



การพัฒนาขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชัน
เพื่อหาปริมาณซันเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนแบบพร้อมกัน

DEVELOPMENT OF SCREEN-PRINTED GRAPHENE ELECTRODE BY OXIDATION
FOR SIMULTANEOUS DETERMINATION OF SUNSET YELLOW AND TARTRAZINE

ศุภสิทธิ์ หิรัญศักดิ์

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ

2563

การพัฒนาข้าวไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนด้วยเทคนิคไอเวอร์ออกซิเดชัน
เพื่อหาปริมาณชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซินแบบพร้อมกัน



ปริญญานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ
ปีการศึกษา 2563
ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ

DEVELOPMENT OF SCREEN-PRINTED GRAPHENE ELECTRODE BY OXIDATION
FOR SIMULTANEOUS DETERMINATION OF SUNSET YELLOW AND TARTRAZINE



SUPASIT HIRUNSAK

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of MASTER OF SCIENCE
(Chemistry)

Faculty of Science, Srinakharinwirot University

2020

Copyright of Srinakharinwirot University

ปริญญานิพนธ์

เรื่อง

การพัฒนาขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนด้วยเทคนิคไอเวอร์ออกซิเดชัน

เพื่อหาปริมาณชั้นเซตเยลโล่และดาร์ตราซินแบบพร้อมกัน

ของ

ศุภสิทธิ์ หิรัญศักดิ์

ได้รับอนุมัติจากบัณฑิตวิทยาลัยให้นับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร

ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมี

ของมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ

(รองศาสตราจารย์ นายแพทย์ฉัตรชัย เอกปัญญาสกุล)

คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย

คณะกรรมการสอบปากเปล่าปริญญานิพนธ์

..... ที่ปรึกษาหลัก

(รองศาสตราจารย์ ดร.วิณา เสียงเพราะ)

..... ประธาน

(รองศาสตราจารย์ ดร.อัญชลี สำเภา)

..... กรรมการ

(รองศาสตราจารย์ ดร.เกรียงศักดิ์ สงศรีโรจน์)

ชื่อเรื่อง	การพัฒนาข้าวไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชัน เพื่อหาปริมาณชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซินแบบพร้อมกัน
ผู้วิจัย	ศุภสิทธิ์ หิรัญศักดิ์
ปริญญา	วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต
ปีการศึกษา	2563
อาจารย์ที่ปรึกษา	รองศาสตราจารย์ ดร. วิณา เสียงเพราะ

ในงานวิจัยนี้ นำเสนอวิธีการปรับปรุงคุณสมบัติทางไฟฟ้าเคมีของผิวหน้าข้าวไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนโดยใช้กระบวนการโอเวอร์ออกซิเดชัน สำหรับการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซินแบบพร้อมกัน โดยกระบวนการปรับปรุงผิวหน้าข้าวไฟฟ้าสามารถทำได้โดยใช้ สารละลายฟอสเฟตบัพเฟอร์ พีเอช 7 ความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ และทำการสแกนศักย์ไฟฟ้าในช่วง -0.5 ถึง +2.0 โวลต์ ด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี จำนวน 5 รอบ หลังจากกระบวนการออกซิเดชันผิวหน้าข้าวไฟฟ้าแล้ว ได้นำข้าวไฟฟ้าดังกล่าวมาตรวจสอบคุณสมบัติทางเคมีไฟฟ้าของชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซินด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี พบตำแหน่งของค่าศักย์ไฟฟ้าออกซิเดชันของชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซินที่ +0.45 โวลต์ และ +0.70 โวลต์ (เทียบกับ Ag / AgCl) ตามลำดับ และให้ค่ากระแสไฟฟ้าที่สูงกว่าข้าวไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนแบบไม่ผ่านกระบวนการตัดแปรมีผิวหน้าประมาณ 4 ถึง 8 เท่า จากนั้นได้ทำการศึกษาผลของตัวแปรต่าง ๆ ที่มีอิทธิพลต่อประสิทธิภาพของการวิเคราะห์ เช่น ชนิดและค่าความเป็นกรดเบสของสารละลายอิเล็กโทรไลต์สำหรับการตัดแปรมีผิวหน้าข้าวไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีน ช่วงศักย์ไฟฟ้าในการสแกน จำนวนรอบในการสแกน และอัตราเร็วในการสแกนในเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรีสำหรับการตัดแปรมีผิวหน้าข้าวไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีน แอมพลิจูด ความถี่ และการเพิ่มขึ้นของค่าศักย์ไฟฟ้าในเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรีสำหรับการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซินแบบพร้อมกัน พบว่าภายใต้สภาวะที่เหมาะสม ได้ช่วงความเข้มข้นที่เป็นเส้นตรงสำหรับการตรวจวัดปริมาณชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซินในช่วงตั้งแต่ 0.01 ไมโครโมลาร์ ถึง 5.0 ไมโครโมลาร์ และ 0.100 ไมโครโมลาร์ ถึง 10.0 ไมโครโมลาร์ ตามลำดับ โดยมีขีดจำกัดการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซินเท่ากับ 10 นาโนโมลาร์ และ 100 นาโนโมลาร์ ตามลำดับ ต่อมาได้นำข้าวไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้นไปใช้สำหรับการตรวจหาปริมาณชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซินแบบพร้อมกันในตัวอย่างเครื่องดื่มบางชนิด พบว่าค่าร้อยละการคืนกลับอยู่ในช่วง 94.25 ถึง 107.73 ซึ่งสามารถยอมรับได้ และให้ผลการวิเคราะห์ที่สอดคล้องกับวิธีมาตรฐาน จากการค้นพบวิธีใหม่นี้นำมาซึ่งความง่าย ความสะดวกและความคุ้มค่าสำหรับการผลิตข้าวไฟฟ้าโดยไม่ต้องใช้วัสดุตัดแปรมีราคาแพง ดังนั้นวิธีที่ได้พัฒนาขึ้นนี้จึงถือได้ว่าเป็นอีกทางเลือกหนึ่งที่น่าสนใจสำหรับการวิเคราะห์สีสังเคราะห์ชนิดอื่น ๆ ในอาหารสืบต่อไป

คำสำคัญ : ชั้นเซตเยลโล่, คาร์ตราซิน, ข้าวไฟฟ้าแบบพิมพ์สกรีนแกรฟีน, โอเวอร์ออกซิเดชัน

Title	DEVELOPMENT OF SCREEN-PRINTED GRAPHENE ELECTRODE BY OVEROXIDATION FOR SIMULTANEOUS DETERMINATION OF SUNSET YELLOW AND TARTRAZINE
Author	SUPASIT HIRUNSAK
Degree	MASTER OF SCIENCE
Academic Year	2020
Thesis Advisor	Associate Professor Dr. Weena Siangproh

In this research, the simultaneous determination of sunset yellow (SY) and tartrazine (TAR) was first proposed using a screen-printed graphene electrode (SPGE) pretreated surface by the overoxidation technique. For the overoxidation process, a 0.1 M phosphate buffer solution at pH 7 was used as a non-toxic overoxidizing reagent and cyclic voltammetric technique was employed for the preparation of electrode. To obtain the proposed electrodes, the potential was scanned in the range of -0.5 V to +2.0 V (versus Ag/AgCl) for five cycles. After the oxidizing process, the prepared electrode was employed to investigate the electrochemical properties of SY and TAR using square-wave voltammetry. The well-defined oxidation peaks of SY and TAR were observed at +0.45 V and +0.70 V (versus Ag/AgCl), respectively. In comparison to unpretreated SPGE, it was found that the oxidative current obtained from the proposed electrode was about four to eight times higher than that obtained from unpretreated SPGE. In order to achieve optimal conditions, all experimental parameters affected analytical performance such as types and the pH of the supporting electrolyte, the applied potential range, the number of cycles and the scan rate of cyclic voltammetry in preparation for overoxidized-SPGE, amplitude, frequency and step potential of square wave voltammetry for the determination of SY and TAR were systematically investigated. Under the optimized variables, the calibration curves of SY and TAR were obtained in the ranges from 0.01 μM to 5.0 μM and 0.1 μM to 10.0 μM with detection limits of 10 nM and 100 nM, respectively. In addition, the developed electrodes were successfully applied for the simultaneous determination of SY and TAR in some beverages. The percentage of recovery values were in a range between 94.25 to 107.73%, which were acceptable and the results obtained were agreed on with the standard method. These new findings offer simplicity, convenience and cost-effectiveness for electrode fabrication. Moreover, this methodology could be considered as an alternative assay for the routine analysis of other food colorants in various food samples.

Keyword : Sunset yellow, Tartrazine, Overoxidation, Screen-printed graphene electrode



กิตติกรรมประกาศ

ปริญญาานิพนธ์นี้เสร็จสมบูรณ์ได้ด้วยดี เนื่องด้วยผู้วิจัยได้รับความเมตตาจาก รองศาสตราจารย์ ดร. วิณา เสียงเพราะ อาจารย์ที่ปรึกษาปริญญาานิพนธ์ ซึ่งให้คำปรึกษาการจัดการอย่างเป็นระบบ ตลอดจนคำแนะนำ ข้อชี้แนะต่าง ๆ ในการตรวจสอบแก้ไขข้อบกพร่องอย่างเคร่งครัด คอยให้ความช่วยเหลือในการดำเนินงานวิจัย และการเขียนปริญญาานิพนธ์นี้แก่ผู้วิจัยเป็นอย่างดี อีกทั้งทำให้ผู้วิจัยได้รับประสบการณ์ ได้เรียนรู้ และเห็นคุณค่าของงานวิจัย ผู้วิจัยรู้สึกซาบซึ้ง และขอกราบขอบพระคุณเป็นอย่างสูงไว้ ณ โอกาสนี้

ขอขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ ดร. อัญชลี สำเภา ประธานกรรมการสอบในการสอบปากเปล่าปริญญาานิพนธ์ และผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. เกียรติศักดิ์ สงศรีโรจน์ กรรมการควบคุมการสอบปากเปล่าปริญญาานิพนธ์ ที่กรุณาให้คำแนะนำ ชี้แนะข้อบกพร่อง เพื่อให้ปริญญาานิพนธ์ฉบับนี้มีความสมบูรณ์มากยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณ คณาจารย์ประจำภาควิชาเคมี มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ ทุกท่านที่ได้ถ่ายทอดความรู้ และให้ความช่วยเหลือผู้วิจัยเป็นอย่างดีเสมอมา

ขอขอบคุณ เพื่อน รุ่นพี่ และรุ่นน้อง ภาควิชาเคมี มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ ที่คอยช่วยเหลือ และให้กำลังใจเสมอมา

สำหรับคุณงามความดีใดที่เกิดจากปริญญาานิพนธ์ฉบับนี้ข้าพเจ้าขอมอบให้ บิดามารดา ที่ได้อบรมเลี้ยงดู ตลอดจนผู้มีพระคุณทุกท่านที่คอยให้ความช่วยเหลือ และสนับสนุน ให้ผู้วิจัยมีความมานะ พยายามประสบความสำเร็จในการศึกษา ผู้วิจัยมีความซาบซึ้ง ในความกรุณาอันดีเยี่ยมจากทุกท่านที่ได้เอื้อ และมีได้เอื้อนามมา ณ ที่นี้ และขอกราบขอบพระคุณมา ณ โอกาสนี้

ศุภสิทธิ์ หิรัญศักดิ์

สารบัญ

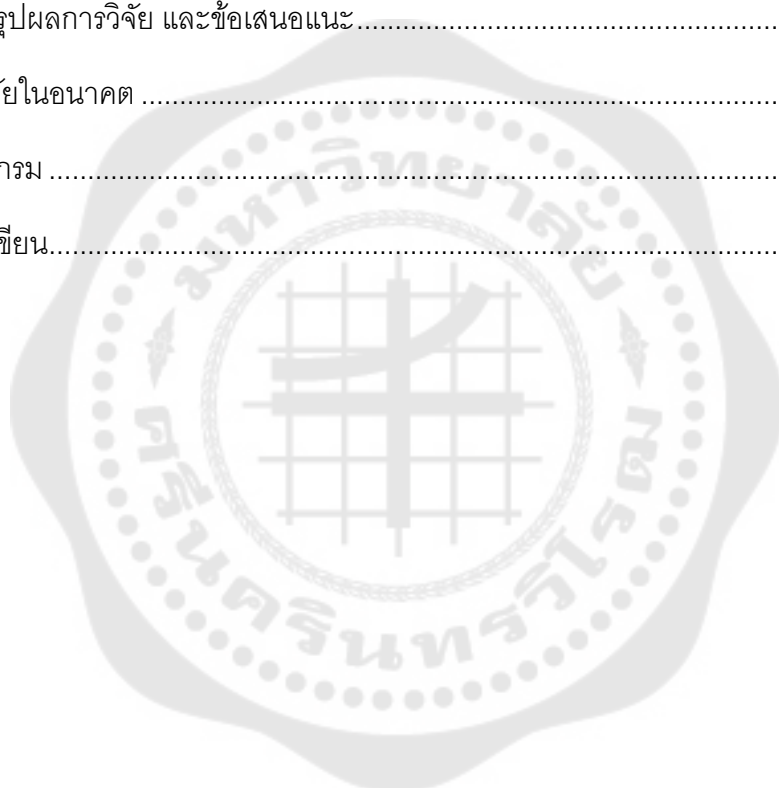
	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ข
สารบัญ	ช
สารบัญตาราง.....	ฐ
สารบัญรูปภาพ	ฑ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1. ภูมิหลัง	1
2. ความมุ่งหมายของงานวิจัย.....	3
3. ความสำคัญของงานวิจัย	3
4. ขอบเขตงานวิจัย	3
5. ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย	4
บทที่ 2 เอกสาร และงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	6
1. สีสังเคราะห์ (Synthetic dyes).....	6
1.1. ซันเซตเยลโล่ (Sunset Yellow, E110)	7
1.2. ตาร์ตราซีน (Tartrazine, E102).....	8
2. การวิเคราะห์เชิงเคมีไฟฟ้า	9
2.1. เคมีวิเคราะห์เชิงไฟฟ้า	9
2.2. ชนิดของเซลล์เคมีไฟฟ้า	10
2.2.1. เซลล์กัลวานิก (Galvanic cell)	10
2.2.2. เซลล์อิเล็กโทรไลต์ (Electrolytic cell).....	10

2.3. โพลเทนซีอเมตรี (Potentiometry)	11
2.4. โวลแทมเมตรี (Voltammetry)	11
2.4.1. ความเป็นมาของกลุ่มวิธีการวิเคราะห์โวลแทมเมตรี	11
2.4.2. เทคนิควิธีวิเคราะห์ในกลุ่มโวลแทมเมตรี	12
2.5. พัลส์โวลแทมเมตรี (Pulse voltammetry).....	12
2.5.1. พัลส์ปกติ (Normal pulse)	12
2.5.2. ดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์ (Differential pulse)	13
2.5.3. สแควร์วอฟ (Square wave).....	14
2.6. ขั้วไฟฟ้า (Electrode)	15
2.6.1. ขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีน (Screen-printed electrode).....	16
2.6.2. แกรฟีน (Graphene).....	16
3. การศึกษาประสิทธิภาพของวิธีการวิเคราะห์ (Analytical performances).....	17
3.1. พารามิเตอร์ (Parameter) ที่ใช้สำหรับศึกษาประสิทธิภาพของวิธีการวิเคราะห์ (A analytical performances).....	18
3.1.1. ความแม่นยำ (Accuracy)	18
3.1.1.1. วิเคราะห์ CRM (Certified Reference Material).....	18
3.1.1.2. ในกรณีที่ไม่สามารถหา CRM ที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ได้ สามารถจะหา Estimated accuracy ได้โดย	19
3.1.2. ความเที่ยง (Precision)	20
3.1.3. LOD และ LOQ (Limit of detection and Limit of quantitation).....	21
3.1.4 ความสัมพันธ์เชิงเส้น (Linearity).....	22
3.1.5 ความจำเพาะ (Selectivity หรือ Specificity)	22
4. เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	22

4.1. งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการวิเคราะห์ปริมาณสีสังเคราะห์ชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีน	23
4.1.1. งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการวิเคราะห์ปริมาณสีสังเคราะห์ชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนโดยใช้วิธีการทางสเปกโทรเมตรี	23
4.1.2. งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการวิเคราะห์ปริมาณสีสังเคราะห์ชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนโดยใช้เทคนิคการแยกโครมาโตกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง	24
4.1.3. งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการวิเคราะห์ปริมาณสีสังเคราะห์ชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนโดยใช้วิธีการทางเคมีไฟฟ้า	24
4.2. งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการใช้เทคนิคไอเวอร์ออกซิเดชันในการพัฒนาขั้วไฟฟ้า	28
บทที่ 3 วิธีดำเนินงานวิจัย	30
1. อุปกรณ์ เครื่องมือและสารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย	30
1.1. อุปกรณ์ และเครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย	30
1.2. สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย	30
2. การพัฒนาขั้วไฟฟ้าเพื่อเพิ่มความจำเพาะ และสภาพไวในการวิเคราะห์ปริมาณชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีน	31
2.1. การเตรียมขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีน	31
2.2. การดัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนด้วยเทคนิคไอเวอร์ออกซิเดชัน	31
2.3. การวิเคราะห์เชิงปริมาณของสารละลายผสมชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีน เพื่อทำการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี	32
2.4. การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการดัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนด้วยเทคนิคไอเวอร์ออกซิเดชัน	32
2.5. การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนแบบพร้อมด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี	33
2.6. ประสิทธิภาพของวิธีการวิเคราะห์ (Analytical performances)	33

2.6.1. การหาค่าขีดจำกัดในการตรวจวัด (LOD) และค่าขีดจำกัดในการวิเคราะห์ทางปริมาณ (LOQ)	33
2.6.2. การหาช่วงความสัมพันธ์เชิงเส้น (Linearity).....	34
2.6.3. ความจำเพาะ (Selectivity).....	34
2.7. การวิเคราะห์หาปริมาณชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนในตัวอย่างเครื่องดื่ม	34
บทที่ 4 ผลการทดลอง และอภิปรายผลการทดลอง	36
1. การเปรียบเทียบพฤติกรรมทางเคมีไฟฟ้าเบื้องต้นของชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนระหว่างขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนที่ผ่านและไม่ผ่านการปรับปรุงผิวหน้าด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชัน.....	36
2. การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการดัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชัน.....	38
2.1. ชนิดของสารละลายอิเล็กโทรไลต์	38
2.2. อิทธิพลค่าความเป็นกรดและเบสของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ฟอสเฟสบัฟเฟอร์เข้มข้น 0.1 โมลาร์ในการดัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้า	40
2.3. ช่วงศักย์ไฟฟ้าในการสแกนด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรีสำหรับการเตรียมขั้วไฟฟ้าด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชัน.....	42
2.4. จำนวนรอบในการสแกนเพื่อดัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชัน	43
2.5. อัตราเร็วในการสแกน (Scan rate) ศักย์ไฟฟ้าเพื่อดัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชัน.....	45
3. การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนแบบพร้อมด้วยเทคนิคสแควร์โวลแทมเมตรี.....	46
3.1. แอมพลิจูด (Amplitude)	47
3.2. ความถี่ (Frequency)	47
3.3. การเพิ่มขึ้นของค่าศักย์ไฟฟ้า (Step potential)	48

4. การศึกษาประสิทธิภาพของวิธีการวิเคราะห์สำหรับการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และตาร์ดราซีนแบบพร้อมกันด้วยเทคนิคสแควร์วอพลแอมเมตรี.....	49
4.1. การหาช่วงความสัมพันธ์เชิงเส้น (Linearity) และขีดจำกัดต่ำสุดในการตรวจวัด (LOD)	49
4.2. ความจำเพาะ (Selectivity)	52
5. การหาปริมาณชั้นเซตเยลโล่และตาร์ดราซีนแบบพร้อมกันในตัวอย่างเครื่องดื่ม	53
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัย และข้อเสนอแนะ.....	55
งานวิจัยในอนาคต	59
บรรณานุกรม	60
ประวัติผู้เขียน.....	67



สารบัญตาราง

	หน้า
ตาราง 1 ระดับความเที่ยงตรงของการวิเคราะห์ตัวอย่างที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ กัน	19
ตาราง 2 ระดับความแม่นยำของการวิเคราะห์ตัวอย่างที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ กัน.....	20
ตาราง 3 ตัวอย่างการวิเคราะห์หาปริมาณชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซีนแบบพร้อมกันด้วยเทคนิคทางเคมีไฟฟ้า.....	26
ตาราง 4 แสดงค่าที่ได้จากการตรวจวัดด้วยวิธีที่ได้พัฒนาขึ้นเทียบกับการใช้เทคนิคมาตรฐาน ...	54



สารบัญรูปภาพ

หน้า

ภาพประกอบ 1 กลไกปฏิกิริยาทางเคมีไฟฟ้าและโครงสร้างของสี่สังเคราะห์ชั้นเซตเยลโล่.....	8
ภาพประกอบ 2 กลไกปฏิกิริยาทางเคมีไฟฟ้าและโครงสร้างสี่สังเคราะห์คาร์ตราซีน	8
ภาพประกอบ 3 รูปแบบสัญญาณกระตุ้นแบบพัลส์ปกติ (Normal pulse).....	13
ภาพประกอบ 4 รูปแบบสัญญาณกระตุ้นแบบดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์ (Differential pulse)	14
ภาพประกอบ 5 รูปแบบสัญญาณกระตุ้นแบบสแควร์เวฟ(Square wave)	15
ภาพประกอบ 6 โครงสร้างแกรฟีน	17
ภาพประกอบ 7 แสดงสแควร์เวฟโวลแทมโมแกรมของชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซีนแบบพร้อมกัน โดยใช้ขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนที่ไม่ผ่านการดัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้า(สีน้ำเงิน) และขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนที่ผ่านการดัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชัน (สีเขียว)	38
ภาพประกอบ 8 แสดงการเปรียบเทียบค่ากระแสไฟฟ้าของการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซีนแบบพร้อมกันที่ได้จากการดัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีน โดยใช้สารละลายอิเล็กโทรไลต์ชนิดต่าง ๆ	40
ภาพประกอบ 9 แสดงการเปรียบเทียบค่ากระแสไฟฟ้าของการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซีนแบบพร้อมกันในการดัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าโดยใช้สารละลายฟอสเฟสบัฟเฟอร์ เข้มข้น 0.1 โมลาร์ ที่มีค่าความเป็นกรดเบสแตกต่างกัน	41
ภาพประกอบ 10 แสดงโวลแทมโมแกรมของการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซีนแบบพร้อมกันในการดัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชันโดยใช้ช่วงศักย์ไฟฟ้าการสแกนที่แตกต่างกัน	43
ภาพประกอบ 11 แสดงการเปรียบเทียบค่ากระแสไฟฟ้าของการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซีนแบบพร้อมกันที่ได้จากการดัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชัน โดยใช้จำนวนรอบในการสแกนที่แตกต่างกัน	44

