผงสีสีน้ำเงินที่สังเคราะห์ได้

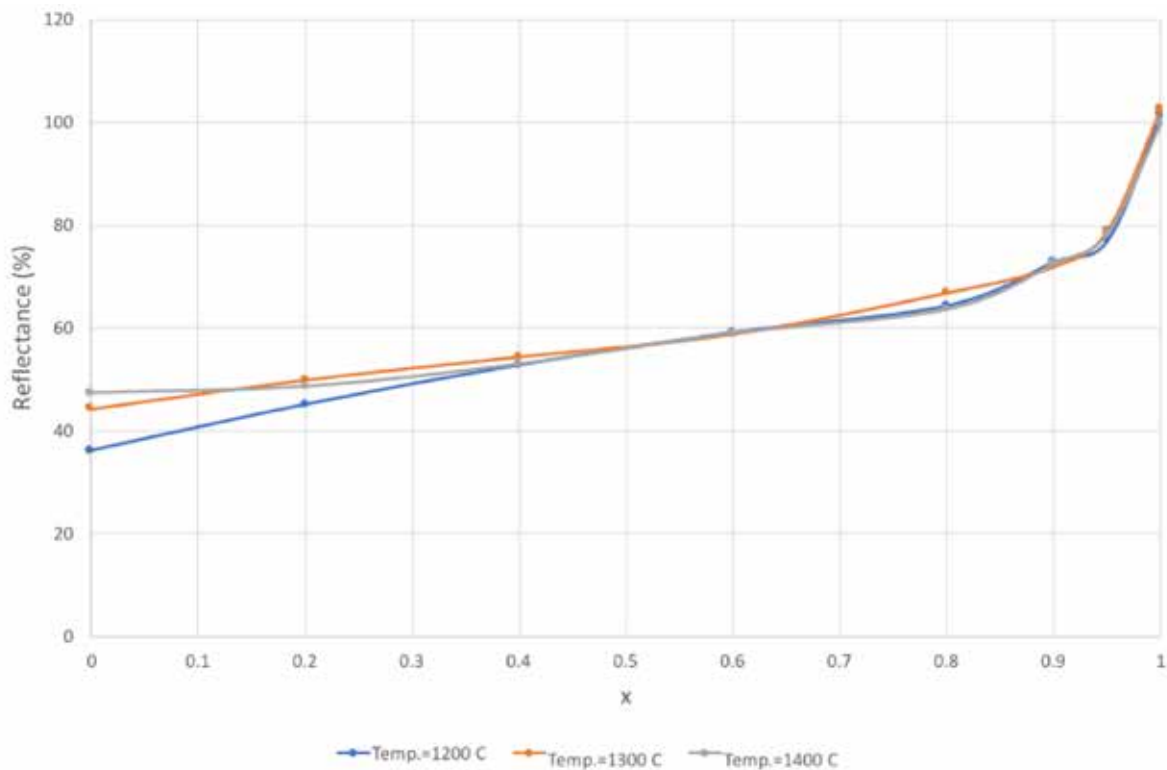
ตัวอย่างผงสี สีน้ำเงินที่สูตร โครงสร้างต่าง ๆ	1200 °C				1300 °C				1400 °C			
	L^*	a^*	b^*	R_{NIR}	L^*	a^*	b^*	R_{NIR}	L^*	a^*	b^*	R_{NIR}
$CoAl_2O_4$	22.72	-4.84	-19.63	36.21	24.86	9.97	-41.99	44.35	25.37	11.32	-43.30	48.61
$Co_{0.8}Mg_{0.2}Al_2O_4$	26.45	8.07	-39.98	45.16	26.30	13.00	-46.30	49.94	25.64	12.86	-44.90	47.38
$Co_{0.6}Mg_{0.4}Al_2O_4$	33.03	8.64	-45.62	52.85	29.46	12.10	-48.98	54.43	30.81	14.03	-51.16	52.97
$Co_{0.4}Mg_{0.6}Al_2O_4$	37.28	9.59	-52.07	59.18	35.09	13.99	-57.01	58.81	34.01	17.66	-59.29	58.97
$Co_{0.2}Mg_{0.8}Al_2O_4$	44.28	8.45	-56.54	64.36	43.68	10.90	-59.61	66.81	42.98	11.93	-60.10	63.59
$Co_{0.1}Mg_{0.9}Al_2O_4$	54.18	1.89	-52.34	72.81	50.80	5.23	-56.45	71.89	51.19	6.51	-57.24	72.40
$Co_{0.05}Mg_{0.95}Al_2O_4$	64.04	-1.72	-38.46	77.08	61.19	-1.18	-46.57	78.95	59.36	0.41	-49.00	78.31
$MgAl_2O_4$	96.84	1.32	0.39	101.53	97.48	-0.26	-0.48	102.58	96.76	-0.28	0.34	99.76

X	0	0.2	0.4	0.6	0.8	0.9	0.95	1
1200								
1300								
1400								

รูปที่ 4 ลักษณะสีของตัวอย่าง M1-M24

จากรูปที่ 4 ที่อุณหภูมิเผา 1200 °C ตัวอย่างที่ M1 ที่ $x=0$ มีสูตรโครงสร้าง $CoAl_2O_4$ ซึ่งผงสีมีสีน้ำเงินเข้ม และเมื่อลดปริมาณ cobalt oxide ลง ด้วยการแทนที่ด้วย magnesium oxide ซึ่งเป็นการเพิ่มค่า x จะเห็นได้ว่าสีของผงสีเริ่มเปลี่ยนจากน้ำเงินเข้ม เป็นสีฟ้า และเป็นสีขาว ในตัวอย่างที่ M8 ที่ $x=1$ และมีสูตรโครงสร้าง $MgAl_2O_4$ ซึ่งไม่มี cobalt oxide เป็นองค์ประกอบ สำหรับตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิเผา 1300 °C และ 1400 °C ก็ให้ผลการวิเคราะห์เป็นไปในแนวทางเดียวกัน

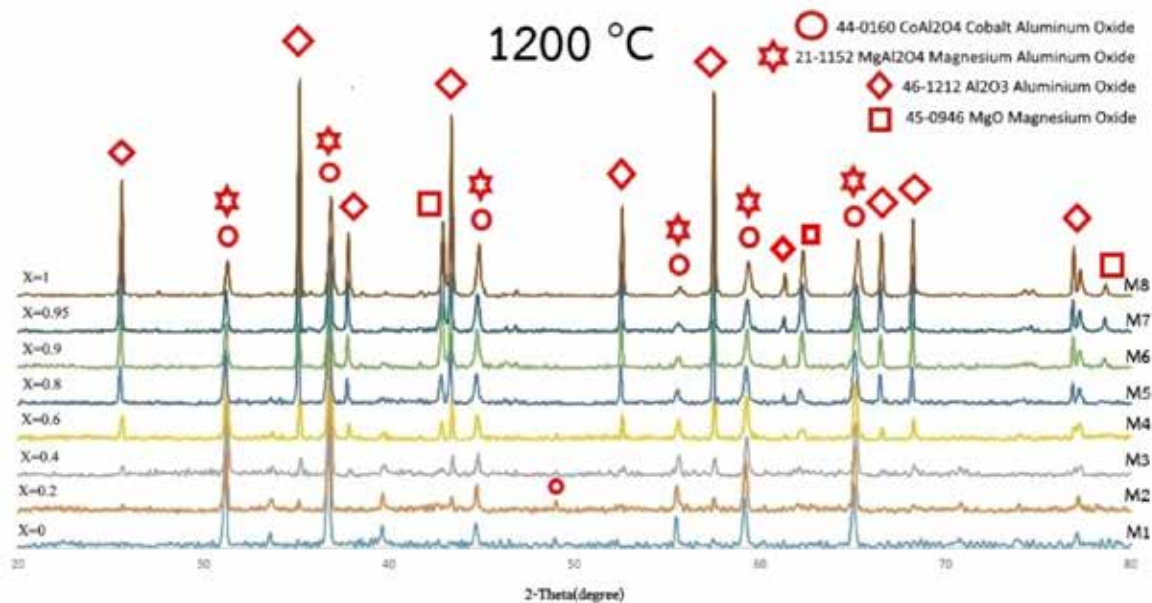
สำหรับค่าการสะท้อนรังสีอาทิตย์ในช่วงอินฟราเรดใกล้ ที่แสดงในตารางที่ 2 เมื่อนำผลมาแสดงเป็นกราฟ จะได้ผลดังแสดงได้ในรูปที่ 5 ซึ่งจะเห็นได้ว่าค่าการสะท้อนรังสีอินฟราเรดใกล้ของผงสีที่สังเคราะห์ได้มีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อ x มีค่าเพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตาม หากเป้าหมายคือการสังเคราะห์ให้ได้ผงสีน้ำเงินและมีค่าการสะท้อนรังสีอินฟราเรดใกล้สูง ๆ ค่า x ควรมีค่าอยู่ระหว่าง 0.4–0.8



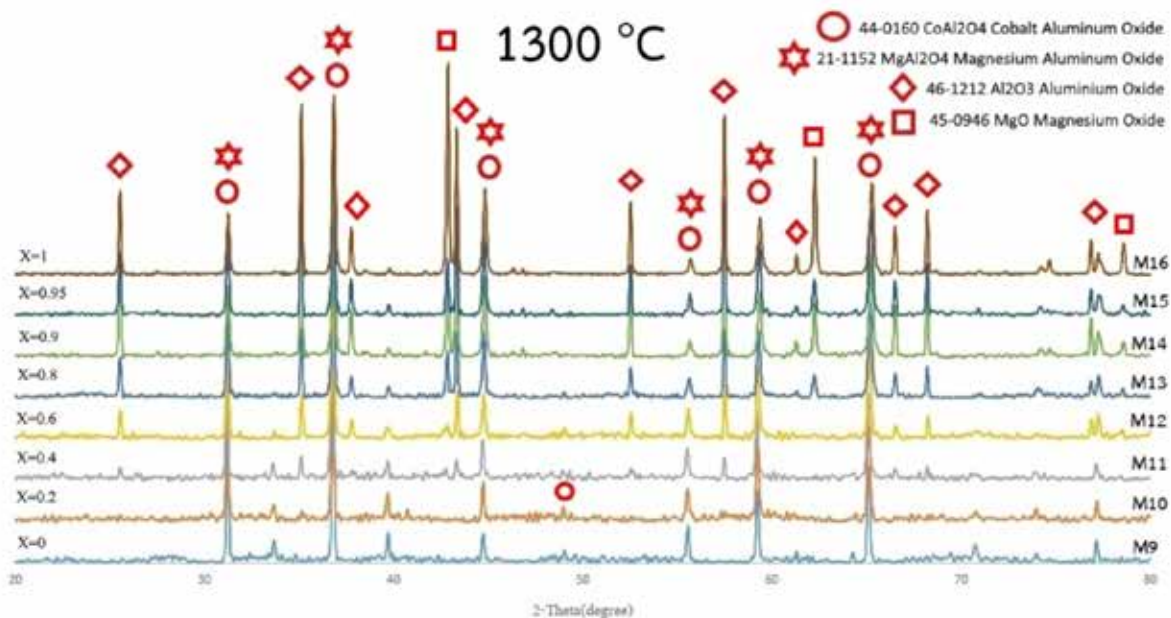
รูปที่ 5 ค่าการสะท้อนรังสีอินฟราเรดใกล้ที่มีสัดส่วน (x) ของ MgO ระหว่าง 0 ถึง 1 ที่อุณหภูมิเผา 1,200 1,300 และ 1,400 °C

3.2 ลักษณะโครงสร้างผลึก

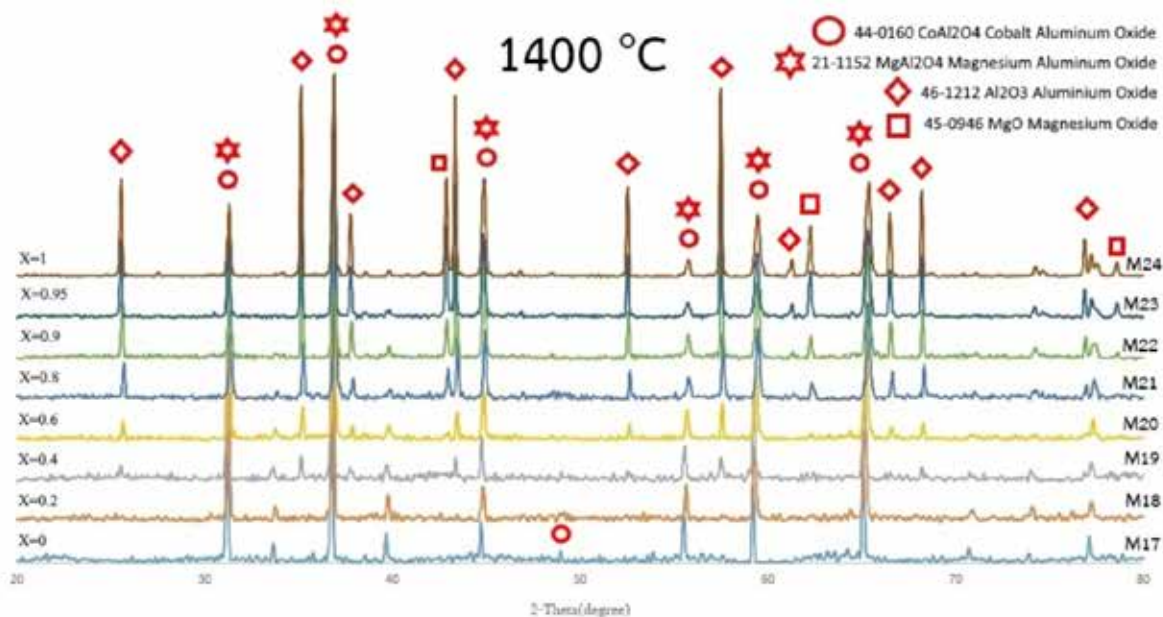
กราฟเปรียบเทียบผล XRD ของผงสีเงินที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิเผา 1,200 1,300 และ 1,400 °C แสดงดังรูปที่ 6–8 ตามลำดับ ซึ่งจะพบว่า ที่ $x = 0$ จะพบโครงสร้างของ cobalt aluminum oxide (44-0160) เมื่อทำการเพิ่ม x โครงสร้างจะเปลี่ยนเป็น magnesium aluminum oxide (21-1152) แต่ทั้ง 2 โครงสร้างมีตำแหน่งที่เกิดพีค (peak) ใกล้เคียงกัน การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างดังกล่าว สามารถพิจารณาได้จากรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่มุม 2θ ระหว่าง 44.5–45.0 องศา โดยใช้กรณีศึกษาของตัวอย่างที่เผาที่อุณหภูมิ 1,300 °C ดังรูปที่ 9 ประกอบการพิจารณา จะเห็นได้ว่า ตัวอย่าง M9 ที่ $x = 0$ จะพบโครงสร้างของ cobalt aluminum oxide (44-0160) เมื่อ x มีค่าเพิ่มขึ้น ตัวอย่าง M13 ที่ $x = 0.8$ พีคจะเคลื่อนมาทางโครงสร้าง magnesium aluminum oxide (21-1152) ซึ่งพีคที่เกิดขึ้นนั้นเป็นผลรวมของสัญญาณการเลี้ยวเบนที่มี cobalt aluminum oxide และ magnesium aluminum oxide เกิดขึ้นร่วมกัน และกรณีของตัวอย่าง M16 ที่มีค่า $x = 1$ ที่มีพีคตรงกับโครงสร้างของ magnesium aluminum oxide เมื่อนำการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างดังที่อธิบายข้างต้น มาประกอบกับการวิเคราะห์ค่าการสะท้อนรังสีอินฟราเรดใกล้ อาจกล่าวได้ว่าการลดลงของ cobalt aluminum oxide มีความสัมพันธ์โดยตรงการเพิ่มขึ้นของค่าการสะท้อนรังสีอินฟราเรดใกล้ ซึ่งจะเห็นได้ชัดในกรณี ที่กราฟค่าการสะท้อนรังสีอาทิตย์รูปที่ 1-3 ช่วง 1200-1600 nm มีค่าการสะท้อนรังสีอาทิตย์สูงขึ้น เมื่อ x มีค่าเพิ่มขึ้น



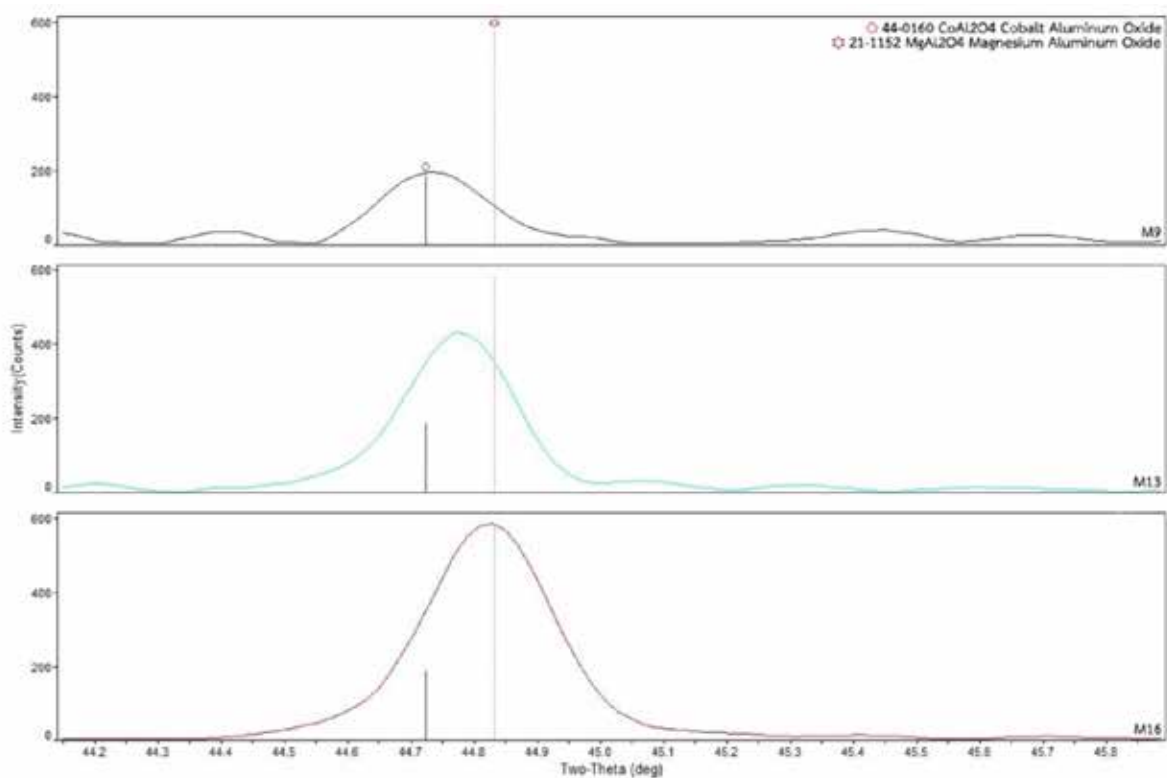
รูปที่ 6 เปรียบเทียบผล XRD ของตัวอย่าง M1-M8



รูปที่ 7 เปรียบเทียบผล XRD ของตัวอย่าง M9-M16



รูปที่ 8 เปรียบเทียบผล XRD ของตัวอย่าง M17-M24



รูปที่ 9 การเปรียบเทียบ XRD ที่อุณหภูมิเผา 1300 °C ของตัวอย่าง M9 M13 และ M16

4. สรุป (Conclusion)

ผงสีเซรามิกของสารประกอบอนินทรีย์ $\text{Co}_{1-x}\text{Mg}_x\text{Al}_2\text{O}_4$ สามารถสังเคราะห์ได้ด้วยปฏิกิริยาของเซรามิก จากความร้อน (Solid state reaction) ของโคบอลต์อัลูมินาต์ (Cobalt aluminate) ที่เจือด้วยแมกนีเซียมออกไซด์ (Magnesium oxide) เกิดปฏิกิริยาเป็นผงสีเซรามิกสีน้ำเงินที่สามารถสะท้อนรังสีอินฟราเรดใกล้ สีของผงสีซึ่งคำนวณจากระบบ CIE $L^* a^* b^*$ ไม่เปลี่ยนแปลงมากนักเมื่ออุณหภูมิเผาเปลี่ยนแปลง แต่แปรเปลี่ยนมากตามค่า x หรือ ตามปริมาณ MgO ที่เจือ และพบว่า สีจะเปลี่ยนจากสีน้ำเงินเข้มเป็นสีฟ้า เมื่อ x มีค่าเพิ่มขึ้น และจะเป็นสีขาว เมื่อ x มีค่าเท่ากับ 1 และผงสีเซรามิกสีน้ำเงินที่สังเคราะห์ได้ มีความสามารถในการสะท้อนรังสีอาทิตย์ช่วงอินฟราเรดใกล้ โดยค่าการสะท้อนมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อ x มีค่าเพิ่มขึ้น ผงสีสีน้ำเงินที่ $X = 0.8$ ($\text{Co}_{0.2}\text{Mg}_{0.8}\text{Al}_2\text{O}_4$) และเผาที่อุณหภูมิ 1300°C จะให้โทนสีน้ำเงินสวยงาม และมีค่าการสะท้อนรังสีอาทิตย์ช่วงอินฟราเรดใกล้สูงที่สุดเท่ากับ 66.81% นอกจากนี้ จากการศึกษาคြွေสร้างผลึกของผงสี พบว่าการเกิดเฟสของ Magnesium aluminum oxide มีผลต่อการเพิ่มขึ้นของค่าการสะท้อนรังสีอาทิตย์ช่วงอินฟราเรดใกล้

5. เอกสารอ้างอิง (References)

- [1] LOMBARD, LUIS PEREZ. JOSE ORTIZ and ISMAEL R. MAESTRE. The map of energy flow in HVAC system. *Applied Energy*. 2011, 88, 5020–5031.
- [2] SYNNEFA, A., M. SANTAMOURIS and K. APOSTOLAKIS. On the development, optical properties and thermal performance of cool colored coatings for the urban environment. *Solar Energy*. 2007, 81, 488-497,
- [3] TAKEBAYASHI, H. and M. MORIYAMA. Surface heat budget on green roof and high reflection roof for mitigation of urban heat island. *Build Environ*. 2007, 42, 2971-2979.
- [4] LEVINSON, R., H. AKBARI and JC. Reilly. Cooler tile-roofed buildings with near-infrared-reflective non-white coatings. *Build Environ*. 2007, 42, 2591-2605.
- [5] GANGULY, ARNA, DEBASHISH CHOWDHURY and SUBHASIS NEOGI. Performance of building roofs on energy efficiency-a review. *Energy Procedia*. 2016, 90, 200–208.
- [6] LEVINSON, RONNEN, PAUL BERDAHL and HASHEM AKBARI. Solar spectral optical properties of pigments—part II: survey of common colorants. *Solar Energy Materials & Solar Cells*. 2005, 89, 351–389.
- [7] BENDIGANAVALA, ASHWINI K. and VINOD C. MALSHE. Infrared reflective inorganic pigments, *Recent Patents on Chemical Engineering*. 2008, 1, 67-79.
- [8] MILLER, WILLIAM A., KENNETH T. LOYE, ANDRÉ O. DESJARLAIS and ROBERT P. BLONSKI. Color roofs with complex inorganic color pigments. *Residential Buildings: Technologies, Design, Performance Analysis, and Building Industry Trends*. pp.1.195-1.206.
- [9] YONEDA, M., I. GOTOH, M. NAKANISHI, T. FUJII and T. NOMURA. Influence of aluminum source on the color tone of cobalt blue pigment. *Powder Technology*. 2018, 323, 574-580.
- [10] GILABERT, J. Characteristics reproducibility of $(\text{Fe,Co})(\text{Cr,Al})_2\text{O}_4$ pigments obtained by solution combustion synthesis. *Ceramics International*. 2016, 42, 12880-12887.
- [11] ARANZABE, E. Preparation and characterization of high NIR reflective pigments based in ultramarine blue. *Energy and Buildings*. 2016, 126, 170-176.
- [12] FERRO CORPORATION. *Ferro pigments for coating ; Product information* [online]. [viewed 25 June 2018]. Available from: <https://www.ferro.com/-/media/files/resources/pigments-and-dispersions/technical/ferro-pigments-for-coatings-2018-asia.pdf>

การพัฒนาเทคนิคสีและลวดลายบนกระดาษสา เพื่อเพิ่มมูลค่าของผลิตภัณฑ์

The development of color and pattern on mulberry craft paper for value added

8

ก้องพงศ์ หงษ์ศรี¹, ฐิตาริณี สุโรพันธิ, สุรวุฒิ พวงมาลี¹
Korpong Hongsi¹, Thitarini Suropan¹, Surawut Puangmalee¹

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาเพื่อพัฒนาเทคนิคการลงสีและสร้างลวดลายบนกระดาษสา โดยประยุกต์ใช้ศิลปะ Ebru paper ซึ่งเป็นเทคนิคการลงสีและสร้างลวดลายในผลิตภัณฑ์ผ้าและกระดาษแข็งผิวเรียบ เพื่อให้ได้วิธีการและเทคนิคการสร้างสีสันและลวดลายบนตัวกระดาษสาให้มีความหลากหลาย สวยงาม ตรงกับความต้องการของลูกค้าทั้งในและต่างประเทศ เป็นการเพิ่มมูลค่าของผลิตภัณฑ์ ส่งเสริมอุตสาหกรรมการผลิตกระดาษหัตถกรรมให้เข้มแข็งและยั่งยืน

ผลจากการศึกษาพบว่าน้ำเจล Methyl cellulose ที่สามารถลงสีและสร้างลวดลายบนกระดาษสาได้ดีควรมีความหนืดอยู่ในช่วง 260-1,880 cP โดยในช่วงความหนืดดังกล่าวเมื่อหยดสีแล้วสีไม่จมลงในน้ำเจล Methyl cellulose เมื่อทำการวาดเพื่อสร้างลวดลายสีจะหยุดทันทีเมื่อหยุดการวาด และน้ำเจล Methyl cellulose ไม่ซึมทะลุเข้าไปในกระดาษสา ความเข้มข้นของน้ำเจล Methyl cellulose ที่เหมาะสมคือร้อยละ 1 ซึ่งจะสามารถใช้งานน้ำเจลได้ไม่เกิน 10 วัน เพราะ Methyl cellulose เสื่อมสภาพลงส่งผลทำให้การกระจายตัวของสีไม่ดี และยังทำให้ควบคุมลวดลายได้ยากขึ้นตามระยะเวลาใช้งานที่เพิ่มขึ้น แต่สำหรับการใช้งานเพียงวันเดียวสามารถเตรียมน้ำเจล Methyl cellulose ที่มีความเข้มข้นร้อยละ 0.5 ได้เพราะน้ำเจลยังมีความหนืดอยู่ในช่วงที่สามารถใช้งานได้

สีที่มีความเหมาะสมสำหรับการลงสีและสร้างลวดลายบนกระดาษสา คือ สีอะคริลิกเกรดงาน Art สีอะคริลิกเกรดทาบาน และสีโปสเตอร์ โดยสีดังกล่าวมีการกระจายที่ดี มีความเข้มข้นสม่ำเสมอบนน้ำเจล Methyl cellulose สามารถสร้างลวดลายได้ตามต้องการ และสีติดบนผิวกระดาษสาได้ทั้งหมด

Abstract

The objective of this project was to develop a new technique on creating colour and pattern on mulberry craft paper by adapting from Ebru paper marbling technique, which was the technique used to create colour and pattern on cloth and cardboard. This would help to improve on value added and enhance mulberry craft paper making industry in Thailand.

It was found that the optimum viscosity of methyl cellulose gel that should be used to get good colour and pattern on mulberry craft paper without the colour sinking to the bottom of the tray or too much methyl cellulose gel absorption into the paper was between 260-1,880 cP. The best concentration of methyl cellulose gel for this purpose was 1% and the mixed methyl cellulose gel should not be stored more than 10 days before use as the quality of the gel was decreased and it would be harder to control the colour and pattern. However, if the methyl cellulose gel was prepared and would be used on the same day, it was feasible to mix it at the concentration of 0.5%.

The most suitable type of colour to be used on mulberry craft paper and obtained good results were acrylic paint for artwork, acrylic paint for house and poster color.

คำสำคัญ: กระดาษสา, สีและลวดลาย, อีบุร เทคนิค, เจลเซลลูโลส

Keywords: Mulberry craft paper, Colour and pattern, Ebru technique, Cellulose gel

¹กรมวิทยาศาสตร์บริการ

^{*}Corresponding author. E-mail address: korpong@dss.go.th

1. บทนำ (Introduction)

ผลิตภัณฑ์จากกระดาษมีความหลากหลายขึ้นอยู่กับความต้องการของตลาดทั้งในประเทศและต่างประเทศ กระดาษสาและผลิตภัณฑ์จัดเป็นสินค้าหัตถกรรมที่มีคุณค่า และมีความเป็นเอกลักษณ์ทางวัฒนธรรมที่โดดเด่น นอกจากเป็นการอนุรักษ์มรดกทางวัฒนธรรมแล้ว ยังสามารถพัฒนาให้เป็นผลิตภัณฑ์ที่เสริมสร้างเศรษฐกิจชุมชนตามนโยบายหนึ่งตำบลหนึ่งผลิตภัณฑ์และอุตสาหกรรมขนาดเล็กและขนาดกลาง (SMEs) ได้ กลุ่มลูกค้าหัตถกรรมกระดาษสา แบ่งออกเป็น 2 กลุ่ม คือ

1. กลุ่มลูกค้าหัตถกรรมกระดาษสาตลาดในประเทศ มูลค่าตลาดเฉพาะของผู้ผลิตจากกลุ่มเป้าหมายในประเทศมีเพียงจากตลาดผู้บริโภคหัตถกรรมกระดาษสา ส่วนใหญ่ไม่ได้มาสั่งซื้อหรือสั่งผลิตเพื่อนำไปจำหน่าย แต่เป็นการสั่งซื้อผลิตภัณฑ์เพื่อนำไปเป็นของฝาก หรือของขวัญ

2. กลุ่มลูกค้าหัตถกรรมกระดาษสาตลาดต่างประเทศเป็นตลาดหลักที่สำคัญของผู้ประกอบการที่ผลิตกระดาษสา โดยส่วนใหญ่เป็นรูปแบบเพื่อการส่งออก ซึ่งความต้องการของลูกค้าของตลาดต่างประเทศของแต่ละแห่งแตกต่างกันไป เช่น

- o ตลาดยุโรป พฤติกรรมลูกค้ากลุ่มนี้จะเน้นรูปแบบ การออกแบบ ในด้านศิลปหัตถกรรม และคุณภาพผลิตภัณฑ์
- o ตลาดอเมริกา เน้นรูปแบบ การออกแบบที่แตกต่างแต่ยังคงความคุ้มค่ากับราคาที่ต้องเสีย
- o ตลาดจีน ให้ความสำคัญกับผลิตภัณฑ์กระดาษสาในรูปแบบแผ่น เพื่อนำไปพัฒนาให้กับสินค้าของตนเอง
- o ตลาดญี่ปุ่น ผลิตภัณฑ์ที่สนใจจะเป็นสินค้าหรือผลิตภัณฑ์ที่เป็นชิ้นเล็กๆ ของกระจุกกระจิก
- o กลุ่มตลาดใหม่กลุ่มตะวันออกกลาง ซื้องานกระดาษสาเป็นต้น [1]

ข้อมูลการส่งออกของกรมศุลกากร พบว่า มูลค่าของกระดาษสา ยังไม่สามารถแยกออกจากมูลค่าของกระดาษอื่น ๆ ได้ เนื่องจากปัจจุบันการส่งออกกระดาษสา ยังมีน้อย เมื่อมีการพิจารณาจากข้อมูลสำนักงานความร่วมมือทางวิชาการของเยอรมันประจำประเทศไทย (GTZ) ภายใต้โครงการส่งเสริมการผลิตกระดาษที่เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อมร่วมด้วย พบว่า รายได้จากการส่งออกกระดาษสาและผลิตภัณฑ์จากกระดาษสาอยู่ที่ประมาณ ปีละ 2,000-2,800 ล้านบาท [2]

จากการลงพื้นที่ ณ “ชุมชนบ้านต้นเปา” ซึ่งเป็นชุมชนที่ผลิตสินค้าหัตถกรรมที่ทำจากกระดาษสา รายใหญ่ที่สุดของภาคเหนือ ตั้งอยู่ในเขตเทศบาลตำบลต้นเปา อำเภอสันกำแพง จังหวัดเชียงใหม่ ประกอบไปด้วยประชากรมากกว่า 12,000 คน (4,895 ครัวเรือน) ประชากรในหมู่บ้านมีอาชีพผลิตกระดาษสา มีโรงงานทั้งขนาดเล็กและขนาดใหญ่ประมาณ 51 โรงงาน ผลิตกระดาษสาส่งให้ลูกค้ารายใหญ่คือกลุ่มประเทศในแถบยุโรปและเอเชีย มีมูลค่าการขายปี 2556 ประมาณ 80 ล้านบาท ปัจจุบันยังคงเน้นการผลิตกระดาษสาแบบสีพื้น เช่น ขาว ชมพู เขียว เหลือง ฟ้า

ส้ม เป็นต้น ทำให้การดำเนินธุรกิจยังประสบปัญหาเรื่อง สิ้นและลวดลายของผลิตภัณฑ์ ที่ไม่สามารถดึงดูดหรือตรงกับความต้องการของลูกค้า [3]

Ebru paper เป็นศิลปะการพันท์ภาพแบบดั้งเดิมของตุรกี ที่มีเอกลักษณ์เฉพาะตัว แม้จะยังไม่ทราบแน่ชัดถึงแหล่งกำเนิด และช่วงเวลาการเกิดของศิลปะชนิดนี้ก็ตาม แต่มีผู้สันนิษฐานว่ามีแหล่งกำเนิดมาจาก Turkistan บริเวณเอเชียกลางในอดีต จุดศูนย์กลางของหลากหลายวัฒนธรรม ศิลปะชนิดนี้ เรียกว่า “น้ำ” ก็คือ การพันท์ภาพลงใน “น้ำ” จากนั้นจึงนำเอาแบบที่วาดย้ายกลับไปกระดาษแทน [4]



รูปที่ 1 ศิลปะ Ebru paper

ปัจจุบันศิลปะ Ebru paper มีการนำมาใช้ในผลิตภัณฑ์ผ้า และ กระดาษแข็ง แต่ยังไม่มีการนำมาลงบนแผ่นกระดาษสา ดังนั้น งานวิจัยนี้จึงมุ่งเน้นพัฒนาวิธีการเพื่อให้ได้สูตรที่เหมาะสมสำหรับ กระดาษสา วิธีการและเทคนิคการสร้างสีเส้นและลวดลายบนตัว กระดาษสาให้มีความหลากหลาย สวยงามและตรงกับความต้องการของลูกค้าทั้งในและต่างประเทศ เป็นการเพิ่มมูลค่าของ ผลิตภัณฑ์ ส่งเสริมอุตสาหกรรมการผลิตกระดาษหัตถกรรมให้ เข้มแข็งและยั่งยืน

2. วิธีการวิจัย (Experimental)

2.1 วัตถุดิบและอุปกรณ์ที่ใช้

- ผงเจล Methyl Cellulose เป็นสารช่วยเพิ่มความเหนียวของน้ำ
- น้ำยาออกซิกัลล (Ox gall) หยดในน้ำผสมสีช่วยเพิ่มความชุ่มชื้นและการซึมซับสีบนพื้นกระดาษ
- น้ำประปาหรือน้ำกลั่น
- สีน้ำ สีโปสเตอร์ สีน้ำมัน สีอะคริลิกเกรดงาน Art สีอะคริลิกสำหรับใช้ทาบ่าน สีย้อมผ้าและสีผสมอาหาร
- กระดาษสาสีขาวหรือสีพื้นผ่านการฟอกขาวแต่ไม่มี การย้อมสี ขนาด 28x42 เซนติเมตร
- ภาชนะลูนีเยม ขนาดกว้างxยาว คือ 29x43 เซนติเมตร
- หวีหรือไม้แหลมสำหรับทำลวดลาย
- ตะกร้อมือ (Whisk) หรือ Hand Blender
- หลอดหยดสี
- เครื่องกวนที่มีใบพัดโลหะ
- เครื่องทดสอบความหนืดของสาร (Brook field RV Series Viscometer)

2.2 วิธีการทดลอง

2.2.1 การเตรียมน้ำเจล Methyl Cellulose

ชั่งผงเจล Methyl Cellulose 1, 5 10 และ 15 กรัม ในปริมาตรน้ำ 1 ลิตร เพื่อเตรียมความเข้มข้น ร้อยละ 0.1, 0.5, 1, 1.5 ตามลำดับ โดยเทผงเจลให้กระจายบนผิวน้ำอย่างช้าๆ ใช้ ตะกร้อมือหรือเครื่องกวนผสมผงเจลให้ละลายเข้ากันกับน้ำจน หมด เมื่อผงเจลละลายตัวหมดแล้ว จะได้สารละลายมีสีขุ่นขาว และมีฟองอากาศมาก ปิดฝาทิ้งไว้อย่างน้อย 3 ชั่วโมง หรือจนไม่ พบฟองอากาศ และน้ำเจลมีอุณหภูมิเดียวกับอุณหภูมิห้อง เมื่อ น้ำเจลพร้อมสำหรับการใช้งาน เทลงภาชนะที่เตรียมไว้ โดยควรมีความสูงไม่น้อยกว่า 1.5 นิ้ว

2.2.2 การเตรียมสีทดสอบ

ใช้สีที่มีจำหน่ายทั่วไปในท้องตลาด ประกอบด้วย สีอะคริลิก สีโปสเตอร์ สีน้ำ สีน้ำมัน สีย้อมผ้า และสีผสมอาหาร ดักสีปริมาณประมาณ ½ ช้อนชา ใส่ลงในภาชนะที่ต้องการผสม กับน้ำ 40-50 มิลลิลิตร ยกเว้น สีน้ำมันผสมกับน้ำมันสน (ควร เติมน้ำหรือน้ำมันสนเพื่อละลายสีที่ละน้อย) เมื่อผสมสีเรียบร้อยแล้วหยด Ox gall 1-2 หยดลงในสี และคนให้เข้ากัน หากต้องการ