ภาพประกอบ 12 แสดงการเปรียบเทียบค่ากระแสไฟฟ้าของการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และตาร์ดรา
 ซีนแบบพร้อมกันที่ได้จากการตัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนโดยใช้อัตราเร็วในการ
 สแกนที่แตกต่างกัน 46

ภาพประกอบ 13 แสดงการเปรียบเทียบค่ากระแสไฟฟ้าของการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และตาร์ดรา
 ซีนแบบพร้อมกัน ในการตรวจวัดด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรีที่มีการให้ค่าแอมพลิจูด
 แตกต่างกัน..... 47

ภาพประกอบ 14 แสดงการเปรียบเทียบค่ากระแสไฟฟ้าของการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และตาร์ดรา
 ซีนแบบพร้อมกัน ในการตรวจวัดด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรีที่มีการให้ค่าความถี่แตกต่าง
 กัน 48

ภาพประกอบ 15 แสดงการเปรียบเทียบค่ากระแสไฟฟ้าของการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และตาร์ดรา
 ซีนแบบพร้อมกัน ในการตรวจวัดด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรีที่มีการเพิ่มขึ้นของค่า
 ศักย์ไฟฟ้าที่แตกต่างกัน 49

ภาพประกอบ 16 แสดงสแควร์เวฟโวลแทมโมแกรมของการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และตาร์ดราซึ
 นแบบพร้อมกัน โดยกำหนดให้ตาร์ดราซีนมีความเข้มข้นคงที่เท่ากับ 1.0 ไมโครโมลาร์ และให้ชั้น
 เซตเยลโล่มีความเข้มข้นในช่วง 0.01 ถึง 5.00 ไมโครโมลาร์ 50

ภาพประกอบ 17 แสดงสแควร์เวฟโวลแทมโมแกรมของการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และตาร์ดราซึ
 นแบบพร้อมกัน โดยกำหนดให้ชั้นเซตเยลโล่มีความเข้มข้นคงที่เท่ากับ 1.0 ไมโครโมลาร์ และให้
 ตาร์ดราซีนมีความเข้มข้นในช่วง 0.1 ถึง 10.0 ไมโครโมลาร์..... 51

ภาพประกอบ 18 กราฟแสดงความสัมพันธ์เชิงเส้นระหว่างกระแสไฟฟ้าที่ตรวจวัดได้กับความ
 เข้มข้นของชั้นเซตเยลโล่ในหน่วยไมโครโมลาร์ 51

ภาพประกอบ 19 กราฟแสดงความสัมพันธ์เชิงเส้นระหว่างกระแสไฟฟ้าที่ตรวจวัดได้กับความ
 เข้มข้นของตาร์ดราซีนในหน่วยไมโครโมลาร์ 52

ภาพประกอบ 20 แสดงค่ากระแสไฟฟ้าที่เปลี่ยนแปลงจากการรบกวนด้วยสารรบกวนต่าง ๆ ที่
 ความเข้มข้นมากกว่าชั้นเซตเยลโล่และตาร์ดราซีน 100 เท่า (ประกอบด้วย ไอออนโซเดียม ไอออน
 แคลเซียม และไอออนเหล็ก) และ 50 เท่า (ประกอบด้วย กรดแอสคอร์บิก กรดซิตริก และน้ำตาล
 กลูโคส) 53

บทที่ 1

บทนำ

1. ภูมิหลัง

ในอดีตมนุษย์มีการใช้สีจากธรรมชาติที่ได้มาจากแร่ธาตุในพืช สัตว์ หรือแมลงต่าง ๆ และยังเป็นส่วนหนึ่งของการดำรงชีวิตในแต่ละยุคสมัย โดยมักจะมีการใช้สีจากธรรมชาติในการทาสีร่างกายหรือตกแต่งเชิงสัญลักษณ์ในพิธีกรรมต่าง ๆ ใช้ย้อมผ้าในการเป็นเครื่องนุ่งห่ม ใช้วาดภาพ ใช้เติมแต่งในอาหาร และอื่น ๆ อีกมากมาย จึงเป็นที่หลีกเลี่ยงไม่ได้ว่าสีสังเคราะห์ต่าง ๆ นั้นมีความสัมพันธ์ต่อมนุษย์ในด้านอารมณ์ ความรู้สึก ความคิด ตลอดจนปฏิกิริยาการตอบสนองของร่างกาย โดยเฉพาะอย่างยิ่งความอยากอาหาร ซึ่งถือเป็นหนึ่งในปฏิกิริยาการตอบสนองของมนุษย์เช่นกัน

โดยในปัจจุบัน โลกมีการพัฒนาทางด้านอุตสาหกรรม และเทคโนโลยีมากขึ้น ทำให้สีธรรมชาติถูกนำมาใช้งานน้อยลง เนื่องจากจำเป็นต้องใช้ต้นทุนในการผลิตที่มาก ใช้เวลานาน รวมถึงสีบางชนิดนำมาใช้งานได้ยาก และมีความเข้มข้นที่ควบคุมได้ยากในแต่ละรอบที่ผลิต จึงทำให้สีธรรมชาติคงเหลือการใช้ประโยชน์เพียงน้อยนิด โดยในยุคอุตสาหกรรมที่ผ่านมา ความต้องการการใช้สีกับผลิตภัณฑ์ในปริมาณที่มาก และต้องการความเข้มข้นที่เท่ากันในทุกครั้งที่ผลิต จึงได้มีการหันมาใช้สีสังเคราะห์จากสารเคมีมากขึ้น โดยสีสังเคราะห์สามารถทำให้มีสีสังเคราะห์หลากหลายตามความต้องการ โดยสามารถควบคุมจากค่าความเป็นกรดเบสได้ อีกทั้งยังสามารถสังเคราะห์ได้ในปริมาณมาก มีความเหมือนกันในทุกรอบการผลิต และมีต้นทุนการผลิตต่ำกว่าสีจากธรรมชาติ จึงเป็นสาเหตุทำให้ผู้คนหันมาใช้สีสังเคราะห์กันมากขึ้น

แต่อย่างไรก็ตาม การใช้งานสีสังเคราะห์โดยปราศจากความรู้ ความเข้าใจที่ถูกต้อง ก็จะทำให้ส่งผลเสียได้ อาทิเช่น การมีสารสีตกค้างในน้ำย้อมปริมาณมากก็จะทำให้เกิดการปนเปื้อนของสีสังเคราะห์ และสารเติมแต่งจำพวกโลหะหนักจากสีสังเคราะห์ในแหล่งน้ำธรรมชาติได้ ก่อให้เกิดมลภาวะต่อสิ่งแวดล้อม และต่อสุขภาพของประชาชน และชุมชน หรือการแต่งเติมสีสังเคราะห์ในปริมาณที่มากเกินไปในอาหารก็จะทำให้เกิดอันตรายต่อสุขภาพของผู้บริโภคได้ โดยอาจเป็นอันตรายที่มาจากตัวสีสังเคราะห์เอง หรือจากสารปนเปื้อนต่าง ๆ ที่เกิดขึ้นในกระบวนการสังเคราะห์ จำพวกโลหะหนักก็เป็นได้

โดยสีสังเคราะห์นั้นเมื่อเข้าสู่ร่างกาย ก็จะทำให้ส่งผลเสียต่อสุขภาพที่แตกต่างกันขึ้นอยู่กับชนิด ซึ่งเมื่อรับประทานสีสังเคราะห์ในปริมาณมากก็จะก่อให้เกิดอาการคลื่นไส้ อาเจียน หรืออาจเกิดผื่น คัน รวมไปถึงเป็นสารก่อภูมิแพ้ และมะเร็งได้

อีกทั้งในปัจจุบันพบว่าผลิตภัณฑ์อาหารที่มักมีการเติมแต่งสีสังเคราะห์นั้นมักจะมีกลุ่มเป้าหมายหลักเป็นผู้เยาว์ เช่น ลูกอม น้ำอัดลม ไล้กรอก สีผสมในขนมขาไก่ โดนัท หรือไอศกรีมหลากสี เนื่องจากการมีสีสังเคราะห์นั้นย่อมดึงดูดให้น่ารับประทาน และเนื่องจากผู้เยาว์มีน้ำหนักตัวน้อยกว่าผู้ใหญ่ทำให้ปริมาณที่จะรับได้ในหนึ่งวันก็น้อยกว่าเช่นกัน จึงจำเป็นต้องมีการควบคุมและตรวจสอบปริมาณสีสังเคราะห์ในอาหารอย่างเคร่งครัดเพื่อลดอันตรายจากการบริโภค

สำหรับวิธีการตรวจวิเคราะห์ปริมาณสีสังเคราะห์ที่มีประสิทธิภาพ และนิยมใช้ในปัจจุบันคือเทคนิคทางสเปกโทรเมตรี (Spectrometry) เนื่องจากสีสังเคราะห์ เป็นสารสีที่มีความสามารถในการดูดกลืนคลื่นแสง (Spectrum) ซึ่งมีความยาวคลื่นต่างกันตามแต่ละชนิดของสี และมักใช้เทคนิคการแยกแบบโครมาโทกราฟี (Chromatography) ในการแยกสารสีที่ต้องตรวจวัดออกจากสารอื่นเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการวิเคราะห์ อย่างไรก็ตามวิธีเหล่านี้ล้วนมีประสิทธิภาพ และความแม่นยำสูง แต่ก็ยังคงมีข้อจำกัดคือ มีขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างที่ซับซ้อน และใช้เวลานาน ใช้ปริมาณตัวอย่างมาก เครื่องมือมีขนาดใหญ่ ราคาแพง และจำเป็นต้องใช้ผู้เชี่ยวชาญในการตรวจวิเคราะห์ ด้วยสาเหตุเหล่านี้จึงนำไปสู่การพัฒนาวิธีการวิเคราะห์หาปริมาณสีสังเคราะห์ ซึ่งได้แก่เซ็นเซอร์อิเล็กโทรดและคาร์ตราซินแบบพร้อมกันในตัวอย่างจริง เช่นอาหาร หรือเครื่องดื่ม ด้วยวิธีที่ทำได้ง่าย สะดวก ให้ผลที่เชื่อถือได้ และสามารถตรวจวิเคราะห์ได้อย่างรวดเร็ว

เทคนิคทางเคมีไฟฟ้าจึงเป็นอีกทางเลือกหนึ่งสำหรับการตรวจวัดปริมาณสีสังเคราะห์ เนื่องจากเป็นเทคนิคที่ได้รับความนิยม และถูกนำมาพัฒนาใช้เพื่อแก้ไขข้อจำกัดของวิธีวิเคราะห์มาตรฐาน ซึ่งคุณลักษณะที่โดดเด่นของเทคนิคทางเคมีไฟฟ้าคือ ใช้งานง่าย มีขั้นตอนการเตรียมสารตัวอย่างที่ไม่ยุ่งยากซับซ้อน วิเคราะห์ผลได้รวดเร็ว และสามารถใช้งานร่วมกับขั้วไฟฟ้าขนาดเล็กได้ เช่น ขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีน (Screen-printed electrode) ซึ่งในการตรวจวัดจะใช้สารตัวอย่างปริมาณน้อย พกพาได้สะดวก สามารถนำไปใช้ตรวจวัดสารตัวอย่างเชิงภาคสนามได้ จากข้อดีของเทคนิคทางเคมีไฟฟ้า งานวิจัยนี้จึงมุ่งเน้นศึกษา และพัฒนาวิธีการวิเคราะห์หาปริมาณสีสังเคราะห์ได้แก่ เซ็นเซอร์อิเล็กโทรดและคาร์ตราซินแบบพร้อมกันในตัวอย่างอาหาร และเครื่องดื่ม โดยใช้ขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีน เช่น แกรฟีน (Graphene) ซึ่งสามารถนำไฟฟ้าได้ดี มีการเพิ่มพื้นที่ผิวในการถ่ายโอนอิเล็กตรอน และดัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าด้วยเทคนิคโพลีเมอร์ออกซิเดชัน เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการตรวจวัด และใช้เทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี (Square-wave voltammetry, SWV) ในการหาปริมาณของสีสังเคราะห์เพื่อเป็นการนำเสนอเทคนิคทางเลือกใหม่ที่สามารถนำมาใช้ตรวจวิเคราะห์สีสังเคราะห์และคาร์ตราซินแบบพร้อมกัน

2. ความมุ่งหมายของงานวิจัย

ในงานวิจัยนี้ผู้วิจัยได้ตั้งความมุ่งหมายไว้ดังนี้

1. เพื่อศึกษาการปรับปรุงผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนด้วยเทคนิคไอเวอร์ออกซิเดชัน สำหรับการตรวจวิเคราะห์สีสังเคราะห์ ได้แก่ ชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีน
2. เพื่อพัฒนาวิธีการตรวจวัดปริมาณสีชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีน แบบพร้อมกัน อย่างมีประสิทธิภาพ ด้วยเทคนิคทางเคมีไฟฟ้าโดยใช้ขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนที่ปรับปรุงผิวหน้าด้วยเทคนิคไอเวอร์ออกซิเดชัน
3. เพื่อนำวิธีที่พัฒนาขึ้นไปประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนแบบพร้อมกัน ในตัวอย่างเครื่องดื่ม

3. ความสำคัญของงานวิจัย

1. ทำให้ทราบถึงวิธีการปรับปรุงผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนด้วยเทคนิคไอเวอร์ออกซิเดชัน สำหรับการตรวจวิเคราะห์สีสังเคราะห์ ได้แก่ สีชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีน
2. ได้วิธีที่มีประสิทธิภาพในการตรวจวัดปริมาณสีสังเคราะห์ชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนแบบพร้อมกัน ด้วยเทคนิคทางเคมีไฟฟ้าโดยใช้ขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนที่ปรับปรุงผิวหน้าด้วยเทคนิคไอเวอร์ออกซิเดชัน
3. สามารถนำวิธีที่พัฒนาขึ้นไปวิเคราะห์ปริมาณสีสังเคราะห์ชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนแบบพร้อมกันในตัวอย่างเครื่องดื่ม

4. ขอบเขตงานวิจัย

1. การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการดัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนด้วยเทคนิคไอเวอร์ออกซิเดชัน โดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี (Cyclic voltammetry) ในการเตรียมขั้วไฟฟ้าเพื่อการตรวจวิเคราะห์สีสังเคราะห์ ได้แก่ ชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนแบบพร้อมกัน อย่างมีประสิทธิภาพ การศึกษาประกอบด้วย
 - 1.1. ชนิดของสารละลายอิเล็กโทรไลต์
 - 1.2. อิทธิพลค่าความเป็นกรด และเบสของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ฟอสเฟสบัฟเฟอร์ เข้มข้น 0.1 โมลาร์
 - 1.3. ช่วงศักย์ไฟฟ้าในการสแกนด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรีสำหรับการเตรียมขั้วไฟฟ้าด้วยเทคนิคไอเวอร์ออกซิเดชัน

1.4. จำนวนรอบในการสแกนเพื่อตัดแปรรูปผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนด้วยเทคนิคโวลต์ออกซิเดชัน

1.5. อัตราเร็วในการสแกน (Scan rate) ศักย์ไฟฟ้าเพื่อตัดแปรรูปผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนด้วยเทคนิคโวลต์ออกซิเดชัน

2. ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมของเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี (Square wave voltammetry) สำหรับการตรวจวิเคราะห์ปริมาณชั้นเซตเยลโล่และดาร์ตราซินแบบพร้อมกัน โดยใช้ขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนที่ผ่านการตัดแปรรูปแล้ว พารามิเตอร์การทดลองประกอบด้วย

2.1. แอมพลิจูด (Amplitude)

2.2. ความถี่ (Frequency)

2.3. การเพิ่มขึ้นของค่าศักย์ไฟฟ้า (Step potential)

3. การศึกษาประสิทธิภาพของวิธีการวิเคราะห์สำหรับการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และดาร์ตราซินแบบพร้อมกันด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี ได้แก่ ช่วงความสัมพันธ์เชิงเส้น (Linearity) และขีดจำกัดการวิเคราะห์ของวิธีการที่พัฒนาขึ้น (Limit of detection และ Limit of quantitation)

4. ศึกษาผลรบกวน (Selectivity) จากสารปรุงแต่งอื่น ๆ ในอาหาร และเครื่องดื่มสำหรับการตรวจวิเคราะห์ชั้นเซตเยลโล่และดาร์ตราซินแบบพร้อมกัน

5. ศึกษาวิธีการเตรียมตัวอย่างเครื่องดื่มชูกำลัง และเครื่องดื่มกลั่นส้ม

6. วิเคราะห์หาปริมาณสีสังเคราะห์ชั้นเซตเยลโล่และดาร์ตราซินในตัวอย่างเครื่องดื่มบางชนิด

7. ทำการทวนสอบผลการวิเคราะห์ (Validation method) ด้วยวิธีมาตรฐาน เช่น เทคนิคโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง

5. ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

1. ศึกษาค้นคว้าเอกสาร และข้อมูลที่เกี่ยวข้องสำหรับการวิเคราะห์สีสังเคราะห์ชั้นเซตเยลโล่และดาร์ตราซินแบบพร้อมกัน

2. ออกแบบ และเตรียมตัวตรวจวัดทางเคมีไฟฟ้า ได้แก่ ขั้วไฟฟ้าอ้างอิง ขั้วไฟฟ้าช่วย และขั้วไฟฟ้าใช้งานด้วยวิธีการพิมพ์สกรีน

3. ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับตัดแปรรูปผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีน ด้วยเทคนิคโวลต์ออกซิเดชัน โดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี เพื่อตรวจวิเคราะห์สีสังเคราะห์ชั้นเซตเยลโล่และดาร์ตราซินแบบพร้อมกัน ได้แก่ ชนิดของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ใช้สำหรับตัดแปรรูป

ผิวหน้า (ฟอสเฟตบัพเฟอร์ คาร์บอนเนตบัพเฟอร์ แอซิเตทบัพเฟอร์ ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ โซเดียมไฮดรอกไซด์ เป็นต้น) ช่วงความเป็นกรด และเบสของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ (พีเอช 5 ถึง 9) ช่วงการให้ค่าศักย์ไฟฟ้าในการสแกน (-0.50 ถึง +2.25 โวลต์) จำนวนรอบในการสแกน (2 ถึง 6 รอบ) อัตราเร็วในการสแกน (25 ถึง 125 มิลลิโวลต์ต่อวินาที)

4. ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณสีสังเคราะห์ชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนแบบพร้อมกัน ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี ได้แก่ การเพิ่มขึ้นของศักย์ไฟฟ้า (2.5 ถึง 20 มิลลิโวลต์) แอมพลิจูด (20 ถึง 100 มิลลิโวลต์) และความถี่ (10 ถึง 50 เฮิร์ตซ์)

5. ศึกษาประสิทธิภาพของวิธีวิเคราะห์ที่พัฒนาขึ้นเพื่อหาปริมาณสีสังเคราะห์ชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนแบบพร้อมกัน

5.1. การสร้างกราฟมาตรฐาน และหาช่วงความสัมพันธ์เชิงเส้นตรง (Linear range)

5.2. การหาขีดจำกัดต่ำสุดของการตรวจวัด (Limit of detection, LOD) และการหาขีดจำกัดต่ำสุดของการหาปริมาณ (Limit of quantitation, LOQ)

5.3. การหาค่าความเที่ยง (%Relative standard deviation, %RSD)

5.4. การหาค่าร้อยละการกลับคืน (%Recovery)

5.5. ผลรบกวนจากสารอื่น ๆ ที่อาจพบได้ในอาหาร และเครื่องมือที่มีผลต่อการตรวจวิเคราะห์สีสังเคราะห์ชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนแบบพร้อมกัน

6. นำวิธีวิเคราะห์ที่พัฒนาขึ้นมาประยุกต์ใช้กับตัวอย่างเครื่องดื่ม และทวนสอบผลการวิเคราะห์ด้วยวิธีมาตรฐาน

7. วิเคราะห์ข้อมูล สรุปผล เขียนวิทยานิพนธ์ และต้นฉบับ เพื่อเตรียมสำหรับการตีพิมพ์

บทที่ 2

เอกสาร และงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในงานวิจัยนี้เกี่ยวข้องกับการพัฒนาข้าวไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนด้วยเทคนิคไอเวอร์ ออกซิเดชันเพื่อวิเคราะห์ปริมาณสีสังเคราะห์ได้แก่ สีซันเซตเยลโล่ และสีตาร์ตราซีนแบบพร้อมกัน ด้วยวิธีการทางเคมีไฟฟ้า ผู้วิจัยได้ทำการศึกษาค้นคว้าเอกสาร และงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง โดยนำเสนอตามหัวข้อต่าง ๆ ดังนี้

1. สีสังเคราะห์
2. การวิเคราะห์เชิงเคมีไฟฟ้า
3. การศึกษาประสิทธิภาพการใช้ได้ของวิธี
4. เอกสาร และงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

1. สีสังเคราะห์ (Synthetic dyes)

ในปัจจุบันผลิตภัณฑ์อาหารสำเร็จรูปต่าง ๆ ที่มีการจำหน่ายสู่ท้องตลาดนั้นมักมีการเติมแต่งสี กลิ่น และรสชาติให้นำรับประทาน ฉะนั้นลักษณะของสีในอาหารจึงเป็นสิ่งที่มีความสำคัญในอุตสาหกรรมการผลิต ผู้ผลิตจึงเลือกใช้สีผสมอาหารในการเติมแต่งสีของอาหารเพื่อเป็นการดึงดูดผู้บริโภค โดยพื้นฐานสีผสมอาหารมักจะเป็นสีที่ได้มาจากธรรมชาติ โดยได้มาจากเม็ดสีของพืชหรือสัตว์ อาทิเช่น สีเหลืองจากขมิ้นชัน สีเขียวจากใบเตย สีม่วงจากดอกอัญชัน และอื่น ๆ อีกมากมาย แต่เนื่องจากสีที่ได้จากธรรมชาติจำเป็นต้องใช้ในปริมาณมาก และการควบคุมความเข้มข้นของสีในแต่ละครั้งทำได้ยาก จึงได้มีการผลิตสีสังเคราะห์ขึ้นมาเพื่อใช้ในอุตสาหกรรมดังกล่าว

สีสังเคราะห์ หมายถึงสารอินทรีย์ที่ได้จากการสังเคราะห์ขึ้นเพื่อใช้เป็นวัตถุเจือปนอาหาร (Food additive) ในกลุ่มสีผสมอาหาร (Food color) ซึ่งมีลักษณะถูกต้องตามข้อกำหนด และปลอดภัยต่อการบริโภค สีสังเคราะห์มีราคาถูกกว่าสีธรรมชาติ ให้สีสด สม่ำเสมอ โดยจะมีสีที่หลากหลายกว่าสีจากธรรมชาติ และมีจำหน่ายในรูปแบบที่หลากหลายตามความต้องการ เช่น รูปแบบเม็ดสี สีผสมแบบผง แบบสารละลาย หรือ สารแขวนลอย ซึ่งมีความสะดวกในการเลือกใช้อกับอาหารแต่ละแบบแตกต่างกันไป จึงมีความนิยมในการใช้สีสังเคราะห์มากกว่าสีธรรมชาติ

สีสังเคราะห์นั้นมียันตรายต่อผู้บริโภคมากกว่าสีธรรมชาติ เนื่องจากสีสังเคราะห์มีผลต่อสมดุล และประสิทธิภาพของน้ำย่อยในกระเพาะอาหาร อาจทำให้เกิดอาการอาหารย่อยยาก ท้องอืด ท้องเฟ้อ เป็นต้น อีกทั้งอาจมีการปนเปื้อนของโลหะหนักจากกระบวนการสังเคราะห์สี

ถึงแม้จะมีปริมาณน้อยกว่ามาตรฐานที่กำหนด หากรับประทานอย่างต่อเนื่องก็สามารถทำให้เกิดการสะสม และมีอันตรายต่อร่างกายได้ โดยจะเป็นสารก่อมะเร็ง (Combes และ Haveland-Smith, 1982) หรือสารก่อให้เกิดโรคมะเร็ง และโรคหอบหืด (Feketea และ Tsabouri, 2017) เป็นต้น

จากอันตรายของสีสังเคราะห์ที่ได้กล่าวมา กระทรวงสาธารณสุขจึงได้กำหนดข้อบังคับเกี่ยวกับสีผสมอาหาร ในฉบับที่ 21 (พ.ศ. 2522) ว่าด้วยสีผสมอาหารจัดเป็นอาหารควบคุมเฉพาะ ซึ่งสีผสมอาหารที่ได้มาตรฐานจะต้องมีคุณสมบัติดังนี้

1. ไม่มีสารพิษ และเป็นสารสีไม่เกิดอันตรายแก่ผู้บริโภค
2. พบโลหะหนักของโครเมียม แคดเมียม ปรอท และซีลีเนียมอย่างใดอย่างหนึ่งไม่เกิน 1 มิลลิกรัมต่ออาหาร 1 กิโลกรัม
3. พบสารหนู ไม่เกิน 5 มิลลิกรัมต่ออาหาร 1 กิโลกรัม
4. พบตะกั่ว ไม่เกิน 20 มิลลิกรัมต่ออาหาร 1 กิโลกรัม
5. พบโลหะหนักชนิดอื่น ๆ รวมกันไม่เกิน 20 มิลลิกรัมต่ออาหาร 1 กิโลกรัม

และมีข้อกำหนดปริมาณการใช้ดังนี้

1. เครื่องดื่ม ไอศกรีม ลูกกวาด และขนมหวานที่ใช้สีผสมอาหารตามข้อ 2 ให้ใช้ได้ไม่เกิน 70 มิลลิกรัมต่ออาหาร 1 กิโลกรัม ยกเว้นสีปองโซ โฟร์อาร์ และสีบิลเลียนด์บลู เอ็ฟซีเอ็ฟ ที่อนุญาตให้ไม่เกิน 50 มิลลิกรัมต่ออาหาร 1 กิโลกรัม

2. อาหารอื่นที่มีใช้อาหารตาม ข้อ 1

- 2.1. สีปองโซ โฟร์อาร์ (Ponceau 4 R) และสีบิลเลียนด์ บลู เอ็ฟซีเอ็ฟ (Brilliant Blue FCF) ใส่ในอาหารได้ ไม่เกิน 50 มิลลิกรัมต่ออาหาร 1 กิโลกรัม

- 2.2. สีเอโซรูบิน (Azorubine) สีเอริโทรซิน (Erythrosine) และสีฟาสต์ กรีน เอ็ฟซีเอ็ฟ (Fast Green FCF) ใส่ในอาหารได้ ไม่เกิน 100 มิลลิกรัมต่ออาหาร 1 กิโลกรัม

- 2.3. สีตาร์ตราซีน (Tartrazine) สีซันเซตเยลโล่ (Sunset Yellow) และสีอินดิโกคาร์มีน หรืออินดิโกติน (Indigocarmine หรือ Indigotine) ใส่ในอาหารได้ ไม่เกิน 200 มิลลิกรัมต่ออาหาร 1 กิโลกรัม

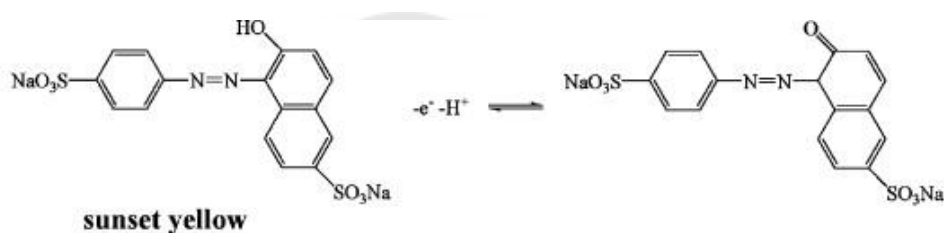
ผู้ทำการวิจัยจึงสนใจที่จะตรวจวิเคราะห์สีสังเคราะห์ที่มีอันตรายดังต่อไปนี้

1.1. ซันเซตเยลโล่ (Sunset Yellow, E110)

ภาพประกอบ 1 แสดงโครงสร้างของซันเซตเยลโล่ และกลไกปฏิกิริยาทางเคมีไฟฟ้าที่คาดว่าจะเกิดขึ้น (Gan และคนอื่น ๆ, 2012) มีสูตรทางเคมีคือ $C_{16}H_{10}N_2Na_2O_7S_2$ มีมวลโมเลกุล

เท่ากับ 452.37 กรัมต่อโมล และมีจุดหลอมเหลวที่ 300 องศาเซลเซียส เป็นสีสังเคราะห์ในประเภท สีย้อมเอโซ (Azo dyes) โดยให้สีเหลืองถึงส้ม มักถูกใช้在水ส้ม โซดาส้ม เยลลี่ส้ม ไอศกรีม เป็นต้น

โดยเนื่องจากอันตรายของสีสังเคราะห์จากที่กล่าวมาจึงได้มีการควบคุม ปริมาณของสีสังเคราะห์จากองค์กรต่าง ๆ อาทิเช่น หน่วยงานความปลอดภัยด้านอาหารแห่งยุโรป หรือ European Food Safety Authority (EFSA) กำหนดปริมาณที่บริโภคได้ของซันเซตเยลโล่ ใน หนึ่งวันไว้ที่ 4 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัมน้ำหนักตัวของผู้บริโภค (EFSA, 2009a)

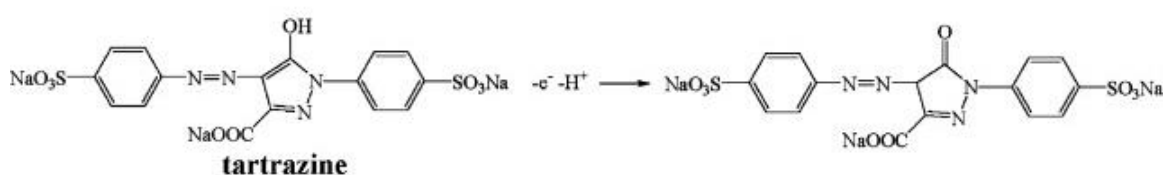


ภาพประกอบ 1 กลไกปฏิกิริยาทางเคมีไฟฟ้าและโครงสร้างของสีสังเคราะห์ซันเซตเยลโล่

1.2. ตาร์ตราซีน (Tartrazine, E102)

ภาพประกอบ 2 แสดงโครงสร้างของตาร์ตราซีน และกลไกปฏิกิริยาทางเคมีไฟฟ้าที่ คาดว่าจะเกิดขึ้น (Gan และคนอื่น ๆ, 2012) มีสูตรทางเคมีเป็น $C_{16}H_9N_4Na_3O_9S_2$ มีมวลโมเลกุล เท่ากับ 534.3 กรัมต่อโมล และมีจุดหลอมเหลวที่ 870 องศาเซลเซียส เป็นสีสังเคราะห์ในประเภท สีย้อมเอโซ (Azo dyes) ที่ให้สีเหลืองมะนาว มักใช้ในผลิตภัณฑ์ อาทิเช่น ลูกกวาดรสเลมอน ลูกอม หมากฝรั่ง แยม เยลลี่ โยเกิร์ต มัสตาร์ด ไอศกรีมเลมอน น้ำอัดลม เป็นต้น

และหน่วยงานความปลอดภัยด้านอาหารแห่งยุโรป หรือ European Food Safety Authority (EFSA) ได้มีการกำหนดปริมาณที่บริโภคได้ในหนึ่งวันไว้เท่ากับ 7.5 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัมน้ำหนักตัวของผู้บริโภค (EFSA, 2009b)



ภาพประกอบ 2 กลไกปฏิกิริยาทางเคมีไฟฟ้าและโครงสร้างสีสังเคราะห์ตาร์ตราซีน

2. การวิเคราะห์เชิงเคมีไฟฟ้า

เคมีไฟฟ้าเป็นศาสตร์แขนงหนึ่งของวิชาเคมีที่ศึกษาการเคลื่อนย้ายของประจุ (Charge transfer) ข้ามรอยต่อระหว่างสารละลายกับผิวหน้าของขั้วไฟฟ้าใช้งาน โดยอาศัยความสัมพันธ์ระหว่างไฟฟ้ากับการเปลี่ยนแปลงทางเคมี หลักการดังกล่าวนี้สามารถนำไปประยุกต์ใช้ในทางเคมี เช่น การศึกษากลไก และจลนศาสตร์ของปฏิกิริยาการสังเคราะห์สารอินทรีย์ และสารอนินทรีย์ สิ่งที่สำคัญคือการใช้เคมีไฟฟ้าในทางเคมีวิเคราะห์นั้น เป็นการวิเคราะห์ที่เกิดจากการวัดสมบัติทางไฟฟ้าภายในเซลล์เคมีไฟฟ้า โดยค่าทางไฟฟ้าที่วัดได้จะแปรผันโดยตรงกับปริมาณของสารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ ได้แก่ ค่ากระแส (Current) ค่าศักย์ไฟฟ้า (Voltage) ค่าการนำไฟฟ้า (Conductance) และค่าความต้านทาน (Resistance) เป็นต้น เมื่อมีวิธีการสร้างเซลล์เคมีไฟฟ้าที่สามารถวัดค่าทางไฟฟ้าต่าง ๆ นี้ได้ก็จะสามารถวิเคราะห์หาปริมาณสารตัวอย่างได้ (เพ็ญศรี ทองนพเนื้อ, 2561, น.1)

2.1. เคมีวิเคราะห์เชิงไฟฟ้า

ปฏิกิริยารีดอกซ์ (Redox reaction) หรือ ปฏิกิริยาออกซิเดชัน-รีดักชัน (Oxidation-Reduction reaction) เป็นชื่อเรียกของปฏิกิริยาเคมีที่เกิดขึ้นโดยจะมีการแลกเปลี่ยนอิเล็กตรอนจากสารสปีชีส์ (Species) หนึ่งไปยังสารสปีชีส์หนึ่ง ซึ่งสามารถนำมาใช้ในการวิเคราะห์เชิงปริมาณได้ โดยตรวจวัดคุณสมบัติทางไฟฟ้าที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยารีดอกซ์ภายในเซลล์เคมีไฟฟ้า ค่าทางไฟฟ้าที่วัดได้นั้นจะมีความสัมพันธ์โดยตรงกับปริมาณของสารที่วิเคราะห์ (Bard และ Faulkner, 2001, p.9-10)

โดยเซลล์เคมีไฟฟ้าประกอบด้วยขั้วไฟฟ้า (Electrode) อย่างน้อยสองขั้วจมอยู่ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ ขั้วไฟฟ้าขั้วหนึ่งทำหน้าที่ให้อิเล็กตรอนเรียกว่า ขั้วแอโนด (Anode) หรือ ครึ่งเซลล์แอโนดิก (Anodic half-cell) และอีกขั้วหนึ่งทำหน้าที่รับอิเล็กตรอนเรียกว่า ขั้วแคโทด (Cathode) หรือ ครึ่งเซลล์แคโทดิก (Cathodic half-cell) ส่วนประกอบของเซลล์เคมีไฟฟ้าทั่วไปประกอบด้วย

- สารละลายตัวอย่างหรือสารละลายที่ต้องการวิเคราะห์ โดยจะต้องอยู่ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ (Supporting electrolyte) ซึ่งสามารถนำไฟฟ้าได้

- ขั้วไฟฟ้าทำหน้าที่เป็นขั้วที่ให้อิเล็กตรอนผ่านเข้า และออกจากเซลล์เคมีไฟฟ้า คือ ตัวนำไฟฟ้าอิเล็กทรอนิกส์ (Electronic conductor) ซึ่งเป็นขั้วโลหะนำไฟฟ้า และตัวนำไฟฟ้าอิเล็กโทรไลต์ (Electrolytic conductor) ซึ่งเป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์

- อุปกรณ์ตรวจวัดสัญญาณไฟฟ้าอาจเป็นการตรวจวัดศักย์ไฟฟ้าหรือกระแสไฟฟ้า

2.2. ชนิดของเซลล์เคมีไฟฟ้า

2.2.1. เซลล์กัลวานิก (Galvanic cell)

เป็นเซลล์เคมีไฟฟ้าที่เปลี่ยนพลังงานเคมีให้เป็นพลังงานไฟฟ้าโดยปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นได้เองเนื่องจากค่าทางไฟฟ้าของเซลล์กัลวานิกขึ้นอยู่กับแอคติวิตีของไอออนที่ไวต่อขั้วไฟฟ้าที่มีอยู่ในสารละลาย ดังนั้นการวัดค่าทางไฟฟ้าของเซลล์กัลวานิกจึง สามารถนำมาประยุกต์ในการวิเคราะห์หาปริมาณสารได้ โดยขั้วไฟฟ้าของเซลล์ที่นำมาใช้เป็นขั้วที่ไวต่อไอออนที่ต้องการวิเคราะห์หาปริมาณเรียกว่า ขั้วชี้บอก (Indicator electrode) ส่วนอีกขั้วหนึ่งที่ถูกนำมาใช้จะเป็นขั้วไฟฟ้าที่ไม่ขึ้นกับความเข้มข้นของไอออนในสารละลาย และต้องมีค่าทางไฟฟ้าคงที่เรียกว่า ขั้วอ้างอิง (Reference electrode) นั่นคือค่าศักย์ไฟฟ้าที่วัดภายในเซลล์เคมีไฟฟ้าจะแปรผันโดยตรงกับค่าศักย์ไฟฟ้าของขั้วไฟฟ้าชี้บอก หรือ ความเข้มข้นของไอออนในสารละลายนั่นเอง (เพ็ญศรีทองนพเนื้อ, 2561, น.7)

2.2.2. เซลล์อิเล็กโทรไลต์ (Electrolytic cell)

เป็นเซลล์เคมีไฟฟ้าที่จะเกิดปฏิกิริยาทางเคมีได้ เมื่อมีการให้ศักย์ไฟฟ้า หรือ กระแสไฟฟ้าจากภายนอก เพื่อเร่งปฏิกิริยาทางเคมีภายในเซลล์เคมีไฟฟ้า ในงานวิจัยนี้เป็นการศึกษาเกี่ยวกับเซลล์อิเล็กโทรไลต์ ซึ่งภายในเซลล์เคมีไฟฟ้าจะประกอบไปด้วยขั้วไฟฟ้า 3 ชนิด ได้แก่

1. ขั้วไฟฟ้าใช้งาน (Working electrode, WE) เป็นขั้วไฟฟ้าที่สำคัญสำหรับการวิเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้า ทำหน้าที่ในการติดตามกระแสที่เกิดขึ้นจากการเปลี่ยนแปลงภายในเซลล์เคมีไฟฟ้า ขั้วไฟฟ้าใช้งานประกอบด้วยสองส่วนคือ ส่วนที่นำไฟฟ้า และส่วนที่เป็นฉนวนซึ่งขั้วไฟฟ้าใช้งานนิยมทำจากโลหะเฉื่อย เช่น คาร์บอน ทอง กลาสสิคาร์บอน หรือ ปะทอ เป็นต้น โดยในปัจจุบันมีการผลิตวัสดุที่ใช้ทำขั้วไฟฟ้าใช้งานที่หลากหลายเพื่อให้เหมาะสมต่อการใช้งานเพื่อการวิเคราะห์ที่แตกต่างกันออกไป

2. ขั้วไฟฟ้าอ้างอิง (Reference electrode, RE) เป็นขั้วไฟฟ้าที่จะต้องมีค่าศักย์ไฟฟ้าคงที่เพราะเป็นขั้วที่ใช้เทียบศักย์ไฟฟ้าให้กับขั้วไฟฟ้าใช้งาน จะต้องไม่เกิดปฏิกิริยากับสารละลายอิเล็กโทรไลต์ภายในระบบ และไม่ขึ้นกับการเปลี่ยนแปลงกระแสไฟฟ้าภายในวงจรนั้น ๆ ขั้วไฟฟ้าอ้างอิงที่นิยมใช้คือ ขั้วไฟฟ้าไฮโดรเจนมาตรฐาน (Standard hydrogen electrode, SHE) ขั้วไฟฟ้าอ้างอิงคาโลเมลชนิดอิ่มตัว (Saturated calomel electrode, SCE) ขั้วไฟฟ้าอ้างอิงซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์ (Silver-silver chloride electrode, Ag/AgCl) เป็นต้น

3. ขั้วไฟฟ้าช่วย (Auxiliary electrode, AE หรือ Counter electrode, CE) จะต้องมีคุณสมบัติในการเหนี่ยวนำไฟฟ้าได้ดี และทำหน้าที่ให้ระบบเซลล์เคมีไฟฟ้าครบวงจร ทำ

ให้สามารถเกิดปฏิกิริยาทางเคมีไฟฟ้าของสารละลายที่สนใจได้ และขั้วไฟฟ้าช่วยนี้จะต้องไม่มีคุณสมบัติในการทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงใด ๆ ที่ส่งผลต่อการวัดค่าศักย์ไฟฟ้าภายในวงจร ขั้วไฟฟ้าช่วยที่นิยมใช้คือ ขั้วไฟฟ้าช่วยแพลตินัม เป็นต้น

2.3. โพลเทนชิอเมตรี (Potentiometry)

โพลเทนชิอเมตรี คือ เทคนิคทางเคมีไฟฟ้าที่สามารถเกิดปฏิกิริยาเคมีได้เองอย่างต่อเนื่องบริเวณผิวหน้าของขั้วไฟฟ้า โดยไม่ต้องอาศัยแหล่งพลังงานจากภายนอก ลักษณะดังกล่าวอาจเรียกได้ว่าเป็นการใช้เซลล์เคมีไฟฟ้าแบบกัลวานิก จากปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในสารตัวอย่างทำให้ได้พลังงานในรูปศักย์ไฟฟ้าซึ่งสามารถวัดค่าได้ และศักย์ไฟฟ้าที่วัดได้จะมีความสัมพันธ์โดยตรงกับความเข้มข้นของสารที่ต้องการวิเคราะห์ (J. Wang, 2000, p.6)

2.4. โวลแทมเมตรี (Voltammetry)

โวลแทมเมตรี เป็นชื่อรวมของกลุ่มวิธีการวิเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้าที่ข้อมูลวิเคราะห์ได้มาจากการวัดกระแสไฟฟ้า ณ ศักย์ไฟฟ้าต่าง ๆ ที่ให้เข้าไปในระบบ ภายใต้สภาวะการทดลองที่เกิดโพลาริเซชันที่ขั้วไฟฟ้าใช้งานซึ่งมีขนาดเล็กมี ดังนั้น จึงเรียกขั้วไฟฟ้าใช้งานในเทคนิคโวลแทมเมตรีว่าขั้วไฟฟ้าจุลภาค (Microelectrode)

2.4.1. ความเป็นมาของกลุ่มวิธีการวิเคราะห์โวลแทมเมตรี

ตามบันทึกทางเคมีวิเคราะห์เทคนิคโพลาริกราฟี (Polarography) เป็นวิธีการวิเคราะห์วิธีแรกในกลุ่มโวลแทมเมตรี โดยนักเคมีชาวเชคโกสโลวาเกีย ชื่อ Jaroslav Heyrovsky เป็นผู้คิดค้นพัฒนาขึ้นในปี ค.ศ. 1920 โดยได้บันทึกผลของกระแสเมื่อมีการให้พลังงานศักย์ไฟฟ้าลงไปในสารละลายตัวอย่างโดยใช้หยดปรอทเป็นขั้วไฟฟ้าใช้งาน ขั้วไฟฟ้าหยดปรอท (Dropping Mercury Electrode, DME) จึงถูกกำหนดให้เป็นขั้วไฟฟ้าใช้งานสำหรับวิธีการวิเคราะห์โพลาริกราฟีจนถึงปัจจุบัน