สีเข้ม ค่อยๆ เพิ่มปริมาณสีทีละน้อย

2.2.3 การทดสอบความเข้มข้นของ Methyl cellulose

- เมื่อเตรียมน้ำเจล Methyl Cellulose ที่ความเข้มข้นร้อยละ 0, 0.1, 0.5, 1, 1.5 เรียบร้อยแล้ว ให้ทำการทดสอบ น้ำเจลโดยใช้สีอะคริลิก เกรดงาน Art ซึ่งเป็นสีที่มีคุณภาพ เหมาะสมกับการใช้งาน และเป็นที่ยอมรับใช้กับงาน Ebru Marbling
- ใช้หลอดหยดดูดสีอะคริลิกโดยผสมสีเข้ากับน้ำ และหยด Ox gall 1-2 หยดที่เตรียมได้จากข้อ 2.2.2 หยดสีลง บริเวณกลางภาชนะน้ำเจลที่เตรียมไว้ สังเกตการแผ่กระจายของสี ถ้าความเข้มข้นของน้ำเจลเหมาะสม สีจะมีการกระจายเป็นวง โดยมีเจดสีที่สม่ำเสมอ และสีไม่จม

- ทดสอบการวาด โดยให้ใช้แท่งไม้แหลม หรือ หวี เขี่ยสีจากตรงกลางวง ออกไปด้านนอกวง สีต้องหยุดเมื่อยก แท่งเขี่ยสีขึ้น ถ้าสีไหลย้อนกลับแสดงว่าน้ำเจลมีความเข้มข้นมาก ไป กรณีสีไม่หยุดเมื่อยกที่เขี่ยสี แสดงว่าน้ำเจลมีความเข้มข้น น้อยไป

2.2.4 การทดสอบสี

- ทำการเตรียมสีตามขั้นตอนวิธีการเตรียมสี และ ใช้หลอดหยดดูดสี หยดสีลงบริเวณกลางภาชนะน้ำเจลที่เตรียมไว้ สังเกตการแผ่กระจายของสี สีที่ดีต้องมีการกระจายตัวของสีที่ สม่ำเสมอ ถ้าสีจมลงที่พื้นภาชนะแสดงว่าผสมสีข้นไป เติมน้ำอีกเล็กน้อย และทดสอบอีกครั้ง

- นำกระดาษสาวางบนน้ำเจล แล้วลากกระดาษ สาขึ้น เพื่อทดสอบการติดสีที่ใช้นกระดาษสา จากนั้นผึ่งให้แห้ง ในที่ร่ม

2.2.5 ขั้นตอนการทำลวดลายบนกระดาษสา

- เตรียมสีและน้ำเจล ตามสภาวะที่ดีที่สุดในการ ทดสอบน้ำเจลและสี
- ค่อยๆ หยดสีลงบนน้ำเจลด้วยหลอดหยด
- ใช้ไม้แหลมหรือหวี วาดให้เกิดเป็นลวดลาย
- ค่อยๆ วางกระดาษสาลงบนผิวน้ำเจลที่ได้ทำ ลวดลายไว้ เริ่มจากมุมใดมุมหนึ่งก่อนเพื่อไม่ให้เกิดฟองอากาศ บนชิ้นงาน ค่อยดึงกระดาษเข้าหาตัวให้ผิวกระดาษแตะขอบของ ภาชนะเพื่อรีดน้ำเจลออกจากกระดาษให้ได้มากที่สุด จากนั้น ไปผึ่งให้แห้งและควรวางกระดาษในที่ร่ม เมื่อกระดาษแห้งแล้ว สามารถรีดด้วยเตารีดใช้ไฟอ่อน

2.2.6 การทดสอบหาความหนืดของน้ำเจล ทดสอบ ตามมาตรฐาน ASTM D2196 [5] โดยใช้เครื่อง Brookfield viscometer type RVF series ขั้นตอนการทดสอบมีดังนี้

- เตรียมน้ำเจลประมาณ 450 มิลลิลิตรลงใน ปีกเกอร์ขนาด 600 มิลลิลิตร
- ติดตั้ง spindle โดยเลือกใช้ spindle และความเร็ว รอบให้เหมาะสมกับความหนืดของน้ำเจลที่ใช้วัด
- ปรับความสูงของ spindle โดยให้ spindle จมลงอยู่กึ่งกลางของน้ำเจล โดยระวังไม่ให้เกิดฟองอากาศ

- ทำการเปิดสวิตช์เพื่อทดสอบ โดยค่าที่อ่านได้ที่หน้าปัดเป็นค่าของแรงบิด (torque) เพื่อความถูกต้องควรอ่านค่าแรงบิดไม่ต่ำกว่า 10% ถ้าต่ำกว่า 10% ให้ทำการปรับ spindle ให้มีขนาดใหญ่ขึ้น หรือเพิ่มความเร็วในการหมุน
คำนวณค่าความหนืดจากสูตร

ความหนืด (Viscosity) = Dial reading (Torque) x Factor

ความหนืด มีหน่วย cP (mPa·s)

Dial reading คือ ค่าแรงบิดที่อ่านได้

Factor คือ ค่าที่ได้จากการนำหมายเลขของ spindle และความเร็วยกกำลังสี่คูณสอง แล้วหารค่า Factor ในตาราง Rv Series Viscometer

- ทำการทดสอบความหนืด Methyl cellulose ความเข้มข้นร้อยละ 0.1, 0.5, 1 และ 1.5 โดยจะทำการทดสอบวันแรกของการเตรียมน้ำเจล และทดสอบทุก ๆ 3, 7, 10 และ 14 วัน เพื่อทดสอบอายุการใช้งานและการเสื่อมสภาพของ Methyl cellulose เมื่อเวลาผ่านไป

3. ผลและวิจารณ์ (Results and discussion)

3.1 การทดสอบหาความเข้มข้นของ Methyl cellulose ที่เหมาะสม โดยเลือกความเข้มข้นร้อยละ 0, 0.1, 0.5, 1 และ 1.5 มาใช้ทดสอบ มีผลการทดสอบดังนี้

3.1.1 ทดสอบการใช้น้ำที่ปราศจาก Methyl cellulose (ความเข้มข้นร้อยละ 0)

ลักษณะสารละลายเมื่อทำการทดลองหยดสี ปรากฏว่าสีมีบางส่วนที่จมลงแม้ใช้สีที่มีความเข้มข้นต่ำ และสีที่อยู่บน ผิวน้ำไม่กระจายตัวในลักษณะเป็นวง เมื่อหยดสีเพิ่ม สีเคลื่อนตัวไปตามแรงกระเพื่อมของหยดสีทั่วผิวน้ำ จากการที่น้ำมีค่าความหนืดเพียง 1 cP ทำให้การควบคุมสีทำได้ยากและไม่สามารถทำให้เกิดลวดลายตามต้องการได้ เมื่อนำกระดาษสามาทาบบนผิวน้ำเพื่อทดสอบการทำให้เกิดลวดลายบนกระดาษสา ผลที่ได้คือสีที่ผิวน้ำไม่ติดกับกระดาษสา ทำให้ลวดลายสีที่เกิดขึ้นบนกระดาษสาขาดความเข้ม และน้ำซึมทะลุถึงด้านหลังกระดาษ ดังรูปที่ 2



รูปที่ 2 แสดงลักษณะการกระจายตัวของสี (ซ้าย) และลักษณะลวดลายที่เกิดขึ้นบนกระดาษสา (ขวา) เมื่อหยดสีลงในน้ำที่ปราศจาก Methyl cellulose (ความเข้มข้นร้อยละ 0)

3.1.2 ทดสอบการใช้ Methyl cellulose ที่ความเข้มข้นร้อยละ 0.1

ลักษณะสารละลายมีความหนืดเพิ่มขึ้นเล็กน้อย แตกต่างกับการใช้น้ำที่ปราศจาก Methyl cellulose เมื่อนำไปวัดค่าความหนืดได้ค่าความหนืดที่ 12.5 cP เมื่อทำการทดลองหยดสีจะมีบางส่วนของสีที่จมลงลักษณะเดียวกับการใช้น้ำที่ปราศจาก Methyl cellulose สีที่อยู่บนผิวน้ำมีการกระจายตัวลักษณะเป็นวงกว้างรัศมีมากกว่า 10 เซนติเมตร โดยที่สีบนผิวน้ำมีการเคลื่อนตัวไม่คงที่ ยากต่อการควบคุมลวดลาย ทดลองสร้างลวดลายจากการวาดสีที่ผิวน้ำด้วยไม้ปลายแหลม เมื่อการวาดสิ้นสุดทำการยกไม้ปลายแหลมขึ้น พบว่าน้ำเจลเคลื่อนที่ไม่หยุดแบบไม่เป็นทิศทาง ทำให้ยากต่อการควบคุมและสร้างให้เกิดลวดลายตามที่ต้องการได้ อันเนื่องมาจากความหนืดของสารละลายที่ 12.5 cP ยังไม่สูงพอที่จะควบคุมน้ำเจลและหยุดสีบนผิวน้ำเจลได้ เมื่อทดสอบการติดของสีบนกระดาษสา โดยวางกระดาษสาบนน้ำเจล พบว่า น้ำเจลซึมทะลุเข้าไปในเนื้อในของกระดาษสา มาก เช่นเดียวกับการใช้น้ำที่ปราศจาก Methyl cellulose แต่ลวดลายของสีที่ได้ติดไปกับกระดาษสามากขึ้นและให้สีได้ที่มีความเข้มกว่าที่ได้จากการใช้น้ำที่ปราศจาก Methyl cellulose ดังรูปที่ 3



รูปที่ 3 แสดงลักษณะการกระจายตัวของสี (ซ้าย) การวาดน้ำเจลด้วยไม้ปลายแหลมเพื่อให้เกิดลวดลาย (กลาง) และลักษณะลวดลายที่เกิดขึ้นบนกระดาษสา (ขวา) โดยใช้ Methyl cellulose 0.1%

3.1.3 ทดสอบการใช้ Methyl cellulose ที่ความเข้มข้นร้อยละ 0.5

ลักษณะของสารละลายมีความหนืดเพิ่มขึ้นมากกว่าการใช้ Methyl cellulose ที่ 0.1% โดยเห็นความแตกต่างตั้งแต่ขั้นตอนการเตรียม คือ ใช้เวลาในการกวนผสมนานมากขึ้น เมื่อนำไปวัดค่าความหนืดได้ค่าความหนืดที่ 259 cP เมื่อทำการทดลองหยดสี พบว่าสีจมลงในน้ำเจลเล็กน้อย ลักษณะสีมีการกระจายตัวที่ดี เป็นวงกว้างรัศมีไม่เกิน 10 เซนติเมตร โดยสียังมีความเข้มที่สม่ำเสมอมากกว่าการใช้ Methyl cellulose ที่ 0 และ 0.1% ทดลองสร้างลวดลายด้วยการวาดสีที่ผิวน้ำเจลโดยใช้ไม้ปลายแหลม เมื่อการวาดสิ้นสุดทำการยกไม้ปลายแหลมขึ้น พบว่าสีบนผิวน้ำเจลไหลต่อไปเป็นระยะ 1-3 เซนติเมตร (ขึ้นอยู่กับแรงที่ใช้) ในทิศทางเดียวกับการวาดจึงหยุดไหล ลักษณะนี้เพียงพอต่อการควบคุมลวดลายให้เกิดขึ้นตามต้องการได้ แต่ต้องอาศัยความชำนาญและประณีต เพราะถ้าออกแรงวาดมาก

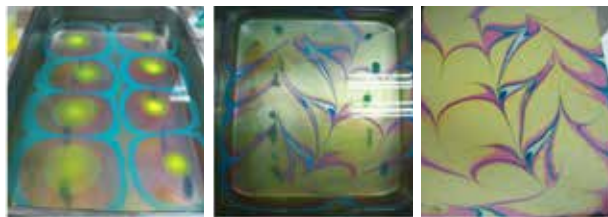
เกินไปสับบนน้ำเจลจะเคลื่อนไปไกลกว่าที่ต้องการ ทำให้เกิดลวดลายที่ผิดพลาดได้ แสดงให้เห็นว่าน้ำเจลต้องการค่าความหนืดมากกว่า 259 cP เพื่อทำให้เกิดความง่ายและสะดวกต่อการสร้างลวดลาย เมื่อทดสอบการติดสีของลวดลายที่สร้างขึ้นบนกระดาษสา ลวดลายบนกระดาษที่ได้มีความสดและความเข้มเหมือนดังลวดลายบนผิวน้ำเจล เจลติดไปกับกระดาษสาทั้งหมด มีหยดสีเหลือในน้ำเจลเล็กน้อย และน้ำเจลยังคงซึมทะลุเข้าเนื้อในกระดาษสาอยู่แต่น้อยลง ดังรูปที่ 4



รูปที่ 4 แสดงลักษณะการกระจายตัวของสี (ซ้าย) การวาดน้ำเจลด้วยไม้ปลายแหลมเพื่อให้เกิดลวดลาย (กลาง) และลักษณะลวดลายที่เกิดบนกระดาษสา (ขวา) บนน้ำเจลโดยใช้ Methyl cellulose ความเข้มข้นร้อยละ 0.5

3.1.4 การทดสอบการใช้ Methyl cellulose ที่ความเข้มข้นร้อยละ 1

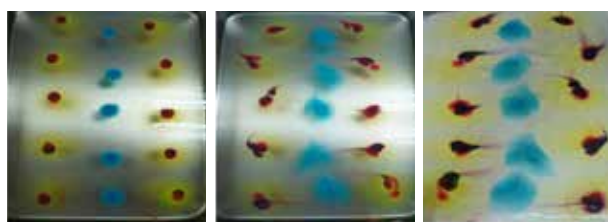
ลักษณะของสารละลายมีความหนืดมาก การกวนเพื่อให้สารละลายในน้ำใช้เวลาเพิ่มขึ้น เมื่อนำไปวัดค่าความหนืดได้ค่าความหนืดที่ 1,879 cP เมื่อทำการทดลองหยดสีลงบนน้ำเจล พบว่าไม่ปรากฏให้เห็นถึงการจมของสี และสีมีการกระจายตัวเป็นวงกว้างรัศมีไม่เกิน 5 เซนติเมตร ลักษณะของสีมีความเข้มและสม่ำเสมอมากกว่ากับการใช้ Methyl cellulose ความเข้มข้นร้อยละ 0.5 ทดลองทำการสร้างลวดลายจากการวาดสีที่ผิวหน้าโดยใช้ไม้ปลายแหลม เมื่อการวาดสิ้นสุดทำการยกไม้ปลายแหลมขึ้น พบสีบนผิวหน้าหลุดไหล เมื่อเพิ่มแรงที่ใช้วาดเพิ่มขึ้น น้ำเจลมีการไหลต่อไปอีกเพียงเล็กน้อย ในลักษณะเช่นนี้แสดงว่าเจลที่ความหนืด 1,879 cP เหมาะสมที่จะใช้สำหรับสร้างลวดลาย ซึ่งง่ายกว่าการใช้น้ำเจลที่มี Methyl cellulose ความเข้มข้นร้อยละ 0.5 เมื่อทดสอบการติดของสีของลวดลายที่สร้างขึ้นบนกระดาษสา ลวดลายบนกระดาษที่ได้มีความเข้มเหมือนดังลวดลายบนผิวน้ำเจล จากที่เจลติดไปกับกระดาษสาทั้งหมด และน้ำเจลไม่ซึมทะลุเข้าเนื้อในของกระดาษสา ดังรูปที่ 5



รูปที่ 5 แสดงลักษณะการกระจายตัวของสี (ซ้าย) การวาดน้ำเจลด้วยไม้ปลายแหลมเพื่อให้เกิดลวดลาย (กลาง) และลักษณะลวดลายที่เกิดบนกระดาษสา (ขวา) บนน้ำเจลโดยใช้ Methyl cellulose ความเข้มข้นร้อยละ 1

3.1.5 การทดสอบการใช้ Methyl cellulose ที่ความเข้มข้นร้อยละ 1.5

ลักษณะของสารละลายมีความหนืดมาก ใช้เวลาในการกวนให้สารละลายในน้ำโดยใช้เพียงตระกร้อไม่นานมากกว่าความเข้มข้นอื่น ๆ มาก และต้องทิ้งเจลไว้อย่างน้อย 12 ชั่วโมงเพื่อให้ฟองอากาศในเจลออกหมด เมื่อนำไปวัดค่าความหนืดได้ค่าความหนืดที่ 7,483 cP เมื่อทำการทดลองหยดสีลงบนน้ำเจล พบว่าไม่ปรากฏให้เห็นถึงการจมของสี ลักษณะสีมีความเข้ม และสีมีการกระจายตัวที่น้อย โดยเป็นวงมีรัศมีไม่เกิน 2 เซนติเมตร ทดลองทำการสร้างลวดลายจากการวาดสีที่ผิวหน้าโดยใช้ไม้ปลายแหลม เมื่อการวาดสิ้นสุดทำการยกไม้ปลายแหลมขึ้น พบสีบนผิวหน้าหลุดไหลย้อนกลับไปประมาณ 2-3 เซนติเมตร ในลักษณะเช่นนี้แสดงว่าน้ำเจลที่ความหนืด 7,483 cP ไม่เหมาะสมที่จะใช้สำหรับสร้างลวดลาย เมื่อทดสอบการติดของสีของลวดลายที่สร้างขึ้นบนกระดาษสา ลวดลายบนกระดาษที่ได้มีความเข้มเหมือนดังลวดลายบนผิวน้ำเจล จากที่เจลติดไปกับกระดาษสาทั้งหมด และน้ำเจลไม่ซึมทะลุเข้าเนื้อในของกระดาษสา ดังรูปที่ 6



รูปที่ 6 แสดงลักษณะการกระจายตัวของสี (ซ้าย) การวาดน้ำเจลด้วยไม้ปลายแหลมเพื่อให้เกิดลวดลาย (กลาง) และลักษณะลวดลายที่เกิดบนกระดาษสา (ขวา) บนน้ำเจลโดยใช้ Methyl cellulose ความเข้มข้นร้อยละ 1.5

จากการทดลองร้อยละของ Methyl cellulose พบว่าน้ำเจลที่ใช้ Methyl cellulose ความเข้มข้นร้อยละ 1 มีความเหมาะสมที่สุด โดยสีไม่จมลงในน้ำเจล การกระจายตัวของสีดีที่สุด การสร้างลวดลายบนผิวเจลทำได้ง่าย คงรูปได้นาน และการติดสีบนกระดาษทำได้ดีที่สุด ไม่มีสีตกค้างบนผิวเจล ขั้นตอนต่อไปเป็นการทดสอบประเภทของสีที่สามารถใช้งานได้

3.2 ผลการทดสอบโดยใช้สีประเภทต่างๆ บนผิวเจล Methyl cellulose ที่มีความเข้มข้นร้อยละ 1

โดยเลือกสีที่มีราคาถูกและมีขายทั่วไปในท้องตลาด ดังนี้ สีอะครีลิค เกรดงาน Art สีอะครีลิค เกรดทาบ่าน สีโปสเตอร์ สีผสมอาหาร สีน้ำ สีน้ำมัน สีย้อมผ้า ผลการทดสอบแสดงดังตารางที่ 3

3.2.1 การจมนของสี พบว่า สีทุกชนิดไม่จมนลงในน้ำเจล การกระจายตัวของสี พบว่าสีอะครีลิค เกรดงาน Art สีอะครีลิค เกรดทาบ่าน สีโปสเตอร์ สีผสมอาหาร มีการกระจายตัวที่ดีและสม่ำเสมอ ส่วนสีผสมอาหาร สีน้ำ สีน้ำมัน และสีย้อมผ้า มีการกระจายตัวไม่ดี

3.2.2 ระดับความเข้มของสี สีอะครีลิค เกรดงาน Art สีอะครีลิค เกรดทาบ่าน สีโปสเตอร์ และสีผสมอาหาร มีระดับความเข้มสีมาก ส่วนสีน้ำ สีน้ำมัน และสีย้อมผ้า มีระดับความเข้มสีน้อย

3.2.3 การวาดให้เกิดลวดลายบนน้ำเจลพบว่า สีอะครีลิค เกรดงาน Art สีอะครีลิค เกรดทาบ่าน สีโปสเตอร์ สีผสมอาหาร สีน้ำ สีย้อมผ้า สามารถวาดให้เกิดลวดลายได้ ส่วนสีน้ำมัน ไม่สามารถวาดให้เกิดลวดลายได้

3.2.4 การติดสีบนกระดาษสา พบว่า สีอะครีลิค เกรดงาน Art สีอะครีลิค เกรดทาบ่าน สีโปสเตอร์ สีน้ำ สีน้ำมัน และสีย้อมผ้า เกิดการติดสีทั้งหมด ส่วนสีผสมอาหาร พบว่า การติดสีไม่ติดนัก เกิดจากการเอนของสีซึมเข้าสู่กระดาษได้เล็กน้อยทำให้ลวดลายเสียหาย สีอะครีลิค เกรดงาน Art สีอะครีลิค เกรดทาบ่าน และสีโปสเตอร์ มีความเหมาะสมที่จะใช้สร้างสีต้นและลวดลายบนกระดาษสา เพราะสีไม่จมน การกระจายตัวของสีดีและสม่ำเสมอ ระดับความเข้มสีมาก วาดให้เกิดลวดลายได้ง่ายและเกิดการติดสีทั้งหมดบนกระดาษสา สีผสมอาหารไม่เหมาะสมในการใช้ เพราะสีซึมเข้าเนื้อในของกระดาษได้เล็กน้อยทำให้ลวดลายเสียหาย สีน้ำไม่เหมาะสมในการใช้ เพราะระดับความเข้มของสีน้อย การกระจายตัวช้าและไม่สม่ำเสมอ สีน้ำมันไม่เหมาะสมในการใช้ เพราะระดับความเข้มสีน้อย การกระจายตัวไม่สม่ำเสมอ ลักษณะเป็นเม็ดสีไม่สามารถสร้างลวดลายได้ สีย้อมผ้าไม่เหมาะสมในการใช้งาน เพราะระดับความเข้มสีน้อยทำให้การกระจายตัวไม่สม่ำเสมอลักษณะคล้ายขนนก

ตารางที่ 3 แสดงผลทดสอบการจมนของสี การกระจายตัวของสี ระดับความเข้มของสี การวาดให้เกิดลวดลายบนน้ำเจลและการติดของสีบนกระดาษสาของสีชนิดต่างๆ

คุณสมบัติ ชนิดของสี	การจมนของสี	การกระจายตัวของสี	ระดับความเข้ม ของสี	การวาดให้เกิด ลวดลาย บนน้ำเจล	การติดของสี บนกระดาษสา
สีอะครีลิค เกรดงาน Art	ไม่จมน	ดีและสม่ำเสมอ	มาก	ได้	ติดทั้งหมด
สีอะครีลิค เกรดทาบ่าน	ไม่จมน	ดีและสม่ำเสมอ	มาก แต่น้อยกว่าเกรด Art	ได้	ติดทั้งหมด
สีโปสเตอร์	ไม่จมน	ดีและสม่ำเสมอ	มาก แต่น้อยกว่าเกรด Art	ได้	ติดทั้งหมด
สีผสมอาหาร	ไม่จมน	ดีและสม่ำเสมอ	มากที่สุด	ได้	สีเอนจากสีซึมเข้า กระดาษได้น้อย ทำให้ ลวดลายเสียหาย
สีน้ำ	ไม่จมน	กระจายตัวช้า และไม่สม่ำเสมอ	น้อย	ได้	ติดทั้งหมด
สีน้ำมัน	ไม่จมน	ไม่สม่ำเสมอ ลักษณะเป็นเม็ดสี	น้อย	ไม่เกิดลวดลาย	ติดทั้งหมด
สีย้อมผ้า	ไม่จมน	ไม่สม่ำเสมอ ลักษณะคล้ายขนนก	น้อย	ได้	ติดทั้งหมด

3.3 การทดสอบความหนืดของน้ำเจลด Methyl cellulose

ทำการทดสอบความหนืดของน้ำเจลดที่ระดับความเข้มข้น Methyl cellulose ร้อยละ 0, 0.1, 0.5, 1 และ 1.5 เพื่อหาช่วงความหนืดและระยะเวลาการใช้งานของน้ำเจลด ผลที่ได้แสดงในตารางที่ 4 พบว่าความเข้มข้นของน้ำเจลด Methyl cellulose ที่เหมาะสมที่สุดคือร้อยละ 1 ซึ่งมีความหนืดอยู่ที่ 1,879 cP และความเข้มข้นที่สามารถใช้งานได้แต่ต้องการความประณีตคือ 0.5% คือ 259 cP ดังนั้น น้ำเจลดที่สามารถใช้งานได้ควรอยู่ในช่วงประมาณ 260-1,880 cP ซึ่งถ้าเตรียม Methyl cellulose ความเข้มข้นร้อยละ 1 จะสามารถใช้น้ำเจลดได้สูงสุดไม่เกิน 10 วัน จากน้ำเจลดในวันที่ 10 มีความหนืดลดลงเหลือ 207 cP และถ้าเตรียม Methyl cellulose ที่ความเข้มข้นร้อยละ 0.5 ให้ได้แค่เพียงวันแรกที่เตรียมเท่านั้น ส่วนน้ำเจลดที่ระดับความเข้มข้นร้อยละ 0, 0.1 และ 1.5 ไม่เหมาะสมในการใช้งาน เพราะที่ความเข้มข้นร้อยละ 0 และ 0.1 มีค่าความหนืดต่ำเกินไป ทำให้การกระจายตัวและการติดของสีไม่ดี ส่วนที่ความเข้มข้นร้อยละ 1.5 มีค่าความหนืดสูงไป การกระจายตัวของสีช้า การเตรียมน้ำเจลดใช้เวลานาน อีกทั้งเป็นการเพิ่มต้นทุนการผลิตด้วย

ตารางที่ 4 แสดงค่าความหนืดของน้ำเจลด Methyl cellulose ที่ระดับความเข้มข้นต่างๆ

ระดับความเข้มข้นของ Methyl cellulose, ร้อยละ		0	0.1	0.5	1	1.5
ความหนืด, cP	วันแรก	1	12.5	259	1,879	7,483
	3 วัน	1	12.5	190	1,535	6,700
	7 วัน	1	12.5	158	556	1,906
	10 วัน	1	12.5	153	207	914
	14 วัน	1	11.3	46.0	110	490

3.4 ข้อมูลเบื้องต้นสำหรับการประเมินด้านต้นทุนราคา (cost) ของกระดาษสาต่อแผ่นที่มีการนำเทคนิคศิลปะ Ebru paper เปรียบเทียบกระดาษสาสีทั่วไป

ผลิตภัณฑ์จากกระดาษสา	กระดาษสาสี	กระดาษสาศิลปะ Ebru paper
รายละเอียดต้นทุน (ราคาโดยประมาณต่อแผ่น ขนาด 50x70 cm)	- เยื่อปอสา = 2.00 บาท - สีย้อมกระดาษ = 0.50 บาท - คลอรีน = 0.25 บาท - โซดาไฟ = 0.75 บาท - รวม = 3.50 บาท	- เยื่อปอสา = 2.00 บาท - คลอรีน = 0.25 บาท - โซดาไฟ = 0.75 บาท - สีอะคริลิก = 0.25 บาท - ผงเจลด Methyl Cellulose = 0.50 บาท - น้ำยาออกซิกาลล์ (Ox gall) = 0.25 บาท - รวม = 4.00 บาท

4. สรุป (Conclusion)

4.1 ความหนืดของน้ำเจลที่สามารถใช้สร้างลวดลายบนกระดาษสาได้ดีอยู่ในช่วง 260-1,880 cP การใช้ Methyl cellulose ที่เหมาะสม คือ เข้มข้นร้อยละ 1 โดยเมื่อหยดสีแล้วจะช่วยให้สีไม่จมลงบนน้ำเจล และเมื่อทำการวาดเพื่อสร้างลวดลาย สีจะหยุดทันทีเมื่อยกเลิกการวาด อีกทั้งน้ำเจลไม่ซึมทะลุเข้าไปในกระดาษสา โดยสามารถใช้งานน้ำเจลได้ไม่เกิน 10 วัน จากที่ Methyl cellulose เสื่อมสภาพลงส่งผลทำให้การควบคุมลวดลายยากขึ้นตามระยะเวลาใช้งานที่เพิ่มขึ้น และสำหรับการใช้น้ำเจลสำหรับสร้างลวดลายเพียงวันเดียว อาจเตรียม Methyl cellulose ที่ความเข้มข้นน้อยกว่าได้เพื่อความประหยัด แต่ต้องมีความเข้มข้นของ Methyl cellulose ไม่ต่ำกว่าร้อยละ 0.5 เพราะน้ำเจลยังมีความหนืดของน้ำอยู่ในช่วงที่สามารถใช้งานได้ โดยจะมีสีจางเพียงเล็กน้อย และสามารถสร้างลวดลายได้โดยอาศัยความประณีตที่เพิ่มมากขึ้น

4.2 สีที่เหมาะสมที่สุดสำหรับการสร้างลวดลายบนกระดาษสา คือสีอะคริลิกเกรดงาน Art จากที่สีมีการกระจายตัวที่ดี มีความเข้มที่สม่ำเสมอ สามารถสร้างลวดลายได้ตามต้องการ และสีติดไปกับกระดาษสาทั้งหมด แต่ด้วยสีมีราคาแพงจึงเหมาะกับงานที่มีมูลค่าสูงหรือต้องการความสวยงามมากเท่านั้น สำหรับงานทั่วไป การใช้สีอะคริลิกเกรดทาบานหรือสีโปสเตอร์จะมีความเหมาะสมมากกว่า เพราะมีคุณสมบัติของสีเหมือนกันกับสีอะคริลิกเกรดงาน Art แต่สีให้ความเข้มที่น้อยกว่า โดยที่สีอะคริลิกจะมีความคงทนมากกว่าสีโปสเตอร์จากการมีส่วนผสมของพอลิเมอร์หรือไวโนล ส่วนการใช้สีชนิดอื่น ๆ ไม่เหมาะสม โดยสีย้อมผ้าและสีน้ำมันให้การกระจายตัวของสีในลักษณะที่ไม่เป็นวง สีน้ำมีความเข้มของสีที่น้อย และสีผสมอาหาร เมื่อทำการถ่ายเทลวดลายจากน้ำเจลไปที่กระดาษสา สีที่ได้บนผิวกระดาษจะเข้ม ทำให้ลวดลายเสียหายหรือเปลี่ยนไปจากเดิม

5. กิตติกรรมประกาศ (Acknowledgement)

ขอขอบคุณกลุ่มพลาสติกและผลิตภัณฑ์พลาสติก กองวัสดุวิศวกรรม กรมวิทยาศาสตร์บริการ ที่ให้ความอนุเคราะห์ให้ใช้เครื่อง Brookfield viscometer type RVF series เพื่อทดสอบค่าความหนืดของน้ำเจล Methyl cellulose

6. เอกสารอ้างอิง (References)

- [1] ศูนย์บริการข้อมูลการค้าการลงทุน จังหวัดเชียงใหม่. *ฐานข้อมูลสินค้าหักดกกรรมที่มีศักยภาพ : กระดาษสา* [ออนไลน์]. 2553. [อ้างถึงวันที่ 21 ธันวาคม 2560]. เข้าถึงจาก: http://tisc.feu.ac.th/input/file_upload/กระดาษสาบทวิเคราะห์_2010_12_21_22_31_23.pdf
- [2] ศิริพร ตรีพรไพรัช. *สำนักงานความร่วมมือทางวิชาการของเยอรมัน ประจำประเทศไทย (GTZ) จัปมือกรมส่งเสริม*

คุณภาพสิ่งแวดล้อม พัฒนาอุตสาหกรรมกระดาษสาไทย [ออนไลน์]. 2550. [อ้างถึงวันที่ 21 ธันวาคม 2560]. เข้าถึงจาก: <https://www.ryt9.com/s/prg/107726>

[3] น้าผิง ไชยกุล. *การมีส่วนร่วมในการพัฒนาผลิตภัณฑ์กระดาษสาของชุมชน เทศบาลตำบลต้นเปา อำเภอสันกำแพง จังหวัดเชียงใหม่. วิทยานิพนธ์ปริญญาศิลปศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาการพัฒนาทรัพยากรชุมชนและสิ่งแวดล้อม บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยแม่โจ้. 2556. 138 หน้า.*

[4] THE EDITORIAL TEAM. *Ebru: The Art of Paper Marbling* [online]. 2548. [อ้างถึงวันที่ 21 ธันวาคม 2560]. เข้าถึงจาก: <http://www.muslimheritage.com/article/ebru-art-paper-marbling>

[5] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM D2196-10. 2015. *Standard test methods for rheological properties of non-newtonian materials by rotational viscometer.*

การพัฒนาสารทดแทนเกลือเพื่อลดปริมาณโซเดียม ในผลิตภัณฑ์ซूपเห็ดสำเร็จรูปและผลิตภัณฑ์ขนมขบเคี้ยว

Development of salt substitute for reduction of sodium in ready to eat mushroom soup and snack foods



วรรณดี มหรรณพกุล¹, จันทรัชชา ยศศักดิ์ศรี^{1*}
Wannadee Mahannopkul¹, Janchay Yossakri^{1**}

บทคัดย่อ

การพัฒนาสารทดแทนเกลือนี้ใช้หลักการลดขนาดอนุภาคเกลือโซเดียม (NaCl) ให้อนุภาคมีขนาด 45 ไมครอน และนำไปผสมโพแทสเซียมคลอไรด์ (KCl) ในอัตราส่วน 1:1, 1:2 และ 2:1 (โดยน้ำหนัก) และทดสอบการยอมรับโดยชิมตัวอย่างน้ำเกลือโดยใช้วิธีการทดสอบ Triangle test ผู้ชิม 20 คน และคำนวณสถิติด้วย Chi-Square (X^2) พบว่า การทดสอบน้ำเกลือเข้มข้นร้อยละ 1 ผู้ชิมไม่สามารถแยกความแตกต่างระหว่างตัวอย่างควบคุม (เกลือโซเดียม) กับสารทดแทนเกลืออัตราส่วน 1:1 และน้ำเกลือ ร้อยละ 2 ผู้ทดสอบชิมไม่สามารถแยกเกลือโซเดียมกับสารทดแทนเกลือได้อัตราส่วน 1:1 และ 2:1 ที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 ($P>0.05$) แต่ผู้ชิมสามารถแยกความแตกต่างระหว่างเกลือโซเดียมกับสารทดแทนเกลืออัตราส่วน 1:2 ได้อย่างมีนัยสำคัญที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 ($P<0.05$)

สารทดแทนเกลือที่พัฒนาสูตร โดยใช้โพแทสเซียมคลอไรด์ผสมกับโซเดียมคลอไรด์ อัตราส่วน 60:40, 65:35 และ 70:30 และเติมทอรีน ร้อยละ 1 ร่วมกับกรดทาร์ทาริก ร้อยละ 0.1 หรือกรดแอสคอร์บิก ร้อยละ 0.1 สารทดแทนเกลือที่ผลิตนี้มีโซเดียม 15.01-17.59 กรัม/100 กรัม สูตรสารทดแทนเกลือที่เหมาะสม คือมี KCl ผสม NaCl อัตราส่วน 65:35 ผสมทอรีน ร้อยละ 1 และกรดแอสคอร์บิก ร้อยละ 0.1 ซึ่งนำไปใช้ปรุงรสซूपเห็ดฟาง พบว่า มีโซเดียม 32.38-35.97 มิลลิกรัมต่อหนึ่งหน่วยบริโภค (150 กรัม) ซึ่งมีค่าโซเดียมจัดอยู่ในกลุ่มอาหารที่มีเกลือโซเดียมต่ำมาก เกลือปรุงรสผสมสำหรับหรือสารทดแทนเกลือที่พัฒนาสูตรเพื่อปรุงแต่งรสผลิตภัณฑ์ขนมขบเคี้ยวโดยปรุงรskylayทอดกรอบ มีส่วนประกอบคือ โพแทสเซียมคลอไรด์ ผสมโซเดียมคลอไรด์ อัตราส่วน 65:35 เติมทอรีน ร้อยละ 1 กรดแอสคอร์บิก ร้อยละ 0.1 และผสมสาหร่าย เกลือปรุงรสผสมสาหร่ายปริมาณ 100 กรัม พบว่ามี K 65.58 กรัม มี Na 9.09 กรัม และมี NaCl 86.85 กรัม กล้วยทอดกรอบเติมเกลือปรุงรสผสมสาหร่าย มีโซเดียม 131.20 มิลลิกรัมต่อหนึ่งหน่วยบริโภค (100 กรัม) ซึ่งมีค่าใกล้เคียงและเป็นไปตามข้อกำหนดอาหารที่มีเกลือโซเดียมต่ำ

คำสำคัญ: สารทดแทนเกลือ เกลือโซเดียมต่ำ สารทดแทนเกลือโซเดียม

¹ กรมวิทยาศาสตร์บริการ

* E-mail address: wannadee@dss.go.th

** E-mail address: janchay@dss.go.th

Abstract

The development of sodium-replacement salts or salt substitutes in this research was produced by reduced size of sodium salt (NaCl) to very small particles, 45 micron. Salt substitutes was prepared by mixing NaCl and KCl at the ratio 1:1, 1:2 and 2:1 (by weight). Sensory evaluation of salt substitute solution was conducted using Triangle test with 20 panelists and statistical tested by Chi-Square (X^2). The sample of salt substitute solution test at the concentration 1% by weight, panelist could not detect the difference between control sample (Sodium salt) and salt substitute (NaCl and KCl ratio 1:1). Sensory evaluation result for the concentration 2% solution, panelist could not detect the difference between control sample and salt substitute (NaCl and KCl ratio 1:1 and 2:1), at the 95 percent confidence level ($P>0.05$). The sensory evaluation result shown that panelist can detect the difference of control sample and salt substitute NaCl and KCl at the ratio 1:2 ($P<0.05$)

The formula development of salt substitute contained KCl and NaCl at the ratio 60:40, 65:35 and 70:30, added taurine 1%, tartaric acid 0.1% or ascorbic acid 0.1%. These salt substitutes formulas were analyzed sodium content, it has sodium 15.01-17.59 gram/100 gram. Suitable salt substitute formula contained KCl and NaCl at the ratio 65:35 added taurine 1% and ascorbic acid 0.1%, it used for Straw mushroom soup and product has sodium 32.38-35.97 milligram/one serving (150 gram), which complied with definition of very low sodium food. Salt substitute formula was tested in snack, which contained of KCl and NaCl ratio 65:35, added taurine 1%, ascorbic acid 0.1% and mix with dried seaweed. This sodium-replacement salts was used for flavoring on banana cracker. Salt substitute mixed with dried seaweed contained K 65.58 gram, Na 9.09 gram and NaCl 86.85 gram. The flavoring banana cracker with salt substitute (mixed with dried seaweed) has sodium content 131.20 mg of sodium per serving (100 gram), which complied with definition of low sodium food.