วิธีการวิเคราะห์โวลแทมเมตรีโดยเฉพาะโพลาริกราฟีมีบทบาทมากขึ้นในการศึกษากระบวนการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันหรือรีดักชันของสารในตัวกลางต่าง ๆ กระบวนการดูดซับสาร และกลไกการส่งผ่านอิเล็กตรอนที่บริเวณผิวหน้าขั้วไฟฟ้า ซึ่งทำให้สามารถวิเคราะห์ไอออนต่าง ๆ ในสารละลายได้

การดัดแปลงเทคนิควิธีการวิเคราะห์โวลแทมเมตรี เริ่มขึ้นราวกลาง ค.ศ. 1960 โดยพัฒนาวิธีการบันทึกศักย์ไฟฟ้า และกระแสที่แตกต่างไปจากแบบดั้งเดิม อีกทั้งยังมีการพัฒนาอุปกรณ์ในการวิเคราะห์ ทำให้เกิดเทคนิควิธีการวิเคราะห์ในกลุ่มโวลแทมเมตรีขึ้นมาอีกหลายวิธี โดยอุปกรณ์การวิเคราะห์ที่ทันสมัยรวมเข้ากับเทคนิควิธีการวิเคราะห์ที่พัฒนาขึ้นมาใหม่ จะมุ่งเน้นในด้านความจำเพาะเจาะจง และความสามารถในการวิเคราะห์สารในปริมาณต่าง ๆ ทำให้กลุ่ม

วิธีการวิเคราะห์ของเทคนิคโวลแทมเมตรีกลายเป็นจุดสนใจของการพัฒนาทางด้านเคมีวิเคราะห์เชิงไฟฟ้าจนถึงปัจจุบัน (เพ็ญศรี ทองนพเนื้อ, 2561, น.123-124)

2.4.2. เทคนิควิธีวิเคราะห์ในกลุ่มโวลแทมเมตรี

ลักษณะสำคัญของการวิเคราะห์ด้วยหลักการโวลแทมเมตรีคือ ต้องจัดเซลล์เคมีไฟฟ้าแบบอเล็กโทรไลต์ ขั้วไฟฟ้าใช้งานต้องเป็นขั้วไฟฟ้าจุลภาค และต้องบันทึกกระแสตามศักย์ไฟฟ้าที่ให้กับระบบดังได้กล่าวไปข้างต้น หากศักย์ไฟฟ้าที่ให้กับวงจรมีในช่วงระยะเวลาหนึ่งเป็นเสมือนสัญญาณกระตุ้นให้เกิดปฏิกิริยาเคมี และเกิดการไหลของกระแส สัญญาณกระตุ้นที่แตกต่างกันไป ย่อมทำให้เกิดการตอบสนองของกระแสไฟฟ้าที่ต่างกัน เกิดเป็นเทคนิควิธีการวิเคราะห์แบบต่าง ๆ

2.5. พัลส์โวลแทมเมตรี (Pulse voltammetry)

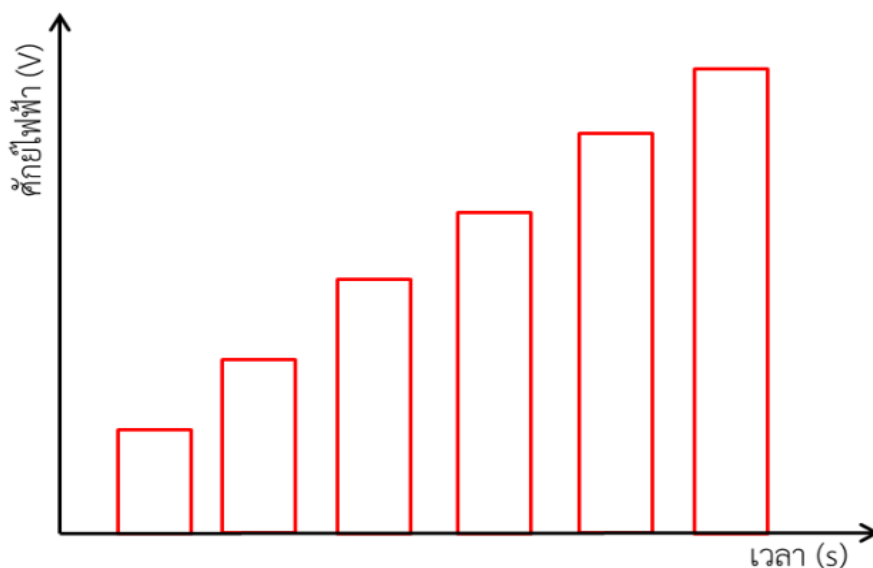
พัลส์โวลแทมเมตรีเป็นวิธีการหนึ่งของกลุ่มเทคนิควิธีวิเคราะห์โวลแทมเมตรีที่ถูกพัฒนาขึ้นในช่วงปี ค.ศ. 1960 โดยการปรับปรุงรูปแบบสัญญาณการกระตุ้น จากเดิมประสบปัญหาด้านการใช้เวลาในการวิเคราะห์ค่อนข้างนาน การจัดตั้งเครื่องมือไม่มีความคล่องตัว โดยเฉพาะส่วนของขั้วไฟฟ้าจุลภาค (ขั้วไฟฟ้าหยดปรอท) และที่สำคัญคือ มีขีดความสามารถในการวิเคราะห์ต่ำ เมื่อเปรียบเทียบกับเทคนิควิธีวิเคราะห์ทางสเปกโทรสโกปีที่เริ่มเป็นที่นิยมในขณะนั้น การพัฒนาสัญญาณการกระตุ้นจากเดิมซึ่งเป็นการเพิ่มศักย์ไฟฟ้าให้แก่ระบบไปเรื่อย ๆ จนเสร็จสิ้นการวิเคราะห์ (Linear sweep voltammetry) เป็นการให้สัญญาณกระตุ้นเป็นพัลส์ ๆ (พัลส์) ควบคู่กับการพัฒนาขั้วไฟฟ้าจุลภาค โดยใช้อุปกรณ์ และเทคนิคที่ทันสมัยมากขึ้นสำหรับควบคุมหยดปรอท ซึ่งเป็นแนวทางเริ่มแรกของการพัฒนาเทคนิควิธีวิเคราะห์จากโพลารोगราฟีแบบดั้งเดิมเป็นพัลส์โพลารोगราฟี ต่อมามีการใช้ขั้วไฟฟ้าอื่น ๆ แทนขั้วไฟฟ้าหยดปรอท เกิดเป็นเทคนิควิธีต่าง ๆ ในกลุ่มพัลส์โวลแทมเมตรี (เพ็ญศรี ทองนพเนื้อ, 2561, น.177)

การให้ศักย์ไฟฟ้าแก่ระบบหรือขั้วไฟฟ้าหยดปรอทเป็นช่วงสั้น ๆ หรือพัลส์ ทำได้ 3 ลักษณะ ได้แก่ พัลส์ปกติ (Normal pulse) ดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์ (Differential pulse) และสแควร์เวฟ (Square wave)

2.5.1. พัลส์ปกติ (Normal pulse)

เป็นการให้ศักย์ไฟฟ้าแก่ขั้วไฟฟ้าใช้งานในช่วงเวลาสั้นประมาณ 40 ถึง 60 มิลลิวินาทีต่อทุก ๆ หนึ่งหยดของหยดปรอท (2 วินาทีต่อหยด) โดยศักย์ไฟฟ้าที่ให้จะเพิ่มขึ้นอย่างเป็นเส้นตรงเมื่อเทียบกับเวลา (ประมาณ 2 มิลลิโวลต์ต่อวินาที) และวัดค่ากระแสของแต่ละหยดปรอทที่ครึ่งหลังของทุกช่วงศักย์ไฟฟ้าที่ให้แก่ระบบ (ประมาณ 20 ถึง 30 มิลลิวินาทีของพัลส์) ซึ่ง

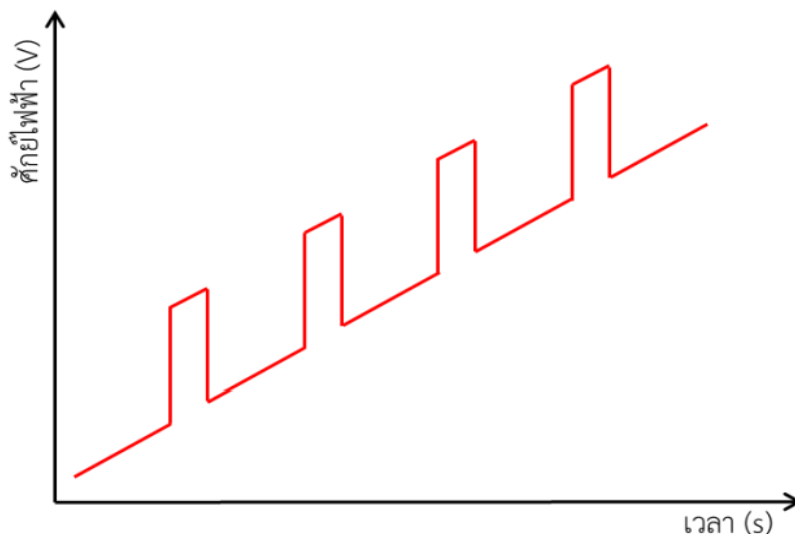
เป็นช่วงเวลาที่หยุดปรอทใกล้จะหยุดออกจากปลายหลอดแก้ว (เพ็ญศรี ทองนพเนื้อ, 2561, น. 178) และมีรูปแบบสัญญาณการกระตุ้นดังภาพประกอบ 3



ภาพประกอบ 3 รูปแบบสัญญาณกระตุ้นแบบพัลส์ปกติ (Normal pulse)

2.5.2. ดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์ (Differential pulse)

ลักษณะของสัญญาณกระตุ้นทำได้โดยการเพิ่มศักย์ไฟฟ้าให้คงที่ในลักษณะพัลส์ให้กับขั้วไฟฟ้าใช้งานที่รับศักย์ไฟฟ้าในรูปลิเนียร์-สแกนอยู่แล้ว ฐานของแต่ละพัลส์เป็นศักย์ปกติของระบบ ซึ่งจะค่อย ๆ เพิ่มขึ้นอย่างเป็นเส้นตรง ส่วนของศักย์ที่สูงพื้นฐานคือ พัลส์แต่ละพัลส์ เกิดจากการเพิ่มศักย์ไฟฟ้าที่คงที่ระหว่าง 20 มิลลิโวลต์ และ 100 มิลลิโวลต์ แก่ระบบในช่วงเวลาสั้น ๆ ประมาณ 60 มิลลิวินาที ก่อนหยุดปรอทหยุดหลุดจากปลายหลอดรูเล็ก (1 ถึง 2 วินาทีต่อหยุด) กระแสไฟฟ้าจะถูกวัดค่า 2 ครั้งต่อ 1 หยุดปรอท โดยครั้งแรก (i_1) วัดที่ค่าประมาณ 20 มิลลิวินาที ก่อนการเพิ่มศักย์แต่ละพัลส์ และครั้งที่สอง (i_2) วัดที่ค่าประมาณ 20 มิลลิวินาที ก่อนสิ้นสุดแต่ละพัลส์ ค่าผลต่างของกระแสไฟฟ้าที่วัดได้ ($\Delta i = i_2 - i_1$) ถูกบันทึกตามการเพิ่มศักย์ไฟฟ้าของระบบ (เพ็ญศรี ทองนพเนื้อ, 2561, น.178) และมีรูปแบบสัญญาณการกระตุ้นดังภาพประกอบ 4

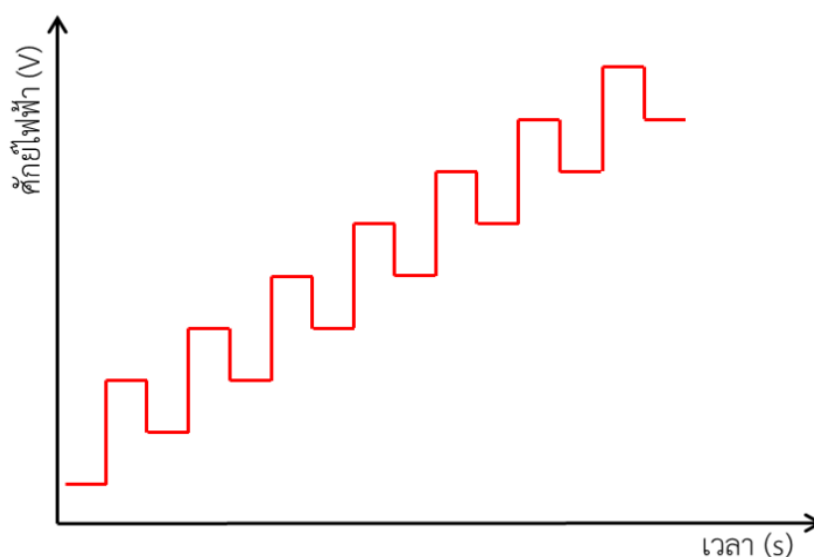


ภาพประกอบ 4 รูปแบบสัญญาณกระตุ้นแบบดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์ (Differential pulse)

2.5.3. สแควร์เวฟ (Square wave)

เป็นสัญญาณกระตุ้นที่ให้แก่วัดเป็นช่วงสั้น ๆ (พัลส์) ที่แตกต่างจากพัลส์ปกติ หรือ ดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์ คือ สามารถวิเคราะห์สารตัวอย่างได้เสร็จสิ้นภายในเวลาของการหยุดปรอท 1 หยุด ในการทำหน้าที่เป็นหัวไฟฟ้าใช้งาน กล่าวคือ เวลาที่ใช้ในการวิเคราะห์ 1 ตัวอย่างจะใช้เวลาเพียงไม่กี่วินาทีเท่านั้น

โดยปกติเวลาต่อการหยุด 1 หยุดปรอทถูกปรับให้นานขึ้น ประมาณ 5 วินาทีขึ้นไป ระบบจะได้รับสัญญาณกระตุ้นสองรูปแบบพร้อม ๆ กันในช่วงเวลาระหว่างครึ่งหลังของอายุหยุดปรอท ศักย์ไฟฟ้าจะถูกเพิ่มให้แก่วัดครั้งละ 10 มิลลิโวลต์ ทุก ๆ 5 มิลลิวินาที จนมีค่าศักย์ไฟฟ้าเป็น +1.0 โวลต์ ซึ่งใช้เวลาประมาณ 0.5 วินาที ศักย์ไฟฟ้าที่ให้นี้มีลักษณะเป็นขั้นบันได ขณะเดียวกันศักย์ไฟฟ้าในลักษณะของสแควร์เวฟจะถูกให้ความถี่แก่วัดประมาณ 200 เฮิร์ตซ์ (โดยทั่วไปอาจใช้ความถี่ได้ระหว่าง 100 เฮิร์ตซ์ และ 1000 เฮิร์ตซ์) ด้วยศักย์ไฟฟ้าประมาณ 50 มิลลิโวลต์ในเวลา 5 มิลลิวินาที เท่ากับ 1 ขั้นบันได ศักย์ไฟฟ้าในรูปแบบสแควร์เวฟนี้จะซ้อนอยู่บนศักย์ไฟฟ้าขั้นบันไดทำให้ผลลัพธ์ของพัลส์เป็นสแควร์เวฟที่ขึ้นขึ้นตามแต่ละขั้นของบันไดศักย์ไฟฟ้านั้น สำหรับการวัดค่ากระแสไฟฟ้าของสารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์จะถูกวัดกระแสไฟฟ้า 2 ครั้งต่อ 1 สแควร์เวฟ คือ ที่จุดสิ้นสุดของเวฟพัลส์และที่จุดก่อนเกิดเวฟพัลส์ใหม่ จะได้ค่าผลต่างของกระแสไฟฟ้าที่วัดได้ ถูกบันทึกพร้อมกับศักย์ไฟฟ้าเฉลี่ยที่ให้กับแต่ละพัลส์ที่วัดค่าได้ (เพ็ญศรี ทองนพเนื่อ, 2561, น.180-181) และมีรูปแบบสัญญาณการกระตุ้นดังภาพประกอบ 5



ภาพประกอบ 5 รูปแบบสัญญาณกระตุ้นแบบสแควร์เวฟ(Square wave)

2.6. ขั้วไฟฟ้า (Electrode)

ขั้วไฟฟ้าเป็นส่วนประกอบที่สำคัญในเครื่องเซลล์เคมีไฟฟ้า ทำหน้าที่เป็นตัวนำไฟฟ้า เชื่อมต่อระหว่างสารละลายอิเล็กโทรไลต์และอุปกรณ์วัดสัญญาณไฟฟ้า ในการวิเคราะห์ จำเป็นต้องมีขั้วไฟฟ้าอย่างน้อย 2 ขั้ว คือ ขั้วไฟฟ้าแอนโอดกับขั้วไฟฟ้าแคโทด หรือขั้วไฟฟ้าอ้างอิงกับขั้วไฟฟ้าใช้งาน ซึ่งขั้วไฟฟ้าทั้งสองขั้วจะมีหน้าที่แตกต่างกัน โดยขั้วไฟฟ้าอ้างอิง (Reference electrode) ต้องมีสมบัติเฉพาะตัว คือ มีค่าศักย์ไฟฟ้าที่แน่นอน ไม่เปลี่ยนแปลงตามการไหลของกระแสในวงจร ไม่ขึ้นกับส่วนประกอบของสารตัวอย่างและการเปลี่ยนแปลงใด ๆ ในสารละลายอันเป็นผลจากการเกิดปฏิกิริยาของสารตัวอย่าง ขั้วไฟฟ้าอีกชนิดหนึ่ง เรียกว่า ขั้วไฟฟ้าใช้งาน (Working electrode) หรือขั้วไฟฟ้าชี้บอก (Indicating electrode) ต้องมีสมบัติเฉพาะตัว คือ ต้องตอบสนองอย่างรวดเร็วและสม่ำเสมอต่อการเปลี่ยนแปลงปริมาณของสารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์

สำหรับในเซลล์อิเล็กโทรไลต์จำเป็นต้องมีขั้วไฟฟ้าต่อเข้ากับวงจร 3 ขั้ว ซึ่งในเทคนิคการวิเคราะห์โวลแทมเมตรี จะมีขั้วไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้นมาอีกหนึ่งชนิดเรียกว่า ขั้วไฟฟ้าช่วย (Auxiliary electrode) หรือขั้วไฟฟ้าวร่วม (Counter electrode) ทำหน้าที่ส่งผ่านอิเล็กตรอนหรือกระแสไฟฟ้าไปยังขั้วไฟฟ้าใช้งาน โดยไม่ต้องผ่านขั้วไฟฟ้าอ้างอิงของวงจร ทำให้ระบบการวิเคราะห์ครบวงจร

ขั้วไฟฟ้าทั้งสามชนิด คือขั้วไฟฟ้าอ้างอิง ขั้วไฟฟ้าใช้งาน และขั้วไฟฟ้าช่วย ทำหน้าที่ในวงจรเซลล์เคมีไฟฟ้าแตกต่างกัน ทั้งนี้ เพราะส่วนประกอบที่ใช้ในการทำขั้วไฟฟ้าไม่เหมือนกัน ขึ้นอยู่กับวัตถุประสงค์ของการใช้งาน (เพ็ญศรี ทองนพเนื่อ, 2561, น.20)

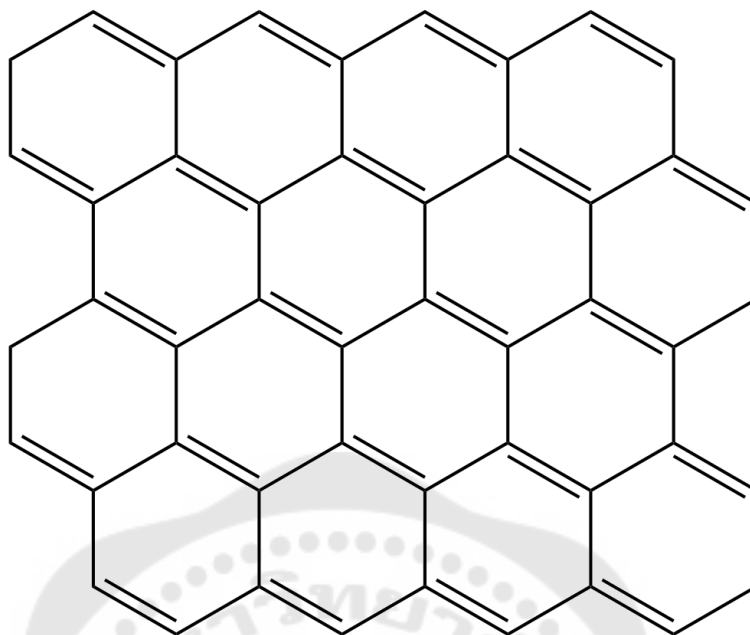
2.6.1. ขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีน (Screen-printed electrode)

ปัจจุบันขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนเป็นขั้วไฟฟ้ารูปแบบใหม่ที่ยืดต่อการประดิษฐ์ ทำได้จากการนำหมึก เช่น คาร์บอน แกรฟีน หรือแกรฟีนออกไซด์ เป็นต้น พิมพ์ลงบนกระดาษหรือพลาสติก โดยชนิดของหมึกพิมพ์มีผลต่อความไวและความจำเพาะของการวิเคราะห์ ข้อดีของขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนคือ ยืดต่อการใช้งาน พกพาได้สะดวก ราคาถูก เมื่อใช้งานเสร็จสามารถทิ้งได้ รวมถึงมีการประยุกต์ใช้งานทางด้านเคมีวิเคราะห์ด้านชีวภาพอย่างแพร่หลายอีกด้วย

2.6.2. แกรฟีน (Graphene)

ในทศวรรษที่ผ่านมาได้ค้นพบโครงสร้างนาโนคาร์บอน ซึ่งเป็นความก้าวหน้าที่สำคัญ โดยวัสดุที่น่าสนใจอย่างแรกคือ ฟูลเลอร์ีน (Fullerenes) (Kroto, Heath, O'Brien, Curl, และ Smalley, 1985, p.162-163) มีลักษณะเป็นทรงขนาดเล็กสำหรับดักจับอะตอมหรือโมเลกุลเฉพาะ แต่ไม่นิยมนำมาใช้งานทางด้านการวิจัย เนื่องจากการดำเนินการทางเคมีค่อนข้างต่ำ ดังนั้น การประยุกต์ใช้งานของฟูลเลอร์ีนจึงมีข้อจำกัด ด้วยเหตุผลนี้นักวิจัยจึงหันมาใช้ท่อนาโนคาร์บอน (Carbon nanotube) (Iijima และ Ichihashi, 1993, p.603-605) ซึ่งสามารถเกิดปฏิกิริยาทางเคมีได้ เนื่องจากการเปลี่ยนแปลงคาร์บอนแบบ sp^2 บนความโค้งงอของท่อ ซึ่งท่อนาโนคาร์บอนได้รับความสำเร็จจากการใช้งานในด้านต่าง ๆ อย่างมาก อย่างไรก็ตาม โครงสร้างของท่อนาโนคาร์บอนมีความคล้ายคลึงกับแกรไฟท์ ซึ่งมีโครงสร้างของแผ่นแกรฟีนแบบแบนราบวางเรียงติดกันเป็นแนวนอน จะทำให้เกิดปฏิกิริยาทางเคมีกับไอออนหรือโมเลกุลเฉพาะบริเวณพื้นผิวของแกรฟีนเท่านั้น (Dresselhaus และ Dresselhaus, 2002, p.1-186) ด้วยเหตุผลนี้ จึงมีงานวิจัยจำนวนมากมุ่งเน้นไปที่การสังเคราะห์แกรฟีน

แกรฟีนเป็นอัญรูปชนิดหนึ่งของคาร์บอน ที่เรียงตัวเป็นแผ่นในระนาบเดียวกัน จัดอยู่ในรูปของวงแหวนที่ประกอบด้วยคาร์บอน 6 อะตอม ที่มีพันธะโควาเลนต์เชื่อมต่อกัน ดังภาพประกอบ 6 แกรฟีนถูกนำไปใช้ประโยชน์อย่างแพร่หลาย เนื่องจากมีพื้นที่ผิวที่กว้างใหญ่ ยืดหยุ่นได้เป็นพิเศษและค่าการนำไฟฟ้าสูง นอกจากนี้แกรฟีนยังมีประสิทธิภาพของคุณสมบัติทางไฟฟ้า เติงกล และทางความร้อนดีเยี่ยม จึงทำให้แกรฟีนถูกนำไปประยุกต์ใช้ในงานวิจัยด้านต่าง ๆ เช่น ตัวรับรู้ (Smith และคนอื่น ๆ, 2015, p.1-31) การเสริมแรงทางเติงกล (Samori, Kinloch, Feng, และ Palermo, 2015) และการเก็บรักษาพลังงาน (Zhu และคนอื่น ๆ, 2011, p.1537-1541)



ภาพประกอบ 6 โครงสร้างแกรฟีน

3. การศึกษาประสิทธิภาพของวิธีการวิเคราะห์ (Analytical performances)

เป็นกระบวนการยืนยันความถูกต้อง ความเหมาะสมของวิธีการวิเคราะห์ที่ศึกษา เพื่อนำมาใช้วิเคราะห์ตัวอย่างในห้องปฏิบัติการ ทำให้ทราบถึงคุณสมบัติ เงื่อนไข หรือข้อจำกัดของวิธีการวิเคราะห์นั้น ๆ

ก่อนที่จะนำวิธีการวิเคราะห์ใด ๆ มาใช้วิเคราะห์ตัวอย่าง จำเป็นต้องทำการศึกษาความสามารถการใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์ก่อน ซึ่งมีความแตกต่างกัน ขึ้นอยู่กับว่า หากวิธีที่นำมาใช้เป็นวิธีอ้างอิง (Reference method) หรือวิธีมาตรฐาน (Standard method) ที่ไม่มีการเปลี่ยนแปลงจะทำการตรวจสอบความสามารถการใช้ได้ของวิธีการวิเคราะห์ เพื่อเป็นการตรวจสอบว่าวิธีการวิเคราะห์ที่นำมาใช้นี้มีคุณสมบัติเป็นไปตามข้อกำหนดรายงานวิธีอ้างอิงหรือวิธีมาตรฐานหรือไม่

สำหรับการตรวจสอบนั้นจะใช้ยืนยันความถูกต้องของวิธีการวิเคราะห์ที่ผู้วิเคราะห์พัฒนาขึ้นเอง หรือดัดแปลงมาจากวิธีอ้างอิง เพื่อให้เหมาะสมกับความต้องการของห้องปฏิบัติการ ดังนั้นจำเป็นต้องทำการประเมินและตรวจสอบ เพื่อยืนยันว่าวิธีการวิเคราะห์จะให้ผลการวิเคราะห์ที่มีความถูกต้อง แม่นยำ และยอมรับได้

3.1. พารามิเตอร์ (Parameter) ที่ใช้สำหรับศึกษาประสิทธิภาพของวิธีการวิเคราะห์ (Analytical performances)

3.1.1. ความแม่นยำ (Accuracy)

ความแม่นยำ หมายถึง ความสามารถของวิธีการวิเคราะห์ที่วัดได้ค่าที่ใกล้เคียงกับค่าที่แท้จริงมากที่สุด การหาความแม่นยำสามารถทำได้โดย

3.1.1.1. วิเคราะห์ CRM (Certified Reference Material)

วิเคราะห์อย่างน้อย 7 ซ้ำ และนำมาคำนวณหาระดับของความแม่นยำในรูปของความผิดพลาดสัมพัทธ์ (Relative error) หรือ ความถูกต้องสัมพัทธ์ (Relative accuracy)

$$\text{Relative error} = \frac{\text{ค่าความผิดพลาด}}{\text{ค่าที่แท้จริง}} \times 100$$

เมื่อ ความผิดพลาด (Absolute error) = ค่าที่วัดได้ - ค่าจริง

$$\text{Relative accuracy} = \frac{\text{ค่าที่วิเคราะห์ได้}}{\text{ค่าที่แท้จริง}} \times 100$$

เกณฑ์การยอมรับโดยทั่วไปของ Relative error คือไม่เกินร้อยละ 10 ค่า Relative accuracy อยู่ระหว่างร้อยละ 90 ถึง 110 หรือ 98 ถึง 102 สำหรับการวิเคราะห์ทางเภสัชกรรม สำหรับค่า Relative error ระดับความถูกต้องยังขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของสารตัวอย่างที่วิเคราะห์ดังตารางที่ 1

การหาระดับความถูกต้องโดยการวิเคราะห์ Certified Reference Material (CRM) นอกจากพิจารณาจากค่า Relative error และ Relative accuracy แล้วอาจใช้การเปรียบเทียบค่าที่วิเคราะห์ได้ (7 ซ้ำ) ของ CRM กับค่าที่แท้จริงของ CRM โดยใช้สถิติ t - test

การทดสอบด้วย t-test ทำโดยการเปรียบเทียบค่า t จากการคำนวณ กับค่า t จากตาราง (Critical-value, t_c)

$$t \text{ จากการคำนวณ} = \frac{\bar{x} - \mu}{SD/\sqrt{n}}$$

\bar{x} = ค่าเฉลี่ยของ CRM ที่วิเคราะห์

μ = ค่าที่แท้จริงของ CRM

SD = ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน

n = จำนวนครั้งที่ทำซ้ำ

t_c ดูได้จากตาราง t-Distribution ซึ่งค่า t_c ขึ้นอยู่กับระดับความเชื่อมั่น และค่า Degree of freedom (df = n-1)

โดยถ้าค่า t ที่ได้จากการคำนวณมากกว่า t_c แสดงว่าค่าที่แท้จริงของ CRM กับค่าที่วิเคราะห์ได้มีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญ แต่ถ้า t ที่ได้จากการคำนวณมีค่าน้อยกว่า t_c แสดงว่าค่าที่แท้จริงของ CRM กับค่าที่วิเคราะห์ได้ไม่มีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญ

ตาราง 1 ระดับความเที่ยงตรงของการวิเคราะห์ตัวอย่างที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ กัน

ระดับความเข้มข้น	ระดับความถูกต้อง (Relative error)		
	สูง	ปานกลาง	ต่ำ
มากกว่า ppm	0.01-0.1	0.1-1	1-10
trace analysis (ระดับ ppm)	0.1-1	1-10	10-35
Ultra-trace analysis (ppb, ppt)	1-10	10-35	>35

3.1.1.2. ในกรณีที่ไม่สามารถหา CRM ที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ที่สามารถจะหา Estimated accuracy ได้โดย

1. การหาค่าร้อยละการคืนกลับ (%Recovery) โดยใช้ตัวอย่างที่เติมสารมาตรฐาน (Spiked sample) ซึ่งจะมีข้อจำกัดว่า Accuracy ที่ได้นั้นครอบคลุมเฉพาะขั้นตอนที่วิเคราะห์ Spiked sample เท่านั้น การทำ Recovery จะทำ 3 ระดับความเข้มข้นในช่วงความเป็นเส้นตรงของกราฟมาตรฐาน

$$\% \text{Recovery} = \frac{(\text{ปริมาณสารตัวอย่าง} + \text{ปริมาณสารที่เติม}) - \text{ปริมาณสารตัวอย่าง}}{\text{ปริมาณสารที่เติม}} \times 100$$

เกณฑ์การยอมรับของ %Recovery ขึ้นกับวิธีการทดสอบตามมาตรฐานที่ระบุไว้ เช่น เกณฑ์การยอมรับได้สำหรับโลหะหนักในน้ำเท่ากับ 85-115 %Recovery ถ้าไม่ระบุไว้ให้ พิจารณาจากค่าที่ทำได้ทั้งหมดจำนวนมาก แล้วตั้งเกณฑ์ขึ้นมาจากค่าที่ดีที่สุด แล้วพิสูจน์ด้วย CRM (วิลาวด์ย์ พงษ์พิทักษ์, 2544)

2. การเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ระหว่างวิธีที่จะนำมาใช้กับ Reference method หรือวิธีอื่นที่สามารถจะสอบกลับไปยัง Reference method โดยใช้วิธีการทางสถิติ เช่น สถิติ t-test ซึ่งการเลือกใช้วิธีการทางสถิตินั้นมีความสำคัญอย่างยิ่งที่ต้องเลือกวิธีการทางสถิติที่เหมาะสมกับลักษณะข้อมูล (กุลนารี สิริสาลี, 2542)

3.1.2. ความเที่ยง (Precision)

ความเที่ยง หมายถึง ความเที่ยงของการวิเคราะห์ซ้ำ หลาย ๆ ครั้ง ความแตกต่างของผลการวิเคราะห์ที่ได้จากการวิเคราะห์ซ้ำ มักจะแสดงเป็นค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (Standard deviation, SD) หรือค่าสัมประสิทธิ์ความแปรปรวน (Coefficient of Variation, CV) ซึ่งความเที่ยงของวิธีการวิเคราะห์มี 2 ลักษณะคือ

1. Repeatability หมายถึง ความเที่ยงที่เกิดจากการวิเคราะห์ซ้ำ ๆ ในสถานะเดียวกัน โดยใช้วิธีการเดียวกัน ในห้องปฏิบัติการเดียวกัน เครื่องมือชุดเดียวกัน และผู้วิเคราะห์คนเดียวกัน โดยปกติจะวิเคราะห์เสร็จพร้อม ๆ กัน ทำให้มีจุดอ่อนคือ Repeatability จะครอบคลุมเพียง ความคลาดเคลื่อนขั้นต่ำเท่านั้น ดังนั้นจึงให้หาค่า Repeatability ในช่วงสั้น ๆ เช่น 2 ถึง 3 วัน เป็นต้น

2. Reproducibility หมายถึง ความเที่ยงที่เกิดจากการวิเคราะห์ซ้ำ ๆ โดยใช้วิธีเดียวกัน ผู้วิเคราะห์ต่างกัน เครื่องมือต่างเครื่องกัน และทำในห้องปฏิบัติการต่างสถานที่กัน มักจะวิเคราะห์ซ้ำ โดยใช้ช่วงเวลายาวพอสมควร (กุลนารี สิริสาลี, 2542, น.26) ระดับของความเที่ยงขึ้นกับความเข้มข้นของสารตัวอย่างที่วิเคราะห์ ดังตารางที่ 2

ตาราง 2 ระดับความแม่นยำของการวิเคราะห์ตัวอย่างที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ กัน

ระดับความเข้มข้น	ระดับความถูกต้อง (%Relative error)		
	สูง	ปานกลาง	ต่ำ
มากกว่า ppm	0.01-0.1	0.1-1	1-10
trace analysis (ระดับ ppm)	0.1-1	1-10	10-35
Ultra-trace analysis (ppb, ppt)	1-10	10-35	>35

การหาระดับความแม่นยำโดยหาค่า %RSD อาจหาจากการวิเคราะห์ CRM หรือการทำ %Recovery ก็ได้

$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100$$

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

x_i = ค่าที่วัดได้แต่ละครั้ง

\bar{x} = ค่าเฉลี่ยที่ได้

n = จำนวนครั้งที่ทำซ้ำ

3.1.3. LOD และ LOQ (Limit of detection and Limit of quantitation)

LOD (Limit of detection) หมายถึง ค่าความเข้มข้นต่ำสุดที่วิเคราะห์ได้ในตัวอย่างที่สามารถตรวจวัดได้ และ LOQ หมายถึง ค่าความเข้มข้นต่ำสุดที่วิเคราะห์ได้ในตัวอย่างที่สามารถหาปริมาณหรือรายงานผลได้โดยมี Accuracy และ Precision ที่ยอมรับได้

LOD และ LOQ หาได้โดยการวัด Blank ของตัวอย่าง (Sample blank) อย่างน้อย 7 ซ้ำ และนำมาคำนวณหาค่าเฉลี่ยสัญญาณรบกวน (Noise) ของ Sample blank จากนั้นสัญญาณของ LOD (Signal-to-Noise) จะต้องเป็น 3 ของสัญญาณรบกวน และสัญญาณของ LOQ (Signal-to-Noise) จะต้องเป็น 10 ของสัญญาณรบกวน

$$LOD = 3(\text{Signal-to-noise})$$

$$LOQ = 10(\text{Signal-to-noise})$$

3.1.4 ความสัมพันธ์เชิงเส้น (Linearity)

ความสัมพันธ์เชิงเส้น หมายถึง ความสามารถของวิธีการวิเคราะห์ที่จะทำให้วิเคราะห์แล้วได้ผลการวิเคราะห์ที่เป็นสัดส่วนกับความเข้มข้นของสารที่วิเคราะห์ในช่วงความเข้มข้นของสารที่จะวัด ตั้งแต่ความเข้มข้นต่ำสุดถึงความเข้มข้นสูงสุดที่วัดแล้วมีความแม่นยำ และความเที่ยงอยู่ในระดับที่มีความถูกต้องยอมรับได้ตามข้อกำหนด

ทำโดยการวิเคราะห์ CRM หรือ Sample blank ที่เติมสารมาตรฐานให้มีความเข้มข้นอย่างน้อยจำนวน 5 ระดับความเข้มข้นตั้งแต่น้อยไปจนมากที่สุด นำค่าที่วิเคราะห์ได้เทียบกับความเข้มข้น ทำ 3 ซ้ำ แต่ละระดับความเข้มข้น นำค่าที่ได้มาเขียนกราฟเส้นระหว่างค่าที่วิเคราะห์ได้กับค่าความเข้มข้น และคำนวณหาค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (Correlation coefficient, R^2) เกณฑ์การยอมรับได้โดยทั่วไป ค่า r จะต้องมีค่าอยู่ระหว่าง 0.995 และ 1.000

3.1.5 ความจำเพาะ (Selectivity หรือ Specificity)

ความจำเพาะ หมายถึง ความสามารถของวิธีวิเคราะห์ที่จะวิเคราะห์เฉพาะสารที่ต้องการจะวิเคราะห์โดยที่สารนั้นเป็นเพียงส่วนประกอบหนึ่งในสารละลายนั้น ๆ วิธีการวิเคราะห์ใดที่มีความสามารถในการเลือกวัดเฉพาะสารที่ต้องการจะวัด จะกล่าวได้ว่าวิธีวิเคราะห์นั้นมีความจำเพาะ (Specificity) การศึกษาความจำเพาะของวิธีการวิเคราะห์ทำได้โดยการวิเคราะห์ตัวอย่างที่มีหรือเติมสารรบกวนอื่น ตรวจสอบดูว่าสารรบกวนเหล่านั้นมีผลกระทบหรือไม่ และสารรบกวนเหล่านั้นทำให้การตรวจวัด หรือการหาปริมาณสารที่ต้องการผิดไป (มากขึ้น หรือน้อยลง) หรือไม่

4. เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

เนื่องจากสารเติมแต่งในอาหารบางชนิดอาจมีอันตรายต่อผู้บริโภคเมื่อได้รับในปริมาณมาก จึงมีความสำคัญในการศึกษาและพัฒนาหาวิธีการตรวจสอบสารปรุงแต่งหลากหลายชนิด เนื่องจากสีสังเคราะห์นั้นมีความนิยมใช้อย่างแพร่หลายในการเติมแต่งอาหารและเครื่องดื่ม จึงมีความสำคัญในการตรวจหาปริมาณเพื่อควบคุมให้มีค่าไม่เกินค่าที่จะส่งผลเสียต่อร่างกายของผู้บริโภคได้ โดยงานวิจัยนี้ได้สนใจสีสังเคราะห์ 2 ชนิด คือ ซันเซตเยลโลว์ (Sunset yellow) และตาร์ตราซีน (Tartrazine)

ในปัจจุบันเทคนิคที่มีความน่าเชื่อถือ และนิยมใช้ในการตรวจวิเคราะห์สีสังเคราะห์ในกลุ่มสีย้อมเอโซ คือ วิธีการทางโครมาโทกราฟี (Chromatography) ในการแยกสารที่ต้องการวิเคราะห์ออกจากตัวอย่าง และเทคนิคสเปกโทรโฟโตเมตรี (Spectrophotometry) แต่วิธีการเหล่านี้ต้องอาศัยระยะเวลาในการวิเคราะห์ค่อนข้างนาน เครื่องมือมีความซับซ้อน ผู้ทดลองจำเป็นจะต้องมีความชำนาญ มีขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างหลายขั้นตอน และใช้ตัวอย่างปริมาณมาก นอกจากนี้เทคนิคดังกล่าวยังมีอีกเทคนิคหนึ่งซึ่งกำลังได้รับความสนใจและนิยมใช้ในปัจจุบัน คือ เทคนิคทางเคมีไฟฟ้า เนื่องจากเป็นเทคนิคที่สามารถตรวจวัดสารตัวอย่างได้ด้วยความเข้มข้นน้อยได้อย่างรวดเร็ว ทำให้ได้ขีดจำกัดในการตรวจวัดต่ำและอาจสามารถวิเคราะห์หาปริมาณสีสังเคราะห์หลายชนิดได้แบบพร้อมกัน นอกจากนี้ยังมี ข้อดีที่เหนือกว่าวิธีวิเคราะห์มาตรฐาน คือ เครื่องมือใช้งานง่าย วิเคราะห์ผลได้รวดเร็ว สามารถใช้งานร่วมกับขั้วไฟฟ้าขนาดเล็กได้ พกพาสะดวก และสามารถนำไปใช้ตรวจวัดสารตัวอย่างเชิงภาคสนามได้

4.1. งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการวิเคราะห์ปริมาณสีสังเคราะห์ชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีน

4.1.1. งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการวิเคราะห์ปริมาณสีสังเคราะห์ชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนโดยใช้วิธีการทางสเปกโทรเมตรี

ในปี ค.ศ. 2017 Ali Benvidi (Benvidi, Abbasi, Gharaghani, Dehghan Tezerjani, และ Masoum, 2017) ได้นำเสนอวิธีการตรวจวิเคราะห์สีสังเคราะห์ คือ ตาร์ตราซีน (Tartrazine) ชั้นเซตเยลโล่ (Sunset Yellow) ปอนโซวีฟร์อาร์ (Ponceau 4R) และเมทิลออเรนจ์ (Methyl orange) แบบพร้อมกันโดยไม่ต้องผ่านขั้นตอนการแยกสาร โดยใช้เทคนิคสเปกโทรโฟโตเมตรี (Spectrophotometry) และในงานวิจัยนี้ได้ใช้เทคนิคที่ซับซ้อนในการแยก โดยการใช้อัลกอริทึม (Algorithms) ในการวิเคราะห์ผลการทดลอง ซึ่งใช้โปรแกรมที่เรียกว่า Partial swarm optimization (PSO) –Genetic algorithms (GA) –Artificial neural network (ANN) ซึ่งจำเป็นต้องมีผู้วิเคราะห์ที่มีความชำนาญในการใช้งาน

ในปี ค.ศ. 2017 Tatyana I. Tikhomirova (Tikhomirova, Ramazanova, และ Apyari, 2017) ได้นำเสนอวิธีการตรวจวิเคราะห์สีสังเคราะห์ที่มีประจุลบ โดยการใช้ตัวดูดซับซิลิกา (Silica sorbent) ที่ปรับปรุงด้วย Hexadecyl group (C16) แล้วตามด้วยการวัดสเปกตรัมสะท้อนแสงแบบกระจาย (Diffuse reflectance spectra) บนพื้นผิวของตัวดูดซับ โดยทำการตรวจวัดในตัวอย่างเครื่องดื่มและยา โดยงานวิจัยนี้แสดงถึงความสามารถในการตรวจตัวอย่างที่หลากหลายพร้อม ๆ กัน โดยการใช้ตัวดูดซับในการแยกสาร โดยจะขึ้นกับช่วงพีเอช (pH) และ ค่า Ionic

strength ในสารละลาย โดยวิธีที่ผู้วิจัยได้นำเสนอนี้ให้ขีดจำกัดในการตรวจวัดของชั้นเซตเยลโล่ และคาร์ตราซีนอยู่ที่ 0.6 มิลลิกรัมต่อลิตร และ 0.4 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ

4.1.2. งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการวิเคราะห์ปริมาณสีสังเคราะห์ชั้นเซตเยลโล่ และคาร์ตราซีนโดยใช้เทคนิคการแยกโครมาโตกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง

ในปี ค.ศ. 2018 Anargha P. Nambiar (Nambiar, Sanyal, และ Shrivastav, 2018) ได้นำเสนอการประยุกต์ใช้เทคนิคการแยกโครมาโตกราฟีแบบผิวบางประสิทธิภาพสูง (High performance thin-layer chromatography, HPTLC) ในการแยกและการหาปริมาณของสีผสมอาหาร 8 ชนิด และสารให้ความหวานอีก 4 ชนิด โดยใช้เฟสเคลื่อนที่ (Mobile phase) เพียงชนิดเดียว วิธีที่ผู้วิจัยได้นำเสนอนี้ให้ขีดจำกัดในการตรวจวัดของชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซีนอยู่ที่ 4.9 นาโนกรัมต่อโซน (ng/zone) และ 2.8 นาโนกรัมต่อโซน (ng/zone) ตามลำดับ

ในปี ค.ศ. 2007 Katerina S. Minioti (Minioti, Sakellariou, และ Thomaidis, 2007) ได้นำเสนอการตรวจวัดสีสังเคราะห์ 13 ชนิดในตัวอย่างอาหารที่ละลายน้ำได้ด้วยเทคนิคโครมาโตกราฟีของเหลวแบบย้อนกลับสมรรถนะสูง (A reversed-phase high performance liquid chromatography) ใช้เฟสคงที่ (Stationary phase) แบบ C18 และเฟสเคลื่อนที่ (Mobile phase) นั้นมีส่วนผสมของอะซิโตไนไตรล์ (Acetonitrile) และเมทานอล (Methanol) ในอัตราส่วน 20 ต่อ 80 และสารละลายแอมโมเนียม อะซิเตต บัฟเฟอร์ ร้อยละ 1 (1% ammonium acetate buffer) ที่ค่าความเป็นกรดและเบส (pH) เท่ากับ 7.5 โดยสามารถแยกสารทั้งหมดออกจากกันได้ ในเวลา 29 นาที และตรวจวัดด้วยเทคนิคสเปกโทรโฟโตเมตรี (Spectrophotometry) วิธีที่ผู้วิจัยได้นำเสนอนี้ให้ขีดจำกัดในการตรวจวัดของชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซีนอยู่ที่ 4.41 ไมโครกรัมต่อลิตร และ 1.87 ไมโครกรัมต่อลิตร ตามลำดับ

4.1.3. งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการวิเคราะห์ปริมาณสีสังเคราะห์ชั้นเซตเยลโล่ และคาร์ตราซีนโดยใช้วิธีการทางเคมีไฟฟ้า

ในปี ค.ศ. 1990 F. Becerro Dominguez (Dominguez, Diego, และ Mendez, 1990) ได้ทำการศึกษาพฤติกรรมของชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซีน ในสภาวะที่เป็นกรดและเบส ด้วยเทคนิคโพลารोगราฟี (Polarography) โดยการให้ศักย์ไฟฟ้าแบบดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์ (Differential pulse) ให้ขีดจำกัดในการตรวจวัดของชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซีนอยู่ที่ 1.3×10^{-8} โมลต่อลิตร และ 3.0×10^{-8} โมลต่อลิตร ตามลำดับ แสดงถึงสีสังเคราะห์ทั้ง 2 ชนิดสามารถทำการตรวจวัดด้วยเทคนิคทางเคมีไฟฟ้าได้

ในปี ค.ศ. 2012 Tian Gan (Gan และคนอื่น ๆ, 2012) ได้นำเสนอวิธีการใช้กรดฟอสโฟทังสติก (Phosphotungstic acid) และแกรฟีน (Graphene) แบบผสมเคลือบบนพื้นผิว

ของขั้วไฟฟ้ากลาสคาร์บอน (Glassy carbon electrode) ในขั้นตอนเดียว แล้วทำการตรวจวัดด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โวลแทมเมตรี (Differential pulse voltammetry) และใช้สารละลายอิเล็กโทรไลต์เป็นสารละลาย โซเดียมอะซิเตทบัฟเฟอร์ที่มีค่าความเป็นกรดเบสเท่ากับ 4.4 วิธีการตรวจวัดที่ผู้วิจัยได้นำเสนอนี้ให้ขีดจำกัดในการตรวจวัดของซันเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนอยู่ที่ 0.5 ไมโครกรัมต่อลิตร และ 30 ไมโครกรัมต่อลิตร แสดงถึงการใช้แกรฟีนปรับปรุงผิวหน้าขั้วไฟฟ้าจะทำให้มีประสิทธิภาพในการตรวจวัดมากขึ้น

ในปี ค.ศ. 2019 Johisner Penagos-Llanos (Penagos-Llanos และคนอื่น ๆ, 2019) ได้ทำการพัฒนาขั้วไฟฟ้าคาร์บอนที่มีการตกแต่งด้วยโคบอลต์ (Cobalt-decorated carbon paste electrode, Co₂/CPE) ในการตรวจวัดสีสังเคราะห์สองชนิดนี้แบบพร้อมกัน พบว่าการปรับปรุงพื้นผิวด้วยโคบอลต์นั้นทำให้สัญญาณการตรวจวัดเพิ่มสูงขึ้นจึงส่งผลให้ขีดจำกัดในการตรวจวัดมีค่าลดลง โดยวิธีการตรวจวัดที่ผู้วิจัยได้นำเสนอนี้ให้ขีดจำกัดในการตรวจวัดของซันเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนอยู่ที่ 0.9×10^{-6} โมลต่อลิตร และ 0.3×10^{-6} โมลต่อลิตร ตามลำดับ แสดงถึงการใช้โคบอลต์ปรับปรุงผิวหน้าขั้วไฟฟ้าจะทำให้ขั้วไฟฟ้ามีประสิทธิภาพมากขึ้น

ในปี ค.ศ. 2020 Penthesilia-Amalia Kolozof (Kolozof, Florou, Spyrou, Hrbac, และ Prodromidis, 2020) ได้นำเสนอการใช้ขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรไฟต์ที่มีการปรับปรุงโดยการให้ประจุไฟฟ้าแก่อนุภาคโมลิบดีนัมระดับนาโนเมตร (Molybdenum-sparked screen-printed graphite electrodes, sparked Mo-SPEs) ในการตรวจวัดสีสังเคราะห์ประเภทสีย้อมเอโซ ด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โวลแทมเมตรี และใช้สารละลายอิเล็กโทรไลต์เป็นอะซิเตทบัฟเฟอร์ที่มีค่าความเป็นกรดเบสเท่ากับ 5 จะสามารถตรวจวัดซันเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนแบบพร้อมกัน โดยให้ขีดจำกัดในการตรวจวัดของสารทั้งสองที่ 2 นาโนโมลต่อลิตร แสดงถึงการให้โมลิบดีนัมปรับปรุงผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนจะทำให้ขั้วไฟฟ้ามีประสิทธิภาพมากขึ้น

ในปี ค.ศ. 2016 Sakda Jampasa (Jampasa, Siangproh, Duangmal, และ Chailapakul, 2016) ได้ทำการพัฒนาขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนคาร์บอนที่มีการเคลือบผิวหน้าขั้วไฟฟ้าด้วยแกรฟีนออกไซด์โดยการให้ศักย์ไฟฟ้าเพื่อให้เกิดปฏิกิริยารีดักชัน (Electrochemically reduced graphene oxide-modified screen-printed carbon electrode, ERGO-SPGE) สำหรับตรวจวัดซันเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนแบบพร้อมกัน ด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โวลแทมเมตรี และใช้สารละลายอิเล็กโทรไลต์เป็นฟอสเฟตบัฟเฟอร์ที่มีค่าความเป็นกรดเบสเท่ากับ 6 จะสามารถตรวจวัดซันเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนแบบพร้อมกัน โดยให้ขีดจำกัดในการตรวจวัดที่

0.5 นาโนโมลต่อลิตร และ 4.5 นาโนโมลต่อลิตร ตามลำดับ แสดงถึงการเคลือบผิวหน้าขั้วไฟฟ้าด้วยแกรฟีนออกไซด์จะทำให้ขั้วไฟฟ้ามีประสิทธิภาพในการตรวจวัดที่มากขึ้น

ตาราง 3 ตัวอย่างการวิเคราะห์หาปริมาณชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนแบบพร้อมกันด้วยเทคนิคทางเคมีไฟฟ้า

ขั้วไฟฟ้า	เทคนิค	Analyte	LDR (μM)	LOD (nM)	อ้างอิง
DME	DPP(Re)	SY	0.016-22	13	(Dominguez และคนอื่น ๆ, 1990)
		TZ	0.19-19	30	
Co ₂ /CPE	SWV(Ox)	SY	0.12-3	900	(Penagos-Llanos และคนอื่น ๆ, 2019)
		TZ	0.12-3	300	
Sparked Mo-SPE	DPV(Ox)	SY	0.005-0.25	2	(Kolozof และคนอื่น ๆ, 2020)
		TZ	0.005-0.25	2	
ERGO-SPE	DPV(Ox)	SY	0.01-20	0.5	(Jampasa และคนอื่น ๆ, 2016)
		TZ	0.02-20	4.5	
H-Cu-SWCNT/SPCE	SWV(Ox)	TZ	1.0 - 8.5	60	(Nuñez-Dallos และคนอื่น ๆ, 2018)
GN/TiO ₂ /CPE	SWV(Ox)	SY	0.02-2	6	(Gan, Sun, Meng, Song, และ Zhang, 2013)
		TZ	0.02-1.18	80	
AuNP/CPE	DPV(Ox)	SY	0.1-2	30	(Ghoreishi, Behpour, และ Golestaneh, 2012)
		TZ	0.05-1.6	2	
AuNP/IL/RGO/GCE	SWV(Ox)	SY	0.004-1	0.52	(M. Wang และ Zhao, 2015)
		TZ	0.007-1.5	0.83	

ตาราง 3 (ต่อ)

ขั้วไฟฟ้า	เทคนิค	Analyte	LDR (μM)	LOD (nM)	อ้างอิง
GN-PTA/GCE	DPV(Ox)	SY		1.1	(Gan และคนอื่น ๆ, 2012)
		TZ		56	
GO/MWCNTs/GCE	DPV(Ox)	SY	0.09-8	25	(Qiu และคนอื่น ๆ, 2016)
		TZ	0.09-8	10	
GN-NiNP/GCE	SWV(Ox)	SY	0.007-0.44	2.16	(Gan, Sun, Wu, Jing, และ Yu, 2013)
		TZ	0.006-0.624	1.08	
MWCNT/GCE	DPV(Ox)	SY	0.54-5	12	(Sierra-Rosales, Toledo-Neira, และ Squella, 2017)
		TZ	1-7	22	
ZnO/Cysteic acid/GCE	DPV(Ox)	SY	0.1-3	31	(Dorrajji และ Jalali, 2017)
		TZ	0.07-1.86	10	
BDD	DPV(Re)	SY	0.049-2.9	13.1	(Medeiros, Lourencao, Rocha-Filho, และ Fatibello-Filho, 2012)
		TZ	0.029-0.99	62.7	

จากตัวอย่างงานวิจัยข้างต้นพบว่า มีการพัฒนาขั้วไฟฟ้าเพื่อทำการตรวจวิเคราะห์ ชั้นเซตเยลไลต์และคาร์ตราซินแบบพร้อมกัน ในตัวอย่างอาหารและเครื่องดื่ม โดยมีการใช้เทคนิค ชนิดขั้วไฟฟ้า และสารในการดัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าที่หลากหลาย แต่ยังไม่มีการใช้ขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนในการตรวจวัดมากนัก

ดังนั้นผู้วิจัยจึงมุ่งเน้นศึกษาและพัฒนาขั้วไฟฟ้าสำหรับวิเคราะห์หีสี่ชั้นเซตเยลไลต์และคาร์ตราซินแบบพร้อมกัน โดยไม่ต้องอาศัยวิธีการแยกสารแบบวิธีการทางโครมาโทกราฟี เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพทางการตรวจวัดและเนื่องจากขั้วไฟฟ้าชนิดนี้ยังเป็นขั้วไฟฟ้าที่มีราคาถูกลง ใช้งาน

ง่าย สามารถใช้แล้วทิ้งครั้งเดียวได้ และมีประสิทธิภาพสูง ผู้วิจัยจึงสนใจการใช้ขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนในการตรวจวัดสีซันเซตเยลโล่และดาร์ตราซิน สืบต่อไป

4.2. งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการใช้เทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชันในการพัฒนาขั้วไฟฟ้า

ในปี ค.ศ. 2001 Hai-Ying Gu (Gu, Yu, และ Chen, 2001) ได้ทำการปรับปรุงขั้วไฟฟ้าแบบกลาสคาร์บอน (Pretreated glassy carbon electrode, PGCE) โดยการให้ศักย์ไฟฟ้าที่ +1.8 โวลต์เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน ซึ่งจะพบว่าขั้วไฟฟ้าที่ผ่านการปรับปรุงนั้นจะมีความสามารถในการตรวจวัดที่มากขึ้น โดยผู้วิจัยได้ทำการตรวจวัดสารในกลุ่มวิตามินที่สามารถละลายน้ำได้แบบพร้อมกัน

ในปี ค.ศ. 2018 Xiaojuan Zhao (Zhao และคนอื่น ๆ, 2018) ได้ทำการเสนอวิธีการตรวจวิเคราะห์ปริมาณไทรามิน (Tyramine) ในตัวอย่างน้ำส้มสายชู โดยได้ทำการพัฒนาขั้วไฟฟ้าแบบกลาสคาร์บอน ด้วยการปรับปรุงผิวหน้าขั้วไฟฟ้าด้วย O-Aminophenol (OAP) ให้เกิดเป็นฟิล์ม แล้วจึงทำการโอเวอร์ออกซิเดชันขั้วไฟฟ้าที่ผ่านการปรับปรุงแล้ว (OPOAP/GCE) ในสารละลายต่าง และตรวจวัดด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี พบว่าการปรับปรุงขั้วไฟฟ้านั้นส่งผลให้ไทรามินสามารถจับและแลกเปลี่ยนอิเล็กตรอนบริเวณผิวหน้าขั้วไฟฟ้าได้ดีมากขึ้น

ในปี ค.ศ. 2018 Lavaraj Devkota (Devkota, Nguyen, Vu, และ Piro, 2018) ได้พัฒนาขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนคาร์บอนที่ปรับปรุงผิวหน้าขั้วไฟฟ้าด้วย Molecularly imprinted overoxidized polypyrrole (MIOPPy) และอนุภาคทองในระดับนาโนเมตร (Gold nanoparticles, AuNP) โดยโพลีไพร์โรลเตรียมโดยการทำ Electropolymerization กับโมเลกุลของเตตราไซคลิน (Tetracycline, TC) ซึ่งเป็นสารที่ต้องการตรวจวัด แล้วกำจัดโมเลกุล TC ออกด้วยการทำ โอเวอร์ออกซิเดชัน ในสารละลายต่าง ผู้วิจัยได้ศึกษาพฤติกรรมทางเคมีไฟฟ้าของ TC บน MIOPPy-AuNPs/SPCE ด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โวลต์แอมเพอเมตรี (Differential pulse voltammetry) พบว่าขั้วไฟฟ้าที่พัฒนาขึ้นสามารถตอบสนองได้ดีกับ TC และสามารถตรวจวัดในตัวอย่างจริงให้ผลเทียบเคียงวิธีมาตรฐาน

ในปี ค.ศ. 2018 M.I. González-Sánchez (González-Sánchez, Gómez-Monedero, Agrisuelas, Iniesta, และ Valero, 2018) ได้นำเสนอการใช้ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) ในการเพิ่มประสิทธิภาพของขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนคาร์บอน (SPCE) โดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี (Cyclic voltammetry) จำนวน 25 รอบ ที่ความเร็ว 10 มิลลิโวลต์ต่อวินาที ระหว่างศักย์ไฟฟ้าใช้งานช่วง +1.0 ถึง -0.7 โวลต์ โดยพบว่าการทำโอเวอร์ออกซิเดชันนั้นให้ค่ากระแสไฟฟ้าที่ตรวจวัดได้มีค่ามากกว่าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนคาร์บอนที่ไม่ผ่านการทำโอเวอร์

ออกซิเดชันถึง 140 เท่า และมากกว่าชั่วโมงไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแพลทินัมถึง 6 เท่า และจากการศึกษาพบว่าคาร์บอนบริเวณผิวของชั่วโมงไฟฟ้าเกิดการเปลี่ยนแปลงชั้นพลังงานจึงทำให้เกิดกลุ่มของคาร์บอนออกซิเจนขึ้น ซึ่งส่งผลให้เกิดการแลกเปลี่ยนอิเล็กตรอนบริเวณผิวหน้าชั่วโมงไฟฟ้าได้มากขึ้น สัญญาณการตรวจวัดจึงเพิ่มสูงขึ้น

จากงานวิจัยที่กล่าวมาแสดงถึงคุณสมบัติการแลกเปลี่ยนอิเล็กตรอนบริเวณผิวหน้าชั่วโมงไฟฟ้าที่เพิ่มมากขึ้นจากการทำโอเวอร์ออกซิเดชัน ด้วยเทคนิคนี้เป็นเทคนิคที่ไม่จำเป็นต้องใช้สารที่มีราคาแพงแต่เป็นการเพิ่มประสิทธิภาพของชั่วโมงไฟฟ้าที่มีอยู่ด้วยการปรับปรุงผิวหน้าชั่วโมงไฟฟ้าแทนที่จะทำการเคลือบผิวหน้าชั่วโมงไฟฟ้าด้วยสารตัวนำที่มีคุณสมบัติในการนำไฟฟ้าที่ดีกว่าจึงถือเป็นการประหยัดต้นทุนในการพัฒนาชั่วโมงไฟฟ้าใช้งาน และเนื่องจากเทคนิคนี้ยังเป็นเทคนิคที่ยังไม่มีการศึกษาอย่างแพร่หลาย ผู้วิจัยจึงสนใจการใช้เทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชันในการปรับปรุงชั่วโมงไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนในการตรวจวัดสีสังเคราะห์ชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนสืบต่อไป

จากการทบทวนวรรณกรรม ในงานวิจัยนี้ผู้วิจัยเล็งเห็นถึงคุณสมบัติการนำไฟฟ้าที่ดีของแกรฟีน ต้นทุนที่ต่ำของการผลิตชั่วโมงไฟฟ้าพิมพ์สกรีน ตลอดจนการเพิ่มประสิทธิภาพในการนำไฟฟ้าและลดความต้านทานของผิวหน้าชั่วโมงไฟฟ้าด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชัน ดังนั้นผู้วิจัยจึงมุ่งเน้นศึกษาและพัฒนาชั่วโมงไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนสำหรับวิเคราะห์สีสังเคราะห์ชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนแบบพร้อมกัน โดยไม่ต้องอาศัยวิธีการแยกสารแบบวิธีการทางโครมาโทกราฟี เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพทางการตรวจวัดทั้งทางด้านความจำเพาะเจาะจงและสภาพไวของการตรวจวัด ด้วยการปรับปรุงผิวหน้าชั่วโมงไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชัน ซึ่งจะทำให้ชั่วโมงไฟฟ้าสามารถแลกเปลี่ยนอิเล็กตรอนบริเวณผิวหน้าชั่วโมงไฟฟ้าได้ดีขึ้น ส่งผลให้สัญญาณในการวิเคราะห์เพิ่มสูงขึ้น และทำให้สามารถตรวจวิเคราะห์สารในระดับที่ต่ำลงได้ และสามารถนำวิธีที่พัฒนาขึ้นไปประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณสีสังเคราะห์ชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีน ในตัวอย่างอาหาร และ/หรือ เครื่องดื่ม ต่อไป

บทที่ 3

วิธีดำเนินงานวิจัย

งานวิจัยนี้เกี่ยวกับการพัฒนาขั้วไฟฟ้าเพื่อวิเคราะห์ปริมาณสีสังเคราะห์ชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี รายละเอียดของเนื้อหาในบทนี้จะประกอบไปด้วยหัวข้อต่าง ๆ ดังนี้

1. อุปกรณ์ เครื่องมือและสารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย
2. การพัฒนาขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนเพื่อเพิ่มความจำเพาะและสภาพไวในการวิเคราะห์ปริมาณชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีน

1. อุปกรณ์ เครื่องมือและสารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย

1.1. อุปกรณ์ และเครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย

1. เครื่องโพแทนชิออสแตทรุ่น PGSTAT 101 AUTOLAB จากบริษัท Metrohm Autolab ควบคุมด้วยโปรแกรม Nova software
2. เครื่องคอมพิวเตอร์
3. ลูกยางเป่าลม
4. แผ่นใส
5. หลอดไมโครเซนติฟิว
6. ไมโครปิเปต
7. ขวดวัดปริมาตร
8. ปีกเกอร์
9. ตู้อบ จากบริษัท Memmert
10. เฟรมสกรีนสำหรับพิมพ์ขั้วไฟฟ้าชนิดพิมพ์สกรีน จากบริษัท Silk cut L.P.
11. เครื่องชั่งละเอียด 4 ตำแหน่งรุ่น AB104-S จากบริษัท Mettler toledo
12. กระดาษกรองเบอร์ 1 จากบริษัท WHATMAN
13. เครื่องอัลตราโซนิก จากบริษัท Elma electronic

1.2. สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย

1. หมึกพิมพ์สกรีนแกรฟีน (Graphene ink) จากบริษัท Serve science
2. หมึกพิมพ์สกรีนซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์ (Ag/AgCl₂ ink) จากบริษัท Gwent
3. อะซิโตน (Acetone) จากบริษัท Fisher chemical