Keywords: Salt substitute, Low-sodium salt, Sodium-replacement salts

1. บทนำ (Introduction)

วิวัฒนาการด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีสมัยใหม่ทำให้มีการศึกษาความสัมพันธ์ของทางโภชนาการและระบบเมตาบอลิซึมในร่างกายมนุษย์ มีรายงานวิจัยทางการแพทย์บ่งชี้ว่าเกลือบริโภคหรือโซเดียมคลอไรด์ เมื่อบริโภคในปริมาณสูงเป็นปัจจัยเสี่ยงต่อการเกิดภาวะความดันโลหิตสูง และมีความสัมพันธ์กับการเกิดโรคหัวใจและหลอดเลือดหัวใจ (Cardiovascular Disease, CVD) โรคเส้นเลือดในสมอง (Stroke) และอาจทำให้เกิดโรคไตเสื่อมและเกิดเมตาบอลิซึมในภาวะที่มีแร่ธาตุสูง มีรายงานบ่งชี้ด้วยว่า การบริโภคโซเดียมในปริมาณสูงมีผลทำให้ความยืดหยุ่นของเส้นเลือดเลี้ยงหัวใจลดลง [1] สมาคมโรคหัวใจในประเทศสหรัฐอเมริกา ได้ส่งเสริมให้บริโภคโซเดียมในปริมาณที่ต่ำกว่า 1,500 มิลลิกรัม/วัน [2,3] เพื่อลดปัญหาการแข็งตัวของหลอดเลือดหัวใจ องค์การอาหารและยาในประเทศสหรัฐอเมริกา แนะนำว่าปริมาณโซเดียมที่ผู้ใหญ่และเด็กควรบริโภคต้องมีปริมาณต่ำกว่า 2,400 มิลลิกรัมต่อวัน สำหรับผู้สูงอายุ ผู้ป่วยโรคเบาหวาน โรคไตวายเรื้อรัง และความดันโลหิตสูง ควรลดการบริโภคโซเดียมให้อยู่ในปริมาณ ไม่เกิน 1,500 มิลลิกรัมต่อวัน และผู้ป่วยโรคไตเรื้อรัง ควรจำกัดปริมาณโซเดียมที่บริโภคให้เหลือน้อยกว่า 600 มิลลิกรัมต่อวัน [4]

สถานการณ์โรคความดันโลหิตสูงในประเทศไทย จากข้อมูลในปี พ.ศ. 2553 ของกระทรวงสาธารณสุข พบว่ามีผู้ที่เป็นโรคความดันโลหิตสูงถึงประมาณ 10 ล้านคน คิดเป็นประมาณ 1 ใน 6 ของประชากรทั้งหมดในประเทศ ซึ่งทำให้สิ้นเปลืองงบประมาณมหาศาลในการควบคุมดูแลโรคความดันโลหิตสูงในแต่ละปี และคนกลุ่มนี้ร้อยละ 70 ไม่ทราบว่าตนเองเป็นโรคความดันโลหิตสูง ทำให้ไม่ได้รับการรักษา จึงเกิดโรคแทรกซ้อนที่สืบเนื่องจากโรคความดันโลหิตสูง ได้แก่ อัมพฤกษ์ อัมพาต โรคหลอดเลือดสมองตีบ โรคหลอดเลือดหัวใจตีบ ซึ่งอาจร้ายแรงถึงขั้นเสียชีวิตได้ มีข้อมูลว่าประชากรคนไทยเริ่มมีผู้ป่วยโรคความดันโลหิตสูง โรคไตเสื่อมในปริมาณที่สูง และมีข้อมูลว่าเครื่องปรุงรสต่างๆ เช่น น้ำปลา กะปิ ซีอิ๊ว ซอสหอยนางรม ซอสมะเขือเทศ ซอสพริก น้ำจิ้มสุกี้ มีโซเดียมปริมาณที่สูง

โครงการวิจัยนี้มีเป้าหมายศึกษาพัฒนาสารทดแทนเกลือเพื่อใช้เป็นเครื่องปรุงแต่งรสในการผลิตอาหารสำเร็จรูปในระดับอุตสาหกรรม เพื่อการลดปริมาณโซเดียมในผลิตภัณฑ์อาหารแปรรูปที่มีการผลิตในเชิงการค้า โดยไม่มีผลกระทบต่อรสชาติของอาหาร เทคโนโลยีที่ได้จากงานวิจัยนี้สนับสนุนภาคการผลิตในระดับอุตสาหกรรม และวิสาหกิจขนาดกลางและขนาดย่อม (SMEs) ให้ปรับรูปแบบการผลิตใหม่ เพื่อให้ได้อาหารที่มีโซเดียมต่ำ ซึ่งมีผลดีต่อสุขภาพของผู้บริโภคในประเทศไทย และส่งเสริมให้อุตสาหกรรมอาหารไทยผลิตอาหารเพื่อสุขภาพส่งออกสู่ตลาดอาเซียนและตลาดโลก การวิจัยพัฒนาสูตรสารทดแทนเกลือ (Salt substitutes) ที่มีผู้ศึกษาไว้ มีดังนี้

1. การวิจัยผลิตสารทดแทนเกลือ โดยใช้หลักการลดขนาดอนุภาคของเกลือโซเดียม

มีงานวิจัยทำให้มีขนาดอนุภาคเล็ก 50-100 μm [5] ขนาดอนุภาคเล็กที่ลงทำให้เพิ่มพื้นที่ผิวเมื่อบริโภคได้รับรสได้มากกว่า

2. การวิจัยสารทดแทนเกลือ โดยใช้โพแทสเซียมคลอไรด์ ผสมโซเดียมคลอไรด์ และเติมสารปรับปรุงรสชาติ

มีงานวิจัยใช้โพแทสเซียมคลอไรด์ ทดแทนโซเดียมคลอไรด์ ร้อยละ 40-50 [6] ร่วมกับการเติมสารปรุงแต่งรสที่ทำหน้าที่มีผลยับยั้งการเกิดรสที่ไม่ต้องการ (Enhancer) เพื่อแก้ปัญหาหยาบและรสเฝื่อน เช่น เติมนกต้ออ่อน เช่น กรดแอสคอร์บิก และกรดทาร์ทาริก [7] หรือการเติมสารประกอบในกลุ่ม Nucleotide monophosphate salt เช่น เติมทอรีน (Taurine) [7,8] นอกจากนี้มีการเติมทรีฮาโลส (Trehalose) [9]

มีรายงานการวิจัยผลการใช้สารทดแทนเกลือที่มีโพแทสเซียมแทนที่ในเกลือโซเดียม ทำให้ลดค่าความดันโลหิตของผู้ทดสอบบริโภคอาหารที่ปรุงด้วยเกลือโซเดียมต่ำ [10] องค์การอาหารและยา [11] ให้ข้อมูลว่า การเพิ่มปริมาณโปแตสเซียมในร่างกาย จะทำให้ลดค่าความดันโลหิต และลดปัจจัยเสี่ยงของโรค CVD WHO มีคำแนะนำผู้ใหญ่ รวมทั้งเด็กอายุ 2 ถึง 5 ปี ควรได้รับโปแตสเซียม 3,510 มิลลิกรัมต่อวัน และมีข้อมูลว่าอัตราส่วนของปริมาณ High dietary Sodium intake (DSI) และ High dietary Potassium intake (DPI); $\text{DSR} = \text{DSI} / \text{DPI}$ ควรมีค่าประมาณ 1.2 แต่ถ้ามียุคมากกว่านี้ จะทำให้เป็นปัจจัยเสี่ยงต่อการเกิดโรคหลอดเลือดเลี้ยงหัวใจ (CVD) [12]

2. วิธีการวิจัย (Experimental)

2.1 ศึกษาพัฒนาผลิตสารทดแทนเกลือโดยใช้เทคนิคการทำอนุภาคเกลือให้มีขนาดเล็ก

2.1.1 ในการวิจัยนี้ผลิตสารทดแทนเกลือโดยใช้เกลือโซเดียมที่มีขนาดอนุภาคเล็กประมาณ 50 ไมครอน (Micron) โดยบดด้วยเครื่อง Ultra Centrifugal mill นำมาผ่านตะแกรงขนาด 325 เมช (45 ไมครอน) และ 400 เมช (38 ไมครอน)

2.1.2 ศึกษาผลิตสารทดแทนเกลือ นำเกลือที่ลดขนาดผสมกับโพแทสเซียมคลอไรด์ โดยสูตรมีโซเดียมคลอไรด์ ร้อยละ 30-50

2.2 ศึกษาทดลองผลิตสารทดแทนเกลือ และผสมสารปรับแต่งรส

2.2.1 ผลิตสารทดแทนเกลือโดยใช้โพแทสเซียมคลอไรด์ทดแทนโซเดียมคลอไรด์ ที่ร้อยละ 40-50 ร่วมกับการเติมสารปรุงแต่งเพื่อขจัดรสขม เช่น การเติมทอรีน (Taurine) ร้อยละ 1 และ 3 ร่วมกับแคลเซียมแลคเตต ร้อยละ 0.5 หรือใช้ทอรีน ร้อยละ 1 ร่วมกับการเติมแอสคอร์บิก ร้อยละ 0.1 และ 0.2 หรือการเติมทาร์ทาริก ร้อยละ 0.1 และ 0.2

2.2.2 การประเมินคุณภาพทางประสาทสัมผัสสารทดแทนเกลือ โดยชิมสารละลายสารทดแทนเกลือที่ความเข้มข้นร้อยละ 1 และร้อยละ 2 โดยใช้วิธีการทดสอบ Triangle test ผู้ชิม 20 คน และคำนวณสถิติด้วย Chi-Square (X^2)

2.3 ศึกษาพัฒนาสารทดแทนเกลือที่ผสมสาหร่ายที่มีเกลือโซเดียมต่ำ

ศึกษาผลิตสารทดแทนเกลือ เครื่องปรุงรสผสมสาหร่ายไก่อที่มีเกลือโซเดียมต่ำ เพื่อใช้ปรุงรสผลิตภัณฑ์ขนมขบเคี้ยว (สาหร่ายไก่อ เป็นสาหร่ายน้ำจืดสีเขียวสกุล *Cladophora* และ *Rhizocronium* ที่พบมากแถบแม่น้ำน่าน อำเภอวังผา จังหวัดน่าน ซึ่งสาหร่ายชนิดนี้นำมารับประทานได้) ผลิตเกลือปรุงรสผสมสาหร่ายไก่อ โดยเกลือปรุงรส (100 กรัม) มีส่วนประกอบดังนี้ KCl (65 กรัม) : NaCl (35 กรัม) : ทอรีน ร้อยละ 1 (1 กรัม) : แอสคอร์บิก ร้อยละ 0.1 (0.1 กรัม) และนำเกลือปรุงรสนี้ผสมสาหร่ายไก่อในอัตราส่วน 20 กรัม : 80 กรัม

2.4 การวิเคราะห์ตัวอย่างสารทดแทนเกลือหรือเกลือปรุงรส และเกลือปรุงรสผสมสาหร่าย โดยวิเคราะห์ปริมาณโพแทสเซียม (K) โซเดียม (Na) และโซเดียมคลอไรด์ (NaCl) โดยการวิเคราะห์ ใช้วิธี In house method base on AOAC (2016) 984.27

2.5 ศึกษาการใช้สารทดแทนเกลือ เติมเกลือปรุงรสผสมสาหร่ายไก่อในอัตราส่วนที่เหมาะสมเพื่อปรุงรสขนมขบเคี้ยว (กล้วยทอดกรอบ)

2.6 ศึกษาการใช้สารทดแทนเกลือในการผลิตซูปเห็ดสำเร็จรูปบรรจุถุงรีทอร์ต และวิเคราะห์ปริมาณโซเดียมในผลิตภัณฑ์

ศึกษาซูปเห็ดสำเร็จรูป (เห็ดฟาง เห็ดออริโนจิ) ปรุงแต่งรสชาติโดยใช้สารทดแทนเกลือ ร้อยละ 0.4 ของน้ำหนักซูปแต่ละชนิด เปรียบเทียบกับเติมเกลือปกติ ร้อยละ 0.5 และฆ่าเชื้อจุลินทรีย์โดยนำเข้าเครื่องรีทอร์ตชนิดฉีดพ่นไอน้ำร้อน (Hot Water Spray Retort) ที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส นาน 20 นาที และวิเคราะห์ปริมาณโพแทสเซียม (K) โซเดียม (Na) และโซเดียมคลอไรด์ (NaCl) ในผลิตภัณฑ์ซูปเห็ดสำเร็จรูป และคุณค่าทางโภชนาการ

2.7 ศึกษาการยอมรับผลิตภัณฑ์กล้วยทอดกรอบ และซูปเห็ดสำเร็จรูป ที่ใช้สารทดแทนเกลือเปรียบเทียบกับตัวอย่างควบคุมที่เติมเกลือโซเดียม วิเคราะห์ความพึงพอใจของผู้ทดสอบชิมที่มีต่อผลิตภัณฑ์ โดยวิเคราะห์คะแนนความชอบแบบ 9-point Hedonic scale ผู้ทดสอบชิมจำนวน 30 คน และทดสอบความแตกต่างของค่าเฉลี่ย โดยใช้ Duncan's New Multiple Range Test และวิเคราะห์แปรผลสถิติโดย SPSS program

2.8 ศึกษาอายุการเก็บ คุณสมบัติทางเคมีและกายภาพของผลิตภัณฑ์กล้วยทอดกรอบปรุงรส และซูปเห็ดสำเร็จรูปในถุงรีทอร์ต

3. ผลและวิจารณ์ (Results and discussion)

3.1 การพัฒนาผลิตสารทดแทนเกลือโดยทำให้เกลือโซเดียมมีอนุภาคเล็ก

3.1.1 ศึกษาทดลองผลิตเกลือโซเดียม (NaCl) ที่มีขนาดอนุภาคเล็กโดยบดด้วยเครื่องบดละเอียด (Ultra centrifugal mill) ขนาดตะแกรง No. 0.12 เพื่อให้เกลือมีขนาดอนุภาคเล็กกว่า 50

ไมครอน (μm) และนำเกลือที่บดลดขนาดมาผ่านตะแกรงขนาด 325 เมช (45 ไมครอน) และ 400 เมช (38 ไมครอน) พบว่า เกลือที่เตรียมให้มีขนาดอนุภาคเล็กนี้ผ่านตะแกรงขนาด 325 เมช คิดเป็นร้อยละ 93 และ 400 เมช คิดเป็นร้อยละ 91 ในงานวิจัยนี้จึงใช้เกลือที่ลดขนาดอนุภาคที่ 45 ไมครอน ในการผลิตสารทดแทนเกลือในทุกการทดลอง

3.1.2 ศึกษาผลิตสารทดแทนเกลือโดยใช้โซเดียมคลอไรด์ ที่มีอนุภาคขนาด 45 ไมครอน ผสมโพแทสเซียมคลอไรด์ (KCl) ในอัตราส่วน 1:1, 1:2 และ 2:1 (หรือ ใช้โปแตสเซียมคลอไรด์ทดแทนเกลือโซเดียม คิดเป็น ร้อยละ 33.3, 50 และ 66.6) และการทดสอบชิมตัวอย่างน้ำเกลือที่ความเข้มข้น ร้อยละ 2 พบว่า ผู้ทดสอบไม่สามารถแยกตัวอย่างสารทดแทนเกลือกับตัวอย่างควบคุมได้ การทดสอบชิมใช้ผู้ชิมจำนวน 20 คน วิเคราะห์ค่าทางสถิติด้วย Chi-Square (χ^2)

3.2 การพัฒนาสูตรสารทดแทนเกลือ และผสมสารปรับแต่งรส

ในการพัฒนาสูตรสารทดแทนเกลือ ในงานวิจัยนี้ ใช้โพแทสเซียมคลอไรด์เป็นส่วนประกอบหลักเพื่อลดปริมาณโซเดียมให้เป็นไปตามข้อกำหนดของ EU ที่ระบุว่าสารทดแทนเกลือนั้นอย่างน้อยต้องมีโซเดียมลดลงไม่น้อยกว่า ร้อยละ 25 [13] ข้อมูลงานวิจัยพัฒนาสูตรสารทดแทนเกลือที่ใช้โพแทสเซียมคลอไรด์เป็นส่วนประกอบ [13] มีรายงานการศึกษาผลิตสารทดแทนเกลือโดยใช้โพแทสเซียมคลอไรด์ (KCl) ผสมโซเดียมคลอไรด์ อัตราส่วน 20:80 ถึง 80:20 (Morton, 1967) และเวลาต่อมา Davis และคณะ ในปี 1982 พัฒนาสารทดแทนเกลือโดยใช้ KCl อัตราส่วน 30-70% และผสม NaCl 70-30% และมีงานวิจัยผลิตสารทดแทนเกลือที่ลดปริมาณโซเดียม 40-50% (Rood and Tilikian, 1983)

การพัฒนาสารทดแทนเกลือในงานวิจัยครั้งนี้ ใช้โพแทสเซียมคลอไรด์ ผสมโซเดียมคลอไรด์ ในอัตราส่วน 3:2 (หรือโปแตสเซียมคลอไรด์ ผสมเกลือโซเดียม อัตราส่วน 60:40) และเติมสารปรับแต่งรสชาติ ได้แก่ ทอรีน ร้อยละ 1 และ 3 และแคลเซียมแลคเตท ร้อยละ 0.5 การทดสอบชิมตัวอย่างน้ำเกลือที่ความเข้มข้นร้อยละ 2 พบว่า ผู้ทดสอบไม่สามารถแยกตัวอย่างสารทดแทนเกลือกับตัวอย่างควบคุมได้ ซึ่งผลการวิจัยนี้ปรับแต่งรสชาติ โดยเติมกรดทาร์ทาริก และแอสคอร์บิกเพื่อขจัดรสขมหรือรสเฝื่อนผิดปกติ ซึ่งสอดคล้องกับรายงานของ Katica Cepanec (2017) การใช้สารปรับแต่งรสชาติ (Taste-improving agents; TIAs) [13] ได้แก่ กรดอ่อนที่มีโดยธรรมชาติในอาหาร (Food acids) เช่น มาร์ลิก ซิตริก ทาร์ทาริก และเติมกรดอะมิโน (Amino acids) เช่น โลซีน หรือ ทอรีน [7] จะทำให้สารทดแทนเกลือมีกลิ่นรสปกติ

การประเมินคุณภาพทางประสาทสัมผัส ใช้ผู้ทดสอบจำนวน 20 คน พบว่า การทดสอบชิมตัวอย่างน้ำเกลือเข้มข้นร้อยละ 2 พบว่า ผู้ทดสอบไม่สามารถแยกความแตกต่างระหว่างตัวอย่างควบคุม (เกลือแกงหรือโซเดียมคลอไรด์) กับสารทดแทนเกลือที่มีโพแทสเซียมคลอไรด์ ผสมโซเดียมคลอไรด์ ในอัตราส่วน 60:40

เติมสารปรับแต่งรสชาติ ได้แก่ ทอรีน ร้อยละ 1 กรดทาร์ทริก ร้อยละ 0.1 และ 0.2 และกรดแอสคอร์บิก ร้อยละ 0.1 และ 0.2 (สูตรในตารางที่ 1) และผู้ทดสอบไม่สามารถแยกความแตกต่างกันได้ ในตัวอย่างสารทดแทนเกลือที่มีปริมาณกรดทาร์ทริก ร้อยละ 0.1 หรือ 0.2 และสารทดแทนเกลือที่มีกรดแอสคอร์บิก ร้อยละ 0.1 หรือ ร้อยละ 0.2 เมื่อนำค่าไปคำนวณสถิติ (X^2) พบว่า ผู้ทดสอบไม่สามารถแยกตัวอย่างได้อย่างมีนัยสำคัญทางสถิติที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 ($P>0.05$) ดังนั้น สามารถเลือกการเติมกรดแอสคอร์บิก หรือกรดทาร์ทริก ในปริมาณร้อยละ 0.1 หรือ 0.2 ได้

ตารางที่ 1 ส่วนประกอบสารทดแทนเกลือสูตรต่างๆ

สูตร	KCl (กรัม)	NaCl (กรัม)	Taurine 1% (กรัม)	Tartaric acid 0.1% (กรัม)	Tartaric acid 0.2% (กรัม)	Ascorbic acid 0.1% (กรัม)	Ascorbic acid 0.2% (กรัม)
Control	-	20	-	-	-	-	-
(A 1) (KCl: NaCl 60:40)	15	10	0.25	0.025	-	-	-
(A 2) (KCl: NaCl 60:40)	15	10	0.25	-	0.05	-	-
(B 1) (KCl: NaCl 60:40)	15	10	0.25	-	-	0.025	-
(B 2) (KCl: NaCl 60:40)	15	10	0.25	-	-	-	0.05

เกลือปรุงรส ประเภทสารทดแทนเกลือ โดยใช้โพแทสเซียมคลอไรด์ ผสมโซเดียมคลอไรด์ ในอัตราส่วน 60:40, 65:35 และ 70:30 เติมสารปรับแต่งรสชาติ ได้แก่ ทอรีน ร้อยละ 1 กรดทาร์ทริก หรือ กรดแอสคอร์บิก ร้อยละ 0.1 (ตารางที่ 2) และผลการทดสอบชิม ตัวอย่างน้ำเกลือที่ความเข้มข้นร้อยละ 2 เมื่อใช้ผู้ชิม 20 คน และวิเคราะห์ค่าทางสถิติด้วย Chi-Square (X^2) พบว่า ผู้ทดสอบไม่สามารถแยกความแตกต่างกันได้ จึงเลือกใช้ปริมาณกรดแอสคอร์บิก ร้อยละ 0.1 ในการปรับแต่งรสสารทดแทนเกลือร่วมกับทอรีน ร้อยละ 1.0

ตารางที่ 2 เกลือปรุงรส 4 สูตร (ปริมาณ 300 กรัม/สูตร)

สูตร	KCl (กรัม)	NaCl (กรัม)	Taurine 1% (กรัม)	Tartaric acid 0.1% (กรัม)	Ascorbic acid 0.1% (กรัม)
เกลือปรุงรส 01 (KCl: NaCl 60:40)	180	120	3	0.3	-
เกลือปรุงรส 02 (KCl: NaCl 60:40)	180	120	3	-	0.3
เกลือปรุงรส 03 (KCl: NaCl 65:35)	195	105	3	-	0.3
เกลือปรุงรส 04 (KCl: NaCl 70:30)	210	90	3	-	0.3

3.3 การผลิตเครื่องปรุงรสผสมสาหร่ายที่มีเกลือโซเดียมต่ำ

3.3.1 ศึกษาทดลองผลิตสาหร่ายไกแผ่นอบแห้งปรุงรส เนื่องจากสาหร่ายแผ่นอบแห้ง และชนิดอบแห้งแบบปรุงรสที่มีจำหน่ายทั่วไปมีปริมาณโซเดียมค่อนข้างสูง ดังนั้นจึงนำสาหร่ายไกที่ได้จาก จ.น่าน ผลิตเป็นแผ่นสาหร่ายอบแห้ง โดยมีขั้นตอนสำคัญได้แก่ 1) การล้างทำความสะอาดสาหร่ายก่อนอบแห้ง โดยใช้ น้ำสะอาดและล้างซ้ำด้วยน้ำร้อนทะเลล้าง 2-3 รอบ เพื่อลดกลิ่นสาหร่าย 2) การอบแห้ง อบในตู้อบลมร้อนที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส 3) ชีดสารละลายทดแทนเกลือ เข้มข้นร้อยละ 5 ลงบนแผ่นสาหร่ายปริมาตร 10-15 มิลลิลิตร อบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส นาน 10-15 นาที เพื่อให้แห้งและกรอบ

ตารางที่ 3 ส่วนประกอบสารทดแทนเกลือ ที่ใช้เตรียมสารละลายทดแทนเกลือ เข้มข้นร้อยละ 5 เพื่อชีดบนสาหร่ายไก

สูตร	สารทดแทนเกลือผสมสารปรับแต่งรส (กรัม)	น้ำกรอง (มล.)
1	KCl (3) + NaCl (2) + ทอรีน 1% (0.05)	100
2	KCl (3.5) + NaCl (1.5) + ทอรีน 1% (0.05)	100

3.3.2 ศึกษาผลิตเครื่องปรุงรสที่มีเกลือโซเดียมต่ำผสมสาหร่าย ผลิตเครื่องปรุงรสโดยบดสาหร่ายไกอบแห้งให้เป็นชิ้นเล็ก และมีส่วนประกอบตามสูตรในตารางที่ 4 ก และ 4 ข

ตารางที่ 4 ก อัตราส่วนผสมของเกลือปรุงรสผสมสาหร่าย โดยเตรียมจากสูตรเกลือปรุงรส 03

สูตร	KCl (กรัม)	NaCl (กรัม)	Taurine 1% (กรัม)	Ascorbic acid 0.1% (กรัม)
เกลือปรุงรส 03 (225)*	146.25	78.75	2.25	0.225
เกลือปรุงรส 03 (60)*	39	21	0.6	0.06

เกลือปรุงรส สูตร 03 มีโพแทสเซียมคลอไรด์ ผสมโซเดียมคลอไรด์ อัตราส่วน 65 : 35

ตารางที่ 4 ข เกลือปรุงรสผสมสาหร่าย 2 สูตร (ปริมาณ 300 กรัม/สูตร)

สูตร	เกลือปรุงรส (กรัม)	สาหร่ายไกบหนยาย (กรัม)	หมายเหตุ
เกลือปรุงรสผสมสาหร่าย 01	ใช้สูตร เกลือปรุงรส 03 (225)*	75	ใช้ปรุงอาหาร
เกลือปรุงรสผสมสาหร่าย 02	ใช้สูตร เกลือปรุงรส 03 (60)*	240	ใช้ปรุงขนมขบเคี้ยว

หมายเหตุ * การเตรียมเกลือปรุงรสผสมสาหร่าย 01 และ 02 มีเกลือปรุงรส 03 เป็นส่วนประกอบในปริมาณ 225 กรัม และ 60 กรัม ตามลำดับ โดยเตรียมอัตราส่วนจากเกลือปรุงรส 03 มีอัตราส่วน KCl: NaCl: Taurine: Ascorbic acid ตามตารางที่ 4 ก

3.4 การวิเคราะห์ตัวอย่างสารทดแทนเกลือหรือเกลือปรุงรส และเกลือปรุงรสผสมสาหร่าย

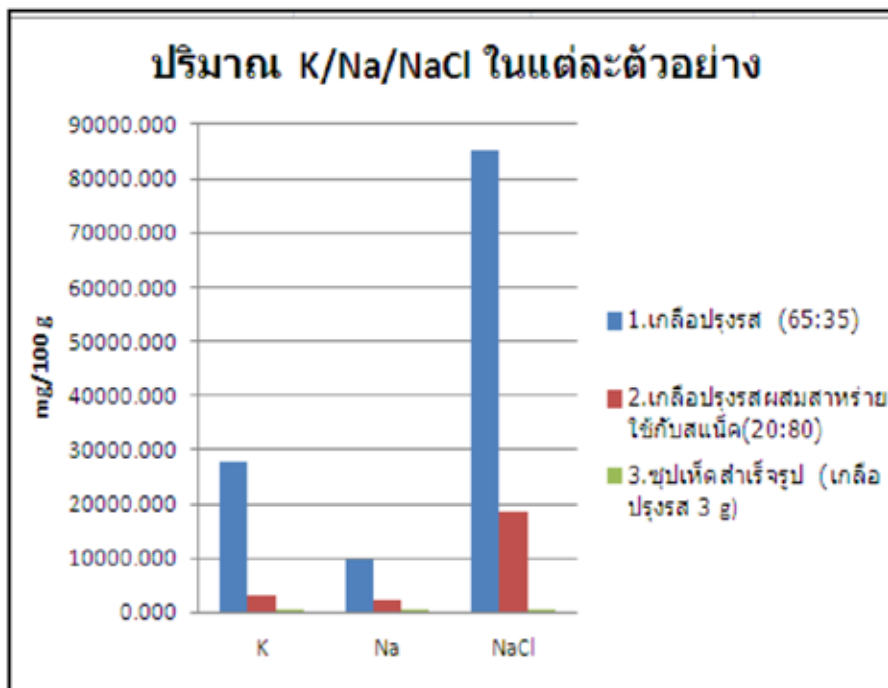
ผลการวิเคราะห์เกลือปรุงรส (สารทดแทนเกลือ) โดยมีโพแทสเซียมคลอไรด์ (KCl) ผสมกับโซเดียมคลอไรด์ (NaCl) ในอัตราส่วน 60:40 , 65:35 และ 70:30 และเติมทอรีน (Taurine) ร้อยละ 1 ร่วมกับ กรดทาร์ทาริก (Tartaric acid) ร้อยละ 0.1 หรือกรดแอสคอร์บิก (Ascorbic acid) ร้อยละ 0.1 ที่มีส่วนประกอบตามสูตรในตารางที่ 2

ผลการวิเคราะห์จากห้องปฏิบัติการศูนย์บริการประกันคุณภาพอาหาร สถาบันคั้นคว้าและพัฒนาผลิตภัณฑ์อาหาร มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ เกลือปรุงรสปริมาณ 100 กรัม และเกลือปรุงรสผสมสาหร่าย 100 กรัม (ตารางที่ 5 และรูปที่ 1, 2 และ 3) ทั้งสามสูตรพบว่ามีปริมาณ โพแทสเซียม (K) อยู่ในช่วง 10.42–17.97 กรัม/100 กรัม เกลือปรุงรสที่ได้จากการทดลองนี้มีปริมาณโซเดียม (Na) 15.01-17.59 กรัม/100 กรัม และเมื่อเปรียบเทียบกับสูตรสารทดแทนเกลือพบว่า สูตร 01 และสูตร 02 มีปริมาณ K และ Na มีค่าที่ใกล้เคียงกัน (ตารางที่ 5) แต่อย่างไรก็ดีเกลือปรุงรส (สารทดแทนเกลือ) ที่ได้จากการทดลองนี้มีปริมาณโซเดียมที่ต่ำ คิดเป็นโซเดียม 1.5-1.76 กรัม ต่อน้ำหนักเกลือปรุงรส 10 กรัม ซึ่งมีค่าต่ำกว่าเกลือแกงที่ใช้บริโภคทั่วไป 1 ช้อนชา (ประมาณ 3 กรัม) ที่มีโซเดียมสูงถึง 2.3 กรัม (หรือ 2,300 มิลลิกรัม) และเกลือปรุงรสผสมสาหร่าย โดยมีอัตราส่วนผสม ตามตารางที่ 4 ข ผลวิเคราะห์ K และ Na พบว่ามีปริมาณ K 65.58 กรัม/100 กรัม และมีปริมาณ Na 9.09 กรัม/100 กรัม ตามตารางที่ 5

ตารางที่ 5 ปริมาณโพแทสเซียม (K) โซเดียม (Na)

สูตร	K	Na	NaCl
เกลือปรุงรส 01 กรัม/ 100 กรัม	17.97	15.01	100.62
เกลือปรุงรส 02 กรัม/ 100 กรัม	17.00	15.73	101.04
เกลือปรุงรส 03 กรัม/ 100 กรัม	15.79	17.18	100.71
เกลือปรุงรส 04 กรัม/ 100 กรัม	10.42	17.59	102.59
เกลือปรุงรสผสมสาหร่าย 01 กรัม/ 100 กรัม	6.16	7.68	88.23
เกลือปรุงรสผสมสาหร่าย 02 กรัม/ 100 กรัม	3.66	3.01	28.75

ผลการวิเคราะห์เกลือปรงรส และเกลือปรงรสผสมสาหร่าย เมื่อเปรียบเทียบกับข้อมูลจากนิยามที่องค์การอาหารและยาของ
 ประเทศสหรัฐอเมริกา (U.S. Food and Drug Administration) กำหนดว่าอาหารที่ปราศจากเกลือหรือโซเดียม (Salt/Sodium
 -Free) คือต้องมีโซเดียมต่ำกว่า 5 มิลลิกรัมต่อหนึ่งหน่วยบริโภคหรือต่ำกว่านี้ และอาหารที่มีเกลือโซเดียมต่ำ (Low Sodium) คือ
 ต้องมีโซเดียม 140 มิลลิกรัมต่อหนึ่งหน่วยบริโภคหรือต่ำกว่านี้ [4]



รูปที่ 1 เปรียบเทียบปริมาณ K/Na/NaCl ในเกลือปรงรส
 ผงปรงรสผสมสาหร่าย (ปรงชนมขบเคี้ยว)และซูปเท็ดสำเร็จรูป

3.5 ศึกษาใช้สารทดแทนเกลือในการผลิตขนมขบเคี้ยว และวิเคราะห์ปริมาณโซเดียมในผลิตภัณฑ์

ขนมขบเคี้ยว (กล้วยทอดกรอบ) เติมเกลือปรงรสผสมสาหร่ายไปปริมาณ ร้อยละ 1 (โดยน้ำหนัก) เพื่อปรับรสชาติให้เป็น
 ที่ยอมรับ และมีส่วนประกอบ ตามตารางที่ 6 และผลการวิเคราะห์ปริมาณโพแทสเซียม โซเดียม โซเดียมคลอไรด์ และคุณค่า
 ทางโภชนาการของตัวอย่างกล้วยทอดกรอบที่ปรงรสด้วยเกลือปกติ เปรียบเทียบกับกล้วยทอดกรอบเติมเกลือปรงรสผสมสาหร่าย
 เพื่อให้ได้ข้อมูลใช้ประกอบผลทดสอบทางประสาทสัมผัส และให้เป็นไปตามเกณฑ์ของผลิตภัณฑ์อาหารที่มีเกลือโซเดียมต่ำ ผล
 วิเคราะห์กล้วยทอดกรอบเติมเกลือปรงรสผสมสาหร่าย พบว่า มีโซเดียม 131.20 มิลลิกรัมต่อหนึ่งหน่วยบริโภค (100 กรัม) ซึ่งมี
 ค่าเป็นไปตามข้อกำหนดอาหารที่มีเกลือโซเดียมต่ำ (Low Sodium) คือมีโซเดียม 140 มิลลิกรัมต่อหนึ่งหน่วยบริโภคหรือต่ำกว่า
 นี้ [4]

ตารางที่ 6 อัตราส่วนของขนมขบเคี้ยว (กล้วยทอดกรอบ) ที่ปรุงรส 2 สูตร

สูตร	KCl (กรัม)	NaCl (กรัม)	Taurine 1% (กรัม)	Ascorbic acid 0.1% (กรัม)	สาหร่ายไก่อบแห้ง (กรัม)
A กล้วยทอดกรอบ เติมเกลือปกติ ผสมสาหร่าย/ กล้วย 500 กรัม	-	5	-	-	20
B กล้วยทอดกรอบ เติมเกลือปรุงรสผสมสาหร่าย/ กล้วย 500 กรัม	3.25	1.75	0.05	0.005	20

หมายเหตุ B เกลือปรุงรสผสมสาหร่าย ใช้สารทดแทนเกลือ 5 กรัม ประกอบด้วย KCl 3.25 กรัม ผสม NaCl 1.75 กรัม (หรือ อัตราส่วน 65:35) Taurine 1% (0.05 กรัม) : Ascorbic acid 0.1% (0.05 กรัม)

3.6 ศึกษาใช้สารทดแทนเกลือในการผลิตซูปเห็ดบรรจุรีทอร์ต และวิเคราะห์ปริมาณโซเดียมในผลิตภัณฑ์

ซูปเห็ดสำเร็จรูป (ซูปเห็ดฟาง และซูปเห็ดออริจิน) มีส่วนประกอบตาม ตารางที่ 7 เติมเกลือปกติ (เกลือแกง) ร้อยละ 0.5 เปรียบเทียบผลกับซูปเห็ดฟาง และซูปเห็ดออริจินเติมเกลือปรุงรส (ที่มี KCl ผสม NaCl อัตราส่วน 65:35) ร้อยละ 0.4 มีส่วนประกอบตาม ตารางที่ 8 เพื่อตรวจและวิเคราะห์ให้ได้ข้อมูลใช้ประกอบการผลการทดสอบทางประสาทสัมผัส และให้เป็นไปตามเกณฑ์ผลิตภัณฑ์อาหารที่มีเกลือโซเดียมต่ำ วิเคราะห์ปริมาณโพแทสเซียม (K) โซเดียม (Na) และโซเดียมคลอไรด์ (NaCl) ในผลิตภัณฑ์ซูปเห็ดสำเร็จรูป เพื่อให้ได้ค่าโซเดียมที่สอดคล้องกับเกณฑ์มาตรฐานทั่วไปที่ระบุเกี่ยวกับปริมาณโซเดียมในอาหารที่มีโซเดียมต่ำ (Low sodium salt foods) [4] และคุณค่าทางโภชนาการซูปเห็ดสำเร็จรูป

ตารางที่ 7 ส่วนประกอบ ซูปเห็ดสำเร็จรูป (ซูปเห็ดฟาง และเห็ดออริจิน)

วัตถุดิบ	ซูปเห็ดฟาง	ซูปเห็ดออริจิน
เห็ดฟาง (กรัม)	2,000	-
เห็ดออริจิน (กรัม)	-	2,000
มันฝรั่ง (กรัม)	750	750
หอมใหญ่ (กรัม)	750	750
กระเทียม (ช้อนโต๊ะ)	4	4
พริกไทยป่น (ช้อนโต๊ะ)	3.5	3.5
เนยจืด (กรัม)	200	200
นม (กรัม)	200	200
น้ำซูป (มิลลิลิตร)	2,500	2,500

ตารางที่ 8 อัตราส่วนการเติมเกลือในซูปเห็ดฟาง และเห็ดออริจิน เพื่อเตรียมสำหรับทดสอบทางประสาทสัมผัส

ชนิดซูปเห็ด	ปริมาณ(กรัม)	KCl (กรัม)	NaCl (กรัม)	Taurine 1% (กรัม)	Ascorbic acid 0.1% (กรัม)
ซูปเห็ดฟาง เติมเกลือปกติ 0.5%	3,000	-	15	-	-
ซูปเห็ดฟาง เติมเกลือปรุงรส 0.4%	3,000	7.8	4.2	0.12	0.012
ซูปเห็ดออริจิน เติมเกลือปกติ 0.5%	2,650	-	13.25	-	-
ซูปเห็ดออริจิน เติมเกลือปรุงรส 0.4%	2,650	6.89	3.71	0.106	0.0106

ผลวิเคราะห์หุ้ชุปเห็ดฟางเติมสารทดแทนเกลือ พบว่า มีโซเดียม 220 มิลลิกรัม ต่อหนึ่งหน่วยบริโภค (100 กรัม) ซึ่งมีค่าโซเดียมต่ำใกล้เคียงแต่ไม่เป็นไปตามข้อกำหนดอาหารที่มีเกลือโซเดียมต่ำที่กำหนดค่าอาหารที่มีเกลือโซเดียมต่ำ (Low Sodium) คือมีโซเดียม 140 มิลลิกรัมต่อหนึ่งหน่วยบริโภคหรือต่ำกว่านี้ [4] ซึ่งการแสดงผลจากบริโภคว่าเป็นอาหารที่มีเกลือโซเดียมต่ำนั้น จำเป็นต้องลดปริมาณเกลือปรุงรสที่ปรุงในหุ้ชุป และการทดลองนี้วิเคราะห์สาเหตุที่เกลือโซเดียมสูงกว่าค่าเป้าหมายได้ว่า ส่วนหนึ่งอาจมาจากมีโซเดียมในเนยที่ใช้เป็นส่วนประกอบในการปรุงหุ้ชุปเห็ด แต่ยิ่งถือว่ามีโซเดียมในปริมาณต่ำ คิดเป็นร้อยละ 9 ของปริมาณร้อยละที่แนะนำให้บริโภคโซเดียมต่อวัน (คือไม่เกิน 2,400 มิลลิกรัมต่อวัน) และหุ้ชุปเห็ดฟางมีโซเดียมคลอไรด์ 0.76 กรัม/100 กรัม และได้ทดลองปรับสูตรหุ้ชุปเห็ด ผลวิเคราะห์หุ้ชุปเห็ดฟาง 1,500 กรัม เติมเกลือปรุงรส (สารทดแทนเกลือที่มีโพแทสเซียม-คลอไรด์ผสมกับโซเดียมคลอไรด์ ในอัตราส่วน 65:35) 3-3.75 กรัม (หรือเติมเกลือปรุงรสคิดเป็นร้อยละ 0.2-0.233 ของน้ำหนักหุ้ชุปเห็ด) มีโซเดียม 32.38-35.97 มิลลิกรัม ต่อหนึ่งหน่วยบริโภค (150 กรัม) ซึ่งมีค่าสอดคล้องใกล้เคียงกับอาหารที่มีเกลือโซเดียมต่ำมาก (Very low sodium food) คือมีโซเดียม 35 มิลลิกรัมต่อหนึ่งหน่วยบริโภคหรือต่ำกว่านี้ [4]

ผลวิเคราะห์คุณค่าทางโภชนาการของหุ้ชุปเห็ดฟางต่อหนึ่งหน่วยบริโภค (150 กรัม) มีค่าพลังงาน 110 กิโลแคลอรี ไขมัน 6 กรัม ไขมันอิ่มตัว 3.5 กรัม โคลเลสเตอรอล น้อยกว่า 5 มิลลิกรัม โปรตีน 3 กรัม คาร์โบไฮเดรต 11 กรัม น้ำตาล 2 กรัม โซเดียม 220 กรัม วิตามินบี 1 0.18 มิลลิกรัม วิตามินบี 2 0.09 มิลลิกรัม แคลเซียม 23.84 มิลลิกรัม และเหล็ก 0.77 มิลลิกรัม และผลวิเคราะห์คุณค่าทางโภชนาการของหุ้ชุปเห็ดออริจินัลต่อหนึ่งหน่วยบริโภค (150 กรัม) มีค่าพลังงาน 110 กิโลแคลอรี ไขมัน 5 กรัม ไขมันอิ่มตัว 2.5 กรัม โคลเลสเตอรอล น้อยกว่า 5 มิลลิกรัม โปรตีน 3 กรัม คาร์โบไฮเดรต 12 กรัมใยอาหาร 2 กรัม น้ำตาล 2 กรัม โซเดียม 240 กรัม วิตามินบี 1 0.11 มิลลิกรัม วิตามินบี 2 น้อยกว่า 0.03 มิลลิกรัม แคลเซียม 21.32 มิลลิกรัม และเหล็ก 0.65 มิลลิกรัม และผลการวิเคราะห์จุลินทรีย์ พบว่าเป็นไปตามข้อกำหนดอาหารสำเร็จรูปในภาชนะปิดสนิท



รูปที่ 2, 3 และ 4 แสดงปริมาณ K/Na/NaCl ในตัวอย่างเกลือปรุงรส เกลือปรุงรสผสมสำหรับ และหุ้ชุปสำเร็จรูป

3.7 ศึกษาการยอมรับผลิตภัณฑ์อาหารที่มีการใช้สารทดแทนเกลือแทนการใช้เกลือโซเดียม

3.7.1 การทดสอบทางประสาทสัมผัส (รสชาติ) ของขนมขบเคี้ยว (กล้วยทอดกรอบ)

วิเคราะห์ความพึงพอใจของผู้ทดสอบชิมที่มีต่อผลิตภัณฑ์กล้วยทอดกรอบเติมเกลือปกติ และกล้วยทอดเติมเกลือปรุงรสผสมสำหรับ วิเคราะห์คะแนนความชอบแบบ 9-point Hedonic scale จำนวนผู้ชิม 30 คน และทดสอบความแตกต่างของค่าเฉลี่ย โดยใช้ Duncan's New Multiple Range Test กำหนดนัยสำคัญทางสถิติที่ระดับ 0.05 พบว่า กล้วยทอดกรอบเติมเกลือปกติ และกล้วยทอดกรอบเติมเกลือปรุงรสผสมสำหรับ ให้ผลการทดสอบด้าน สี กลิ่น รส และเนื้อสัมผัส (ตารางที่ 9) ไม่แตกต่างกันในทุกคุณลักษณะ ($p \geq 0.05$) แสดงว่า สารทดแทนเกลือสามารถใช้ในการปรุงรสเพื่อทดแทนเกลือปกติได้ การใช้ปรุงแต่งรสขนมขบเคี้ยวในทางการค้าจะมีการเติมสารปรุงรส ได้แก่ กลิ่นพริกจากผงปรุงรสปาปริก้า (Paprika seasoning) และผงปรุงรสบาร์บีคิว (BBQ seasoning powder)

ตารางที่ 9 ผลทดสอบทางประสาทสัมผัส สี กลิ่น รส ลักษณะเนื้อสัมผัส และการยอมรับโดยรวม (n=30)

สูตร	สี	กลิ่น	รส	ลักษณะเนื้อสัมผัส	การยอมรับโดยรวม
กล้วยทอดกรอบเดิมเกลือปกติ ผสมสาหร่าย	6.29±1.41 ^{ns}	5.46±1.79 ^{ns}	5.14±2.46 ^{ns}	5.68±2.18 ^{ns}	5.64±1.85 ^{ns}
กล้วยทอดกรอบเดิมเกลือปรุงรส ผสมสาหร่าย	5.93±1.86 ^{ns}	5.25±1.84 ^{ns}	4.93±2.24 ^{ns}	5.18±1.76 ^{ns}	5.50±1.75 ^{ns}

หมายเหตุ ns คือไม่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติที่ระดับ 0.05 ($p \geq 0.05$)

3.7.2 การทดสอบทางประสาทสัมผัส (รสชาติ) ของซูปเห็ดฟาง และเห็ดออริโนจิ

วิเคราะห์ความพึงพอใจของผู้ทดสอบชิมที่มีต่อผลิตภัณฑ์ วิเคราะห์คะแนนความชอบแบบ 9-point Hedonic scale จำนวนผู้ชิม 30 คน การทดสอบการยอมรับทางประสาทสัมผัส มีจำนวน 4 ตัวอย่าง (ตารางที่ 10) พบว่า การยอมรับทางประสาทสัมผัสด้านสี มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ ($p < 0.05$) โดยผู้ทดสอบชิมให้คะแนนเฉลี่ยด้านสีมากที่สุด คือ ซูปเห็ดออริโนจิเดิมเกลือปกติ ร้อยละ 0.5 มีค่าคะแนนเฉลี่ย 6.03 ± 1.77 รองลงมา คือ ซูปเห็ดออริโนจิเดิมเกลือปรุงรส ร้อยละ 0.4 โดยสรุป คุณลักษณะด้านสี ซูปเห็ดออริโนจิเดิมเกลือปกติ ร้อยละ 0.5 มีคะแนนความชอบสูงสุด ($p < 0.05$) แต่ไม่มีความแตกต่างกับซูปเห็ดออริโนจิเดิมเกลือปรุงรส ร้อยละ 0.4 ($p \geq 0.05$)

ตารางที่ 10 ผลทดสอบทางประสาทสัมผัส สี กลิ่น รส ลักษณะเนื้อสัมผัส และการยอมรับโดยรวม (n=30)

ชนิดซูปเห็ด	สี*	กลิ่น*	รส*	ลักษณะเนื้อสัมผัส	การยอมรับโดยรวม*
ซูปเห็ดฟางเดิมเกลือปกติ 0.5%	5.17±1.88 ^a	4.83±1.91 ^{ab}	4.80±2.04 ^{ab}	5.20±1.61 ^{ns}	4.93±2.03 ^a
ซูปเห็ดฟางเดิมเกลือปรุงรส 0.4%	5.37±1.92 ^{ab}	4.63±1.77 ^a	4.70±1.97 ^a	5.37±2.08 ^{ns}	5.13±2.11 ^{ab}
ซูปเห็ดออริโนจิเดิมเกลือปกติ 0.5%	6.03±1.77 ^c	4.90±2.26 ^{ab}	5.63±2.04 ^c	5.53±1.81 ^{ns}	5.77±1.89 ^b
ซูปเห็ดออริโนจิเดิมเกลือปรุงรส 0.4%	5.97±2.03 ^{bc}	5.27±2.16 ^b	4.97±2.08 ^{abc}	5.47±1.85 ^{ns}	5.37±2.16 ^{ab}

หมายเหตุ * คือ มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติที่ระดับ 0.05 ($p < 0.05$)

ns คือ ไม่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติที่ระดับ 0.05 ($p \geq 0.05$)

(a-c) ค่าเฉลี่ยของข้อมูลแต่ละชุดในแนวดิ่งที่มีตัวอักษรต่างกัน หมายถึง มีความแตกต่างกันทางสถิติ $p < 0.05$

± คือ ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน (Standard deviation) ของข้อมูล

ผลการทดสอบประสาทสัมผัสด้านรส พบว่า ผู้ทดสอบชิมให้คะแนนเฉลี่ยด้านรสมากที่สุด คือ ซูปเห็ดออริโนจิเดิมเกลือปกติ ร้อยละ 0.5 มีค่าคะแนนเฉลี่ย 5.63 ± 2.04 รองลงมา คือ ซูปเห็ดออริโนจิเดิมเกลือปรุงรส ร้อยละ 0.4 มีค่าคะแนนเฉลี่ย 4.97 ± 2.08 โดยสรุป คุณลักษณะด้านรส ซูปเห็ดออริโนจิเดิมเกลือปกติ ร้อยละ 0.5 มีคะแนนความชอบสูงสุด ($p < 0.05$) แต่ไม่มีความแตกต่างกับ ซูปเห็ดออริโนจิเดิมเกลือปรุงรส ร้อยละ 0.4 ($p \geq 0.05$)

ผลการทดสอบประสาทสัมผัสด้านการยอมรับโดยรวม พบว่า คะแนนเฉลี่ยด้านการยอมรับโดยรวมมากที่สุด คือ ซูปเห็ดออริโนจิเดิมเกลือปกติ ร้อยละ 0.5 มีค่าคะแนนเฉลี่ย 5.77 ± 1.89 รองลงมาคือ ซูปเห็ดออริโนจิเดิมเกลือปรุงรส ร้อยละ 0.4 มีค่าคะแนนเฉลี่ย 5.37 ± 2.16 ซูปเห็ดฟางเดิมเกลือปรุงรส ร้อยละ 0.4 มีค่าคะแนนเฉลี่ย 5.13 ± 2.11 และซูปเห็ดฟางเดิมเกลือปกติ ร้อยละ 0.5 มีค่าคะแนนเฉลี่ย 4.93 ± 2.03 ตามลำดับ โดยสรุป ซูปเห็ดออริโนจิเดิมเกลือปกติ ร้อยละ 0.5 มีคะแนนความชอบสูงสุด ($p < 0.05$) แต่ไม่มีความแตกต่างกับซูปเห็ดออริโนจิเดิมเกลือปรุงรส ร้อยละ 0.4 ซูปเห็ดฟางเดิมเกลือปรุงรส ร้อยละ 0.4 ($p \geq 0.05$)

3.8 ศึกษาอายุการเก็บของผลิตภัณฑ์ขนมขบเคี้ยว และซูปเห็ดสำเร็จรูป

กล้วยทอดกรอบปรุงรสด้วยสารทดแทนเกลือผสมสาหร่ายบรรจุถุงอะลูมิเนียมฟอยล์ และซูปเห็ดสำเร็จรูปในถุงรีทอร์ตที่ปรุงรสด้วยสารทดแทนเกลือ เก็บที่อุณหภูมิห้อง นาน 10 เดือน มีสี กลิ่นรส และลักษณะเนื้อปกติ ใกล้เคียงกับสภาพเมื่อเริ่มเก็บ

4. สรุป (Conclusion)

การผลิตเกลือโซเดียมต่ำใช้เทคนิคทำให้ได้เกลือโซเดียมที่มีขนาดอนุภาคเล็ก 45 ไมครอน ในการผลิตสารทดแทนเกลือ โดยผสมโพแทสเซียมคลอไรด์ (KCl) ในอัตราส่วน KCl และ NaCl 70:30, 65:35 และ 60:40 สูตรสารทดแทนเกลือที่เหมาะสมคือ มี KCl ผสม NaCl อัตราส่วน 65:35 ผสมทอรีน ร้อยละ 1 และกรดแอสคอร์บิก ร้อยละ 0.1 โดยผลทดสอบชิมตัวอย่างน้ำเกลือที่ความเข้มข้นร้อยละ 2 ผู้ทดสอบไม่สามารถแยกความแตกต่างกันของรสชาติได้ระหว่างสารทดแทนเกลือ และน้ำเกลือปกติ

กล้วยทอดกรอบ ที่ปรุงแต่งรสด้วยสารทดแทนเกลือ สูตรที่มี KCl (65 กรัม):NaCl (35 กรัม) : ทอรีน ร้อยละ 1 : กรดแอสคอร์บิก ร้อยละ 0.1 และผสมสาหร่าย ผลิตรสชาติเป็นที่ยอมรับและไม่มีความแตกต่างกับตัวอย่างที่ปรุงรสโดยเกลือปกติ ผลิตรสชาติมีโซเดียม 131.20 มิลลิกรัมต่อหนึ่งหน่วยบริโภค ซึ่งมีค่าเป็นไปตามข้อกำหนดอาหารที่มีเกลือโซเดียมต่ำ

ซूपเห็ดฟางเติมสารทดแทนเกลือ ร้อยละ 0.2-0.233 ของน้ำหนักซूपเห็ด มีโซเดียม 32.38-35.97 มิลลิกรัม ต่อหนึ่งหน่วยบริโภค ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับข้อกำหนดอาหารที่มีเกลือโซเดียมต่ำมาก การยอมรับโดยรวม ซूपเห็ดออริจินัลเติมเกลือปกติ ร้อยละ 0.5 มีคะแนนความชอบสูงสุด ($p < 0.05$) แต่ไม่มีความแตกต่างกับซूपเห็ดออริจินัลและซूपเห็ดฟางที่เติมเกลือปรุงรส ร้อยละ 0.4

กล้วยทอดกรอบปรุงรสด้วยสารทดแทนเกลือผสมสาหร่าย บรรจุถุงอะลูมิเนียมฟอยล์ และซूपเห็ดสำเร็จรูปในถุงรีทอร์ตที่ปรุงรสด้วยสารทดแทนเกลือ เก็บที่อุณหภูมิห้อง นาน 10 เดือน มีสี กลิ่นรส และลักษณะเนื้อปกติ

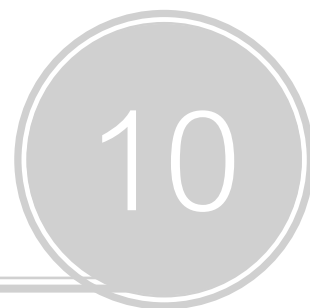
5. กิตติกรรมประกาศ (Acknowledgement)

ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่สำนักหอสมุดและศูนย์สารสนเทศวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี (สท.วศ.) และรวมทั้งเจ้าหน้าที่ในสำนักเทคโนโลยีชุมชน ที่อนุเคราะห์ช่วยทดสอบชิมตัวอย่างสารทดแทนเกลือ ผลิตรสชาติซूपเห็ดสำเร็จรูป และกล้วยทอดกรอบที่มีการปรุงรสด้วยสารทดแทนเกลือและเกลือแกง (ตัวอย่างควบคุม) ทำให้งานวิจัยสำเร็จลุล่วงตามวัตถุประสงค์

6. เอกสารอ้างอิง (References)

- [1] Health conditions-High blood Pressure (Hypertension), Low Salt Foods.com Raising Sodium Awareness [online]. [viewed 21 August 2017]. Available from: www.heart.org/HEARTORG/.../Sodium-Salt-or-Sod...
- [2]-AMERICAN HEART ASSOCIATION. Sodium (Salt or Sodium Chloride) [online]. [viewed 21 August 2017]. Available from: www.heart.org/HEARTORG/.../Sodium-Salt-or-Sod...
- [3] AMERICAN HEART ASSOCIATION. Sodium and Your Health [online]. [viewed 21 August 2017]. Available from: https://www.sodiumbreakup.heart.org/sodium_and_your_health
- [4] U.S. FOOD AND DRUG ADMINISTRATION. Food Fact. Sodium in Your Diet: Use the Nutrition Facts Label and Reduce Your Intake [online]. [viewed 21 August 2017]. Available from: <https://www.fda.gov/downloads/Food/IngredientsPackagingLabeling/UCM315471.pdf>
- [5] STOKKERS, GERRIT JAN and EVERT ALTENA. Process to prepare a low-sodium salt product, product obtainable thereby and the use thereof [online]. 2010. [viewed 21 August 2017]. Available from: <https://www.google.com/patents/US20120045550?dq=Stokkers,+Gerrit++Jan++Altena,+Evert+....> US 20120045550 A1
- [6] MEYER, R. S. Low sodium salt substitute compositions. 2010 U.S. Patent : 0239740
- [7] SALEMME, FRANCIS RAYMOND, ABRAHAM I. BAKAL and RICHARD BARNDT. Compositions and methods for producing flavored seasonings that contain reduced quantities of common salt [online]. 2008. [viewed 21 August 2017] Available from: <https://www.google.com/patents/US20090035444> Oct 16, 2008-US 20090035444A1.
- [8] SALEMME, F.R., BAKAL, A.I. and BARNDT, R. Composition and methods for producing flavored seasonings that contain reduced quantities of common salt. 2006. U.S. Patent : 0286275
- [9] GANESAN, K., H. ZOERB, G. MULLALLY and ADAMS WEIGLE, D.t. Ingredient systems comprising Trehalose, food products containing Trehalose, and methods of making same. 2007. U.S. Patent 0292593.
- [10] MU, J., et al. Family-based randomized trial to detect effects in blood pressure of a salt substitute containing potassium and calcium in hypertensive adolescents. *American Journal of Hypertension*. 2009, 22(9), 943-947.
- [11] WORLD HEALTH ORGANIZATION. Guideline: Potassium intake for adults and children [online]. 2012. [viewed 21 August 2017]. Available from: http://apps.who.int/iris/bitstream/10665/75146/1/9789241548441_eng.pdf
- [12] OJEU. 2011. Regulation (EU) No 1169/2011. Official Journal of the European Union [online]. 2011. [viewed 21 August 2017]. Available from : <http://eur-lex.europa.eu/legal-content/EN/TXT/PDF/?un=CELEX:32011R1169&from=HR>
- [13] CEPANEC, KATICA, et al. Potassium chloride – based salt substitutes: a critical review with a focus on the patent literature. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*. 2017, 16(5), 881-894.

การหาปริมาณสารไนไตรท์ในรังนกโดย
เทคนิคไฮเพอร์ฟอร์แมนส์ลิควิดโครมาโทกราฟี
Quantitative analysis of nitrite in blood-red bird's nest by
high-performance liquid chromatography



มนวิช เรืองดิษฐ์¹, นิภาพร ชนะคช¹, วรินกาญจน์ ธรตีกรรวัฒน์¹
Manowich Ruengdit¹, Nipaporn Chanacot¹, Warinkarn Torateekornawat¹

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาวิธีทดสอบปริมาณสารไนไตรท์ในรังนก โดยการสกัดแยกสารด้วยน้ำแล้วตรวจวัดด้วยเทคนิคไฮเพอร์ฟอร์แมนส์ลิควิดโครมาโทกราฟี ซึ่งพบว่าสภาวะแยกสารที่เหมาะสม โดยใช้คอลัมน์ชนิด C18 reverse-phase เป็นเฟสคงที่ และ 0.01 M octylammonium orthophosphate ในเมทานอลร้อยละ 30 โดยปริมาตร มีค่า pH 7.0 เป็นเฟสเคลื่อนที่ ที่อัตราการไหล 0.8 มิลลิลิตร/นาที ตรวจวัดด้วย Photodiode-array detector ที่ความยาวคลื่น 216 นาโนเมตร

จากการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธี พบว่ามีค่าความสัมพันธ์เชิงเส้น อยู่ในช่วงความเข้มข้น 0.5-250 ไมโครกรัม/มิลลิลิตร มีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ เท่ากับ 0.9999 ขีดจำกัดของการตรวจพบ 0.12 มิลลิกรัม/กิโลกรัม ขีดจำกัดการวัดปริมาณ 0.15 มิลลิกรัม/กิโลกรัม โดยมีร้อยละการคืนกลับที่ความเข้มข้น 0.5 125 และ 250 ไมโครกรัม/มิลลิลิตร เท่ากับร้อยละ 107.5 106.6 และ 105.3 ตามลำดับ และมีส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ เท่ากับร้อยละ 1.61 0.43 และ 0.49 ตามลำดับ และมีค่าความไม่แน่นอนเป็นไปตามเกณฑ์การยอมรับของวิธี ดังนั้นวิธีทดสอบดังกล่าวมีความแม่นยำและความเที่ยงสามารถนำมาใช้ในการทดสอบปริมาณไนไตรท์รังนกได้อย่างถูกต้อง นอกจากนั้นยังได้สุ่มตัวอย่างรังนกเพื่อทดสอบจำนวน 13 ตัวอย่าง ในพื้นที่ 9 จังหวัดจากภาคกลาง ภาคตะวันออก และภาคใต้ พบว่าตัวอย่างรังนกมีช่วงผลการทดสอบตั้งแต่ไม่พบจนถึงพบปริมาณไนไตรท์ 1652.7 มิลลิกรัม/กิโลกรัม

Abstract

This research aims to study the nitrite testing in bird nest which was extracted by water and determined by high performance-liquid chromatography technique (HPLC). The suitable HPLC condition revealed with the use of C18 reverse phase as stationary phase and 0.01 M octylammonium orthophosphate 30% v/v in methanol (pH 7.0) as mobile phase at flow rate 0.8 mL/min. The photodiode-array detector at a wavelength of 210 nm was applied. According to method validation, the linearity ranged from 0.5-250 µg/mL and 0.9999 for correlation coefficient. The limit of detection (LOD) and the limit of quantitation (LOQ) were 0.12 and 0.15 mg/kg, respectively. The recoveries were 107.5% at 0.5 µg/mL, 106.6% at 125 µg/mL and 105.3% at 250 µg/mL. The relative standard deviations (RSD) were 1.61, 0.43 and 0.49 respectively as well as uncertainty value conformed to the acceptable criteria. Therefore, this method provides good accuracy and precision that can be used for nitrite determination in bird nest. The thirteen samples of bird nest from nine provinces in the central, eastern and southern regions of Thailand were investigated in order to confirm the method application. The result ranged from not detected to 1652.7 mg/kg.

คำสำคัญ: รังนก ไนไตรท์ ไฮเพอร์ฟอร์แมนส์ลิควิดโครมาโทกราฟี

Keywords: Bird nest, Nitrite, HPLC

¹กรมวิทยาศาสตร์บริการ

^{*}Corresponding author. E-mail address: manowich@dss.go.th

1. บทนำ (Introduction)

รังนกเป็นวัตถุดิบจากสัตว์ที่มีมูลค่าสูงและเป็นที่ยอมรับอย่าง มากในประเทศจีน โดยนำเข้ารังนกจาก 3 ประเทศหลัก คือ ไทย อินโดนีเซีย และมาเลเซีย แต่เมื่อปี 2555 หน่วยงานตรวจสอบ มาตรฐาน คุณภาพสินค้าของรัฐบาลจีน หรือ General Administration for Quality Supervision, Inspection and Quarantine (AQSIQ) ได้ออกประกาศห้ามนำเข้ารังนกทุกชนิด จากทุกประเทศ เนื่องจากตรวจพบการปนเปื้อนไนโตรเจนในรังนก สีแดงจากประเทศมาเลเซียเกินค่ามาตรฐาน ทำให้ราคารังนกใน ประเทศไทยซึ่งเป็นแหล่งผลิตสำคัญตกต่ำลง ส่งผลกระทบต่อผู้ ผลิตทั้งรังนกเถาที่เก็บจากธรรมชาติและรังนกบ้าน แม้ว่าใน ปัจจุบัน กระทรวงควบคุมคุณภาพ ตรวจสอบและกักกันโรคของ ประเทศจีนได้ออกประกาศอนุญาตนำเข้าผลิตภัณฑ์รังนกของ ไทยได้ตั้งแต่วันที่ 28 ส.ค. 2560 เป็นต้นไปเฉพาะรังนกที่มีสีขาว เหลือง หรือทอง โดยรังนกที่ส่งออกจากไทยไปจีนต้องผ่านการขึ้น ทะเบียนแหล่งผลิตและมีใบรับรอง จากกรมปศุสัตว์ ส่งผลให้ต้อง มีระบบการขึ้นทะเบียน การควบคุมคุณภาพ เรื่องโรค ความสะอาด และการป้องกันสารตกค้าง โดยเฉพาะอย่างยิ่ง ไนโตรเจน ซึ่งเป็น สาเหตุสำคัญที่ทำให้จีนห้ามนำเข้ารังนกจากทุกประเทศ

โดยปกติแล้วสารไนโตรเจนที่ตรวจพบในรังนกนอกจากจะเกิด จากกระบวนการหมัก (Fermentation) ตามธรรมชาติในสภาวะ อุณหภูมิและความชื้นที่เหมาะสมแล้ว ยังอาจเกิดจากการปน เปื้อนจากสภาวะแวดล้อมในบริเวณที่นกทำรัง ที่มีปริมาณไน เดรตสูง ซึ่งอาจเป็นสาเหตุทำให้รังนก มีปริมาณไนโตรเจนที่เกิน กว่าเกณฑ์มาตรฐานที่กำหนด ตามมาตรฐาน MS 2334:2011-Edible-Birdnest (EBN)-Specification โดย Department of Standards Malaysia และมาตรฐานสินค้าเกษตร มกษ.6705-2557 โดย สำนักมาตรฐานสินค้าเกษตรและอาหาร แห่งชาติ กำหนดปริมาณสารไนโตรเจน (คำนวณเป็นโซเดียมไน ไตรท์) พบได้ไม่เกิน 30 มิลลิกรัม/กิโลกรัม

การตรวจหาปริมาณไนโตรเจนมีหลายเทคนิคที่สามารถนำมา ใช้ในการตรวจสอบอาหาร น้ำ พืชผัก ต่างๆ เช่น เทคนิค spectrophotometry, high performance liquid chromatography (HPLC), ion chromatography (IC), gas chromatography, polarographic method and capillary electrophoresis (CE) เป็นต้น โดยเทคนิค spectrophotometry เป็นเทคนิคดั้งเดิมที่นิยม ใช้ในการตรวจหาปริมาณ ไนโตรเจนในอาหาร แต่ด้วยวิธีดังกล่าว มีข้อจำกัดของความไวในการวัดสารที่ต่ำ จึงไม่เหมาะกับการ ตรวจวัดสารปริมาณน้อยและมีสิ่งรบกวน สูง ต่อมาเทคนิค capillary electrophoresis เป็นเทคนิคที่ถูกพัฒนาขึ้นโดยมีจุด เด่นในเรื่องความรวดเร็วและสามารถตรวจสอบไอออนลบได้ หลายชนิดพร้อมกันประกอบกับการใช้ตัวอย่างและสารละลาย บัฟเฟอร์ในปริมาณน้อยในการวิเคราะห์ ปัจจุบันเทคนิค HPLC เป็นเทคนิคที่ห้องปฏิบัติการนิยมใช้ตรวจหาสาร ไนโตรเจนในตัวอย่าง อาหารเนื่องจาก เป็นเทคนิคที่รวดเร็ว แม่นยำ และ มีความไวสูง

กว่า สามารถตรวจหาในสภาวะ ที่มีสิ่งรบกวนจากไอออนชนิด อื่นได้ อย่างมีประสิทธิภาพ

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาวิธีทดสอบปริมาณสารไนโตรเจนใน รังนก โดยเตรียมตัวอย่างด้วยการสกัดแยกสารด้วยน้ำแล้วตรวจ วัดด้วยเทคนิคไฮเพอร์ฟอร์แมนส์ลิควิดโครมาโทกราฟี ซึ่งดัดแปลง มาจาก Journal of Food and Drug Analysis , A High Performance Liquid Chromatography Method for Determining Nitrate and Nitrite Levels in Vegetables โดยมีการตรวจสอบ ความใช้ได้ของวิธี (method validation) ซึ่งจะศึกษาคุณลักษณะ เฉพาะต่างๆที่สำคัญได้แก่ ความเป็นเส้นตรง ขีดจำกัดการตรวจ พบ ขีดจำกัดการวัดปริมาณ ความแม่นยำความเที่ยง และการ ประเมินความไม่แน่นอนของการวัด

2. วิธีการวิจัย (Experimental)

2.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

2.1.1 เครื่องไฮเพอร์ฟอร์แมนส์ลิควิดโครมาโทกราฟี (HPLC), เครื่องตรวจวัด Photodiode-array detector, คอลัมน์ Phenomenex Luna C18, ชนิดเหล็กกล้าไร้สนิมขนาด 250x4.6 มิลลิเมตร ขนาดอนุภาค 5 ไมโครเมตร และการัดคอลัมน์

2.1.2 เครื่องชั่งไฟฟ้า ชั่งได้ละเอียด 0.1 มิลลิกรัม

2.1.3 ชุดกรองพร้อมเมมเบรน (membrane filter) ชนิด HA ขนาด 0.45 ไมโครเมตร

2.1.4 เครื่องกวนชนิดควบคุมอุณหภูมิ (Magnetic stirrer)

2.1.5 กระดาษกรองวัดแมน เบอร์ 2 หรือเทียบเท่า

2.1.6 ชุดกรองและตัวกรอง (Syringe filter) ชนิด PVDF ขนาด 13 มิลลิเมตร 0.45 ไมโครเมตร

2.1.7 ปิเปต ขนาด 1 5 10 และ 25 มิลลิลิตร

2.1.8 ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 และ 100 มิลลิลิตร

2.1.9 ปีกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร

2.1.9 ขวดแก้ว (vial) ขนาด 2 มิลลิลิตร

2.2 สารเคมีและสารละลายมาตรฐาน

2.2.1 เมทานอล CH_3OH (HPLC Grade)

2.2.2 Orthophosphate acid (H_3PO_4)

2.2.3 Octylamine ($\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{NH}_2$)

2.2.4 สารมาตรฐานโซเดียมไนไตรท์ (NaNO_2) ความ บริสุทธิ์อย่างน้อยร้อยละ 99.0

2.2.5 น้ำที่มีความบริสุทธิ์สูง มีค่าความต้านทานไม่ น้อยกว่า $18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$

2.2.6 สารละลาย octylammonium orthophosphate ชั่ง Octylamine 0.64 g ถ่ายลงขวดวัดปริมาตรขนาด 500 ปรับ ปริมาตรเป็น 500 มิลลิลิตร ด้วย เมทานอล 30% (v/v) ปรับค่า pH ให้เป็น pH 7 ด้วย orthophosphate acid

2.2.7 สารละลายมาตรฐาน ไนไตรท์ 500 มิลลิกรัม/ ลิตร

ซิงโครเนียมไนไตรท์ (NaNO_2) 0.025g ละลายด้วยน้ำ ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 mL ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออน

2.3 การเตรียมตัวอย่าง

ซิงตัวอย่าง 0.5 กรัม ในปิเก็ตเตอร์ เติมน้ำที่มีความบริสุทธิ์สูง 20 มิลลิลิตร วางบนเครื่องกวนให้ความร้อนที่ 70 องศาเซลเซียส ความเร็ว 500 รอบ/นาที เป็นเวลา 20 นาที ทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง ถ่ายลงขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำที่มีความบริสุทธิ์สูง เขย่าให้เข้ากัน กรองตัวอย่างด้วยกระดาษกรองวัดแมน เบอร์ 2 จนได้สารละลายใส แล้วกรองผ่านตัวกรองชนิด PVDF ขนาด 0.45 ไมโครเมตร เก็บสารละลายที่กรองแล้วในขวดแก้ว (vial)

2.4 การเตรียมตัวอย่างที่เติมสารละลายมาตรฐาน (spike sample)

ซิงตัวอย่าง 0.5 กรัม เติมสารละลายมาตรฐานไนไตรท์ที่ความเข้มข้น 0.5 125 และ 250 ไมโครกรัม/มิลลิลิตร นำมาผ่านกระบวนการตามข้อ 2.3

2.5 การตรวจวัดปริมาณโดยเทคนิคไฮเพอร์ฟอรัแมนสลิคควิโดโครมาโทกราฟี

ความเข้มข้นของสารไนไตรท์คำนวณจากการเปรียบเทียบกราฟมาตรฐาน โดยสร้างกราฟมาตรฐานไนไตรท์ที่ระดับความเข้มข้นในช่วง 0.5-250 มิลลิกรัมต่อลิตร กรองผ่านตัวกรองชนิด PVDF ขนาด 13 มิลลิเมตร 0.45 ไมโครเมตร นำไปวิเคราะห์โดยเครื่องไฮเพอร์ฟอรัแมนสลิคควิโดโครมาโทกราฟี ตามสภาวะการทำงานดังนี้

คอลัมน์	Phenomenex Luna C18, ชนิดเหล็กกล้าไร้สนิมขนาด 250x4.6 มิลลิเมตร ขนาดอนุภาค 5 ไมโครเมตร และการ์ดคอลัมน์
อุณหภูมิคอลัมน์	35 องศาเซลเซียส
ตัวทำละลายเคลื่อนที่	octylammonium orthophosphate 0.01 โมลาร์ ในเมทานอล 30% (v/v) พีเอช 7.0
อัตราการไหล	0.8 มิลลิลิตรต่อนาที
ปริมาตรที่ฉีด	10 ไมโครลิตร
เครื่องตรวจวัด	photodiode-array detector ที่ความยาวคลื่น 216 นาโนเมตร

คำนวณหาปริมาณสารไนไตรท์ดังสมการ

$$\text{Nitrite, mg/kg} = (\text{CxVxD})/\text{W}$$

C = ความเข้มข้นของ Nitrite ที่ได้จากกราฟมาตรฐาน, mg/L

V = ปริมาตรสุดท้าย, mL

D = Dilution factor

W = น้ำหนักตัวอย่าง, mg

2.6 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธี

2.6.1 การศึกษาความเป็นเส้นตรง (Linearity) ของกราฟมาตรฐาน โดยเตรียมสารละลายมาตรฐานไนไตรท์ในช่วงความเข้มข้น 0.5-250 มิลลิกรัมต่อลิตร พิจารณาค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ (Correlation coefficient, r) ของกราฟมาตรฐาน โดยค่า r ต้องไม่น้อยกว่า 0.995

2.6.2 การศึกษาขีดจำกัดการตรวจพบและขีดจำกัดการวัดปริมาณของวิธีทดสอบโดยทำการศึกษาขีดจำกัดการตรวจพบด้วยการวัด ตัวอย่างแบบลบล้างจำนวน 10 ซ้ำ คำนวณหาส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) เพื่อหาขีดจำกัดการตรวจพบ (LOD) และขีดจำกัดการวัดปริมาณ (LOQ)

2.6.3 การศึกษาความแม่นยำ (Accuracy) และความเที่ยง (Precision) ของวิธีทดสอบ โดยศึกษาตัวอย่างที่เติมสารละลายมาตรฐานที่ 3 ระดับความเข้มข้นดังนี้ 0.5 125 และ 250 ไมโครกรัมต่อลิตร ความเข้มข้นละ 10 ซ้ำ คำนวณหาความแม่นยำแสดงด้วยการหาค่าร้อยละการคืนกลับได้ และความเที่ยงแสดงด้วยค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์