4. เอทานอล (Ethanol absolute anhydrous) จากบริษัท Carlo Erba
5. สันเซตเยลโล่ (Sunset Yellow) จากบริษัท CHEMIPAN
6. ตาร์ตราซีน (Tartrazine) จากบริษัท CHEMIPAN
7. ไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟต (di-Sodium hydrogen orthophosphate, $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) จากบริษัท Ajax Finechem
8. โซเดียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต (Sodium dihydrogen orthophosphate, $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) จากบริษัท Ajax Finechem

2. การพัฒนาข้าวไฟฟ้าเพื่อเพิ่มความจำเพาะ และสภาพไวในการวิเคราะห์ปริมาณสันเซตเยลโล่และตาร์ตราซีน

2.1. การเตรียมข้าวไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีน

1. ตัดแผ่นใสให้ได้ขนาด 10 ต่อ 15 เซนติเมตร แล้วทำความสะอาดโดยการเช็ดด้วยเอทานอล ทิ้งไว้ให้สารละลายระเหยจนแห้ง
2. ทำการล้างเฟรมสกรีนโดยการพ่นอะซิโตน แล้วเช็ดด้วยกระดาษ และทิ้งไว้ให้เฟรมสกรีนแห้ง ก่อนนำมาประกบกับแผ่นใสเพื่อเตรียมสกรีน
3. ทำการสกรีนข้าวไฟฟ้าใช้งาน และข้าวไฟฟ้าช่วยด้วยหมึกพิมพ์สกรีนแกรฟีนลงบนแผ่นใส แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที
4. นำแผ่นใสที่อบเสร็จแล้วมาสกรีนข้าวไฟฟ้าอ้างอิงด้วยหมึกพิมพ์สกรีนซิลเวอร์/ซิลเวอร์คัลไรด์ แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที

2.2. การตัดแปรผิวหน้าข้าวไฟฟ้าพิมพ์สกรีนด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชัน

1. เตรียมสารละลาย 0.1 โมลาร์ ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ พีเอช 7.0 ในน้ำปราศจากไอออน
2. ปิเปตสารละลาย 0.1 โมลาร์ ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ พีเอช 7.0 ปริมาณ 100 ไมโครลิตร ลงบนผิวหน้าข้าวไฟฟ้าทั้งสาม
3. ให้ศักย์ไฟฟ้ากับข้าวไฟฟ้าด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี ในช่วง -0.5 ถึง +2.0 โวลต์ จำนวนรอบของการสแกนเท่ากับ 5 รอบ ด้วยอัตราการสแกนเท่ากับ 75 มิลลิโวลต์ต่อวินาที
4. ทำการล้างผิวหน้าข้าวไฟฟ้าด้วยน้ำปราศจากไอออน และทำการเป่าแห้งด้วยลูกยางเป่าลม ก่อนใช้ในการตรวจวัดในขั้นตอนต่อไป

2.3. การวิเคราะห์เชิงปริมาณของสารละลายผสมชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีน เพื่อทำการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี

1. เตรียมสารละลาย 0.1 โมลาร์ ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ พีเอช 7.0 ในน้ำปราศจากไอออน และใช้เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์
2. เตรียมสารละลายผสมของ 1.0 ไมโครโมลาร์ ชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีน ในสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ พีเอช 7.0
3. ปิเปิดสารละลาย 0.1 โมลาร์ ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ พีเอช 7.0 ปริมาณ 100 ไมโครลิตร ลงบนผิวหน้าขั้วไฟฟ้าที่ผ่านการตัดแปรรูปจากหัวข้อ 2.2
4. ทำการตรวจวัดด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี ในช่วงศักย์ไฟฟ้า 0.0 ถึง +1.0 โวลต์ จำนวน 5 รอบ ด้วยอัตราเร็ว 0.1 โวลต์ต่อวินาที เพื่อเป็นการเตรียมผิวหน้าขั้วไฟฟ้า
5. แล้วทำการตรวจวัดต่อด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี โดยสแกนในช่วง 0.0 ถึง +1.0 โวลต์ โดยให้แอมพลิจูด (Amplitude) เท่ากับ 60 มิลลิโวลต์ ความถี่ (Frequency) เท่ากับ 30 เฮิร์ตซ์ และการเพิ่มขึ้นของค่าศักย์ไฟฟ้า (Step potential) เท่ากับ 15 มิลลิโวลต์ เพื่อเป็นสัญญาณของสารละลายอิเล็กโทรไลต์
6. ทำการเป่าสารละลายอิเล็กโทรไลต์ออกออกจากผิวหน้าขั้ว แล้วปิเปิดสารละลายมาตรฐานในข้อ 2 ปริมาตร 100 ไมโครลิตรแล้วทำการตรวจวัดด้วยเทคนิคเดียวกันกับข้อ 5
7. นำสัญญาณของสารละลายมาตรฐานจากข้อ 6 มาหักลบกับสัญญาณของสารละลายอิเล็กโทรไลต์จากข้อ 5 จะได้สัญญาณที่แท้จริงของสารละลายมาตรฐานที่ตรวจวัดด้วยขั้วไฟฟ้าที่ผ่านการตัดแปรรูป แล้วจึงนำสัญญาณที่ตรวจวัดได้ไปวิเคราะห์ต่อไป

2.4. การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการตัดแปรรูปผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชัน

การหาสภาวะที่เหมาะสมของการตัดแปรรูปผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชันทำโดยปรับเปลี่ยนสภาวะของเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรีที่ใช้ตัดแปรรูปขั้วไฟฟ้าที่ละลายได้แก่

1. ชนิดของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ประกอบด้วย สารละลาย 0.1 โมลาร์ กรดไฮโดรคลอริก (HCl) สารละลาย 0.1 โมลาร์ โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) สารละลาย 0.1 โมลาร์ อะซิเตตบัฟเฟอร์ พีเอช 4.24 (AB) สารละลาย 0.1 โมลาร์ ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ พีเอช 7 (PBS) สารละลาย 0.1 โมลาร์ คาร์บอเนตบัฟเฟอร์ พีเอช 9.97 (CBS) และสารละลาย 0.01 โมลาร์ ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2)

2. อิทธิพลค่าความเป็นกรดเบสของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ เข้มข้น 0.1 โมลาร์ ที่มีค่าความเป็นกรดเบสในช่วง 5 ถึง 9

3. ช่วงศักย์ไฟฟ้าการสแกนระหว่าง -0.50 ถึง +2.25 โวลต์

4. จำนวนรอบในการสแกนระหว่าง 2 ถึง 6 รอบ

5. อัตราเร็วในการสแกนศักย์ไฟฟ้าระหว่าง 25 ถึง 125 มิลลิโวลต์ต่อวินาที

แล้วทำการตรวจวัดสารละลายมาตรฐานชั้นเซตเยลโล่และดาร์ตราซีนที่ควบคุม ความเข้มข้นของไว้ที่ 5 ไมโครโมลาร์ ด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรีตามสภาวะในหัวข้อ 2.3

2.5. การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และดาร์ตราซีน แบบพร้อมด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี

การหาสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ปริมาณชั้นเซตเยลโล่และดาร์ตราซีนแบบ พร้อมกัน ด้วยขั้วไฟฟ้าที่ผ่านการปรับปรุงตามหัวข้อ 2.2 แล้วทำการตรวจวัดปริมาณของ สารละลายมาตรฐานชั้นเซตเยลโล่และดาร์ตราซีนแบบพร้อมกัน ที่ทำการควบคุมไว้ที่ 1 ไมโครโม ลาร์ โดยการปรับเปลี่ยนสภาวะของเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรีที่ละค่า ได้แก่

1. แอมพลิจูด (Amplitude) ตั้งแต่ 20 ถึง 100 มิลลิโวลต์

2. ความถี่ (Frequency) ตั้งแต่ 10 ถึง 50 เฮิรตซ์

3. การเพิ่มขึ้นของค่าศักย์ไฟฟ้า (Step potential) ตั้งแต่ 2.5 ถึง 20.0 มิลลิโวลต์

2.6. ประสิทธิภาพของวิธีการวิเคราะห์ (Analytical performances)

สำหรับการวิเคราะห์ปริมาณชั้นเซตเยลโล่และดาร์ตราซีน การหาประสิทธิภาพของ วิธีการวิเคราะห์เป็นกระบวนการยืนยันความถูกต้องและเหมาะสมของวิธีการวิเคราะห์ที่ได้ทำการ พัฒนาขึ้น ซึ่งประกอบด้วย

2.6.1. การหาค่าขีดจำกัดในการตรวจวัด (LOD) และค่าขีดจำกัดในการ วิเคราะห์ทางปริมาณ (LOQ)

ทำการทดสอบโดยการตรวจวัดสารละลายแบบลงค์ คือสารละลาย 0.1 โมลาร์ ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ พีเอช 7.0 ด้วยขั้วไฟฟ้าที่ผ่านการดัดแปรด้วยเทคนิคไอเวอร์ออกซิเดชันด้วย เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี ตามข้อ 2.2 และ 2.3 โดยทำซ้ำจำนวน 10 ครั้ง นำสัญญาณ กระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้นมาคำนวณหาค่าเฉลี่ย (Average) และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (Standard deviation, SD)

โดยจะสามารถทำการคำนวณความเข้มข้น LOD และ LOQ โดยค่า LOD ที่ได้ นั้นจะต้องมีค่าเป็น 3 เท่าของสัญญาณแบบลงค์หารด้วยค่าความชันของกราฟมาตรฐานของชั้นเซต

เยลโลว์หรือดาร์ตราชินี ส่วนสัญญาณของ LOQ จะต้องเป็น 10 เท่าของสัญญาณแบลนด์คาร์ด้วย ค่าความชันของกราฟมาตรฐานของชั้นเซตเยลโลว์หรือดาร์ตราชินีเช่นกัน

2.6.2. การหาช่วงความสัมพันธ์เชิงเส้น (Linearity)

ช่วงความสัมพันธ์เชิงเส้น (Linearity) หมายถึง ช่วงความสัมพันธ์เชิงเส้นที่ให้ผลการวิเคราะห์เป็นสัดส่วนโดยตรงกับความเข้มข้นของสารที่วิเคราะห์ในช่วงความเข้มข้นที่กำหนด

ทำสอบโดยการเตรียมสารละลายมาตรฐานผสมระหว่างชั้นเซตเยลโลว์และดาร์ตราชินี โดยให้สารตัวใดตัวหนึ่งมีความเข้มข้นคงที่และสารอีกตัวหนึ่งมีความเข้มข้นเปลี่ยนแปลงไป ทำการวิเคราะห์หาปริมาณสารทั้งสองชนิดด้วยวิธีที่พัฒนาขึ้นตามลำดับ โดยทำซ้ำ 3 ครั้ง ในทุก ๆ ความเข้มข้น แล้วนำค่าเฉลี่ยของสัญญาณที่สูงที่สุดของกระแส (Peak height) ที่ตรวจวัดได้ของสารแต่ละชนิด ไปสร้างกราฟเส้นตรงระหว่าง ค่ากระแสสูงสุดที่วัดได้ในหน่วยไมโครแอมแปร์ เป็นแกน y และความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานชั้นเซตเยลโลว์หรือดาร์ตราชินีในหน่วยไมโครโมลาร์เป็นแกน x เมื่อลากเส้นตรงผ่านจุดแต่ละจุดจะได้สมการเส้นตรงเป็น $y = mx + c$ และได้ค่า R^2 (สัมประสิทธิ์การถดถอย; Regression coefficient) มาใช้ในการวิเคราะห์ในลำดับต่อไป

2.6.3. ความจำเพาะ (Selectivity)

ทดสอบโดยการวิเคราะห์ปริมาณสารละลายมาตรฐานชั้นเซตเยลโลว์และดาร์ตราชินี เมื่อเติมสารรบกวน (Interference) ชนิดต่าง ๆ ลงไปเพื่อตรวจสอบดูว่าสารรบกวนนั้นส่งผลต่อสัญญาณของสารมาตรฐานที่ตรวจวัดได้หรือไม่ โดยถ้าให้ค่าสัญญาณที่ตรวจวัดได้เมื่อเทียบกับสัญญาณของสารมาตรฐานที่ไม่มีการเติมสารรบกวนในความเข้มข้นที่เท่ากัน มีค่าสัญญาณที่ความเบี่ยงเบนในช่วงร้อยละ 5 จะถือว่าไม่มีการรบกวนสัญญาณ

2.7. การวิเคราะห์หาปริมาณชั้นเซตเยลโลว์และดาร์ตราชินีในตัวอย่างเครื่องดื่ม

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการวิเคราะห์ปริมาณชั้นเซตเยลโลว์และดาร์ตราชินีจากตัวอย่างเครื่องดื่มสามชนิดที่มีการเจือปนด้วยสีสังเคราะห์ด้วยวิธีเติมสารมาตรฐาน

1. ปิเปิดตัวอย่างเครื่องดื่มที่มีการเจือปนด้วยสีสังเคราะห์มา 5 มิลลิลิตร แล้วทำการกรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 1 จากนั้นล้างกระดาษกรองด้วยสารละลายสารละลายอิเล็กโทรไลต์ 15 มิลลิลิตร (เจือจาง 4 เท่า) จะได้ปริมาตรรวมเท่ากับ 20 มิลลิลิตร

2. ทำการเตรียมตัวอย่างเพื่อตรวจวัดทั้งหมด 5 หลอด ประกอบด้วยสารมาตรฐานชั้นเซตเยลโลว์ ความเข้มข้น 0.0 0.5 1.0 2.0 และ 3.0 ผสมกับสารมาตรฐานดาร์ตราชินี ความเข้มข้น 0.0 1.0 2.0 3.0 และ 4.0 โดยในทุกหลอดจะมีการเติมสารตัวอย่างจากข้อ 1 ปริมาณ 100 ไมโครลิตร (เจือจาง 10 เท่า) แล้วจึงปรับปริมาตรด้วยสารละลายอิเล็กโทรไลต์เป็น 1000 ไมโครลิตร

3. นำสารละลายจากข้อ 2 ทั้ง 5 หลอดทำการตรวจวัดด้วยขั้วไฟฟ้าที่ผ่านการดัดแปรตามข้อ 2.2 และตรวจวัดตามข้อ 2.3

4. นำสัญญาณที่ตรวจวัดได้มาวิเคราะห์และคำนวณกลับถึงปริมาณของสารที่ตรวจวัดได้ต่อหน่วยบรรจุภัณฑ์



บทที่ 4

ผลการทดลอง และอภิปรายผลการทดลอง

งานวิจัยนี้นำเสนอเกี่ยวกับการพัฒนาขั้วไฟฟ้าเพื่อวิเคราะห์ปริมาณสีสังเคราะห์ชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนแบบพร้อมกันด้วยเทคนิคแควร์เวฟโวลแทมเมตรี รายละเอียดผลการทดลองจะประกอบไปด้วยหัวข้อต่าง ๆ ดังนี้

1. การเปรียบเทียบพฤติกรรมทางเคมีไฟฟ้าเบื้องต้นของชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนระหว่างขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนที่ผ่านและไม่ผ่านการปรับปรุงผิวหน้าด้วยเทคนิคไอเวอร์ออกซิเดชัน
2. การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการดัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนด้วยเทคนิคไอเวอร์ออกซิเดชัน
3. การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนแบบพร้อมกันด้วยเทคนิคแควร์เวฟโวลแทมเมตรี
4. การศึกษาประสิทธิภาพของวิธีการวิเคราะห์ที่พัฒนาขึ้นสำหรับการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนแบบพร้อมกัน
5. การหาปริมาณชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนแบบพร้อมกันในตัวอย่างเครื่องสำอางชนิด

1. การเปรียบเทียบพฤติกรรมทางเคมีไฟฟ้าเบื้องต้นของชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนระหว่างขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนที่ผ่านและไม่ผ่านการปรับปรุงผิวหน้าด้วยเทคนิคไอเวอร์ออกซิเดชัน

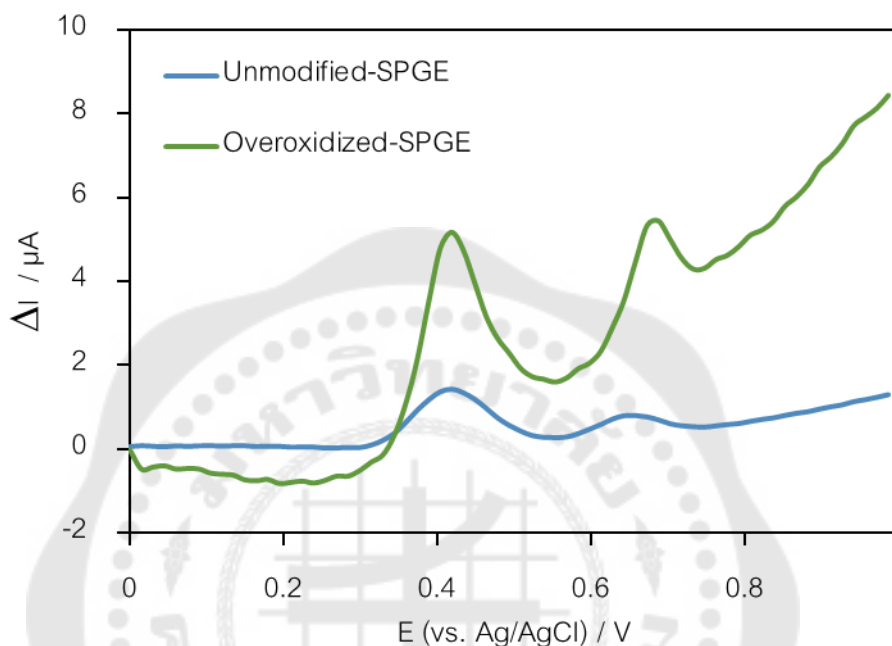
สำหรับการเปรียบเทียบพฤติกรรมทางเคมีไฟฟ้าของชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนระหว่างขั้วไฟฟ้าพิมพ์แกรฟีนที่ผ่านและไม่ผ่านการปรับปรุงผิวหน้าด้วยเทคนิคไอเวอร์ออกซิเดชัน ศึกษาโดยใช้สารละลายผสมของชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนที่ความเข้มข้น 1 ไมโครโมลาร์ โดยมีสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ ความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ พีเอช 7 เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ ใช้สภาวะการดัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนด้วยสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ พีเอช 7 ร่วมกับเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี โดยให้ศักย์ไฟฟ้าในช่วง -0.5 ถึง +2.0 โวลต์ ด้วยอัตราเร็วของการสแกน 75 มิลลิโวลต์ต่อวินาที จำนวนรอบของการสแกนเท่ากับ 5 รอบ แล้วทำการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนแบบพร้อมกันด้วยเทคนิคแควร์เวฟโวลแทม

เมตรี่ โดยให้ศักย์ไฟฟ้าการตรวจวัดในช่วง 0.0 ถึง +1.0 โวลต์ การเพิ่มขึ้นของศักย์ไฟฟ้า 15 มิลลิโวลต์ แอมพลิจูด 60 มิลลิโวลต์ และความถี่ 30 เฮิร์ตซ์ ได้ผลการทดลองดังภาพประกอบ 7

จากภาพประกอบ 7 แสดงถึงโวลแทมโมแกรมของการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซินแบบพร้อมกันที่ได้จากการใช้ขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนที่ผ่าน (เส้นสีเขียว) และไม่ผ่าน (เส้นสีน้ำเงิน) การตัดแปรรูปร่างหน้าด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชัน จากโวลแทมโมแกรมของขั้วไฟฟ้าที่ไม่ผ่านการตัดแปรรูปร่างหน้า พบสัญญาณจากปฏิกิริยาออกซิเดชันของชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซิน ณ บริเวณศักย์ไฟฟ้า +0.45 โวลต์ และ +0.66 โวลต์ ตามลำดับ ในส่วนโวลแทมโมแกรมของขั้วไฟฟ้าที่ผ่านการตัดแปรรูปร่างหน้าด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชัน พบสัญญาณจากปฏิกิริยาออกซิเดชันของชั้นเซตเยลโล่ที่ค่าศักย์ไฟฟ้าเท่าเดิม (+0.45 โวลต์) แต่มีค่ากระแสไฟฟ้าเพิ่มสูงขึ้นประมาณ 4 ถึง 8 เท่า สำหรับตาร์ตราซินนั้น มีการเปลี่ยนแปลงตำแหน่งค่าศักย์ไฟฟ้าจากปฏิกิริยาออกซิเดชันเล็กน้อยเป็น +0.70 โวลต์ และมีค่ากระแสไฟฟ้าเพิ่มขึ้นเช่นกัน จากผลการทดลองเบื้องต้นจะเห็นได้ว่า ขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนที่ผ่านการตัดแปรรูปร่างหน้าด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชันสามารถเพิ่มสัญญาณการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซินได้อย่างชัดเจน และให้ผลการแยกของตำแหน่งพีคที่ชัดเจนขึ้น โดยคาดว่า การตัดแปรรูปร่างหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชันนี้เป็นการ 1. เพิ่มปริมาณของออกซิเจนบนผิวหน้าขั้วไฟฟ้าใช้งาน ซึ่งคาดว่า การมีอะตอมของออกซิเจนเพิ่มขึ้นที่บริเวณผิวนั้นจะสามารถเร่งปฏิกิริยาออกซิเดชันของชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซินได้ และ 2. เป็นการเพิ่มความขรุขระบริเวณผิวหน้าขั้วไฟฟ้าซึ่งทำให้พื้นที่ผิวขั้วไฟฟ้าเพิ่มมากขึ้นจากการคาดการณ์สามารถนำมาซึ่งการเพิ่มขึ้นของกระแสไฟฟ้าของสารที่ต้องการวิเคราะห์ทั้งสองชนิด จากผลการวิเคราะห์เบื้องต้นจึงบ่งชี้ได้ว่าการใช้ขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนที่ผ่านการตัดแปรรูปร่างหน้าด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชันมีแนวโน้มที่จะนำมาซึ่งวิธีการวิเคราะห์ที่มีความไวสูงขึ้น สำหรับกลไกการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของเซตเยลโล่และตาร์ตราซินที่ผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนที่ผ่านการตัดแปรรูปร่างหน้าด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชันนั้น คาดว่าเกิดผ่านการส่งผ่าน 1 อิเล็กตรอน และการสูญเสีย 1 โปรตอน ดังภาพประกอบที่ 1 และ 2 ตามลำดับ แต่อย่างไรก็ตามกลไกการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของเซตเยลโล่และตาร์ตราซินที่ผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนที่ผ่านการตัดแปรรูปร่างหน้าด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชันจะต้องทำการศึกษาอย่างละเอียดในลำดับต่อไป