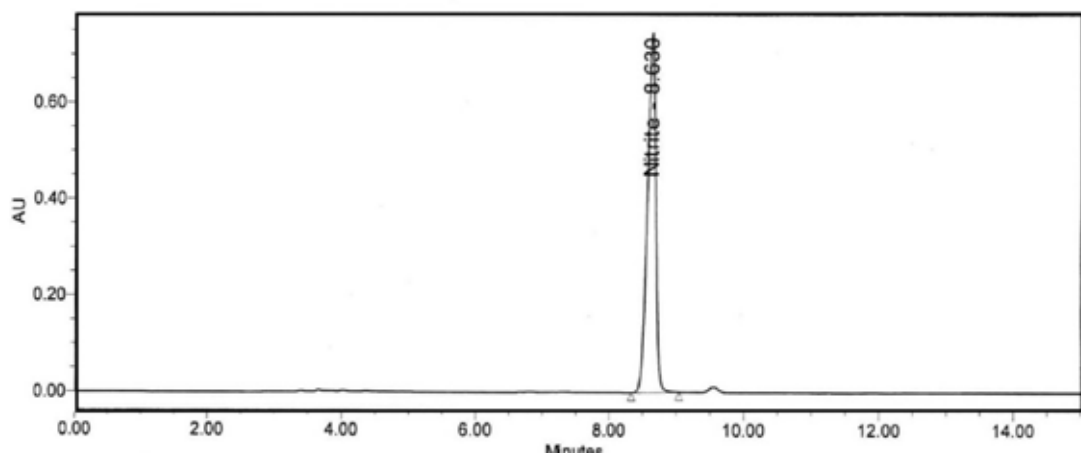
2.6.4 ประเมินค่าความไม่แน่นอนของการวัดตาม The Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM) ที่ระดับความเข้มข้นต่ำสุดของสารละลายมาตรฐาน

2.6.5 การทดสอบตัวอย่างรบกวนจากพื้นที่จังหวัดทางภาคใต้และภาคตะวันออก ได้แก่ จังหวัดเพชรบุรี ชุมพร นครศรีธรรมราช สงขลา สตูล ตรัง นราธิวาส และ ตรัง จำนวน 13 ตัวอย่าง

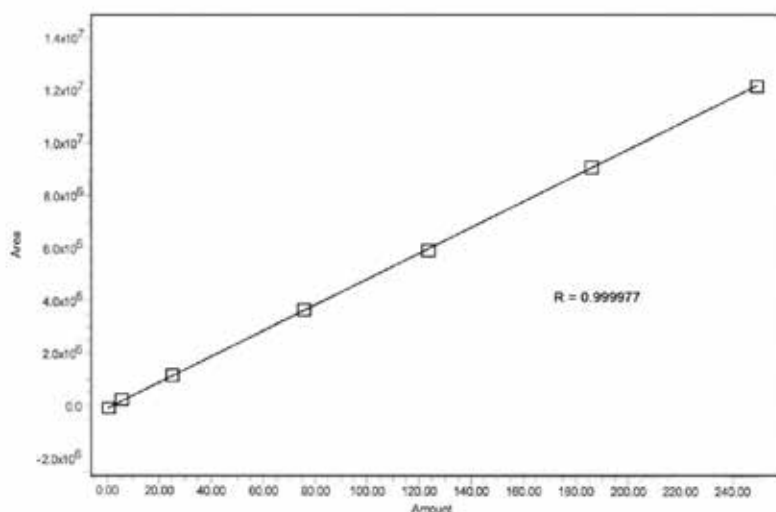
3. ผลและวิจารณ์ (Results and discussion)

3.1 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธี

3.1.1 ความเป็นเส้นตรง (linearity) ของกราฟมาตรฐาน โดยเตรียมสารละลายมาตรฐานไนไตรท์ในช่วงความเข้มข้น 0.5-250 มิลลิกรัมต่อลิตร ได้ค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ (Correlation coefficient, r) เท่ากับ 0.9999



รูปที่ 1 โครมาโตแกรมของสารละลายมาตรฐานไนไตรท์

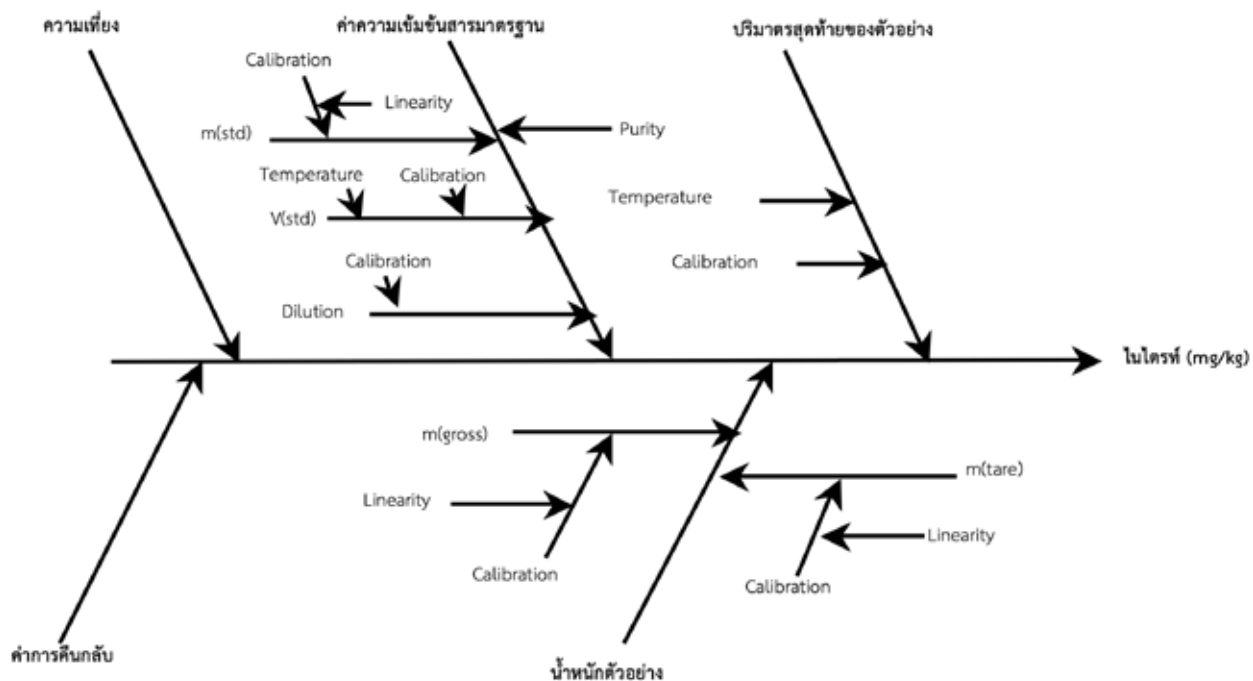


รูปที่ 2 กราฟมาตรฐานของสารละลายไนไตรท์ในช่วงความเข้มข้น 0.5-250 มิลลิกรัม/มิลลิลิตร

3.1.2 ขีดจำกัดการตรวจพบและขีดจำกัดการวัดปริมาณของวิธีทดสอบโดยทำการศึกษาขีดจำกัดการตรวจพบด้วยการวัด ตัวอย่างแบบลบล้างจำนวน 10 ซ้ำ จากผลการทดลองพบว่า ขีดจำกัดการตรวจพบเท่ากับ 0.12 มิลลิกรัม/กิโลกรัม ขีดจำกัดการวัดปริมาณเท่ากับ 0.15 มิลลิกรัม/กิโลกรัม

3.1.3 ความแม่นยำและความเที่ยงของวิธีทดสอบ โดยศึกษาตัวอย่างที่เติมสารละลายมาตรฐานที่ 3 ระดับความเข้มข้น 0.5 125 และ 250 ไมโครกรัม/มิลลิลิตร ความเข้มข้นละ 10 ซ้ำ โดยค่าความแม่นยำแสดงด้วย การหาค่า ร้อยละการคืนกลับได้ และความเที่ยงแสดงด้วยค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ จากผลการทดลองพบว่ามีค่าร้อยละการคืนกลับได้เท่ากับ 107.5 106.6 และ 105.3 ตามลำดับและมีส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ เท่ากับร้อยละ 1.61 0.43 และ 0.49 ตามลำดับ

3.1.4 ประเมินค่าความไม่แน่นอนของการวัดตามแนวทาง The Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM) พบว่าที่ระดับความเข้มข้น 0.5 มิลลิกรัม/กิโลกรัม มีค่าความไม่แน่นอนขยาย ที่ระดับความเชื่อมั่น 95% เท่ากับ 0.02 มิลลิกรัม/กิโลกรัม



รูปที่ 3 แผนภูมิแก๊งปลาแสดงแหล่งที่มาของความไม่แน่นอน

3.2 การศึกษาตัวอย่างรังนกถ้ำและรังนกบ้านจากพื้นที่จังหวัดภาคกลาง ภาคตะวันออก และภาคใต้ได้แก่ จังหวัด เพชรบุรี ตราด ชุมพร นครศรีธรรมราช สงขลา สตูล ตรัง และนราธิวาส จำนวน 13 ตัวอย่าง พบว่าวิธีดังกล่าวสามารถ นำมาใช้ตรวจสอบปริมาณสารไนโตรเจนได้อย่างมีประสิทธิภาพ โดยผลการทดสอบแสดงดังตารางที่ 1

ตารางที่ 1 แสดงผลการวิเคราะห์ตัวอย่างรังนกบ้านและรังนกถ้ำจากพื้นที่จังหวัดทางภาคใต้และภาคตะวันออก

ลำดับ	ตัวอย่างรังนก	จังหวัด	ปริมาณไนโตรเจน (มิลลิกรัม/กิโลกรัม)
1	รังนกแดงถ้ำ	ชุมพร	253
2	รังนกแดงถ้ำ	สตูล	1,574
3	รังนกแดงถ้ำ	สงขลา	1,652.7
4	รังนกขาวถ้ำ	ชุมพร	646
5	รังนกขาวบ้าน	นครศรีธรรมราช	25.5
6	รังนกบ้าน	นราธิวาส	ไม่พบ
7	รังนกบ้าน	ตราด	6.16
8	รังนกบ้าน	นครศรีธรรมราช	24.7
9	รังนกบ้าน	เพชรบุรี	ไม่พบ
10	รังนกบ้าน	ชุมพร	16.0
11	รังนกถ้ำ	ชุมพร	379.7
12	รังนกบ้าน	ตรัง	108.8
13	รังนกบ้าน	สตูล	72.0



รูปที่ 4 ลักษณะตัวอย่างรังนกแดงไข่จังหวัดชุมพร, รังนกแดงไข่จังหวัดสตูล, รังนกบ้านจังหวัดตรวด, รังนกชาวบ้านจังหวัดนครศรีธรรมราช

4. สรุป (Conclusion)

การศึกษาวิธีทดสอบปริมาณสารไนไตรท์ในรังนกด้วยเทคนิคไฮเพอร์ฟอร์แมนสลิควิดโครมาโทกราฟี เป็นวิธีที่น่าเชื่อถือ สามารถใช้เป็นวิธีทดสอบในห้องปฏิบัติการได้ในช่วงความเข้มข้น 0.5-250 มิลลิกรัม/มิลลิลิตร ค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ (Correlation coefficient, r) เท่ากับ 0.9999 ซีดจำกัดของการตรวจพบ 0.12 มิลลิกรัม/กิโลกรัม ซีดจำกัดการวัดปริมาณ 0.15 มิลลิกรัม/กิโลกรัม ความแม่นยำ (Accuracy) และความเที่ยง (Precision) ของวิธีทดสอบ ที่ระดับความเข้มข้นต่ำ กลาง สูง โดยค่าความแม่นยำแสดงด้วยค่าร้อยละการคืนกลับได้อยู่ในช่วง 105.3-107.5 ความเที่ยงแสดงด้วยค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ อยู่ในช่วงร้อยละ 0.43-1.61 ค่าความไม่แน่นอนขยาย เท่ากับ 0.02 มิลลิกรัม/กิโลกรัม ที่ระดับความเข้มข้น 0.5 มิลลิกรัม/กิโลกรัม

จากการสุ่มตัวอย่างรังนกในท้องตลาดเพื่อทดสอบจำนวน 13 ตัวอย่าง ในพื้นที่ 9 จังหวัดจากภาคกลาง ภาคตะวันออก และภาคใต้ พบว่าวิธีดังกล่าวสามารถนำมาใช้ตรวจสอบปริมาณสารไนไตรท์ได้อย่างมีประสิทธิภาพ

5. กิตติกรรมประกาศ (Acknowledgement)

ขอขอบคุณกรมวิทยาศาสตร์บริการที่ได้สนับสนุนทุนการวิจัยครั้งนี้

6. เอกสารอ้างอิง (References)

- [1] กรมส่งเสริมการค้าระหว่างประเทศ. *ประเทศจีนห้ามนักท่องเที่ยวเข้ารังนกเข้าเขตแดนจีน*. [ออนไลน์]. 2555. [อ้างถึงวันที่ 12 ธันวาคม 2560]. เข้าถึงจาก: http://www.ditp.go.th/contents_attach/67430/55001278.pdf
- [2] พรณพิสุทธิ์ สันติภราดร. *อันตรายจากสารไนเตรต-ไนไตรท์*. [ออนไลน์]. 2559. [อ้างถึงวันที่ 12 ธันวาคม 2560].

เข้าถึงจาก: <http://www.pharmacy.mahidol.ac.th/th/knowledge/article/326/อันตรายจากสารไนเตรต-ไนไตรท์/>

- [3] สำนักงานมาตรฐานสินค้าเกษตรและอาหารแห่งชาติ. *มาตรฐานสินค้าเกษตร มกษ. 6705-2557: รังนก* [ออนไลน์]. [อ้างถึงวันที่ 12 ธันวาคม 2560]. เข้าถึงจาก http://www.acfs.go.th/standard/download/BIRDS_NEST.pdf

- [4] EURACHEM. *EURACHEM/CITAC Guide CG4. Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement*. 3rd ed. 2012. 133p.

- [5] ISMAIL, M.F., N.A. SABRI and S.N. TAJUDDIN. *A study on contamination of nitrile in edible bird's nest (swiftlet)*. [online]. [viewed 6 December 2017]. Available from: http://www.dvs.gov.my/dvs/resources/user_1/DVS%20pdf/Aneka%20Haiwan/poster%20papers/8_Ismail_UTM.pdf

- [6] MEEI, CHIENQUEK, NYUK LING CHIN, ANIZA YUSOF, SHEAU WEI TAN and CHUNG LIM LAW. Preliminary nitrite, nitrate and colour analysis of Malaysian edible bird's nest [online]. *Information Processing in Agriculture*. 2015, 2(1), 1-5. [viewed 6 December 2017]. Available from: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2214317315000025>

- [7] CHOU, SHIN-SHOU, JEN-CHIEN CHUNG and DENG-FWU HWANG. A High Performance Liquid Chromatography Method for Determining Nitrate and Nitrite Levels in Vegetables [online]. *Journal of Food and Drug Analysis*. 2003, 11(3), 233-238. [viewed 6 December 2017]. Available from: <https://www.fda.gov.tw/tc/includes/GetFile.ashx?mID=148&id=8437>

การพัฒนาคุณภาพน้ำมันปาล์มสำหรับการทอดอาหารโดยใช้สารสกัดจากสมุนไพร

Developing the quality of palm oil with herbal extracts

11

ปริญญญา จิยพงศ์¹, จันทรฉาย ยศศักดิ์ศรี¹
Patinya Jiyipong¹, Janchay Yossakri¹

บทคัดย่อ

วัตถุประสงค์ของการศึกษานี้คือการทดลองผลิตน้ำมันปาล์มผสมสารต้านอนุมูลอิสระเพื่อลดการเกิดกลิ่นหืน โดยใช้สมุนไพร 3 ชนิด คือ ขิง ขมิ้น และกระชาย การศึกษาปริมาณสารฟีนอลิกรวมของสมุนไพรทั้ง ขิง ขมิ้น และกระชาย เมื่อความเข้มข้นของสมุนไพรมากขึ้นส่งผลให้ปริมาณสารประกอบฟีนอลิกเพิ่มขึ้น และเมื่อทดลองผลิตน้ำมันปาล์มผสมสมุนไพรผงโดยใช้สมุนไพรผง 2% 4% และ 6% และน้ำมันปาล์มผสมสารสกัดจากสมุนไพรที่สกัดด้วยเอทานอล โดยใช้ความเข้มข้นของสารสกัดที่ 3 ระดับ คือ 200 400 และ 600 mg/kg วิเคราะห์คุณภาพที่สำคัญของน้ำมันผสมสารสกัด ได้แก่ ค่า Peroxide value (P.V.) และ ค่า Acid value (A.V.) ซึ่งสูตรที่คัดเลือกคือ น้ำมันปาล์มผสมขิงผง 2% ขมิ้นผง 4% และกระชายผง 2% มีค่า P.V. คือ 5.50 ± 0.22 6.20 ± 0.04 และ 6.18 ± 0.08 meq/kg ส่วนน้ำมันปาล์มผสมสารสกัดจากสมุนไพรด้วยวิธีการสกัดด้วยเอทานอล ได้สูตรที่คัดเลือกคือ น้ำมันปาล์มผสมสารสกัดจากขิง 200 ขมิ้น 400 และกระชาย 400 mg/kg มีค่า P.V. คือ 4.48 ± 0.03 5.60 ± 0.02 และ 5.82 ± 0.01 meq/kg ผลการวิเคราะห์คุณภาพน้ำมันที่ผ่านการทอด พบว่าน้ำมันปาล์มผสมสารสกัดจากขิงที่ระดับ 200 mg/kg มีค่า P.V. คือ 6.56 ± 0.06 ซึ่งมีค่าต่ำกว่าน้ำมันทุกสูตรอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ สำหรับการทดสอบการยอมรับทางประสาทสัมผัสโดยให้ผู้ทดสอบ จำนวน 30 คน ให้การยอมรับในด้านกลิ่นหืน คือ ข้าวเกรียบที่ทอดในน้ำมันปาล์มผสมสารสกัดจากขิง ข้าวเกรียบที่ทอดในน้ำมันปาล์มผสมสารสกัดจากกระชาย ข้าวเกรียบที่ทอดในน้ำมันปาล์มผสมสารสกัดจากขมิ้น และข้าวเกรียบที่ทอดในน้ำมันปาล์มที่ไม่ผสมสารสกัด ตามลำดับ การศึกษาอายุการเก็บน้ำมันผสมสารสกัดสูตรทดลองมีอายุการเก็บอย่างน้อย 1 ปี

Abstract

The purpose of this study was to produce palm oil with antioxidants for reduced rancidity in fried food products. The three types of herbal; ginger, turmeric and finger root were used in this experiment. The higher concentration of herbal extracts, the higher of total phenolic contents (TPC). The palm oil samples were mixed with 2%, 4%, and 6% of herbal powder and were mixed with 200, 400 and 600 mg./kg. of herbal extracts by ethanol. The quality determination of palm oil by using Peroxide value (P.V.) and Acid value (A.V.). The selected formulations of palm oil with herbal powder were 2% ginger, 4% turmeric and 2% finger root, their P.V. were 5.50 ± 0.22 6.20 ± 0.04 6.18 ± 0.08 meq/kg, respectively. While the palm oil with herbal extracts were ginger 200, turmeric 400 and finger root 400 mg./kg, their P.V. were 4.48 ± 0.03 5.60 ± 0.02 5.82 ± 0.01 meq/kg., respectively. All samples also had A.V. lower than 0.6 in mg./g. The quality determination of fried palm oil, the P.V. of palm oil with ginger extract was lower than that of turmeric and finger root extract. For fried chips sensory testing by 30 panelists, they accepted chips that fried in palm oil with ginger extract, finger root extract, turmeric extract and control, respectively. The palm oil with herbal extracts had stored at least one year shelf life.

คำสำคัญ: น้ำมันปาล์ม สารสกัดจากสมุนไพร ค่าเปอร์ออกไซด์

Keywords: Palm oil, Herbal extract, Peroxide value

¹กรมวิทยาศาสตร์บริการ

*Corresponding author. E-mail address: patinya@dss.go.th

1. บทนำ (Introduction)

ผลิตภัณฑ์อาหารทอดเป็นผลิตภัณฑ์กลุ่มใหญ่ที่วางจำหน่ายในท้องตลาด มีทั้งผู้ผลิตในระดับชุมชนหรืออุตสาหกรรมในครัวเรือนขนาดเล็กจนถึงผู้ผลิตในระดับอุตสาหกรรม แต่มักประสบกับปัญหาผลิตภัณฑ์มีกลิ่นหืน (rancidity) ซึ่งมีสาเหตุสำคัญจากการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน ทำให้ผลิตภัณฑ์มีอายุการเก็บสั้น เพราะเกิดกลิ่นไม่พึงประสงค์ต่อการบริโภค ผู้ผลิตต้องประสบกับปัญหาขาดทุนหากจำหน่ายสินค้าไม่หมดก่อนสินค้าจะเสื่อมสภาพ ถึงแม้ในน้ำมันพืชมีโทโคฟีรอลเป็นสารต้านออกซิเดชันโดยธรรมชาติอยู่แล้ว แต่ยังไม่สามารถกันหืนได้เพียงพอ ผู้ผลิตน้ำมันจึงเติมสารกันหืนสังเคราะห์ เช่น tert-butyl-4-hydroxyanisole (BHA), butylated hydroxytoluene (BHT) ขณะที่ผู้ผลิตอาหารทอดที่ต้องการยืดอายุการเก็บให้นานขึ้นก็ได้เติมสารเคมีสังเคราะห์อีกส่วนหนึ่งลงไปอีก การใช้สารเคมีกันหืนในปริมาณที่เกินกว่ากฎหมายกำหนดอาจเป็นอันตรายต่อผู้บริโภคได้ เนื่องจากมีรายงานความเป็นพิษของสารสังเคราะห์ว่าทำให้เซลล์ทำงานผิดปกติและกลายเป็นมะเร็งเมื่อได้รับสารสังเคราะห์อย่างต่อเนื่องในปริมาณที่มากเกินไป

การหืนเป็นปฏิกิริยาการเปลี่ยนแปลงทางเคมีของไขมันและน้ำมัน ทำให้เกิดกลิ่นผิดปกติ มีสมบัติทางกายภาพและทางเคมีเปลี่ยนไป สาเหตุหลักคือการเกิดกลิ่นหืนจากการเกิดออกซิเดชัน (oxidative rancidity) (Allen and Hamilton, 1994) ปฏิกิริยาออกซิเดชันจะเกิดที่พันธะคู่ของกรดไขมันไม่อิ่มตัวกับออกซิเจนในอากาศ เป็น peroxide linkage ขึ้นระหว่างพันธะคู่ซึ่งปฏิกิริยานี้จะเกิดเองแบบต่อเนื่องตลอดเวลาเมื่อน้ำมันสัมผัสกับอาหาร การป้องกันกลิ่นหืนจึงเป็นเรื่องที่มีความสำคัญมากในอุตสาหกรรมอาหารเพื่อให้อาหารเกิดการเสื่อมเสียคุณภาพ การเติมสารต้านออกซิเดชันสามารถยับยั้งปฏิกิริยาออกซิเดชันของปฏิกิริยาออกซิเดชันโดยสารนี้จะจับกับอนุมูลอิสระต่างๆ ทำให้อนุมูลอิสระเหล่านั้นไม่สามารถเร่งปฏิกิริยาออกซิเดชันได้ ปฏิกิริยาจึงหยุดชะงัก เกิดเป็นสารที่มีความคงตัว (Branen et al., 1990)

การปรับปรุงคุณภาพน้ำมันพืชที่ใช้ทอดอาหารให้มีสมบัติป้องกันหรือชะลอการเกิดอนุมูลอิสระจากปฏิกิริยาออกซิเดชันซึ่งเป็นต้นเหตุสำคัญที่ก่อให้เกิดกลิ่นหืน อาจแก้ปัญหานี้ได้โดยใช้สารสกัดจากธรรมชาติผสมในน้ำมันพืชในอัตราส่วนต่างๆ ที่เหมาะสมก่อนนำมาใช้ทอดอาหาร พืชสมุนไพรพื้นบ้านของไทยที่นิยมใช้เป็นส่วนประกอบในอาหาร โดยเฉพาะ ขิง ขมิ้น และกระชาย มีสารกลุ่มฟีนอลิกซึ่งเป็นสารที่มีสมบัติในการต้านออกซิเดชัน เช่น gingerol, shogaol, zingerone, pinostrobin, pinocembrin, alpinetin เป็นต้น คณะผู้วิจัยจึงได้พัฒนาคุณภาพน้ำมันปาล์มสำหรับการทอดอาหารโดยใช้สมุนไพร เพื่อให้ได้องค์ความรู้ที่สามารถใช้เป็นแนวทางในการแก้ปัญหาการเกิดกลิ่นหืนในอาหารทอด ช่วยยืดอายุการเก็บรักษา ลดการสูญเสียทางเศรษฐกิจ ซึ่งน้ำมันปาล์มเป็นน้ำมันที่นิยมใช้ทอดอาหารเนื่องจากสามารถทนความร้อน และทนต่อการเปลี่ยนแปลงทางกายภาพและทางเคมี

ได้ดี และเป็นน้ำมันที่มีราคาต่ำกว่าน้ำมันพืชชนิดอื่น และยังเป็นน้ำมันพืชที่ปลอดภัยจากสารแต่งกันหืน

2. วิธีการวิจัย (Experimental)

2.1. การคัดเลือกพืชสมุนไพรเพื่อใช้เป็นสารต้านออกซิเดชัน

2.1.1 ศึกษาข้อมูลเอกสารสิทธิบัตรและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง เพื่อคัดเลือกสมุนไพรที่ใช้ในการทดลองนี้ ซึ่งต้องประกอบด้วยสารกลุ่มฟีนอลิก นำมาศึกษาสมบัติในการป้องกันหรือชะลอการเกิดอนุมูลอิสระจากปฏิกิริยาออกซิเดชัน เช่น gingerol, shogaol, zingerone, pinostrobin, pinocembrin, alpinetin เป็นต้น นำมาศึกษาสมบัติในการป้องกันหรือชะลอการเกิดอนุมูลอิสระจากปฏิกิริยาออกซิเดชันซึ่งเป็นต้นเหตุสำคัญที่ก่อให้เกิดกลิ่นหืน โดยคัดเลือกขิงที่มีอายุการเก็บเกี่ยวที่ 11 เดือน ขมิ้นอายุการเก็บ 10 เดือน และกระชายอายุการเก็บ 11 เดือน

2.1.2 ศึกษาปริมาณสารประกอบฟีนอลิกรวม (ดัดแปลงจาก Miliuskas et al., 2004) โดยใช้วิธี Folin-Ciocalteu colorimetric วัดปริมาณสารฟีนอลิกด้วยเครื่อง spectrophotometer (PERKIN-ELMER รุ่น Lambda 2) ใช้สารมาตรฐานกรดแกลลิกที่ความเข้มข้น 25, 50, 75, 100 และ 125 µg/ml ในน้ำกลั่น และใช้สารสกัดจากสมุนไพรคือ ขิง ขมิ้น และกระชาย นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 765 nm

2.1.3 ศึกษาประสิทธิภาพของการยับยั้งอนุมูลอิสระ (DPPH free radical scavenging activity) (ดัดแปลงจาก Shimada et.al., 1992 และ Masuda et.al., 1999) ใช้เครื่อง spectrophotometer (PERKIN-ELMER รุ่น Lambda 2) โดยใช้สารละลาย DPPH (1,1-diphenyl-2-picrylhydral) ที่ระดับความเข้มข้น 5 mM ใน absolute ethanol และใช้สารสกัดจากสมุนไพรคือ ขิง ขมิ้น และกระชาย วัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 518 nm จากนั้นคำนวณหา % inhibition ตามสูตร เพื่อศึกษาประสิทธิภาพของการยับยั้งอนุมูลอิสระ

$$\% \text{ inhibition} = (A_{\text{control}} - A_{\text{sample}}) / (A_{\text{control}}) \times 100$$

A control = ค่าการดูดกลืนแสงของตัวควบคุม

A sample = ค่าการดูดกลืนแสงของตัวอย่าง

2.1.4 ศึกษาสารสำคัญในสารสกัดจากสมุนไพร คือ ขิง ขมิ้น และกระชาย โดยเตรียมตัวอย่างสารสกัด ขิง ขมิ้น และกระชายในเอทานอล 95% และเตรียมสารมาตรฐาน Curcumin, 5,7-dimethoxyflavone, [6]-Gingerol ในเอทานอล จากนั้นกรองด้วย syringe membrane filter ใส่ในขวด vial นำมาวิเคราะห์สารสำคัญด้วยเครื่อง Gas chromatography (GC) โดยใช้คอลัมน์ DB-5ms และ FID Detector ที่อุณหภูมิ 270 องศาเซลเซียส ที่อัตราการไหล 1 มิลลิลิตรต่อนาที

2.2 การผลิตน้ำมันปาล์มผสมสารต้านออกซิเดชันจากสมุนไพร

2.2.1 การผสมสมุนไพรลงในน้ำมันปาล์ม โดยการเตรียมสมุนไพรผงก่อนเข้าสู่กระบวนการสกัดด้วยการล้างทำความสะอาด หั่น และอบแห้งด้วยตู้อบลมร้อน ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส และบดเป็นผง นำมาผสมในน้ำมันปาล์ม โดยใช้สมุนไพร ร้อยละ 2.4 และ 6 ในน้ำมันปาล์มปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร ผสมในขวดแก้วที่ปิดฝาสนิท เขย่าน้ำมันวันละ 2 ครั้ง ทั้งไว้ 12 ชั่วโมง ทำในช่วงเวลาเดียวกันจนครบกำหนด 5 วัน จากนั้นกรองน้ำมันด้วยผ้าขาวบางและกระดาษกรอง เบอร์ 113

2.2.2 การผสมสารสกัดจากสมุนไพรในน้ำมันปาล์ม โดยการสกัดด้วยเอทานอล ดัดแปลงจาก [5] ด้วยการนำสมุนไพรผงจากข้อ 2.2.1 ไปสกัดด้วย เอทานอล 95% ปริมาตร 600 มิลลิลิตร (3:1) ลงในขวดแก้วปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร แช่ทิ้งไว้ 5 วัน เขย่าทุกวันๆ ละ 2 ครั้ง จากนั้นนำสมุนไพรที่ใส่ตัวทำละลายมากรองและระเหยด้วยเครื่อง Vacuum rotary evaporator ที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส และนำสารสกัดที่ได้ในปริมาณ 200, 400 และ 600 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ผสมในน้ำมันปาล์มปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร และผสมในขวดแก้วที่ปิดฝาสนิท เขย่าน้ำมันปาล์มผสมสมุนไพรวันละ 2 ครั้ง ทั้งไว้ 12 ชั่วโมง ทำในช่วงเวลาเดียวกันจนครบกำหนด 5 วัน จากนั้นกรองน้ำมันปาล์มผสมสมุนไพรด้วยผ้าขาวบางและกระดาษกรอง เบอร์ 113

2.3 การศึกษาผลของสารต้านออกซิเดชันต่อคุณภาพน้ำมันที่ยังไม่ผ่านการทอด

ศึกษาผลของสารต้านออกซิเดชันจากสมุนไพรต่อคุณภาพน้ำมันปาล์มเปรียบเทียบกับคุณภาพน้ำมันปาล์มที่ไม่ผสมสารต้านออกซิเดชันจากสมุนไพร วิเคราะห์คุณภาพที่สำคัญของน้ำมันผสมสารสกัด ได้แก่ ค่า Peroxide value (P.V.) และ ค่า Acid value (A.V.) ผลที่ได้จากการทดลองในการทดลองนี้ใช้คัดเลือกสูตรของน้ำมันปาล์มผสมสมุนไพรเพื่อนำไปศึกษาในขั้นตอนต่อไป

2.3.1 วิเคราะห์ค่า Peroxide value (P.V.) ตามวิธี AOCS official method Cd 8b-90 (2011) โดยนำตัวอย่างน้ำมันที่ผสมสมุนไพรที่ความเข้มข้นทั้ง 3 ระดับ ชั่งน้ำหนักให้ได้น้ำหนักที่แน่นอน เติมตัวทำละลายผสมของสารละลายไอโซออกเทนและกรดอะซิติก (4/6 V/V) ลงไป จากนั้นเติมสารละลายโพแทสเซียมไฮโอไดด์และน้ำกลั่น แล้วไตเตรตสารละลายด้วยสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟต โดยใช้สีน้ำเงินเป็นอินดิเคเตอร์ สังเกตการเปลี่ยนแปลงของสารละลายจากสีเหลืองเป็นสีน้ำเงินอมเทาหรือเห็นเป็นไม่มีสีหรือสีธรรมชาติของน้ำมัน บันทึกผลการทดลอง

2.3.2 วิเคราะห์ค่า Acid value (A.V.) ตามวิธี AOCS official method Cd 3d-63 (2009) โดยชั่งน้ำหนักตัวอย่างน้ำมันที่ผสมสารสกัดจากสมุนไพรให้น้ำหนักที่แน่นอน เติมสารละลาย 95% เอทานอล 50 มิลลิลิตร เขย่าให้สารตัวอย่างผสมเข้าด้วยกัน แล้วไตเตรตสารละลายด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

0.25 M โดยใช้สารละลาย 0.1% ฟีนอล์ฟทาเลอินเป็นอินดิเคเตอร์ สังเกตการเปลี่ยนแปลงของสารละลายจากสีเหลืองเป็นสีชมพู บันทึกผลการทดลอง

2.4 การศึกษาผลของสารต้านออกซิเดชันต่อคุณภาพน้ำมันที่ผ่านการทอด

ศึกษาคุณภาพน้ำมันผสมสมุนไพรเปรียบเทียบกับน้ำมันไม่ผสมสมุนไพร (ตัวอย่างควบคุม) โดยใช้น้ำมันสุตรทดลองที่ผ่านการคัดเลือกจากวิธีผสมสมุนไพรลงในน้ำมัน และวิธีผสมสารสกัดจากสมุนไพรน้ำมัน ศึกษาคุณภาพน้ำมันที่ยังไม่ผ่านการทอดเปรียบเทียบกับน้ำมันที่ผ่านการทอด โดยใช้ผลิตภัณฑ์ที่เป็นตัวแทนของอาหารทอดคือ ข้าวเกรียบ ควบคุมสภาวะการทอดที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส นาน 20 วินาที (ข้าวเกรียบ 200 กรัมต่อน้ำมันปาล์มผสมสารสกัด 1,000 มิลลิลิตร) และนำน้ำมันที่ผ่านการทอดมาวิเคราะห์คุณลักษณะทั่วไป ค่า P.V. และ ค่า A.V. เปรียบเทียบกับน้ำมันที่ยังไม่ผ่านการทอด

2.5 การทดสอบการยอมรับทางประสาทสัมผัส

นำผลิตภัณฑ์ข้าวเกรียบที่ผ่านการทอดในน้ำมันปาล์มจากสมุนไพร ทดสอบการยอมรับ โดยให้ผู้ทดสอบ จำนวน 30 คน ที่มีต่อผลิตภัณฑ์ ด้านสี กลิ่น เนื้อ ลักษณะปรากฏ ลักษณะเนื้อสัมผัส และการยอมรับโดยรวม โดยการให้คะแนนความชอบ 1-9 (9-Point hedonic scale) และนำข้อมูลที่ได้ไปทำการวิเคราะห์ผลเปรียบเทียบค่าเฉลี่ยโดยใช้ Duncan's multiple range test

2.6 การศึกษาอายุการเก็บของน้ำมันผสมสมุนไพร

ศึกษาอายุการเก็บของน้ำมันผสมสมุนไพรจากสูตรที่คัดเลือก โดยติดตามการเปลี่ยนแปลงของ ค่า P.V. และ ค่า A.V. ในน้ำมันทุก 15 วัน (รวม 360 วัน) เปรียบเทียบกับน้ำมันที่ไม่ผสมสารสกัด

2.7 การถ่ายทอดเทคโนโลยี

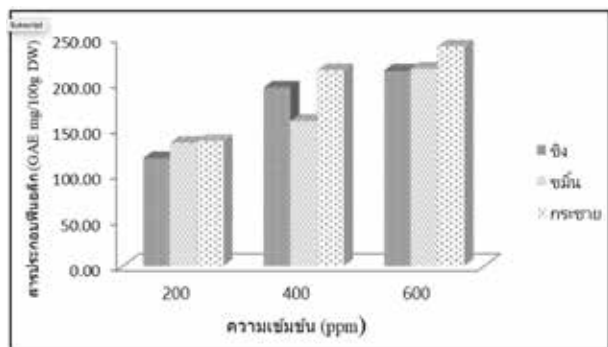
ทดลองนำน้ำมันปาล์มผสมสมุนไพรทั้ง 3 ชนิด ถ่ายทอดสู่กลุ่มผู้ผลิตอาหารทอด 2 กลุ่ม คือกลุ่มขนมไทยบ้านนาโพธิ์ อำเภอกุดรัง จังหวัดมหาสารคาม ซึ่งเป็นกลุ่มผู้ผลิตอาหารทอด เช่น กุ้งทอด กะหรี่ปั๊บ ดอกจอก ระหว่างวันที่ 25-26 กุมภาพันธ์ 2558 และกลุ่มแปรรูปอาหารบ้านหอยบ้านดอน อำเภอดงหลวง จังหวัดขอนแก่น ซึ่งเป็นกลุ่มผู้ผลิตอาหารทอด เช่น ข้าวเกรียบ ข้าวแต่น ระหว่างวันที่ 13-15 กรกฎาคม 2558 โดยนำน้ำมันสุตรทดลองทอดผลิตภัณฑ์อาหารทอดของแต่ละกลุ่ม

3. ผลและวิจารณ์ (Results and discussion)

3.1 การคัดเลือกพืชสมุนไพรเพื่อใช้เป็นสารต้านออกซิเดชัน

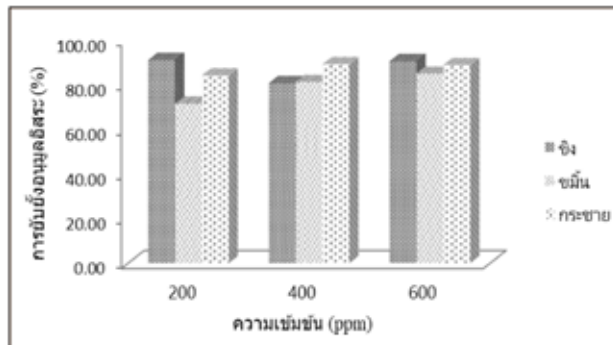
การศึกษาปริมาณสารประกอบฟีนอลิกรวมของสมุนไพรที่เลือกใช้ในการทดลองนี้คือ ขิง ขมิ้น และกระชาย โดยการสกัดด้วยเอทานอล 95% จำนวน 3 ความเข้มข้นที่ 200, 400 และ 600 mg/kg นำมาวิเคราะห์ปริมาณสารประกอบฟีนอลิกรวมด้วยวิธี Folin-Ciocalteu colorimetric วัดปริมาณสารฟีนอลิกด้วยเครื่อง

Spectrophotometer โดยวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 765 nm ทำการวิเคราะห์ 3 ซ้ำ ผลการศึกษาสมุนไพร 3 ชนิด ที่ความเข้มข้น 3 ระดับ คือ 200, 400 และ 600 mg/kg พบว่าปริมาณของสารประกอบฟีนอลิกของขิง คือ 117.27 ± 0.58 , 194.71 ± 0.63 และ 213.78 ± 0.63 GAE mg/100g DW ส่วนปริมาณของสารประกอบฟีนอลิกของขมิ้น คือ 134.53 ± 0.68 , 157.95 ± 0.58 และ 215.07 ± 0.34 GAE mg/100g DW และปริมาณของสารประกอบฟีนอลิกของกระชาย คือ 136.25 ± 0.68 , 214.01 ± 0.50 และ 239.78 ± 0.21 GAE mg/100g DW ดังรูปที่ 1 แสดงให้เห็นว่าเมื่อความเข้มข้นของสารสกัดมากขึ้นส่งผลให้ปริมาณสารประกอบฟีนอลิกเพิ่มขึ้น



รูปที่ 1 ปริมาณสารประกอบฟีนอลิกรวมของสารสกัดจากสมุนไพร

ส่วนการศึกษาประสิทธิภาพของการยับยั้งอนุมูลอิสระ โดยใช้ DPPH (2,2-diphenyl-1-picrylhydral) เป็นอนุมูลอิสระ ทำการวิเคราะห์ 3 ซ้ำ ผลการศึกษาสารสกัดจากสมุนไพรทั้ง 3 ชนิด ที่ความเข้มข้น 3 ระดับ คือ 200, 400 และ 600 mg/kg พบว่าประสิทธิภาพของการยับยั้งอนุมูลอิสระของขิง คือ 91.21 ± 0.17 , 80.85 ± 0.26 และ 90.66 ± 0.26 % ส่วนประสิทธิภาพของการยับยั้งอนุมูลอิสระของขมิ้น คือ 71.60 ± 0.08 , 81.22 ± 0.43 และ 85.01 ± 0.10 % และประสิทธิภาพของการยับยั้งอนุมูลอิสระของกระชาย คือ 84.52 ± 0.41 , 89.27 ± 0.11 และ 88.90 ± 0.67 % ดังรูปที่ 2 ซึ่งสารสกัดจากขิงมีประสิทธิภาพในการยับยั้งอนุมูลอิสระได้ดี ที่ความเข้มข้น 200 และ 600 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม สำหรับสารสกัดจากขมิ้นและกระชายเมื่อความเข้มข้นเพิ่มขึ้นทำให้ประสิทธิภาพของการยับยั้งอนุมูลอิสระเพิ่มขึ้น



รูปที่ 2 การยับยั้งอนุมูลอิสระของสารสกัดจากสมุนไพร

ผลการวิเคราะห์สารสำคัญด้วยเครื่อง GC พบว่าสารสกัดจากขิงประกอบด้วย 6-Gingerol และ 6-Shogaol สารสกัดจากขมิ้นประกอบด้วย Curcumin สารสกัดจากกระชายประกอบด้วย Dimethoxyflavone ซึ่งเป็นสารฟีนอลิกสำคัญที่มีในสมุนไพรแต่ละชนิด และส่งผลให้สมุนไพรมีประสิทธิภาพในการเป็นสารต้านออกซิเดชัน ปริมาณสารประกอบฟีนอลิกของสารสกัดจากขิงมีน้อยกว่าขมิ้นและกระชาย แต่การยับยั้งอนุมูลอิสระหรือความสามารถในการต้านออกซิเดชันของสารสกัดจากขิงมีประสิทธิภาพสูงกว่าขมิ้นและกระชาย และความสามารถในการทำหน้าที่เป็นสารต้านออกซิเดชันของสมุนไพรไม่ได้เพิ่มขึ้นตามปริมาณของสารเสมอไปโดยเฉพาะขิง แต่สำหรับขมิ้นและกระชายมีความสามารถในการต้านออกซิเดชันเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณสารเพิ่มขึ้นสอดคล้องกับ [3] ที่ระบุว่าความสามารถในการทำหน้าที่ของสารต้านออกซิเดชันมีความแปรผันมาก สารบางชนิดทำหน้าที่ได้ดีเมื่อมีความเข้มข้นเพิ่มขึ้น หรือบางชนิดใช้ได้ทั้งที่ความเข้มข้นเท่ากัน

3.2 การศึกษาผลของสารต้านออกซิเดชันต่อคุณภาพน้ำมันที่ยังไม่ผ่านการทอด

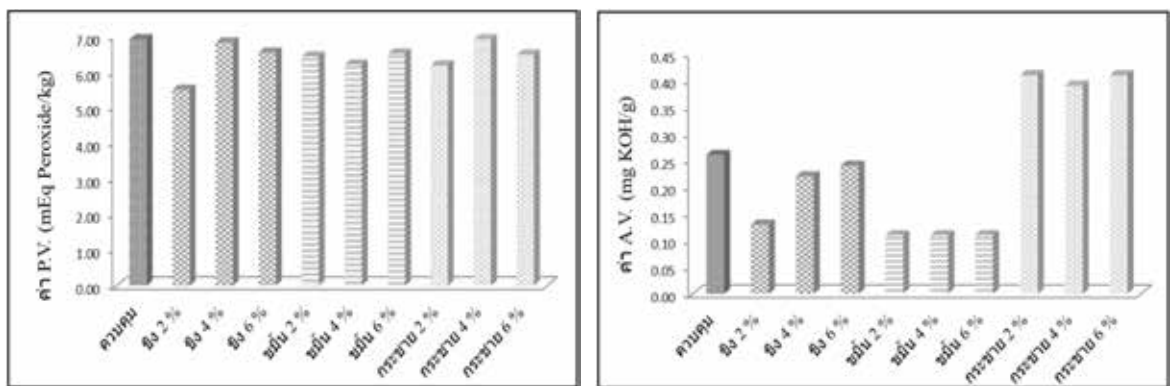
จากการศึกษาผลของสารต้านออกซิเดชันจากสมุนไพรต่อคุณภาพน้ำมันปาล์มเปรียบเทียบกับคุณภาพน้ำมันปาล์มที่ไม่ผสมสารต้านออกซิเดชันจากสมุนไพร วิเคราะห์คุณภาพที่สำคัญของน้ำมันผสมสารสกัด ได้แก่ ค่า Peroxide value (P.V.) และ ค่า Acid value (A.V.) ทดลองซ้ำ 3 ครั้ง และนำผลทดลองมาวิเคราะห์สถิติเปรียบเทียบผลในการผลิตน้ำมันปาล์มผสมสมุนไพร และน้ำมันปาล์มผสมสารสกัดจากสมุนไพร เพื่อคัดเลือกสูตรทดลองที่มีค่า P.V. และ A.V. ต่ำที่สุด นำสูตรที่ได้ไปศึกษาผลของสารต้านออกซิเดชันต่อคุณภาพน้ำมันที่ผ่านการทอดต่อไป ซึ่งผลที่ได้ตามตารางที่ 1 และรูปที่ 3-6

ตารางที่ 1 ผลการวิเคราะห์ค่า P.V. และ A.V. ในน้ำมันปาล์มที่ผสมสมุนไพร

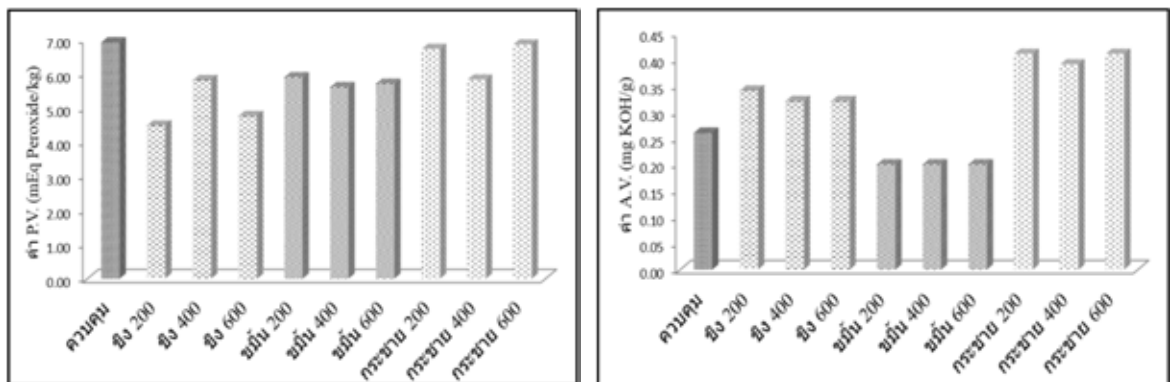
ชนิดของสมุนไพร		สมุนไพรผง (%)			สารสกัดจากสมุนไพร (mg/kg)		
		2	4	6	200	400	600
ขิง	P.V.	5.50±0.22	6.82±0.05	6.54±0.22	4.48±0.03	5.80±0.03	4.76±0.22
	A.V.	0.13±0.02	0.22±0.03	0.24±0.03	0.34±0.03	0.32±0.03	0.32±0.22
ขมิ้น	P.V.	6.43±0.05	6.20±0.04	6.51±0.33	5.89±0.05	5.60±0.02	5.70±0.01
	A.V.	0.11±0.03	0.11±0.01	0.11±0.01	0.20±0.01	0.02±0.03	0.02±0.02
กระชาย	P.V.	6.18±0.08	6.91±0.06	6.48±0.07	6.72±0.01	5.82±0.01	6.85±0.01
	A.V.	0.41±0.01	0.39±0.02	0.41±0.01	0.41±0.04	0.39±0.05	0.41±0.01

ผลการวิเคราะห์พบว่าค่า P.V. ของตัวอย่างควบคุม (น้ำมันปาล์มที่ไม่ผสมสารสกัดสมุนไพร) มีค่าเท่ากับ 6.91±0.04 meq/kg จากรูปที่ 3 การต้านออกซิเดชันวิธีผสมสมุนไพรผงในน้ำมัน พบว่าสมุนไพรผงสามารถลดค่า P.V. ของน้ำมันลงได้ต่ำกว่าตัวอย่างควบคุม ยกเว้นกระชายผง 4% ที่มีค่า P.V. เท่ากับตัวอย่างควบคุม โดยน้ำมันปาล์มผสมขิงมีค่าต่ำกว่าขมิ้นและกระชายอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ สำหรับค่า A.V. จากรูปที่ 4 พบว่าน้ำมันปาล์มผสมขมิ้นมีค่าต่ำกว่าขิงและกระชายในทุกระดับอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ

ผลของสารต้านออกซิเดชันต่อคุณภาพน้ำมันปาล์มโดยใช้วิธีผสมสารสกัดสมุนไพรในน้ำมัน ในรูปที่ 5 พบว่าค่า P.V. ของน้ำมันปาล์มผสมสารสกัดจากขิงมีค่าต่ำกว่าขมิ้นและกระชาย ยกเว้นขิงที่ 400 mg/kg มีค่า P.V. สูงกว่าขมิ้นและกระชายบางระดับความเข้มข้น ส่วนค่า A.V. ในรูปที่ 6 น้ำมันปาล์มผสมสารสกัดจากขมิ้นมีค่าต่ำกว่าขิงและกระชายในทุกระดับความเข้มข้นอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ



รูปที่ 3-4 ค่า P.V. และ A.V. ของน้ำมันปาล์มผสมสมุนไพรผง



รูปที่ 5-6 ค่า P.V. และ A.V. ของน้ำมันปาล์มผสมสารสกัดจากสมุนไพร

ผลการทดลองผลิตน้ำมันปาล์มผสมสมุนไพร ทั้ง 2 วิธี จะคัดเลือกสูตรสมุนไพรแต่ละชนิดที่สามารถลดค่า P.V. ของน้ำมันได้มากที่สุดและให้ค่า A.V. ไม่เกินตามที่กำหนดในมาตรฐาน โดยการผลิตด้วยวิธีผสมสมุนไพรลงในน้ำมัน ได้สูตรที่คัดเลือกคือน้ำมันปาล์มผสมขิงผง 2% ขมิ้นผง 4% และกระชาย 2% ตามลำดับ ส่วนการผลิตด้วยวิธีผสมสารสกัดจากสมุนไพรในน้ำมัน ได้สูตรที่คัดเลือกคือน้ำมันปาล์มผสมสารสกัดจากขิง 200 mg/kg ขมิ้น 400 mg/kg และกระชาย 400 mg/kg ซึ่งน้ำมันปาล์มผสมสมุนไพรทั้ง 3 ชนิด สามารถลดค่า P.V. ของน้ำมันปาล์มลงได้ต่ำกว่าตัวอย่างควบคุม (น้ำมันที่ไม่ผสมสมุนไพร) และมีค่า P.V. ต่ำกว่า 10 meq/kg และมีค่า A.V. ต่ำกว่า 0.6 mg/g ซึ่งเป็นค่าสูงสุดของน้ำมันปาล์มบริโภคตามมาตรฐานของน้ำมันปาล์มตามประกาศกระทรวงสาธารณสุข พ.ศ.2543 และ มอก.288-2521

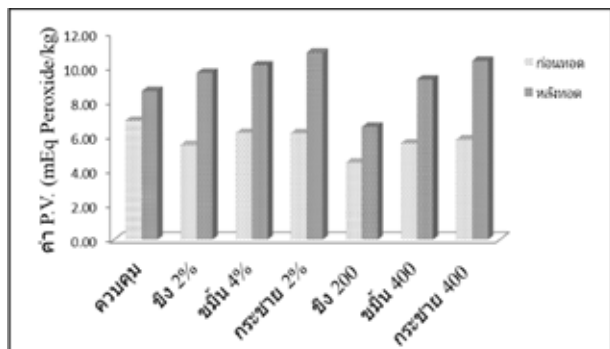
3.3 การศึกษาผลของสารต้านออกซิเดชันต่อคุณภาพน้ำมันที่ผ่านการทอด

จากการทดลองผลิตน้ำมันปาล์มผสมสมุนไพรและคัดเลือกสูตรที่ได้ในข้อ 3.2 นำน้ำมันดังกล่าวมาทดลองใช้ทอดอาหารและวิเคราะห์ค่า P.V. และ A.V. ของน้ำมันหลังผ่านการทอดเปรียบเทียบกับตัวอย่างควบคุม (น้ำมันที่ไม่ผสมสมุนไพร) โดยใช้ข้าวเกรียบเป็นตัวแทนของอาหารทอด ใช้สภาวะการทอดที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียสนาน 20 วินาที (ข้าวเกรียบ 200 กรัมต่อน้ำมันปาล์ม 1,000 มิลลิลิตร) และนำน้ำมันที่ผ่านการทอดมาวิเคราะห์คุณภาพเปรียบเทียบกับน้ำมันที่ยังไม่ผ่านการทอด โดยวิเคราะห์คุณลักษณะทั่วไป ค่า P.V. และ ค่า A.V. ทดลองซ้ำ 3 ครั้ง ผลวิเคราะห์ที่ได้ตามตารางที่ 2 พบว่าน้ำมันปาล์มที่ผ่านการทอดมีค่า P.V. และ ค่า A.V. ทุกสูตรการทดลอง

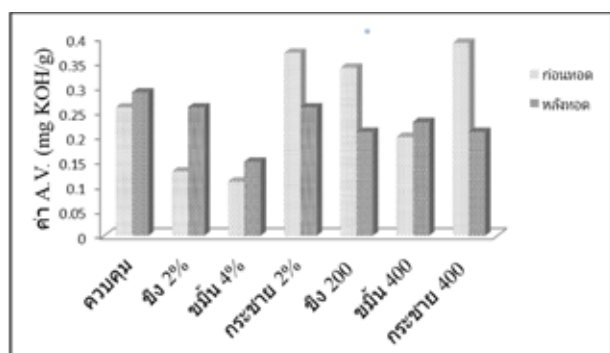
ตารางที่ 2 ผลการวิเคราะห์ค่า P.V. และ A.V. ในน้ำมันปาล์มที่ผ่านการทอด

ตัวอย่าง	P.V. (meq/kg)		A.V. (mg/g)	
	ก่อนทอด	หลังทอด	ก่อนทอด	หลังทอด
น้ำมันปาล์มที่ไม่ผสมสารสกัด (ชุดควบคุม)	6.91±0.01	8.63±0.09	0.26±0.02	0.29±0.02
น้ำมันปาล์มผสมสารสกัดขิง 2%	5.50±0.22	9.69±0.07	0.13±0.02	0.26±0.02
น้ำมันปาล์มผสมสารสกัดขมิ้น 4%	6.20±0.04	10.13±0.05	0.11±0.01	0.15±0.01
น้ำมันปาล์มผสมสารสกัดกระชาย 2%	6.18±0.08	10.86±0.03	0.37±0.01	0.26±0.02
น้ำมันปาล์มผสมสารสกัดขิง 200 mg/kg	4.48±0.03	6.56±0.06	0.34±0.03	0.21±0.02
น้ำมันปาล์มผสมสารสกัดขมิ้น 400 mg/kg	5.60±0.02	9.30±0.03	0.20±0.05	0.23±0.01
น้ำมันปาล์มผสมสารสกัดกระชาย 400 mg/kg	5.82±0.01	10.38±0.02	0.39±0.01	0.21±0.02

เมื่อเปรียบเทียบน้ำมันที่ยังไม่ผ่านการทอดและที่ผ่านการทอด ดังรูปที่ 7-8 น้ำมันก่อนทอดทุกสูตรที่ผสมสารต้านออกซิเดชันมีค่า P.V. และค่า A.V. ต่ำกว่าน้ำมันที่ไม่ผสมสารสกัด แต่หลังจากผ่านการทอดแล้ว น้ำมันปาล์มผสมสารสกัดขิงที่ระดับ 200 mg/kg มีค่า P.V. ต่ำกว่าอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ



รูปที่ 7 ค่า P.V. ของน้ำมันปาล์มผสมสมุนไพรผงและน้ำมันปาล์มผสมสารสกัดจากสมุนไพรก่อนทอดและหลังทอด และวิธีการสกัดสมุนไพรด้วยเอทานอล ก่อนและหลังทอด



รูปที่ 8 ค่า A.V. ของน้ำมันปาล์มผสมสมุนไพรผงและน้ำมันปาล์มผสมสารสกัดจากสมุนไพรก่อนทอดและหลังทอด

จากการทดลองน้ำมันผ่านการทอดข้าวเกรียบแล้ว ส่งผลให้ค่า P.V. ของน้ำมันปาล์มผสมสมุนไพรเพิ่มขึ้นโดยน้ำมันที่ผสมสารสกัดจากสมุนไพร พบว่าซึ่งสามารถลดค่า P.V. ได้ดีกว่าขมิ้นและกระชาย และมีค่า P.V. ต่ำกว่าตัวอย่างควบคุม อย่างมีนัยสำคัญทางสถิติที่ระดับความเชื่อมั่น 95% แต่มีค่าไม่เกิน 10 meq/kg ตาม มอก.288-2521 และค่า A.V. ต่ำกว่า 0.6 mg/g ตามที่กำหนดไว้ใน มอก.288-2535 และตามคุณลักษณะของน้ำมันปาล์มสำหรับบริโภคตามมาตรฐานของน้ำมันปาล์มในประกาศกระทรวงสาธารณสุข ฉบับที่ 205 พ.ศ. 2543

3.4 การทดสอบการยอมรับทางประสาทสัมผัส

วิเคราะห์ความพึงพอใจของผู้ทดสอบที่มีต่อผลิตภัณฑ์อาหารทอด โดยใช้ข้าวเกรียบทอดในน้ำมันปาล์มผสมสารสกัดจากขิง 200 ขมิ้น 200 และกระชาย 400 ทดสอบการยอมรับของผู้ทดสอบจำนวน 30 คน ที่มีต่อผลิตภัณฑ์ข้าวเกรียบในด้านสี กลิ่น หิน ลักษณะปรากฏ ลักษณะเนื้อสัมผัส และการยอมรับโดยรวม โดยการให้คะแนนความชอบ 1-9 (9-Point hedonic scale) และนำข้อมูลที่ได้วิเคราะห์ผลเปรียบเทียบค่าเฉลี่ยโดยใช้ Duncan's multiple range test การทดสอบการยอมรับทางประสาทสัมผัสมีผลิตภัณฑ์ทดสอบจำนวน 4 ตัวอย่าง ดังตารางที่ 3 พบว่าการ

ยอมรับทางประสาทสัมผัสด้านสี ผู้ทดสอบให้คะแนนเฉลี่ยเรียงจากมากไปน้อยคือ ข้าวเกรียบที่ทอดในน้ำมันปาล์มผสมสารสกัดจากขิง ข้าวเกรียบที่ทอดในน้ำมันปาล์มผสมสารสกัดจากขมิ้น ข้าวเกรียบที่ทอดในน้ำมันปาล์มผสมสารสกัดจากกระชาย และข้าวเกรียบที่ทอดในน้ำมันปาล์มที่ไม่ผสมสารสกัด (ตัวอย่างควบคุม) ตามลำดับ

การยอมรับทางประสาทสัมผัสด้านกลิ่น หิน ผู้ทดสอบให้คะแนนเฉลี่ยเรียงจากมากไปน้อยคือ ข้าวเกรียบที่ทอดในน้ำมันปาล์มผสมสารสกัดจากขิง ข้าวเกรียบที่ทอดในน้ำมันปาล์มผสมสารสกัดจากกระชาย ข้าวเกรียบที่ทอดในน้ำมันปาล์มผสมสารสกัดจากขมิ้น ข้าวเกรียบที่ทอดในน้ำมันปาล์มที่ไม่ผสมสารสกัด (ตัวอย่างควบคุม) ตามลำดับ

การยอมรับทางประสาทสัมผัสด้านลักษณะปรากฏ ผู้ทดสอบให้คะแนนเฉลี่ยเรียงจากมากไปน้อยคือ ข้าวเกรียบที่ทอดในน้ำมันปาล์มผสมสารสกัดจากขิง ข้าวเกรียบที่ทอดในน้ำมันปาล์มผสมสารสกัดจากกระชาย ข้าวเกรียบที่ทอดในน้ำมันปาล์มผสมสารสกัดจากขมิ้น และข้าวเกรียบที่ทอดในน้ำมันปาล์มที่ไม่ผสมสารสกัด (ตัวอย่างควบคุม) ตามลำดับ

การยอมรับทางประสาทสัมผัสด้านลักษณะเนื้อสัมผัส ผู้ทดสอบให้คะแนนเฉลี่ยเรียงจากมากไปน้อยคือ ข้าวเกรียบที่ทอดในน้ำมันปาล์มผสมสารสกัดจากขิง ข้าวเกรียบที่ทอดในน้ำมันปาล์มผสมสารสกัดจากกระชาย ข้าวเกรียบที่ทอดในน้ำมันปาล์มผสมสารสกัดจากขมิ้น และข้าวเกรียบที่ทอดในน้ำมันปาล์มที่ไม่ผสมสารสกัด (ตัวอย่างควบคุม) ตามลำดับ

การยอมรับทางประสาทสัมผัสด้านการยอมรับโดยรวม ผู้ทดสอบให้คะแนนเฉลี่ยเรียงจากมากไปน้อยคือ ข้าวเกรียบที่ทอดในน้ำมันปาล์มผสมสารสกัดจากขิง ข้าวเกรียบที่ทอดในน้ำมันปาล์มผสมสารสกัดจากขมิ้น ข้าวเกรียบที่ทอดในน้ำมันปาล์มที่ไม่ผสมสารสกัด (ตัวอย่างควบคุม) และข้าวเกรียบที่ทอดในน้ำมันปาล์มผสมสารสกัดจากกระชาย ตามลำดับ

ตารางที่ 3 การทดสอบการยอมรับของผู้บริโภคของผลิตภัณฑ์ข้าวเกรียบ (n=30)

ผลิตภัณฑ์ข้าวเกรียบ	สี	กลิ่นเหิน	ลักษณะปรากฏ	ลักษณะเนื้อสัมผัส	การยอมรับโดยรวม
น้ำมันปาล์มที่ไม่ผสมสารสกัด (ชุดควบคุม)	5.93±2.00 ^a	5.68±1.79 ^a	5.96±1.77 ^{ab}	6.36±1.70 ^{abc}	6.29±1.46 ^{ab}
น้ำมันปาล์มผสมสารสกัดขิง 200 mg/kg	6.82±1.36 ^b	6.43±1.50 ^a	6.79±1.23 ^d	7.43±1.00 ^{abc}	7.00±1.25 ^b
น้ำมันปาล์มผสมสารสกัดขมิ้น 400 mg/kg	6.43±1.97 ^{ab}	6.21±1.57 ^a	6.29±1.58 ^{abcd}	6.68±1.31 ^{abcd}	6.46±1.55 ^{ab}
น้ำมันปาล์มผสมสารสกัดกระชาย 400 mg/kg	6.11±1.97 ^{ab}	6.25±1.71 ^a	6.00±2.00 ^{abcd}	6.29±1.96 ^{ab}	6.25±1.73 ^{ab}

หมายเหตุ (a-c) คือ ค่าเฉลี่ยของข้อมูลแต่ละชุดในแนวนอนที่มีตัวอักษรต่างกัน มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติที่ระดับ 0.05 ($p < 0.05$)

3.5 การศึกษาอายุการเก็บของน้ำมันผสมสมุนไพร

ผลการศึกษาอายุการเก็บของน้ำมันผสมสมุนไพรโดยวิธีผสมสมุนไพรลงในน้ำมัน สามารถเรียงลำดับค่า P.V. จากน้อยไปมากดังนี้ น้ำมันผสมขมิ้นผง น้ำมันผสมขิงผง น้ำมันผสมกระชายผง และน้ำมันที่ไม่ผสมสมุนไพร สำหรับน้ำมันผสมสารสกัดจากสมุนไพร มีค่า P.V. จากน้อยไปมากดังนี้ น้ำมันผสมสารสกัดจากขิง น้ำมันผสมสารสกัดจากขมิ้น น้ำมันผสมสารสกัดจากกระชาย และน้ำมันที่ไม่ผสมสารสกัด น้ำมันสูตรทดลองมีอายุการเก็บได้นานอย่างน้อย 1 ปี เนื่องจากยังคงมีค่า P.V. ต่ำกว่า 10 meq/kg ซึ่งเป็นค่าสูงสุดของน้ำมันปาล์มบริโภคตาม มอก.288/2546

3.6 การถ่ายทอดเทคโนโลยี

จากการทดสอบการยอมรับผลิตภัณฑ์ที่ผ่านการทอดด้วยน้ำมันปาล์มผสมสารสกัดสมุนไพร ซึ่งเป็นสมาชิกของกลุ่มจำนวน 15 คน พบว่าในกลุ่มแรกซึ่งใช้น้ำมันผสมสารสกัดทอดกล้วยน้ำว้า ให้การยอมรับกล้วยทอดที่ใช้น้ำมันผสมสารสกัดจากขมิ้น ขิง และกระชาย ตามลำดับ กลุ่มที่สอง ใช้น้ำมันผสมสารสกัดทอดข้าวเกรียบ ให้การยอมรับข้าวเกรียบทอดที่ใช้น้ำมันผสมสารสกัดจากขมิ้น ขิง และกระชาย ตามลำดับเช่นเดียวกัน และน้ำมันที่ผ่านการทอดวิเคราะห์ค่า P.V. ผลคือน้ำมันมีค่า P.V. ต่ำกว่า 10 meq/kg ทุกตัวอย่าง และมีค่า A.V. ต่ำกว่า 0.6 mg/g

การถ่ายทอดเทคโนโลยีสู่ภาคการผลิตแก่กลุ่มเป้าหมายเป็นผู้ผลิตอาหารทอด ซึ่งผู้ผลิตกลุ่มนี้เป็นกลุ่ม OTOP ที่ไม่ผ่านการยื่นขอมาตรฐานผลิตภัณฑ์ชุมชน (มผช.) เนื่องจากมีค่า P.V. เกินเกณฑ์ที่กำหนด การใช้น้ำมันผสมสารสกัดจากสมุนไพรสามารถเป็นทางเลือกหนึ่งในการลดค่า P.V. ของอาหารทอดและยังช่วยเพิ่มมูลค่าให้ผู้ผลิตที่อาหารทอดได้เนื่องจากอาหารที่ทอดด้วยน้ำมันผสมสารสกัดยังให้สี กลิ่น กลิ่นรส ของสมุนไพรที่แตกต่างจากการใช้น้ำมันทั่วไป

4. สรุป (Conclusion)

จากการทดลองผลิตน้ำมันปาล์มโดยผสมสารต้านการเกิดออกซิเดชันที่มีในสมุนไพรขิงและขมิ้นและสารสกัดจากสมุนไพรทั้ง 3 ชนิด คือ ขิง ขมิ้น และกระชาย ได้สูตรที่คัดเลือกคือ น้ำมันปาล์มผสมขิงผง 2% ขมิ้นผง 4% และกระชายผง 2% ตามลำดับ ส่วนน้ำมันปาล์มผสมสารสกัดจากสมุนไพร ได้สูตรที่คัดเลือกคือ น้ำมันปาล์มผสมสารสกัดจากขิง 200 ขมิ้น 400 และกระชาย 400 mg/kg ซึ่งสมุนไพรทั้ง 3 ชนิด มีความสามารถในการทำหน้าที่เป็นสารต้านออกซิเดชันได้ทั้ง 3 ชนิด เนื่องจากสามารถลดค่า P.V. ของน้ำมันปาล์มลงได้ต่ำกว่าตัวอย่างน้ำมันควบคุม และมีค่า P.V. ต่ำกว่า 10 meq/kg และมีค่า A.V. ต่ำกว่า 0.6 mg/g ซึ่งเป็นค่าสูงสุดของน้ำมันปาล์มบริโภคตามมาตรฐานของน้ำมันปาล์มตามประกาศกระทรวงสาธารณสุข ฉบับที่ 205 พ.ศ. 2543 และ มอก.288-2535 เมื่อทดสอบคุณภาพของน้ำมันที่ผ่านการทอด พบว่าน้ำมันผสมสารสกัดจากขิงสามารถลดค่า P.V. ได้ดีกว่าขิง และกระชาย สำหรับการทดสอบการยอมรับทางประสาทสัมผัสโดยใช้ผู้ทดสอบ จำนวน 30 คน ให้การยอมรับในด้านกลิ่นเหิน คือ ข้าวเกรียบที่ทอดในน้ำมันปาล์มผสมสารสกัดจากขิง ข้าวเกรียบที่ทอดในน้ำมันปาล์มผสมสารสกัดจากกระชาย ข้าวเกรียบที่ทอดในน้ำมันปาล์มผสมสารสกัดจากขมิ้น ข้าวเกรียบที่ทอดในน้ำมันปาล์มที่ไม่ผสมสารสกัด ตามลำดับ การศึกษาอายุการเก็บน้ำมันผสมสารสกัดสูตรทดลองมีอายุการเก็บอย่างน้อย 1 ปี เนื่องจากยังไม่เกิดกลิ่นเหินและยังมีค่า P.V. ต่ำกว่า 10 meq/kg

องค์ความรู้ที่ได้จากการวิจัยนี้ผู้ประกอบการอาหาร สามารถนำไปพัฒนาผลิตภัณฑ์เพื่อลดการเกิดกลิ่นหืนในอาหารทอด และเป็นองค์ความรู้ที่ใช้ในการพัฒนาคุณภาพน้ำมันสำหรับการทอดอาหารต่อไป

5. กิตติกรรมประกาศ (Acknowledgement)

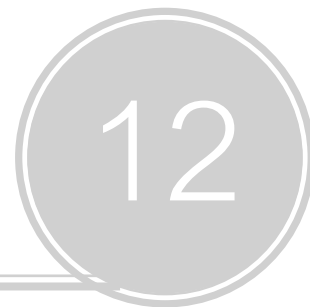
ขอขอบคุณผู้อำนวยการสำนักเทคโนโลยีชุมชน หัวหน้ากลุ่มผลิตภัณฑ์อาหารและเครื่องดื่ม และเจ้าหน้าที่ของสำนักเทคโนโลยีชุมชนทุกท่านที่สนับสนุนการวิจัยในครั้งนี้ ขอขอบคุณ คุณสุเมธ เทียงธรรม กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ ที่ให้ความอนุเคราะห์วิเคราะห์สารฟีนอลิก คุณวรินทร์พย์ สิทธิชัย ที่ร่วมศึกษาทดลองและรวบรวมข้อมูลตลอดการวิจัย

6. เอกสารอ้างอิง (References)

- [1] กฤติกา นรจิตกร. คุณสมบัติของสารสกัดจากพืชวงศ์ขิง: อิทธิพลของวิธีการสกัดต่อการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อแบคทีเรียและการเป็นสารต้านอนุมูลอิสระ. กรุงเทพฯ : มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี. 2548.
- [2] ธนศักดิ์ แซ่เลี้ยว ศศิธร จันทนารังกูร และวรรณิ์ จิรภาคย์กุล. ผลของตัวทำละลายต่อปริมาณสารประกอบฟีนอลิกและความสามารถต้านออกซิเดชันของกระชายเหลือง (*Boesenbergia pandurata*). กรุงเทพฯ : มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์. 2552.
- [3] นิธิยา รัตนปนนท์. วิทยาศาสตร์การอาหารของไขมันและน้ำมัน. กรุงเทพฯ : โอ.เอส.พรีนติ้ง เฮ้าส์. 2548.
- [4] สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม. มอก.288-2521. มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมน้ำมันปาล์ม.
- [5] ศิริรัช ทองฤทธิ์. การคัดเลือกและการใช้สมุนไพร/เครื่องเทศเป็นสารต้านออกซิชั่นในน้ำมันทอด. สงขลา : มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์. 2552.
- [6] ARUOMA, O.I., J.P.E. SPENCER, D. WARREN, P. JENNER, J. BUTLER and B. HALLIWELL. Characterization of food antioxidants, illustrate using commercial garlic and ginger preparation. *Food Chem.* 1997, 60,149-156.
- [7] DEPARTMENT OF MEDICAL SCIENCES, MINISTRY OF PUBLIC HEALTH. *Thai herbal pharmacopoeia*. 1998, 1, 38-44.
- [8] JASWIR, IRWANDI and YAAKOB B.CHE MAN. Use optimization of natural antioxidants in refined, bleached, and deodorized palm olein during repeated deep-fat frying using response surface methodology. *JAOCS*.1999, 76(3), 341-348.
- [9] ALLEN J.C. and R.J. HAMILTON. *Rancidity in foods*. 3 rd ed. New York : Blackie academic & professional. 1994.
- [10] MENDES, L. Method and formulation for enhancing life of edible oil. 2008. *U.S. Patent 0311268 A1*.
- [11] CHE MAN Y.B. and C.P. TAN. Effects of natural and synthetic antioxidants on changes in refined, bleached, and deodorized palm olein during deep-fat frying of potato chips. *JAOCS*. 1999, 76(3), 331-339.

การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมของเทคนิค GC-MS ร่วมกับ เทคนิค IDMS ในการแยกสารผสมเบนโซฟีโนน และอนุพันธ์ในกระดาษบรรจุภัณฑ์อาหาร

Optimization study of GC-MS and IDMS technique for separation of benzophenone and its derivatives from food packaging paper



หนึ่งฤทัย แสแสงสีรุ่ง^{1*}
Neungrutai Saesaengseerung^{1*}

บทคัดย่อ

รายงานฉบับนี้เป็นการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมของเทคนิค GC-MS ร่วมกับ Isotope Dilution Mass spectrometry (IDMS) เพื่อแยกสารผสมเบนโซฟีโนนและอนุพันธ์ ได้แก่ 4-เมทิลเบนโซฟีโนน, 4-ไฮดรอกซีเบนโซฟีโนน, 2-ไฮดรอกซีเบนโซฟีโนน, 4,4'-บิส (ไดเมทิลอะมิโน) เบนโซฟีโนน และ 4,4'-บิส (ไดเอทิลอะมิโน) เบนโซฟีโนน สารก่อมะเร็งทั้ง 6 ตัวนี้มักใช้เป็นสารเริ่มปฏิกิริยาดำเนินการด้วยแสงชนิดหนึ่งที่เป็นส่วนประกอบของหมึกที่พิมพ์บนบรรจุภัณฑ์กระดาษ ในการศึกษาครั้งนี้ได้ใช้เบนโซฟีโนน-D10 เป็นสารมาตรฐานภายใน และ ใช้แคปิลลารีคอลอลัมน์ ชนิด 50% ไดฟีนิล/50% ไดเมทิล พอลิซิลอกเซน เป็น GC-MS คอลัมน์ การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมนี้ได้โดยการเปลี่ยน อุณหภูมิเริ่มต้น อุณหภูมิสุดท้าย และอัตราการเพิ่มอุณหภูมิของตู้อบคอลัมน์ เมื่อใช้โหมด GC-MS full scan ผลการศึกษาพบว่า มี 3 วิธีที่สามารถแยกสารอันตรายทั้ง 6 สาร ได้ภายในเวลา 24, 29 และ 41 min ตามลำดับ ได้เลือกอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับตู้อบคอลัมน์โดยเลือกจากวิธีที่ใช้เวลาในการทดสอบสั้นที่สุด คือ 24 min และเปลี่ยนโหมดในการทดสอบจากโหมด GC-MS full scan ไปเป็นโหมด selective ion monitoring (SIM) เพื่อให้เห็นความแตกต่างของพีคที่ใช้การคำนวณหาปริมาณของเบนโซฟีโนน ($m/z = 105$) และ ของเบนโซฟีโนน-D10 ($m/z = 110$) สุดท้ายสภาวะที่เหมาะสมของเทคนิค GC-MS ที่ได้จากการศึกษานี้สามารถนำไปใช้เพื่อทดสอบหาปริมาณสารเบนโซฟีโนนและอนุพันธ์อีก 5 ชนิด ในตัวอย่างกระดาษบรรจุภัณฑ์อาหารโดยเปรียบเทียบปริมาณกับกราฟมาตรฐานซึ่งมีค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์อยู่ในเกณฑ์การยอมรับได้ ($r^2 \geq 0.990$)

Abstract

This report is a study of optimized condition for GC-MS and Isotope Dilution Mass spectrometry (IDMS) techniques to separate mixture of benzophenone and its derivatives; involving 4-methylbenzophenone, 4-hydroxybenzophenone, 2-hydroxybenzophenone, 4,4'-bis (dimethylamino) benzophenone and 4,4'-bis (diethylamino) benzophenone. These 6 carcinogenic compounds are photo-initiators; used in UV cure ink for food packaging paper. In this study, benzophenone-D10 was used as an internal standard and 50% diphenyl/50% dimethyl polysiloxane capillary column was selected as a GC-MS column. This study was performed through varying of GC oven temperature; including initial, final and increasing temperature rate under the GC-MS full scan mode. The results show 3 studied methods could obtain all 6 dangerous compounds separately in 24, 29 and 41 min, respectively. The optimized GC oven temperature was selected from the method using the shortest runtime (24 min) and the GC-MS full scan mode has been changed to a selective ion monitoring (SIM) mode instead to achieve the differences between quantified peak of benzophenone ($m/z = 105$) and of benzophenone-D10 ($m/z = 110$). Finally, the optimized condition of the GC-MS technique from this study can be used to analyze benzophenone and its 5 derivatives in food packaging paper sample by comparison to standard calibration curve that the correlation coefficient was in the limit of acceptance ($r^2 \geq 0.990$)

คำสำคัญ: เบนโซฟีโนน แก๊สโครมาโทกราฟี ไอโซโทปไดลูชันแมสสเปกโทเมตรี

Keywords: Benzophenone, Gas chromatography, Isotope dilution mass spectrometry

¹กรมวิทยาศาสตร์บริการ

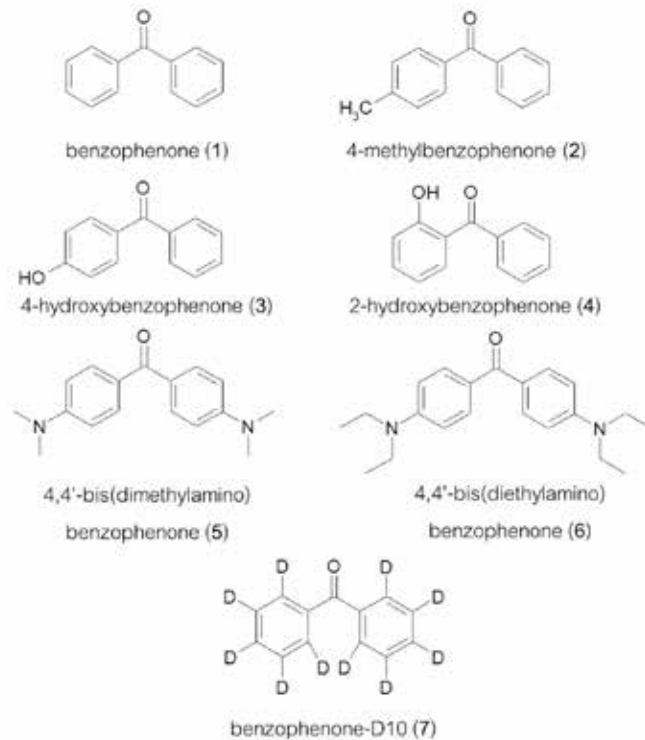
*Corresponding author. E-mail address: sneungrutai@dss.go.th h

1. บทนำ (Introduction)

สารเบนโซฟีโนนและอนุพันธ์เป็นสารที่มักใช้เป็นสารเริ่มปฏิกิริยาด้วยแสง (Photo-initiator) ทำหน้าที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในกระบวนการพอลิเมอไรเซชัน (Polymerization process) เพื่อให้หมึกพิมพ์เกิดการแข็งตัวเป็นฟิล์มเคลือบบนวัสดุที่พิมพ์ เช่น กระดาษหรือกระดาษแข็ง สารเหล่านี้หากเกิดเป็นพอลิเมอร์ไม่หมด จะตกค้างอยู่บนกระดาษในรูปของโมเลกุลเดี่ยวซึ่งเป็นโครงสร้างที่อันตราย และถูกจัดเป็นสารก่อมะเร็ง [1] อีกทั้งยังมีโอกาสแพร่สู่อาหารได้หากใช้สัมผัสอาหาร

ปัจจุบันยังไม่มีข้อกำหนดหรือกฎระเบียบทั้งของประเทศไทยและต่างประเทศในการควบคุมปริมาณสารอันตรายเหล่านี้ตกค้างในวัสดุสัมผัสอาหารประเภทกระดาษ แต่ในปี ค.ศ. 2012 ได้มีคำแนะนำ (Guideline) จากกลุ่มผู้เกี่ยวข้องและผู้เชี่ยวชาญด้านบรรจุกฎอาหารประเภทกระดาษและกระดาษแข็งในประเทศกลุ่มสหภาพยุโรป [2] เพื่อใช้เป็นแนวทางในการควบคุมปริมาณสารอันตรายกลุ่มเบนโซฟีโนน (1-6) (รูปที่ 1) และมีแนวโน้มว่าในอนาคตข้อกำหนดตามคำแนะนำฉบับนี้อาจถูกพัฒนาไปเป็นกฎระเบียบของสหภาพยุโรปได้ การเตรียมความพร้อมรับมือกับกฎระเบียบระหว่างประเทศที่อาจเกิดขึ้นในอนาคตด้วยการพัฒนาวิธีวิเคราะห์ทดสอบสารเบนโซฟีโนนและอนุพันธ์ในวัสดุสัมผัสอาหารประเภทกระดาษให้มีความรวดเร็วจึงเป็นสิ่งจำเป็น อีกทั้งจากคำแนะนำ (Guideline) ดังกล่าวได้อ้างอิงถึงวิธีทดสอบสารกลุ่มนี้ไว้สองวิธี วิธีแรกอ้างอิงงานวิจัยของ Castle L. และคณะ [3] ที่ศึกษาการแยกสาร 4,4'-bis (dimethylamino) benzophenone, DMAB (5) และสาร 4,4'-bis (diethylamino) benzophenone, DEAB (6) จากกระดาษสัมผัสอาหารโดยการสกัดด้วยตัวทำละลายเอทานอล และใช้สาร 2-amino-4methylbenzophenone เป็นสารมาตรฐานภายใน ก่อนนำไปทดสอบด้วยเทคนิคไฮเพอร์ฟอร์แมนซ์ลิควิดโครมาโทกราฟี (HPLC) ส่วนวิธีที่สองเป็นวิธีของ S.M. Johns และคณะ [4] ที่สกัดตัวอย่างกระดาษสัมผัสอาหารด้วยตัวทำละลายคลอโรฟอร์มเป็นเวลาข้ามคืนที่อุณหภูมิห้องเพื่อศึกษาการเคลื่อนย้ายสารเบนโซฟีโนนจากตัวอย่างกระดาษสู่อาหารที่อุ่นด้วยไมโครเวฟ แล้วทดสอบหาปริมาณเบนโซฟีโนนด้วยเทคนิคก๊าซโครมาโทกราฟี แมสสเปกโทเมตรี (Gas chromatography mass spectrometry, GC-MS) ร่วมกับเทคนิค Isotope dilution mass spectrometry (IDMS) ซึ่งอาศัยหลักการเติมโมเลกุลสารที่เหมือนกับสารที่ต้องการวิเคราะห์ แต่สารนั้นจะมีอะตอมบางตัวถูกแทนด้วยไอโซโทป (Isotopically labelled analogue) และสารที่เติมนี้จะทำหน้าที่เป็นสารมาตรฐานภายในเพื่อใช้คำนวณหาปริมาณสารที่ต้องการศึกษาเมื่อใช้ร่วมกับเทคนิคแมสสเปกโทเมตรี [5] ซึ่งงานวิจัยของ Johns S.M. และคณะ [4] ได้เลือกใช้สาร benzophenone-D5 ซึ่งเป็นสารเคมีที่มีโครงสร้างคล้ายกับเบนโซฟีโนนที่ต้องการวัด แต่แตกต่างกันเพียงที่โครงสร้างของ benzophenone-D5 นั้นจะมีอะตอมของดิวเทอเรียม (D) จำนวน 5 อะตอม อยู่แทนที่อะตอมของไฮโดรเจน ซึ่งส่งผลให้น้ำ

หนักโมเลกุลของเบนโซฟีโนน-D5 ($m/z = 187$) จะหนักกว่าน้ำหนักโมเลกุลสารเบนโซฟีโนน (1) ($m/z = 182$) และความต่างของน้ำหนักโมเลกุลจะวัดได้โดยแมสเปกโทรมิเตอร์ อย่างไรก็ตามแม้การใช้เบนโซฟีโนน-D5 เป็นสารมาตรฐานภายในจะเพิ่มคุณภาพในงานทดสอบ แต่การที่ต้องสังเคราะห์สารนี้ขึ้นมาเองก็ทำให้เกิดความยุ่งยากและเสียเวลา ในส่วนอนุพันธ์ของเบนโซฟีโนนอีก 3 ตัว คือ 4-methylbenzophenone (2), 4-hydroxybenzophenone (3) และ 2-hydroxybenzophenone (4) แม้ในคำแนะนำ (Guideline) จะกล่าวถึงสารดังกล่าวแต่ไม่ได้อ้างอิงถึงวิธีทดสอบใดๆ



รูปที่ 1 โครงสร้างทางเคมีของเบนโซฟีโนน (1) อนุพันธ์ของเบนโซฟีโนน (2-6) และสารมาตรฐานภายในที่ใช้ (7)

ในเวลาต่อมาได้เริ่มมีงานวิจัยที่ใช้สาร benzophenone-D10 (7, รูปที่ 1) ที่มีน้ำหนักโมเลกุล $m/z = 192$ ทำหน้าที่เป็นสารมาตรฐานภายในซึ่งสารนี้สามารถหาซื้อได้ไม่จำเป็นต้องสังเคราะห์เองทำให้สะดวกที่จะนำมาใช้งาน ตัวอย่างของงานวิจัยที่ใช้เทคนิค IDMS ด้วยสาร (7) ได้แก่ การหาปริมาณของเบนโซฟีโนน (1) และอนุพันธ์ (2) ในซีเรียลอาหารเข้าโดยการสกัดด้วยเทคนิคอัลตราโซนิก และวิเคราะห์ด้วยก๊าซโครมาโทกราฟี แทนเดมแมสสเปกโทเมตรี (GC-MSn) ซึ่งสามารถให้ค่าคืนกลับ (%recovery) ได้ในช่วง 74-98% [6] และเวลาที่เบนโซฟีโนน (1) และอนุพันธ์ (2) ออกมา คือ 9.4 และ 10.2 นาทีตามลำดับหรืองานวิจัยของ Van Den Houwe k. และคณะ ในปี ค.ศ. 2014 [7] ได้ประเมินการแพร่กระจายของสารเร่งปฏิกิริยาแสงจากกระดาษแข็งสู่อาหารเทียมชนิดแห้ง (Tenax[®]) ด้วยเครื่องมือ

Ultra-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS) ด้วยร้อยละของค่าคืนกลับของเบนโซฟีโนน และอนุพันธ์ ในช่วง ร้อยละ 43-92 แม้งานวิจัยชิ้นนี้จะศึกษาสารเร่งปฏิกิริยาแสงจำนวน 15 ตัว แต่มีสารเพียงสามตัว คือ สาร (1), (2) และ (5) เท่านั้นที่ถูกระบุอยู่ในที่คำแนะนำ (Guideline) [2] งานวิจัยต่อมาในปี พ.ศ. 2559 ผู้วิจัย [8] ได้ตีพิมพ์บทความที่เกี่ยวกับการศึกษาการสกัดสารเบนโซฟีโนน (1) จากกระดาศกล่องใส่ขนมด้วยตัวทำละลายชนิดต่างๆ ก่อนนำไปทดสอบด้วยเทคนิค GC-MS โดยเลือกใช้ benzophenone-D10 เป็นสารมาตรฐานภายใน ผลการศึกษาครั้งนั้น พบว่า การสกัดด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกโดยใช้เอทานอลร้อยละ 95 เป็นตัวทำละลาย นั้น เป็นเทคนิคที่เหมาะสมที่สุดในการสกัดตัวอย่างที่มีปริมาณเบนโซฟีโนนปนเปื้อนสูง เป็นที่น่าสังเกตว่าแม้จะใช้เทคนิค GC-MS เช่นเดียวกันกับที่จะใช้ในงานวิจัยในฉบับนี้ แต่การศึกษา [8] ยังไม่ได้ครอบคลุมถึงการทดสอบแยกสารผสมเบนโซฟีโนน (1) และอนุพันธ์ (2-6)

จากที่กล่าวมาทั้งหมดจะเห็นได้ว่ยังไม่ม้งานใดที่ศึกษาการแยกสารผสมเบนโซฟีโนน (1) และอนุพันธ์ (2-6) ด้วยวิธีทดสอบเพียงวิธีเดียว และเพื่อเป็นการเตรียมพร้อมรับมือกำหนดหรือกฎระเบียบทั้งในประเทศ และระหว่างประเทศในการควบคุมสารอันตรายเหล่านี้กระดาศสัมผัสอาหาร หรือกระดาศบรรจุภัณฑ์ ดังนั้นงานวิจัยฉบับนี้จึงมุ่งเน้นที่จะหาสภาวะที่เหมาะสมของเทคนิค GC-MS ร่วมกับเทคนิค IDMS เพื่อแยกสารผสมเบนโซฟีโนน (1) และอนุพันธ์ (2-6) ให้ได้รวดเร็ว และถูกต้อง โดยมีแนวคิดที่จะเลือกใช้สาร benzophenone-D10 เป็นสารมาตรฐานภายใน เช่นเดียวกับงานวิจัยที่ผ่านมา [6-8]

2. วิธีการวิจัย (Experimental)

2.1 ตัวอย่างกระดาศ

กระดาศสัมผัสอาหารจำนวน 4 ตัวอย่าง ซื้อจากร้านจำหน่ายอุปกรณ์เบเกอรี่ในย่านสำเพ็ง เขตสัมพันธวงศ์ กรุงเทพมหานคร ได้แก่ กล่องใส่ขนม จำนวน 1 ตัวอย่าง (ตัวอย่างที่ 1) และกระดาศสำหรับอบขนมจำนวน 3 ตัวอย่าง (ตัวอย่างที่ 2, 3 และ 4) ตัวอย่างทั้งหมดแสดงในรูปที่ 2



รูปที่ 2 ลักษณะของตัวอย่างกระดาศที่ใช้ในการศึกษา

2.2 สารเคมี

- benzophenone (reagent plus, 99.9%), 4-methylbenzophenone (reagent plus, 99.9%), 4-hydroxybenzophenone (reagent plus, 99.9%), 2-hydroxybenzophenone (reagent plus, 98.6%), 4,4'-bis(dimethylamino)benzophenone (reagent plus, 99.5%) และ 4,4'-bis(diethylamino)benzophenone (reagent plus, 99.7%) ยี่ห้อ Sigma-Aldrich

- benzophenone D-10 สำหรับใช้เป็น Internal standard ยี่ห้อ AccuStandard (Standard, 99.5%)

- ตัวทำละลาย cyclohexane และ dichloromethane ยี่ห้อ Fisher (AR, 99.9%)

2.3 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

2.3.1 การเตรียมสารละลายมาตรฐานเดียว

2.3.1.1 สารละลายมาตรฐานเบนโซฟีโนน (1) ความเข้มข้นตัวละ 100 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม

ซึ่งสารเบนโซฟีโนน (1) น้ำหนัก 20 มิลลิกรัม ใส่ลงในภาชนะแก้วขนาดเล็กเส้นผ่านศูนย์กลาง 8 มิลลิเมตร สูง 0.5 เซนติเมตร นำภาชนะแก้วที่มีสารใส่ลงในขวดแก้วสี่ขาที่มีฝาเกลียวปิดขนาด 40 มิลลิลิตร ที่บรรจุตัวทำละลายผสม cyclohexane : dichloromethane (1:1) น้ำหนัก 19.98 กรัม จะได้สารละลายเบนโซฟีโนนความเข้มข้น 1000 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม เจือจางสารละลาย 10 เท่า โดยซึ่งสารละลายเบนโซฟีโนนความเข้มข้น 1000 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ที่เตรียมได้น้ำหนัก 0.5 กรัม แล้วเจือจางด้วยตัวทำละลายผสม cyclohexane : dichloromethane (1:1) น้ำหนัก 4.5 กรัม ในขวดแก้วสี่ขาที่มีฝาเกลียวปิด จะได้สารละลายเบนโซฟีโนนความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม

2.3.1.2 สารละลายมาตรฐานของสารอนุพันธ์ของเบนโซฟีโนน (2-6) สารละลายมาตรฐานภายใน (7) ความเข้มข้นตัวละ 100 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ให้ทำซ้ำข้อ 2.3.1.1 แต่เปลี่ยนจากสาร (1) เป็น (2-6) และสารมาตรฐานภายใน (7) จะได้สารละลายมาตรฐานเดียวของสาร (2)-(7) ความเข้มข้นตัวละ 100 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม

2.3.2 การเตรียมสารละลายมาตรฐานผสม

2.3.2.1 สารละลายมาตรฐานผสมเบนโซฟีโนน และอนุพันธ์ (1-6) ความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ความเข้มข้น 25 และ 50 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม

ซึ่งสารเบนโซฟีโนนและอนุพันธ์ (1-6) แต่ละตัว ตัวละ 10 มิลลิกรัม ใส่ลงในภาชนะแก้วขนาดเล็กเส้นผ่านศูนย์กลาง 8 มิลลิเมตร สูง 0.5 เซนติเมตร นำภาชนะแก้วที่มีสารใส่ลงในขวดแก้วที่มีฝาเกลียวปิดขนาด 40 มิลลิลิตร ที่บรรจุตัวทำละลายผสม cyclohexane:dichloromethane (1:1) น้ำหนัก 20 กรัม เขย่าขวดเบาๆ จนกว่าสารจะละลายหมด จะได้สารละลายผสม (1-6) ความเข้มข้น 500 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม แล้วเจือจางสารละลายที่เตรียมได้ 5 เท่า โดยซึ่งสารละลายผสม (1-6) ความเข้มข้น 500 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม น้ำหนัก 5 กรัม ใส่ลงในขวดแก้วสี่ขาที่มีฝาเกลียวปิดซึ่งบรรจุตัวทำละลายผสม cyclohexane: dichloromethane (1:1) น้ำหนัก 20 กรัม เขย่าขวดเบาๆ จนสารละลายผสมกันดี จะได้สารละลายมาตรฐานผสม (1-6) ความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ซึ่งสารละลายที่เตรียมได้น้ำหนัก 1.25 และ 5 กรัม ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 5 และ 10 มิลลิลิตร ตามลำดับ แล้วปรับปริมาตรด้วยตัวทำละลายเดิม จะได้สารละลายมาตรฐานผสม (1-6) ความเข้มข้น 25 และ 50 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ

2.3.2.2 สารละลายมาตรฐานผสมเบนโซฟีโนน

(1) อนุพันธ์ (2-6) และ สารละลายมาตรฐานภายใน (7) ความเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม

ทำเหมือนข้อ 2.3.2.1 แต่เพิ่มสารมาตรฐานภายใน (7) น้ำหนัก 10 มิลลิกรัม ในขั้นตอนการเตรียมสารละลายผสม (1-7) ความเข้มข้น 500 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม แล้วเจือจางสารละลายที่เตรียมได้ 50 เท่า โดยซึ่งสารละลายผสม (1-7) ความเข้มข้น 500 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม น้ำหนัก 1 กรัม ใส่ลงในขวดแก้วสี่ขาที่มีฝาเกลียวปิดซึ่งบรรจุตัวทำละลายผสม cyclohexane: dichloromethane (1:1) น้ำหนัก 49 กรัม เขย่าขวดเบาๆ จนสารละลายผสมกันดี จะได้สารละลายผสม (1-7) ความเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม

2.3.3 การเตรียมสารละลายมาตรฐานสำหรับสร้างกราฟมาตรฐาน

2.3.3.1 กราฟมาตรฐานที่ใช้ในการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมของ GC-MS

ปิเปตสารละลายมาตรฐานผสม (1-6) ความเข้มข้น 25 มิลลิกรัมต่อลิตร มา 50, 100, 250, 500, 750 และ 1000 ไมโครลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร เติมสารละลายมาตรฐานภายใน (7) ความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ปริมาตร 100 ไมโครลิตร ลงในขวดวัดปริมาตรแต่ละขวดแล้วจึงปรับปริมาตรด้วยตัวทำละลายผสม cyclohexane: dichloromethane (1:1) สารละลายมาตรฐานผสมเบนโซฟีโนนและอนุพันธ์ (1-6) ที่ได้จะมีความเข้มข้น 0.05, 0.10, 0.25, 0.50, 0.75 และ 1.00 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ

2.3.3.2 กราฟมาตรฐานที่ใช้สำหรับทดสอบตัวอย่างกระดาษ ตัวอย่างที่ 2, 3 และ 4

ปิเปตสารละลายมาตรฐานของสารผสม (1-6) ความเข้มข้น 50 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 25, 50, 250,

500, 1000, 1500, 2000 และ 2500 ไมโครลิตร ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร ปริมาตรละ 1 ขวด แล้วเติมเบนโซฟีโนน-D10 ความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 200 ไมโครลิตรลงในทุกขวด ปรับปริมาตรด้วย cyclohexane: dichloromethane (1:1) จะได้สารละลายมาตรฐานของสารผสม (1-6) ความเข้มข้น 0.05, 0.1, 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 และ 5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ

2.4 การเตรียมสารสกัดตัวอย่าง

2.4.1 การสกัดตัวอย่างกระดาษตัวอย่างที่ 1

ซึ่งตัวอย่างกระดาษที่ตัดเป็นชิ้นเล็กๆ ขนาดไม่เกิน 1×1 ซม. น้ำหนัก 0.1 กรัม ใส่ลงในขวดสี่ขาที่มีฝาเกลียวปิดขนาด 40 มิลลิลิตร จำนวน 3 ขวด แต่ละขวดเติมตัวทำละลายเอทานอล ร้อยละ 95 (ในน้ำ) ปริมาตร 20 มิลลิลิตร และ สารละลายมาตรฐานภายใน (benzophenone-D10) ความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ปริมาตร 100 ไมโครลิตร ปิดฝาให้สนิทแล้วทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องข้ามคืนแล้วจึงกรองและนำสารละลายที่ได้มาเป่าด้วยก๊าซไนโตรเจนเพื่อระเหยตัวทำละลายออกจนแห้ง ก่อนเติมตัวทำละลายผสม cyclohexane: dichloromethane (1:1) ปริมาตร 5 มิลลิลิตร จำนวน 3 ครั้ง ถ่ายสารละลายดังกล่าวลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรแล้วนำไปวิเคราะห์ด้วย GC-MS

2.4.2 การสกัดตัวอย่างกระดาษตัวอย่างที่ 2, 3 และ 4 [8]

ซึ่งตัวอย่างกระดาษ (ตัวอย่างที่ 2-4) ที่ตัดเป็นชิ้นเล็กๆ ขนาดไม่เกิน 1×1 ซม. ปริมาณ 2 กรัม ใส่ลงในขวดสี่ขาขนาด 40 มิลลิลิตร ตัวอย่างละ 4 ขวด แต่ละขวดเติม benzophenone-D10 ความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ปริมาตร 200 ไมโครลิตร และเฉพาะขวดที่ 4 ของทุกตัวอย่างให้เติมสารละลายมาตรฐานผสม (1-6) ความเข้มข้น 50 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 500 ไมโครลิตร ก่อนนำไปสกัด ทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเพื่อให้ตัวทำละลายระเหยประมาณ 10 นาที หลังจากนั้นและเติมเอทานอลร้อยละ 95 ในน้ำ (v/v) ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ลงไป ปิดฝาแล้วแช่ขวดสกัดใน ultrasonic bath (Sonorex: super RX 255H, Germany) ที่ 60°C เป็นเวลา 0.5 ชั่วโมง แล้วกรองผ่านหลอดหยดที่ปลายอุดด้วยสำลีใส่ลงในขวดก้นกลมขนาด 100 มิลลิลิตร สกัดซ้ำอีกครั้งแล้วนำสารละลายที่กรองได้ทั้งหมดไประเหยแห้งด้วยเครื่อง rotary evaporator (Buchi, Switzerland) ชะด้วยตัวทำละลายผสมระหว่าง cyclohexane: dichloromethane (1:1) ถ่ายลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร ปรับปริมาตร แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วย GC-MS ด้วยสภาวะเหมาะสมที่ศึกษาได้

2.5 การหาสภาวะที่เหมาะสมของการแยกสารผสมเบนโซฟีโนนและอนุพันธ์ด้วยเทคนิค GC-MS

การหาสภาวะที่เหมาะสมในการแยกสารผสมที่ศึกษาด้วยเทคนิค GC-MS ใช้เครื่อง GC-MS รุ่น Trace GC Ultra/ISQ

(Thermo Scientific, Sci Spec, China) ประกอบด้วยเครื่อง GC รุ่น Trace 1300 ร่วมกับเครื่องฉีดตัวอย่างอัตโนมัติ รุ่น AI 1310 เครื่องแมสสเปกโตรมิเตอร์ รุ่น ISQ LT และคาพิลารีคอลัมน์เคลือบด้วย 50% diphenyl/50% dimethyl polysiloxane (TG-17Sil MS, Thermo Scientific; 30 m x 0.25 mm x 0.25 μ m) ใช้ก๊าซฮีเลียมเป็นก๊าซตัวพาที่อัตราการไหล 1 มิลลิลิตรต่อนาที อุณหภูมิของ injector, mass transfer line และ ion source คือ 280, 300 และ 275°C ตามลำดับ ปริมาตรที่ฉีด คือ 1 ไมโครลิตร และศึกษาในโหมด Full scan mode และ SIM mode รายละเอียดเพิ่มเติมตามข้อ 2.5.1 และ 2.5.2

2.5.1 การวิเคราะห์ด้วยโหมด Full scan mode : ตั้งค่าเครื่อง GC-MS ให้สแกนมวลของไอออนช่วง 50-350 amu

2.5.1.1 นำสารละลายเบนโซฟีโนน (1) และอนุพันธ์ (2-7) ความเข้มข้นตัวละ 100 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม แต่ละตัวมาทดสอบโดยสาร (1-4 และ 7) ตั้งอุณหภูมิ และอัตราการเพิ่มอุณหภูมิของตู้อบคอลัมน์ ตามวิธี Full scan1 (ตารางที่ 1) และสาร (5) และ (6) ตั้งอุณหภูมิ และอัตราการเพิ่มอุณหภูมิของตู้อบคอลัมน์ ตามวิธี Full scan2 และ Full scan3 (ตารางที่ 1) ตามลำดับ บันทึกเวลา และค่ามวลสาร (m/z) ของสารแต่ละตัว

2.5.1.2 นำสารละลายผสม (1-6) ความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม มาทดสอบตามวิธี Full scan4 และ Full scan5 (ตารางที่ 1) และนำสารละลายผสม (1-7) ความเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม มาทดสอบตามวิธี Full scan5, Full scan6 และ Full scan7 (ตารางที่ 1) แล้วพิจารณาผลโครมาโทแกรมที่ได้เพื่อเลือกสภาวะอุณหภูมิของตู้อบคอลัมน์ที่สามารถแยกสารผสม (1-6) ได้ภายในระยะเวลาที่เร็วที่สุด

ตารางที่ 1 สภาวะอุณหภูมิของตู้อบคอลัมน์ที่ใช้ศึกษาการแยกสารละลายมาตรฐานเบนโซฟีโนนและอนุพันธ์ ด้วยเทคนิค GC-MS : Full scan mode

GC method name	Total runtime (min)	Step	Rate ($^{\circ}$ C/min)	Temp ($^{\circ}$ C)	Hold time (min)
Full scan1*	17	0	-	80	2
		1	20	280	5
Full scan2	27	0	-	80	2
		1	20	280	10
Full scan3	37	0	-	80	2
		1	20	280	25
Full scan4	22.5	0	-	80	2
		1	20	290	10
Full scan5	24	0	-	150	2
		1	20	290	15
Full scan6	29	0	-	50	2
		1	20	290	15
Full scan7	41	0	-	150	2
		1	10	290	15

*สภาวะของอุณหภูมิตู้อบคอลัมน์เป็นสภาวะเดียวกับงานวิจัยของ Johns S. M. และคณะ [4]

2.5.2 การวิเคราะห์ด้วยโหมด Selective ion monitoring mode (SIM mode): นำสภาวะอุณหภูมิของตู้อบคอลัมน์ วิธี Full scan5, Full scan6 และ Full scan7 ไปตั้งการวัดของเครื่อง GC-MS ให้เป็น SIM mode ได้เป็น วิธี SIM1 SIM2 และ SIM3 ตามลำดับ (ตารางที่ 2)

2.5.3 นำสารละลายมาตรฐานผสมเบนโซฟีโนนและอนุพันธ์ (1-6) ที่มีความเข้มข้น 0.05, 0.10, 0.25, 0.50, 0.75 และ 1.00 มิลลิกรัมต่อลิตร ไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค GC-MS: SIM mode ทั้ง SIM1 SIM2 และ SIM3 (ตารางที่ 2) ทุกความเข้มข้น

แล้วสร้างกราฟมาตรฐานของเบนโซฟีโนนโดยใช้อัตราส่วนพื้นที่ใต้พีคของเบนโซฟีโนน ($1, m/z = 105$ ต่อพื้นที่ใต้พีคของสารมาตรฐานภายใน ($7, m/z = 110$) เป็นแกน Y และความเข้มข้นของเบนโซฟีโนน (มิลลิกรัมต่อลิตร) เป็นแกน X

2.5.4 นำสารสกัดตัวอย่างที่ 1 ไปทดสอบด้วยเทคนิค GC-MS โดยใช้ SIM1 SIM2 และ SIM3 เปรียบเทียบปริมาณของเบนโซฟีโนนจากตัวอย่างกระดาศ (sample 1) เมื่อคำนวณจาก การทดสอบด้วย SIM1 SIM2 และ SIM3 และทดสอบด้วยสถิติ Anova: Single Factor จากโปรแกรม Microsoft Excel ที่ระดับความเชื่อมั่น ร้อยละ 95 สำหรับการทดสอบค่าเฉลี่ยของปริมาณเบนโซฟีโนนที่พบ โดยมีสมมติฐาน คือ ค่าเฉลี่ยของเบนโซฟีโนนที่ทดสอบด้วยวิธี SIM1 SIM2 และ SIM3 ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยยะสำคัญ โดยมีเกณฑ์การยอมรับสมมติฐาน คือ ค่า $F_{critical} > F_{cal}$

ตารางที่ 2 รายละเอียดของการเลือกมวลของไอออน (Mass list) เมื่อใช้ SIM mode

GC method name	SIM mode name	Time (min)	Mass List (amu)
Full scan5	SIM1	4.0-24.0	50-350
		5.0	77, 82, 105, 110, 182 and 192
		6.5	77, 119, 121, 181, 196, 197 and 198
		16.0	148 and 268
		18.0	132, 309 and 324
Full scan6	SIM2	4.0-29.0	50-350
		10.0	77, 82, 105, 110, 182 and 192
		10.7	77, 119, 121, 181, 196, 197 and 198
		21.0	148 and 268
		23.0	132, 309 and 324
Full scan7	SIM3	4.0-34.0	50-350
		16.5	77, 82, 105, 110, 182 and 192
		18.5	77, 119, 121, 181, 196, 197 and 198
		30.0	148 and 268
		34.0	132, 309 and 324

2.6 การทดสอบหาปริมาณสารเบนโซฟีโนนและอนุพันธ์ในตัวอย่างที่ 2-4 ด้วยสภาวะที่เหมาะสมของเทคนิค GC-MS ที่ศึกษาได้

2.6.1 นำสารละลายมาตรฐานของสารผสม (1-6) ความเข้มข้น 0.05, 0.1, 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 และ 5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ที่เตรียมได้จากข้อ 2.3.3.2 มาทดสอบด้วย GC-MS วิธี SIM1 โดยเลือกพีคแมสโครมาโทแกรมของสารแต่ละตัวที่จะใช้คำนวณหาปริมาณสาร (quantification ion) จากมวลของไอออน (mass ion) ที่ให้ค่าสัญญาณสูงสุดของแต่ละสาร คือ 105, 119, 121, 121, 148, และ 309 สำหรับสาร (1-6) ตามลำดับ (ตารางที่ 3) แล้วสร้างกราฟมาตรฐานโดยให้แกน Y คือ อัตราส่วนของพื้นที่ใต้พีคของมวลของไอออนดังกล่าวแต่ละตัวต่อพื้นที่ใต้พีคของสารมาตรฐานภายใน ($m/z = 110$) และ แกน X คือ ความเข้มข้นของสารมาตรฐาน (มิลลิกรัมต่อลิตร) โดยค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ของกราฟมาตรฐาน Correlation coefficient, $r^2 \geq 0.990$

2.6.2 นำสารสกัดตัวอย่าง 2-4 ที่เตรียมได้จากข้อ 2.4.2 มาทดสอบด้วย GC-MS วิธี SIM1 (ตารางที่ 2)

2.6.2.1 กรณีที่ค่าสัญญาณของ Quantification ion (ตารางที่ 3) ของสารที่ทดสอบได้มีค่า signal/noise (S/N) น้อยกว่า 3 จะรายงานผลว่าไม่พบพีคและไม่พบสารนั้นๆ

ตารางที่ 3 มวลของไอออนที่ใช้ในการทดสอบเชิงปริมาณ (quantification ion) และการทดสอบเชิงคุณภาพ (qualification ion) ของสารเบนโซฟีโน สารอนุพันธ์ และสารมาตรฐานภายใน

Substances	Quantification ion (amu)	Qualification ion (amu)
(1)	105	182, 77
(2)	118	196, 181
(3)	121	198,197
(4)	121	198,197
(5)	148	268, 224
(6)	309	324, 132
(7)	110	192, 82

2.6.2.2 กรณีผล GC-MS พบพิกของสาร (1-6) ทั้ง qualification และ quantification ion (ตารางที่ 3) ให้นำอัตราส่วนของพื้นที่ใต้พิกของ quantification ion ของสารที่พบ ต่อพื้นที่ใต้พิกของสาร internal standard (m/z = 110) ที่ทดสอบ ได้เทียบกับกราฟมาตรฐานคำนวณหาค่าเฉลี่ย (C_{sample}) จากสูตร

$$\bar{C}_{sample} = \frac{(C_{obs-1} + C_{obs-2} + C_{obs-3})}{3}$$

$\bar{C}_{sample}$

คือ ค่าเฉลี่ยความเข้มข้นวัดได้เมื่อเทียบกับกราฟมาตรฐานของสารละลายของสารชนิดที่ 1-3 ที่ไม่มีการเติมสารละลายมาตรฐาน (1-6) ที่มีอยู่ในตัวอย่างกระดาศ, mg/kg

C_{obs-1}
 C_{obs-2}
 C_{obs-3}

คือ ความเข้มข้นของสาร (1-6) ที่วัดได้เมื่อเทียบกับกราฟมาตรฐานของสารละลายชนิดที่ 1-3 ที่ไม่มีการเติมสารละลายมาตรฐาน (1-6), mg/kg

คำนวณหา% recovery จากสูตร

$$\% \text{ recovery} = \frac{(C_{obs-4} - \bar{C}_{sample}) \times 100}{C_{added}}$$

C_{obs-4}

คือ ความเข้มข้นที่วัดได้เมื่อเทียบกับกราฟมาตรฐานของสารละลายชนิดที่ 4 ที่มีการเติมสารละลายมาตรฐาน (1-6) ที่ทราบความเข้มข้น, mg/kg

$\bar{C}_{sample}$

คือ ค่าเฉลี่ยความเข้มข้นวัดได้เมื่อเทียบกับกราฟมาตรฐานของสารละลายของสารชนิดที่ 1-3 ที่ไม่มีการเติมสารละลายมาตรฐาน (1-6) ที่มีอยู่ในตัวอย่างกระดาศ, mg/kg

C_{added}

คือ ความเข้มข้นของสารมาตรฐานที่เติมในตัวอย่างกระดาศ, mg/kg

3. ผลและวิจารณ์ (Results and discussion)

3.1 การศึกษาการแยกสารผสม (1-6) ด้วย GC-MS (Full scan mode) ที่สภาวะต่างๆ กัน

จากผลการศึกษาเมื่อนำสาร(1-6) แต่ละตัวมาทดสอบด้วย GC-MS โดยใช้โหมด Full scan พบว่าเมื่อตั้งอุณหภูมิและอัตราการเพิ่มอุณหภูมิของตู้อบคอลัมน์ตามวิธี Full scan1ซึ่งเป็นวิธีที่ Jonhs S. M. และคณะ [4] ใช้ในการศึกษาปริมาณสารเบนโซฟีโน (1) ในตัวอย่างกระดาศส้มผัสดำอาหารพบว่าเมื่อใช้วิธีดังกล่าวสามารถแยกสาร (1-4) ได้ที่เวลา (retention time) 9.7, 10.4, 12.2, และ 10.2 นาที ตามลำดับ (ตารางที่ 4) แต่สาร (5) และ (6) ซึ่งมีน้ำหนักโมเลกุลมากกว่า ยังคงค้างอยู่ในคอลัมน์ แสดงว่าการคงอุณหภูมิไว้ที่ 280°C เป็นเวลา 5 นาที นั้นไม่เพียงพอที่จะทำให้สาร (5) และ (6) ออกจากคอลัมน์ได้ ดังนั้นจึงได้ทดลองเพิ่มระยะเวลาการคงอุณหภูมิไว้ที่ 280°C จาก 5 นาที (Full scan1, ตารางที่ 1) ไปเป็น 10 นาที (Full scan2, ตารางที่ 1) และ 25 นาที (Full scan3, ตารางที่ 1) ซึ่งผลการการเพิ่มระยะเวลาดังกล่าวพบว่าวิธี Full scan2 สามารถแยกสาร (5) ออกมาได้ใช้เวลา 23.3 นาที แต่ยังคงไม่สามารถแยกสาร (6) ซึ่งมีมวลมากที่สุด (m/z = 324) ออกมาจากคอลัมน์ได้อย่างไรก็ตามเมื่อเพิ่มระยะเวลาการคงอุณหภูมิไว้ที่ 280°C เป็น 25 นาที (Full scan3, ตารางที่ 1) สารแยกสาร (6) ออกมาได้ใช้เวลา 27.9 นาที

ตารางที่ 4 ค่า retention time และ มวลของไอออน (amu) ของสารเบนโซฟีโนน (1) และอนุพันธ์ (2-7) เมื่อทดสอบด้วย GC-MS: Full scan1- Full scan3 (ตารางที่ 1)

Substances	Retention time (min)	Mass spectrum ^c (amu)
(1)	9.7 ^a	182, 105 ^d , 77
(2)	10.4 ^a	196, 119 ^d , 105, 91, 77, 65
(3)	12.2 ^a	198, 121 ^d , 105, 93, 77
(4)	10.2 ^a	198, 121 ^d , 105, 93, 77
(5)	23.3 ^b	268, 224, 148 ^d , 120
(6)	27.9 ^c	324, 309 ^d , 236, 132
(7)	9.7 ^a	192, 110 ^d , 82

^aทดสอบด้วยวิธี Full scan1

^bทดสอบด้วยวิธี Full scan2

^cทดสอบด้วยวิธี Full scan3

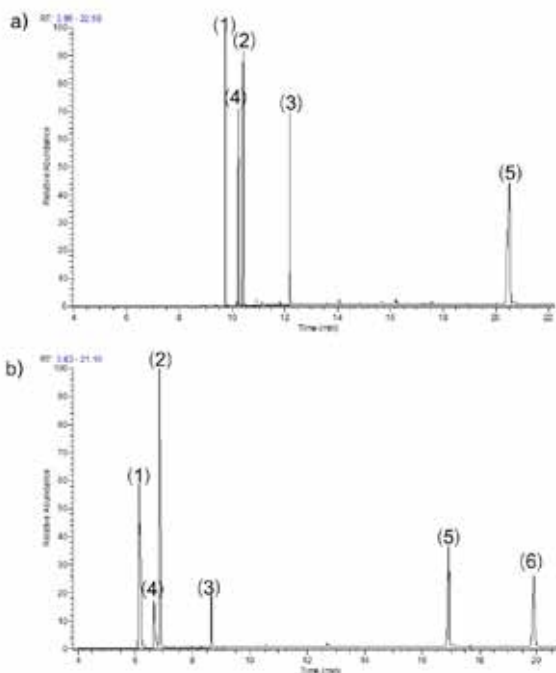
^dมวลของไอออนที่ให้ค่าสัญญาณสูงสุดของสารตัวนั้น

^eใช้ Library search (NIST/EPA/NIH mass spectral library version 2.0, 2011)

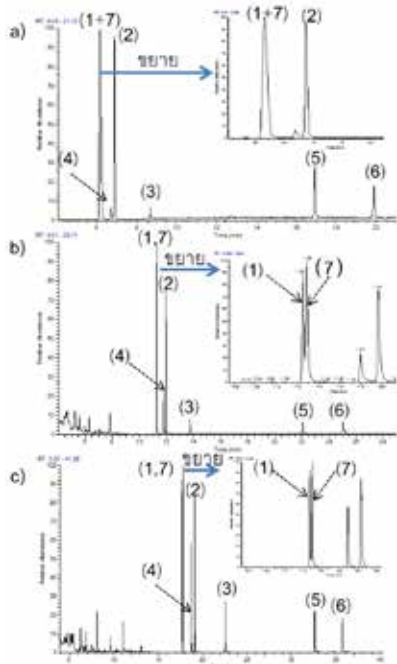
ด้วยวิธี Full scan3 แม้จะสามารถทำให้สารตัวที่ (6) ออกจากคอลัมน์ได้ แต่เมื่อพิจารณาเวลาในการทดสอบพบว่าวิธีนี้ใช้เวลาในการวิเคราะห์ถึง 37 นาที (ตารางที่ 1) ดังนั้นเพื่อเร่งระยะเวลาในการชะสาร (5-6) ออกจากคอลัมน์ จึงได้ทดลองเพิ่มอุณหภูมิสูงสุดจาก 280°C เป็น 290°C ตามวิธี Full scan4 (ตารางที่ 1) ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิของตู้อบคอลัมน์จาก 80°C เป็น 290°C เท่าเดิม คือ 20 °C /min ผลการฉีดสารผสม (1-6) พบว่า อุณหภูมิสูงสุดที่เพิ่มขึ้นเป็น 290°C ทำให้วิธี Full scan4 สามารถแยกสาร (5) ออกจากคอลัมน์ได้ใช้เวลา 20.5 นาที (รูปที่ 3a) ซึ่งเร็วกว่าเมื่ออุณหภูมิของสูงสุดของตู้อบคอลัมน์เป็น 280°C อยู่ 2.8 นาที ในขณะที่ระยะเวลาของการแยกสาร (1-4) ไม่ต่างจากเดิม อย่างไรก็ตามแม้วิธี Full scan4 จะมีเวลารวมในการวิเคราะห์เพียง 22.5 นาที แต่วิธีนี้ยังไม่สามารถพาสาร (6) ออกจากคอลัมน์ได้ ด้วยเหตุนี้วิธี Full scan5 (ตารางที่ 1) จึงถูกสร้างขึ้นโดยมีเป้าหมาย คือ การเพิ่มอุณหภูมิเริ่มต้นของตู้อบคอลัมน์จาก 80°C ไปเป็น 150°C เพื่อให้สาร (1-4) ถูกชะออกจากคอลัมน์เร็วขึ้น และเมื่ออุณหภูมิสูงสุดของตู้อบคอลัมน์ถูกตั้งไว้ที่ 290°C เช่นเดียวกับวิธี Full scan4 แต่ขยายระยะเวลาการคงอุณหภูมิสูงสุดไว้จาก 10 นาที (Full scan4) เป็น 15 นาที (Full scan5) เพื่อให้มีเวลาเพียงพอที่สาร (6) จะออกจากคอลัมน์ได้ ซึ่งผลการทดสอบแยกสารผสม (1-6) ด้วยวิธี Full scan5 เป็นตามที่คาดการณ์ไว้ คือ สามารถแยกสาร (1-6) ได้โดยเวลาที่สารแต่ละตัวถูกชะจากคอลัมน์เร็วกว่า (รูปที่ 3b)

เมื่อเทียบกับแมสโครมาโทแกรมที่ได้จากการแยกด้วยวิธี Full scan4 (รูปที่ 3a)

อย่างไรก็ตามแม้ว่าวิธี Full scan5 (ตารางที่ 1) จะสามารถแยกสารผสม (1-6) ได้ในเวลาเพียง 24 นาที แต่พบว่าเมื่อใช้วิธีดังกล่าวในการทดสอบแยกสารผสม (1-6) ที่มีการเติมสาร internal standard (7) ลงไปด้วยกลับพบว่า สาร (1) และ (7) จะออกมาที่เวลาเดียวกัน (รูปที่ 4a) ในขณะที่ เมื่อใช้วิธี Full scan6 (ตารางที่ 1) และ Full scan7 (ตารางที่ 1) จะสามารถแยกสาร (1) และ (7) จากกันได้นานกว่า (รูปที่ 4a และ 4c) แม้เวลารวมในการทดสอบจะนานกว่า ดังนั้นด้วยการใช้โหมด full scan เพียงอย่างเดียวมีข้อจำกัดในการแยก สาร (1) และ (7) ด้วยเหตุนี้ SIM mode ของ GC-MS จึงถูกนำมาใช้ เนื่องจากโหมดนี้สามารถเลือกวัดมวลของไอออนที่ต้องการได้ และเนื่องจากสาร (7) หรือ benzophenone-D10 เป็นสารไอโซโทป (isotope) ของเบนโซฟีโนน (1) ที่ไฮโดรเจนอะตอม (hydrogen atom, H: รูปที่ 1) ถูกแทนที่ด้วยดิวเทอเรียมอะตอม (deuterium atom, D รูปที่ 1) จำนวน 10 อะตอมทำให้น้ำหนักของโมเลกุลของสาร (7) มีค่า คือ $m/z = 192$ ซึ่งมากกว่าสาร (1) ที่มี $m/z = 182$ และความแตกต่างนี้ตรวจสอบได้ด้วยเครื่องแมสเปกโทมิเตอร์



รูปที่ 3 GC-MS โครมาโทแกรม ของการแยกสารผสม (1-6) ความเข้มข้น 100 mg/kg เมื่อใช้วิธี a) Full scan4 และ b) Full scan5



รูปที่ 4 GC-MS โคโรมาโทแกรมของการแยกสารผสม (1-7) ความเข้มข้น 10 mg/kg เมื่อใช้วิธี a) Full scan5, b) Full scan6 และ c) Full scan7

3.2 การศึกษาการแยกสารผสมเบนโซฟีโนน อนุพันธ์ และสารมาตรฐานภายในด้วย GC-MS โดยใช้ SIM mode

เมื่อนำสารอะนาลิตของตู้อบคอลัมน์ที่ได้จากวิธี Full scan5, Full scan6 และ Full scan7 (ตารางที่ 1) มาปรับใช้กับ SIM mode ของเครื่อง GC-MS จะได้เป็นวิธี SIM1 SIM2 และ SIM3 ตามลำดับ (ตารางที่ 2) โดย Mass list ของสาร (1-7) จากทั้ง 3 วิธีจะถูกตั้งไว้เหมือนกันเพียงแต่แตกต่างกันที่ระยะเวลาในการเลือกวัดมวลของไอออนเพื่อให้สอดคล้องกับเวลาที่สาร (1-7) ออกจากคอลัมน์และเพื่อศึกษาว่าการเกิด co-elution ของสาร (1) และ (7) เมื่ออุณหภูมิของตู้อบคอลัมน์ใช้ตามวิธี Full scan5 ของ SIM1 (ตารางที่ 2) จะส่งผลต่อการทดสอบหาปริมาณเบนโซฟีโนนในสารสกัดตัวอย่างกระดาศหรือไม้ จึงได้ทดลองสร้างกราฟมาตรฐานจากสารละลายมาตรฐานผสม (1-6) และสาร (7) ซึ่งทำหน้าที่เป็นสารละลายมาตรฐานภายใน ด้วยวิธี SIM1, SIM2 และ SIM3 (ตารางที่ 2) แล้วนำกราฟมาตรฐานที่ได้จากทั้งสามวิธี ไปใช้ในการหาปริมาณเบนโซฟีโนน (1) จากสารสกัดตัวอย่าง 1 พบว่าแม้สมการของกราฟมาตรฐานที่ได้จากทั้งสามวิธีจะมีค่าความชัน (slope) ต่างกันเล็กน้อย แต่ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ของกราฟมาตรฐาน (Correlation coefficient), $r^2 > 0.995$ (ตารางที่ 5) ดังนั้นจะเห็นได้ว่าวิธี SIM1 ซึ่งพิกของสาร (1) และ (7) ออกมาที่เวลาใกล้เคียงกันมาก (6.15 และ 6.11 นาที ตามลำดับ) และไม่สามารถแยกได้เมื่อใช้ Full scan5 แต่กราฟมาตรฐานของสาร (1) ที่สร้างเมื่อให้อัตราส่วนพื้นที่พิกของสาร (1) และ (7) เป็นแกน Y และ ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานเบนโซฟีโนน

เป็นแกน X จากการทดสอบด้วย GC-MS วิธี SIM1 มีความเป็นเส้นตรง ($r^2 = 0.9992$) เช่นเดียวกับเมื่อใช้วิธี SIM2 ($r^2 = 0.996$) และ SIM3 ($r^2 = 0.9984$) (ตารางที่ 5) ซึ่งเป็นวิธีที่สาร (1) และ (7) ไม่เกิด co-elution และยังพบว่าผลของการหาปริมาณเบนโซฟีโนน (1) จากสารสกัดตัวอย่าง 1 ที่มีปริมาณเบนโซฟีโนน (1) ในปริมาณที่สูงมาก เมื่อนำมาทดสอบด้วย วิธี SIM1 SIM2 และ SIM3 ได้ค่าเฉลี่ยของสารเบนโซฟีโนน (1) คือ 425.9, 430.8 และ 445.3 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม ตามลำดับ ซึ่งค่าที่ได้ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ ($F_{critical} = 5.1432 > F_{cal} = 0.3223$) เมื่อทดสอบด้วยสถิติ Anova : single factor โดยโปรแกรม Microsoft Excel

ตารางที่ 5 ผลการเปรียบเทียบการสร้างกราฟมาตรฐานของเบนโซฟีโนน (1) เมื่อทดสอบโดย GC-MS ด้วยวิธี SIM1 SIM2 และ SIM3

Conc. Benzophenone (1) (mg/L)	Peak area ratio of (1) to (7)		
	SIM1	SIM2	SIM3
0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
0.0440	0.1049	0.1203	0.1088
0.1062	0.0750	0.0584	0.0618
0.2395	0.5633	0.5969	0.5839
0.5566	1.3257	1.3603	1.3389
0.8543	2.0712	2.1427	2.1554
1.1315	2.8155	2.8567	2.9365
Slope	2.4539	2.5111	2.547
Correlation coefficient, r^2	0.9992	0.9996	0.9984

จะเห็นได้ว่าการใช้เทคนิค IDMS โดยเลือกใช้สาร benzophenone-D10 เป็นสารมาตรฐานภายในร่วมกับวิเคราะห์ด้วย GC-MS (SIM1) ที่ใช้เวลาทั้งหมดในการวิเคราะห์ คือ 24 นาที นั้น สามารถสร้างกราฟมาตรฐานของสารเบนโซฟีโนน (1) ที่เกิดการ co-elution ร่วมกับสารมาตรฐานภายใน (7) และกราฟมาตรฐานที่ได้มีความเป็นเส้นตรง อีกทั้งเมื่อนำกราฟที่ได้ไปใช้หาปริมาณเบนโซฟีโนนในสารสกัดตัวอย่างที่ 1 พบว่าค่าที่ได้ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติเมื่อเทียบกับวิธี SIM2 และ SIM3 ซึ่งต้องใช้ระยะเวลาในการวิเคราะห์ด้วย GC-MS นาน 29 และ 41 นาที ตามลำดับ ดังนั้นสภาวะที่เหมาะสมของการแยกสารผสมเบนโซฟีโนนและอนุพันธ์ รวม 6 ชนิด (1-6) ด้วยเทคนิค GC-MS ร่วมกับเทคนิค IDMS ที่ได้จากการศึกษาค้นคว้าครั้งนี้ คือ สภาวะที่อุณหภูมิของตู้อบคอลัมน์ตั้งไว้ตามวิธี Full scan5 (ตารางที่ 1) แต่เลือกวัดไอออนด้วยตามวิธี SIM1 (ตารางที่ 2)

3.3 การหาปริมาณสาร (1-6) ในตัวอย่างกระดาศตัวอย่างที่ 2-4 ด้วยสภาวะที่เหมาะสมของ GC-MS ที่ศึกษาได้

เมื่อนำสภาวะที่เหมาะสมของเทคนิค GC-MS ที่ศึกษาได้มาทดสอบแยกสารสกัดตัวอย่างกระดาศอบขนม จำนวน 3 ตัวอย่าง (ตัวอย่างที่ 2-4, รูปที่ 2) ที่ปัจจุบันยังไม่มีมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมของประเทศไทยในการกำหนดคุณภาพของกระดาศที่ใช้ในการอบขนมเหล่านี้ ผลการทดสอบจากการเปรียบเทียบผลของ GC-MS ที่ได้ระหว่างสารสกัดตัวอย่างที่ 2-4 เทียบกับกราฟมาตรฐานของสาร (1-6) ช่วงความเข้มข้น 0.05- 5.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ($r^2 > 0.990$) พบเพียงการปนเปื้อนของสาร (1) ในตัวอย่างที่ 4 (กระดาศสีน้ำตาล) ปริมาณ 0.94 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม เท่านั้น โดยมีค่าเฉลี่ยของค่าคืนกลับของสาร (1) คือ ร้อยละ 91.1 (เดิมสารมาตรฐานความเข้มข้น 1 มิลลิกรัมต่อลิตร) ซึ่งค่านี้เป็นไปตามเกณฑ์ที่กำหนดที่ระบุไว้ใน AOAC Peer-Verified methods, 1998 ที่กำหนดให้ร้อยละของค่าคืนกลับของสารที่ระดับความเข้มข้น 1-10 ppm ควรอยู่ในช่วง 80-110%) [9] และเมื่อพิจารณาค่าคืนกลับของสาร (2), (4), และ (6) ที่มีค่าเท่ากับ 97.3, 98.6 และ 102.4 ตามลำดับ สารทั้งสามตัวนี้ก็มีค่าคืนกลับอยู่ในเกณฑ์การยอมรับเช่นเดียวกัน ซึ่งแสดงว่าการทดสอบสารทั้ง 4 ชนิด ดังกล่าวมีความถูกต้องอยู่ในเกณฑ์การยอมรับได้ ส่วนในกรณีของค่าเฉลี่ยของค่าคืนกลับของสาร (3) และ สาร (5) ซึ่งมีค่าอยู่ที่ร้อยละ 119.5 และ 142.2 แม้จะอยู่เกินเกณฑ์การยอมรับ แต่ไม่กระทบต่อผลการออกรายงานเนื่องจากในตัวอย่างที่ศึกษาไม่พบสารดังกล่าว

ตารางที่ 6 สรุปผลการทดสอบตัวอย่างสาร (1-6) ในตัวอย่างกระดาศที่ 2-4 ด้วยเทคนิค GC-MS:SIM1

substances	ตัวอย่างที่ 2		ตัวอย่างที่ 3		ตัวอย่างที่ 4		ค่าเฉลี่ย recovery (%)
	Conc. (mg/kg)	recovery (%)	Conc. (mg/kg)	recovery (%)	Conc. (mg/kg)	recovery (%)	
(1)	ไม่พบ	107.4	ไม่พบ	65.9	0.94	100.2	91.1
(2)	ไม่พบ	120.1	ไม่พบ	72.1	ไม่พบ	99.7	97.3
(3)	ไม่พบ	156.3	ไม่พบ	90.0	ไม่พบ	112.4	119.5
(4)	ไม่พบ	114.6	ไม่พบ	73.34	ไม่พบ	107.9	98.6
(5)	ไม่พบ	175.6	ไม่พบ	114.1	ไม่พบ	138.8	142.2
(6)	ไม่พบ	133.8	ไม่พบ	68.5	ไม่พบ	105.0	102.4

4. สรุป (Conclusion)

จากการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมของ GC-MS เพื่อแยกสารผสมเบนโซฟีโนน (1) และอนุพันธ์ (2-6) พบว่าเมื่อใช้ benzophenone-D10 (7) ทำหน้าที่เป็นสารมาตรฐานภายใน และใช้โหมดการวิเคราะห์ของ GC-MS เป็นแบบ SIM mode โดยเลือกการวิชี SIM1 และตั้งอุณหภูมิของตู้อบคอลัมน์ตามวิธี Full scan5 สามารถแยกสารผสมเบนโซฟีโนนและอนุพันธ์ (1-6) ได้ภายใน 24 นาที สามารถสร้างเป็นกราฟมาตรฐานของสารแต่ละชนิดโดยค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ของกราฟมาตรฐาน (Correlation coefficient), $r^2 > 0.995$ และยังได้นำสภาวะที่ศึกษาได้ไปทดสอบหาปริมาณสาร(1-6) จากสารสกัดตัวอย่างกระดาศสัมผัสอาหาร จำนวน 3 ตัวอย่าง ซึ่งผลการทดสอบพบเพียงการปนเปื้อนของสารเบนโซฟีโนนในกระดาศนมอบ (ตัวอย่างที่ 4) ในปริมาณ 0.94 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัมกระดาศ (%recovery = 91)

5. กิตติกรรมประกาศ (Acknowledgement)

รายงานนี้เป็นส่วนหนึ่งของงานวิจัยเรื่อง “การสำรวจสารอินทรีย์ต้องห้ามในวัสดุสัมผัสอาหารประเภทกระดาศเพื่อความปลอดภัยของผู้บริโภค” สนับสนุนทุนวิจัยโดยกรมวิทยาศาสตร์บริการ

6. เอกสารอ้างอิง (References)

[1] RHODES, M.C., et al. Carcinogenesis studies of benzophenone in rats and mice. *Food and Chemical Toxicology*. 2007, 5, 843–851.

[2] THE EUROPEAN PAPER AND BOARD FOOD PACKAGING CHAIN. *Industry guideline for the compliance of paper and board materials and articles for food contact* [online]. 2012 [viewed 26 June 2013]. Available from: <http://www.cepi.org/system/files/public/documents/publications/foodcontact/2012/Industry%20guideline-updated2012final.pdf>

[3] CASTLE, L., et al. Migration studies from paper and board food packaging materials. Part 2. Survey for residues of dialkylamino benzophenone UV-cure ink photoinitiators. *Food Additives and Contaminants*. 1997, 14, 45-52.

[4] JOHNS, S.M., et al. Studies on Functional Barriers to Migration 1 Transfer of Benzophenone from Printed Paperboard to Microwaves Food. *Deutsche Lebensmittel-Rundschau*. 1995, 91, 69-73.

[5] SARGENT, M., et al. *Guidelines for Achieving High Accuracy in Isotope Dilution Mass Spectrometry (IDMS)*. Cambridge : The Royal Society of Chemistry. 2002, pp. 1-49.

[6] VAN HOECK, E., et al. Analysis of benzophenone and 4-methyl benzophenone in breakfast cereals using ultrasonic extraction in combination with gas chromatography-tandem mass spectrometry (GC-MSⁿ). *Analytica Chimica Acta*. 2010, 663, 55-59.

[7] VAN DEN HOUWE, K., et al. Evaluation of the migration of 15 photo-initiators from cardboard packaging into Tenax® using ultra-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS). *Food Additives & Contaminants: Part A*. 2014, 31, 767-775.

[8] SAESAENGSEERUNG, N. Comparison of solvent and techniques for extraction of benzophenone from paper intended to come into contact with foodstuffs. *Bulletin of Applied Sciences*. 2016, 5, 97-102.

[9] TECHNICAL DIVISION ON REFERENCE MATERIALS OF AOAC INTERNATIONAL. *Standard format and guidance for AOAC standard method performance requirement documents* [online]. 2011. [viewed 26 January 201]. Available from: http://stakeholder.aoac.org/SPIFAN/SMPR_Guidelines_v13.pdf

คำแนะนำในการส่งต้นฉบับ

วารสารผลงานวิชาการ กรมวิทยาศาสตร์บริการ

Bulletin of Applied Sciences

บทความที่ส่งตีพิมพ์จะต้องไม่เคยตีพิมพ์หรืออยู่ในระหว่างการรอพิจารณาเพื่อตีพิมพ์ในวารสารอื่น บทความที่เสนอมาเพื่อตีพิมพ์อาจเขียนเป็นภาษาไทยหรือภาษาอังกฤษก็ได้ แต่บทความต้องต้องมีทั้งสองภาษา ทั้งนี้บทความทุกเรื่องจะได้รับการพิจารณาตรวจแก้จากผู้ทรงคุณวุฒิในสาขาที่เกี่ยวข้อง และกองบรรณาธิการขอสงวนสิทธิ์ในการตรวจแก้ไขต้นฉบับและพิจารณาตีพิมพ์ตามลำดับก่อนหลัง

ความรับผิดชอบ

บทความที่ตีพิมพ์ในวารสารผลงานวิชาการกรมวิทยาศาสตร์บริการ ถือเป็นผลงานทางวิชาการ และเป็นความเห็นส่วนตัวของผู้เขียน ไม่ใช่ความเห็นของกรมวิทยาศาสตร์บริการ หรือกองบรรณาธิการ ผู้เขียนต้องรับผิดชอบต่อบทความของตน และบทความที่ตีพิมพ์ในเล่มนี้ไม่เคยตีพิมพ์ในวารสารใดมาก่อน และจะไม่นำส่งไปเพื่อพิจารณาตีพิมพ์ในวารสารอื่นภายใน 60 วัน

การเตรียมต้นฉบับและการส่งต้นฉบับ

○ **ชื่อเรื่อง:** ชื่อเรื่องต้องมีทั้งภาษาไทยและภาษาอังกฤษ ตัวอักษร Cordia New ขนาด 18 ตัวหนา จัดวางข้อความชื่อเรื่องตรงกึ่งกลางหน้ากระดาษ โดยชื่อเรื่องภาษาอังกฤษเฉพาะคำขึ้นต้น ให้พิมพ์ตัวใหญ่

○ **ชื่อผู้วิจัย ผู้วิจัยรวม:** ชื่อผู้วิจัย ผู้วิจัยรวม ต้องมีทั้งภาษาไทยและภาษาอังกฤษ ตัวอักษร Cordia New ขนาด 12 ตัวปกติ จัดวางข้อความชื่อผู้วิจัย ผู้วิจัยรวมกึ่งกลางหน้ากระดาษ ใช้เลข 1.2.3....โดยยกกำลังแสดงตรงชื่อ และเป็นเลขเดียวกันเพื่อแสดงที่อยู่ และ e-mail address.

ตัวอย่าง

อรรณวิน ปิ่นประยูร^{1*}, กรรณิการ์ บุตรเอก^{2**}
Orawan Pinprayoon^{1*}, Kannika Butrak^{2**}

¹กรมวิทยาศาสตร์บริการ

²ศูนย์ประสานงานกระทรวงวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี ประจําภูมิภาค ภาคใต้

* E-mail address: porawan@dss.go.th

** Corresponding author. E-mail address: kannika.b@most.go.th

○ **บทคัดย่อ (Abstract):** บทคัดย่อต้องมีทั้งภาษาไทยและภาษาอังกฤษ ตัวอักษร Cordia New ขนาด 14 ตัวปกติ เนื้อหาในคัดย่อ ควรระบุวัตถุประสงค์ ผลการวิจัย และบทสรุปโดยย่อ

○ **คำสำคัญ (Keywords):** คำสำคัญต้องมีทั้งภาษาไทยและภาษาอังกฤษ ระบุคำสำคัญหรือวลีสั้นๆ จำนวน 3-5 คำ คำที่ 1, คำที่ 2, คำที่ 3 ตัวอักษร Cordia New ขนาด 12 ตัวปกติ

○ **เนื้อเรื่อง** แบ่งเป็นส่วนต่างๆดังนี้

1. **บทนำ (Introduction):** หัวข้อบทนำ ตัวอักษร Cordia New ขนาด 16 ตัวหนา จัดชิดขอบด้านซ้าย หัวข้อย่อย ตัวอักษร Cordia New ขนาด 14 ตัวหนา เนื้อหา ตัวอักษร Cordia New ขนาด 14 ตัวปกติ

2. **วิธีการวิจัย (Experimental):** หัวข้อวิธีการวิจัย ตัวอักษร Cordia New ขนาด 16 ตัวหนา จัดชิดขอบด้านซ้าย หัวข้อย่อย ตัวอักษร Cordia New ขนาด 14 ตัวหนา เนื้อหา ตัวอักษร Cordia New ขนาด 14 ตัวปกติ

3. **ผลและวิจารณ์ (Results and discussion):** หัวข้อผลและวิจารณ์ ตัวอักษร Cordia New ขนาด 16 ตัวหนา จัดชิดขอบด้านซ้าย หัวข้อย่อย ตัวอักษร Cordia New ขนาด 14 ตัวหนา เนื้อหา ตัวอักษร Cordia New ขนาด 14 ตัวปกติ

4. **สรุป (Conclusion):** หัวข้อสรุป ตัวอักษร Cordia New ขนาด16 ตัวหนา จัดชิดขอบด้านซ้าย เนื้อหา ตัวอักษร Cordia New ขนาด14 ตัวปกติ
5. **กิตติกรรมประกาศ (Acknowledgement):** หัวข้อกิตติกรรมประกาศ ตัวอักษร Cordia New ขนาด16 ตัวหนา จัดชิดขอบด้านซ้าย เนื้อหา ตัวอักษร Cordia New ขนาด14 ตัวปกติ
6. **เอกสารอ้างอิง (References):** การอ้างอิงเอกสารให้ใช้ระบบเรียงตามตัวเลข ใส่หมายเลขในวงเล็บเหลี่ยม [] เรียงตามลำดับการอ้างอิงในเรื่อง เอกสารอ้างอิงทุกฉบับจะต้องมีการอ้างอิงหรือกล่าวถึงในบทความ

ตัวอย่าง

- [1] AKGUL, M. and A. TOZLUOGLU. Alkaline-ethanol pulping of cotton stalks. *Scientific Research and Essays*. 2010, 5(10), 1068-1074.
- [2] STADELMAN, W. J. and O. J. COTTERILL. *Egg Science and Technology*. 4th ed. New York : Food Produce Press, 1990, 591 p.
- [5] TECHNICAL DIVISION ON REFERENCE MATERIALS OF AOAC INTERNATIONAL. *Standard format and guidance for AOAC standard method performance requirement documents* [online]. 2011. [viewed 26 January 2017]. Available from: http://stakeholder.aoac.org/SPIFAN/SMPR_Guidelines_v13.pdf

○ ตาราง (Table) และรูป (Figure) : ตัวอักษร Cordia New ขนาด 12 ตัวปกติ

- ตาราง : ให้ระบุลำดับที่ของตาราง หัวตารางให้จัดชิดขอบด้านซ้าย ชื่อตารางให้อยู่ด้านบนของตาราง
- รูป : ให้ระบุลำดับที่ของรูป คำบรรยายรูปภาพให้อยู่ใต้รูปภาพ และจัดกึ่งกลางคอลัมน์

○ การส่งต้นฉบับ

1. ส่งต้นฉบับทางไปรษณีย์ ส่งต้นฉบับจำนวน 1 ชุด และสำเนาจำนวน 2 ชุด พร้อมไฟล์ข้อมูลมาที่ กองบรรณาธิการวารสารวิชาการ กรมวิทยาศาสตร์บริการ (Bulletin of Applied Sciences) สำนักงานวารสาร สำนักงานเลขานุการกรม ฝ่ายประชาสัมพันธ์ กรมวิทยาศาสตร์บริการ เลขที่ 75/7 ถนนพระรามที่ 6 เขตราชเทวี กรุงเทพฯ 10400
2. ส่งต้นฉบับทางไปรษณีย์อิเล็กทรอนิกส์ (e-mail)
e-mail : bulletin@dss.go.th, udomlak@dss.go.th
3. ส่งต้นฉบับทางเว็บไซต์ได้ที่ URL : <http://bas.dss.go.th>

ดรรชนีคำสำคัญ
วารสารผลงานวิชาการ กรมวิทยาศาสตร์บริการ
ปีที่ 7 ฉบับที่ 7 สิงหาคม 2561

ก		ผ	
กระดาดสา	70	พวงสีสะท้อนรังสีอาทิตย์	60
กระบวนการโซล-เจล	41	พวงสีสะท้อนรังสีอินฟราเรดใกล้	60
กระเบื้องคอนกรีตบุหลังคา	9	พวงสีสีน้ำเงิน	60
แก๊สโครมาโทกราฟี	104	ผลิตภัณฑภัณฑ์เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม	32
การทดสอบความทนต่อการขัดสี	32	แผ่นยางมาตรฐาน	32
การประหยัพลังงาน	32	ฝ	
การปรับสภาพ	25	ฟอยทอง	49
การยืดอายุ	49	ภ	
เกลือโซเดียมต่ำ	78	ภาชนะหุงต้มเหล็กกล้าไร้สนิม	18
ค		ม	
ค่าเปอร์ออกไซด์	95	มุนสัมพัทธ์	41
เคสโอบซิลิกา	41	โมลิบดีนัม	18
เคสโอบไมซ์อนน้ำ	41	ร	
แคดเมียม	9, 18	รังนก	89
โครเมียม	18	ส	
จ		สารทดแทนเกลือ	78
เจลเซลลูโลส	70	สารทดแทนเกลือโซเดียม	78
ด		สารประกอบอินทรีย์เชิงซ้อน	60
ดีพีเพอร์เรนเซียสพัลส์แอโนดิกสกรีนิงโวลแทมเมตรี	9	สารสกัดจากสมุนไพร	95
ต		สารให้ความหวาน	49
ตะกั่ว	9, 18	สีและลวดลาย	70
น		เส้นใย	25
น้ำมันปาล์ม	95	อ	
นิกเกิล	18	อับรุ เทคนิค	70
ไนโตรเจน	89	ไอโซโทปไดลูชันแมสสเปกโทเมตรี	104
บ		ฮ	
เบนโซฟีโนน	104	ไฮเพอร์ฟอร์แมนส์ลิกวิดโครมาโทกราฟี	89
ไบสปีรต	25		

Keyword Index

Bulletin of Applied Sciences

Vol. 7 No. 7 August 2018

A		I	
Abrasion testing	33	Isotope dilution mass spectrometry	104
B		L	
Benzophenone	104	Lead	9, 18
Bird nest	89	Low-sodium salt	79
Blue pigment	61	M	
C		Molybdenum	18
Cadmium	9, 18	Mulberry craft paper	70
Cellulose gel	70	N	
Chromium	18	Near-infrared reflective pigment	61
Colour and pattern	70	Nickel	18
Complex inorganic compound pigment (CICP)	61	Nitrite	89
Concrete roofing tiles	9	P	
Contact angle	41	Palm oil	95
D		Peroxide value	95
Differential pulse anodic stripping voltammetry	9	Pineapple-leaf	25
E		S	
Ebru technique	70	Salt substitute	79
Energy saving	33	Shelf-life extension	49
Environmental friendly product	33	Silica film	41
F		Sodium-replacement salts	79
Fiber	25	Solar reflective pigment	61
Foi Thong	49	Sol-gel process	41
G		Stainless steel cookwares	18
Gas chromatography	104	Standard rubber sheet	33
H		Sweetener	49
Herbal extract	95	T	
HPLC	89	Treatment	25
Hydrophobic coatings	41		

ดรรชนีผู้แต่ง
วารสารผลงานวิชาการ กรมวิทยาศาสตร์บริการ
ปีที่ 7 ฉบับที่ 7 สิงหาคม 2561

ก		พ	
กนิษฐ์ ตะปะสา	41	พัฒนา รักความสุข	60
ก่อพงศ์ หงษ์ศรี	70	ภ	
ข		ภณฑิลา ภูมิระเปียบ	32
ขนิษฐา อินทร์ประสิทธิ์	49	ม	
จ		มโนวิช เรืองดิษฐ์	89
จรรยา จักรมณี	9	ล	
จรรยา จันทรมบูรณ์	9	ลดา พันธุ์สุขุมธนา	60
จันทรา ยศศักดิ์ศรี	78, 95	ลลิตา ชูแก้ว	49
จิตวิไล เวฬุวนารักษ์	18	ว	
จิรพรรณ โรมา	18	วรรณดี มหรรณพกุล	78
ฐ		วราภรณ์ แก้วแดง	41
ฐิตาณีย์ สุโรพันธ์	70	วรินกาญจน์ ธรตีกรวัฒน์	89
ด		ส	
ดวงกมล เขาวงค์ศรีหมุด	18	สิทธิสุนทร สุโพธิณะ	60
ธ		สิริวรรณ ลีศิริสรรพ	25
ธีรพงศ์ เพ็งคำ	49	สุทธชยา ชื่นวัฒนา	49
ธีรศักดิ์ ตั้งกิตติศักดิ์	60	สุรวุฒิ พวงมาลี	70
น		ห	
นิภาพร ชนะคช	89	หนึ่งฤทัย แสงแสงสีรุ่ง	104
นุจรินทร์ พลหงษ์	18	อ	
บ		อรสา อ่อนจันทร์	32
เบญจมล เพ็ชรเจริญมงคล	41	อุษณีย์ พันธุลาภ	41
ป			
ปริญญญา จิยพงศ์	95		
ประเสริฐ แซ่จู่	32		
ปัญญาศ มงคลชาติ	49		

Author Index

Bulletin of Applied Sciences

Vol. 7 No. 7 August 2018

B		P	
Benjamon Petchareanmongkol	41	Pantila Bhumirabiab	32
D		Panyot Mongkonchart	49
Duangkamol Chaosrimud	18	Patinya Jiyipong	95
J		Pattana Rakkwamsuk	60
Janchay Yossaksri	78, 95	Prasert Saeju	32
Jaroon Jakmune	9	S	
Jaroon Junsomboon	9	Siriwan Leesirisan	25
Jirapan Roma	18	Sitthisuntorn Supothina	60
Jitwilai Waluvanarak	18	Surawut Puangmalee	70
K		Sutachaya Chuenwattana	49
Kanit Tapasa	41	T	
Khanittha Inprasit	49	Teerasak Tangkittimasak	60
Korpong Hongsri	70	Theerapong Pengkham	49
L		Thitarini Suropan	70
Lada Pansukhumthana	60	U	
Lalita Chookaew	49	Usanee Pantulap	41
M		W	
Manowich Ruengdit	89	Wannadee Mahannopkul	78
N		Waraporn Kaewdang	41
Neungrutai Saesaengseerung	104	Warinkarn Torateekorntawat	89
Nipaporn Chanacot	89		
Nootjarin Phonhong	18		
O			
Orasa Onjun	32		

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

75/7 ถนนพระรามที่ 6 แขวงทุ่งพญาไท

เขตราชเทวี กรุงเทพฯ 10400

e-mail : bulletin@dss.go.th

website : <http://bas.dss.go.th>