อย่างไรก็ตาม ผลการทดลองดังกล่าวเป็นการศึกษาพฤติกรรมทางเคมีไฟฟ้าเบื้องต้น ดังนั้นการหาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการตัดแปรรูปร่างหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนจึงถูกศึกษา

ในลำดับต่อมา เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพสัญญาณการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซินแบบพร้อมกัน ผลการทดลองรายงานในหัวข้อถัดไป



ภาพประกอบ 7 แสดงสแควร์เวฟโวลแทมโมแกรมของชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซินแบบพร้อมกัน โดยใช้ขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนที่ไม่ผ่านการดัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้า(สีน้ำเงิน) และขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนที่ผ่านการดัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชัน (สีเขียว)

2. การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการดัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชัน

การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการดัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชัน มีจุดประสงค์เพื่อให้ได้สัญญาณการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซินที่สูงที่สุด ดังนั้นปัจจัยต่าง ๆ ที่ส่งผลต่อเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชันจึงถูกศึกษาด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี โดยมีตัวแปรสำคัญที่เกี่ยวข้องดังต่อไปนี้

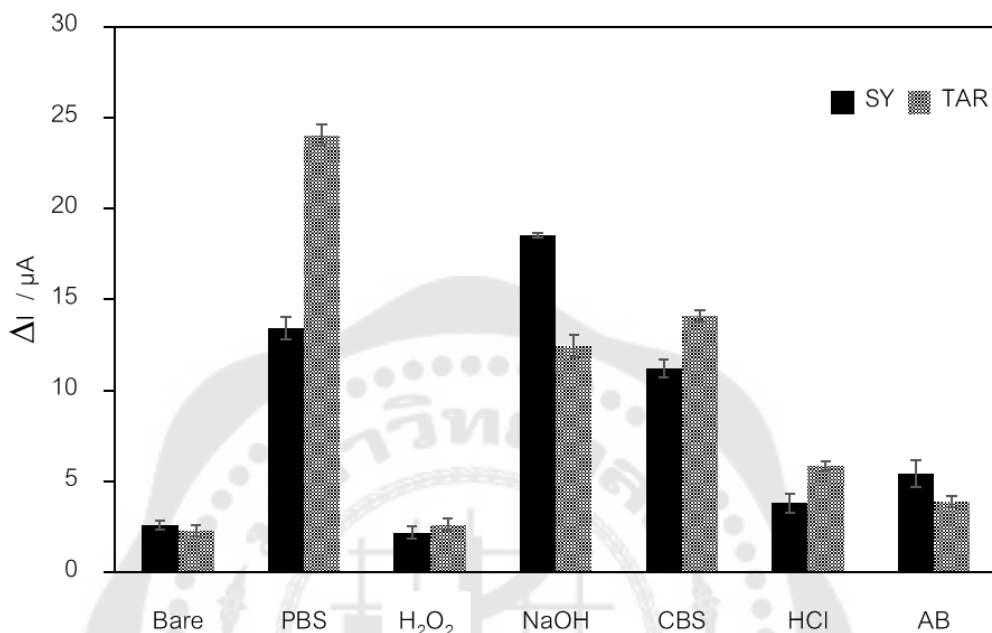
2.1. ชนิดของสารละลายอิเล็กโทรไลต์

ชนิดของสารละลายอิเล็กโทรไลต์สำหรับการดัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าแกรฟีนได้ทำการศึกษาโดยเลือกใช้สารละลายกรดแก่ สารละลายเบสแก่ สารละลายบัฟเฟอร์ และสารประกอบเพอร์ออกไซด์ อันได้แก่ สารละลาย 0.1 โมลาร์ กรดไฮโดรคลอริก (HCl) สารละลาย

0.1 โมลาร์ โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) สารละลาย 0.1 โมลาร์ อะซิเตทบัฟเฟอร์ พีเอช 4.24 (AB) สารละลาย 0.1 โมลาร์ ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ พีเอช 7 (PBS) สารละลาย 0.1 โมลาร์ คาร์บอนเตตราบูฟเฟอร์ พีเอช 9.97 (CBS) และสารละลาย 0.01 โมลาร์ ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) โดยศึกษาชนิดของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่เหมาะสมจากการตรวจวัดสารละลายผสมของชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซีน ที่ความเข้มข้น 5 ไมโครโมลาร์ ด้วยเทคนิคแควร์เวฟโวลแทมเมตรี ได้ผลการทดลองดังภาพประกอบ 8 ที่แสดงถึงค่ากระแสไฟฟ้าของชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซีนที่ได้จากชีวไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนที่ถูกดัดแปรผิวหน้าด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชัน โดยใช้สารละลายอิเล็กโทรไลต์ชนิดต่าง ๆ ดังกล่าวข้างต้น

จากภาพประกอบ 8 พบว่า การใช้สารละลายอิเล็กโทรไลต์สำหรับเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชันที่เป็นสารละลายที่มีฤทธิ์ความเป็นเบส มีแนวโน้มความเหมาะสมสำหรับการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซีนแบบพร้อมกัน กล่าวคือ สัญญาณการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่มีค่าสูงที่สุดเมื่อมีการใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์สำหรับเตรียมชีวไฟฟ้าด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชัน รองลงมาเป็นสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ และสารละลายคาร์บอนเตตราบูฟเฟอร์ ตามลำดับ ส่วนสัญญาณการตรวจวัดคาร์ตราซีนมีค่าสูงที่สุดเมื่อมีการใช้สารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์สำหรับเตรียมชีวไฟฟ้าด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชัน รองลงมาเป็นสารละลายคาร์บอนเตตราบูฟเฟอร์ และสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ตามลำดับ ในทางกลับกัน สารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่มีฤทธิ์เป็นกรด ได้แก่ สารละลายกรดไฮโดรคลอริก และสารละลายอะซิเตทบัฟเฟอร์ ให้สัญญาณการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซีนเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อย เมื่อเทียบกับการใช้ชีวไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนที่ไม่ผ่านการดัดแปรผิวหน้าด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชัน และสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ให้สัญญาณการตรวจวัดการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซีนที่ไม่แตกต่างจากชีวไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนที่ไม่ผ่านการดัดแปรด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชัน จึงสรุปได้ว่าการดัดแปรผิวหน้าชีวไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชันนั้นเกิดได้ดีในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่มีความเป็นเบส และเกิดได้ไม่ดีในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่เป็นกรด จากผลการทดลองจึงเป็นแนวทางบอกได้ว่ากระบวนการโอเวอร์ออกซิเดชันเพื่อดัดแปรชีวไฟฟ้านั้น สามารถเกิดได้ดีเมื่อใช้สารละลายที่มีปริมาณหมู่ไฮดรอกซิลมาก และจากผลการทดลองจะเห็นได้ว่าการใช้สารละลาย 0.1 โมลาร์ ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ พีเอช 7 นั้นให้ผลการทดลองที่ค่อนข้างดีทั้งการตรวจวัดเซตเยลโล่และคาร์ตราซีน ดังนั้น ผู้วิจัยได้เลือกใช้สารละลาย 0.1 โมลาร์ ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ พีเอช 7 เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ในการดัดแปรผิวหน้าชีวไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีน เนื่องจากสารละลายดังกล่าวให้สัญญาณการตรวจวัดชั้น

เซตเยลโล่และคาร์ตราซีนที่เหมาะสมและยังเป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ชนิดเดียวกับที่ใช้ในการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซีนแบบพร้อมกันอีกด้วย

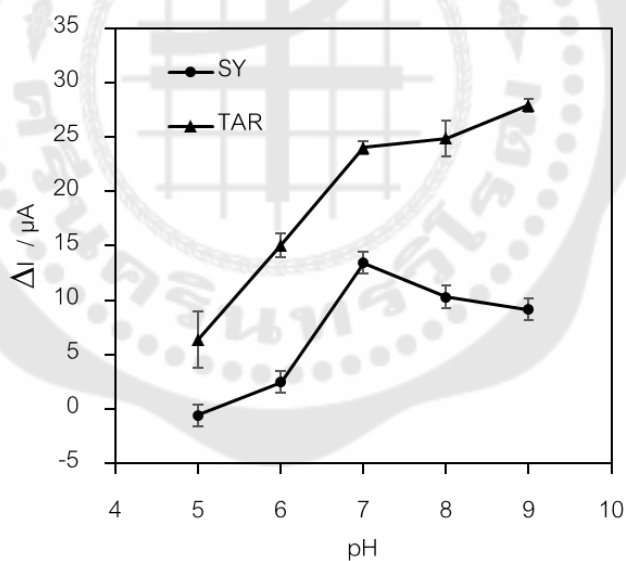


ภาพประกอบ 8 แสดงการเปรียบเทียบค่ากระแสไฟฟ้าของการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซีนแบบพร้อมกันที่ได้จากการตัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีน โดยใช้สารละลายอิเล็กโทรไลต์ชนิดต่าง ๆ

2.2. อิทธิพลค่าความเป็นกรดและเบสของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ฟอสเฟสบัฟเฟอร์เข้มข้น 0.1 โมลาร์ในการตัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้า

ความเป็นกรดและเบสของสารละลายอิเล็กโทรไลต์สำหรับการปรับปรุงผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนด้วยเทคนิคไอเวอร์ออกซิเดชันเป็นปัจจัยสำคัญหนึ่งในการตัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพการตรวจวัดสาร ดังนั้นผู้วิจัย ได้ทำการศึกษาค่าความเป็นกรดและเบสในช่วง 5 ถึง 9 โดยใช้สารละลายฟอสเฟสบัฟเฟอร์ความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ และทำการตรวจวัดสารละลายผสมของชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซีน ที่ความเข้มข้น 5 ไมโครโมลาร์ ได้ผลการทดลองแสดงดังภาพประกอบ 9 จากภาพประกอบแสดงถึงค่ากระแสไฟฟ้าของชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซีนจากขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนที่ผ่านการปรับปรุงผิวหน้าด้วยเทคนิคไอเวอร์ออกซิเดชัน โดยใช้สารละลายฟอสเฟสบัฟเฟอร์เข้มข้น 0.1 โมลาร์ ที่มีค่าความเป็นกรดเบสในช่วง 5 ถึง 9

จากภาพประกอบ 9 พบว่าค่ากระแสไฟฟ้าของเซ็นเซตเยลโล่มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มค่าความเป็นกรดเบสจาก 5 จนถึง 7 และลดลงเมื่อค่าความเป็นกรดเบสมากกว่า 7 ส่วนค่ากระแสไฟฟ้าของตาร์ตราซีนเพิ่มขึ้นตามค่าความเป็นกรดเบสที่มากขึ้น สังเกตได้ว่าการเพิ่มค่าความเป็นกรดเบสจาก 5 ถึง 7 นั้น ค่ากระแสไฟฟ้าของสารทั้งสองเพิ่มสูงขึ้น สอดคล้องกับการทดลองก่อนหน้าในการเลือกชนิดของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่พบว่าสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่สภาวะเป็นเบสมีความเหมาะสมกับเทคนิคไอเวอร์ออกซิเดชัน แต่เมื่อสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์มีค่าความเป็นกรดเบสมากกว่า 7 อาจทำให้ผิวหน้าขั้วไฟฟ้ามีอะตอมของออกซิเจนและความขรุขระมากเกินไป จึงทำให้กระแสไฟฟ้าพื้นหลังสูงขึ้นด้วย ดังนั้นเมื่อหักลบกับกระแสไฟฟ้าของสารที่ต้องการตรวจวัด ทำให้ได้กระแสไฟฟ้าสุทธิน้อยลงเมื่อค่าความเป็นกรดเบสสูงกว่า 7 ดังนั้น ผู้ทำการทดลองจึงเลือกใช้สารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ ที่มีค่าความเป็นกรดเบสเท่ากับ 7 เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์สำหรับการดัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนด้วยเทคนิคไอเวอร์ออกซิเดชันก่อนการตรวจวัดสารที่สนใจ

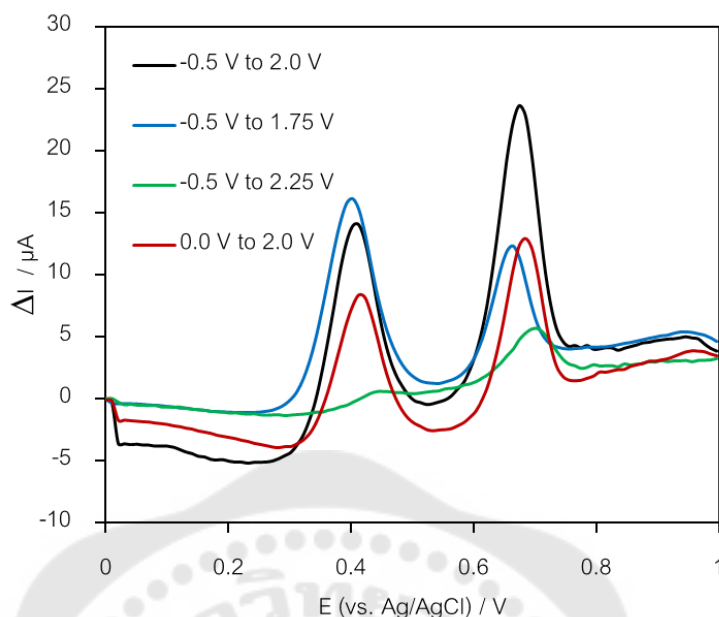


ภาพประกอบ 9 แสดงการเปรียบเทียบค่ากระแสไฟฟ้าของการตรวจวัดเซ็นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนแบบพร้อมกันในการดัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าโดยใช้สารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ เข้มข้น 0.1 โมลาร์ ที่มีค่าความเป็นกรดเบสแตกต่างกัน

2.3. ช่วงศักย์ไฟฟ้าในการสแกนด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรีสำหรับการเตรียมขั้วไฟฟ้าด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชัน

ช่วงศักย์ไฟฟ้าการสแกนสำหรับการดัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชันได้ทำการศึกษาการสแกนศักย์ไฟฟ้าเกินช่วงใช้งานในช่วงระหว่าง -0.50 ถึง $+2.25$ โวลต์ เพื่อหาช่วงศักย์ไฟฟ้าการสแกนที่เหมาะสมกับการดัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าเพื่อการตรวจวัดตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซินแบบพร้อมกัน ผลการทดลองแสดงดังภาพประกอบ 10 ซึ่งแสดงถึงโวลแทมโมแกรมของชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซินภายใต้ช่วงศักย์ไฟฟ้าการสแกนแตกต่างกัน

จากโวลแทมโมแกรมของภาพประกอบ 10 พบว่าค่ากระแสไฟฟ้าของชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซินมีค่าสูงที่สุดเมื่อใช้ช่วงศักย์ไฟฟ้าการสแกนด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรีในช่วงศักย์ไฟฟ้าระหว่าง -0.5 ถึง $+2.0$ โวลต์ (เส้นสีดำ) ในส่วนของช่วงศักย์ไฟฟ้าการสแกนช่วงอื่น ๆ ให้ค่ากระแสไฟฟ้าของชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซินลดลง คาดว่าเมื่อใช้ช่วงศักย์ไฟฟ้าการสแกนช่วงอื่นสำหรับการดัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชัน ได้แก่ช่วง -0.50 ถึง $+1.75$ โวลต์ (เส้นสีน้ำเงิน) ช่วง -0.50 ถึง $+2.25$ โวลต์ (เส้นสีเขียว) และช่วง 0.0 ถึง $+2.0$ โวลต์ (เส้นสีแดง) เป็นการใช่วงศักย์ไฟฟ้าการสแกนที่ทำให้มีปริมาณอะตอมของออกซิเจนและความขรุขระบนผิวหน้าขั้วไฟฟ้าไม่เหมาะสม อาจมีน้อยเกินไปหรือมากเกินไปซึ่งส่งผลต่อความสามารถในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาออกซิเดชันของสารและค่ากระแสพื้นหลังของขั้วไฟฟ้า ส่งผลให้ได้ค่ากระแสไฟฟ้าของชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซินที่ตรวจวัดได้มีค่าน้อย ดังนั้นผู้วิจัยจึงได้เลือกช่วงศักย์ไฟฟ้าระหว่าง -0.5 ถึง $+2.0$ โวลต์ เป็นช่วงศักย์ไฟฟ้าการสแกนที่เหมาะสมสำหรับการดัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชัน เพื่อตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซินแบบพร้อมกัน



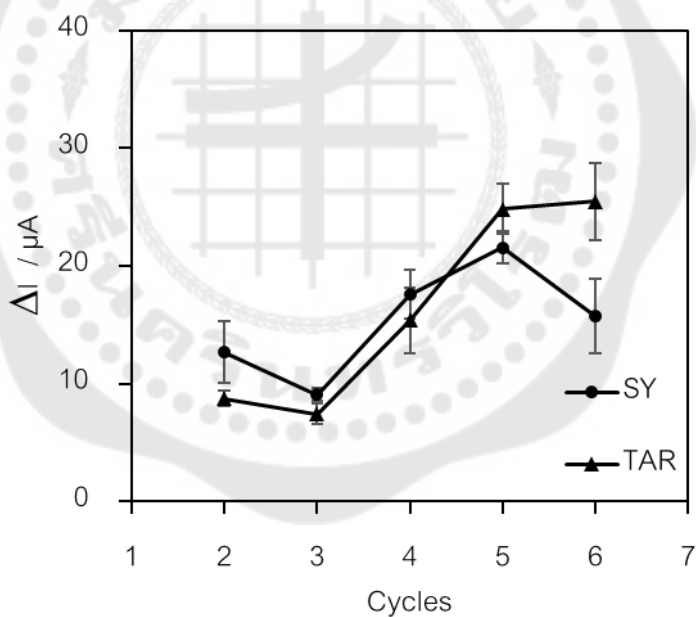
ภาพประกอบ 10 แสดงโวลแทมโมแกรมของการตรวจวัดชั้นเซตเยลไนด์และคาร์ตราซินแบบพร้อมกันในการตัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนด้วยเทคนิคโวลเทอโรอกซิเดชันโดยใช้ช่วงศักย์ไฟฟ้าการสแกนที่แตกต่างกัน

2.4. จำนวนรอบในการสแกนเพื่อตัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนด้วยเทคนิคโวลเทอโรอกซิเดชัน

จำนวนรอบในการสแกนสำหรับการตัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนด้วยเทคนิคโวลเทอโรอกซิเดชันคาดว่าจะมีผลต่อปริมาณออกซิเจนบนผิวหน้าขั้วไฟฟ้า ดังนั้นได้ศึกษาโดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรีเป็นจำนวน 2 ถึง 6 รอบ สำหรับการเตรียมขั้วไฟฟ้า และพิจารณาผลการทดลองจากปริมาณกระแสไฟฟ้าที่ได้จากการตรวจวัดสารละลายผสมของชั้นเซตเยลไนด์และคาร์ตราซิน ที่ความเข้มข้น 5 ไมโครโมลาร์ ผลการทดลองดังภาพประกอบ 11 แสดงถึงกระแสไฟฟ้าของชั้นเซตเยลไนด์และคาร์ตราซินจากขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนที่ถูกตัดแปรผิวหน้าด้วยเทคนิคโวลเทอโรอกซิเดชัน โดยมีจำนวนรอบของการสแกนต่าง ๆ ด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี

จากภาพประกอบ 11 พบว่า ค่ากระแสไฟฟ้าของชั้นเซตเยลไนด์และคาร์ตราซินเพิ่มขึ้นหากมีจำนวนรอบในการสแกนตั้งแต่ 2 ถึง 5 รอบ เมื่อมีจำนวนรอบในการสแกนสูงถึง 6 รอบ ค่ากระแสไฟฟ้าของการตรวจวัดชั้นเซตเยลไนด์จะลดลง ในขณะที่ค่ากระแสไฟฟ้าการตรวจวัดคาร์ตราซินไม่ได้เปลี่ยนแปลงอย่างมีนัยสำคัญ เชื่อว่าสำหรับกระบวนการตัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์

สกรีนด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชันนั้น เมื่อจำนวนรอบในการสแกนด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรีเพิ่มขึ้น ทำให้มีอะตอมของออกซิเจนและความขรุขระบนผิวหน้าขั้วไฟฟ้าใช้งานมากขึ้น ส่งผลให้สารที่ต้องการวิเคราะห์ทั้งสองสามารถเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันที่ผิวหน้าขั้วไฟฟ้าได้ดีขึ้น ซึ่งทำให้กระแสไฟฟ้าของสารดังกล่าวเพิ่มขึ้นเช่นกัน แต่เมื่อใช้จำนวนรอบในการสแกนมากขึ้น พบว่าการเพิ่มอะตอมของออกซิเจนและความขรุขระบนผิวหน้าขั้วไฟฟ้าอาจจะไปขัดขวางการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของซันเซตเยลโล่และทำให้ค่ากระแสพื้นหลังสูงขึ้น ทำให้มีกระแสไฟฟ้าสุทธิของการตรวจวัดซันเซตเยลโล่ลดลง ส่วนคาร์ตราซีนนั้น คาดว่าการเพิ่มจำนวนรอบในการสแกนถึง 6 รอบ ไม่ได้เพิ่มสัญญาณการตรวจวัดคาร์ตราซีนแต่อย่างใด กระแสไฟฟ้าที่ได้จึงไม่แตกต่างจากการใช้จำนวนรอบในการสแกน 5 รอบ ดังนั้น จำนวนรอบในการสแกนด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี 5 รอบ จึงเป็นสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการดัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชัน เพื่อตรวจวัดซันเซตเยลโล่และคาร์ตราซีนแบบพร้อมกัน

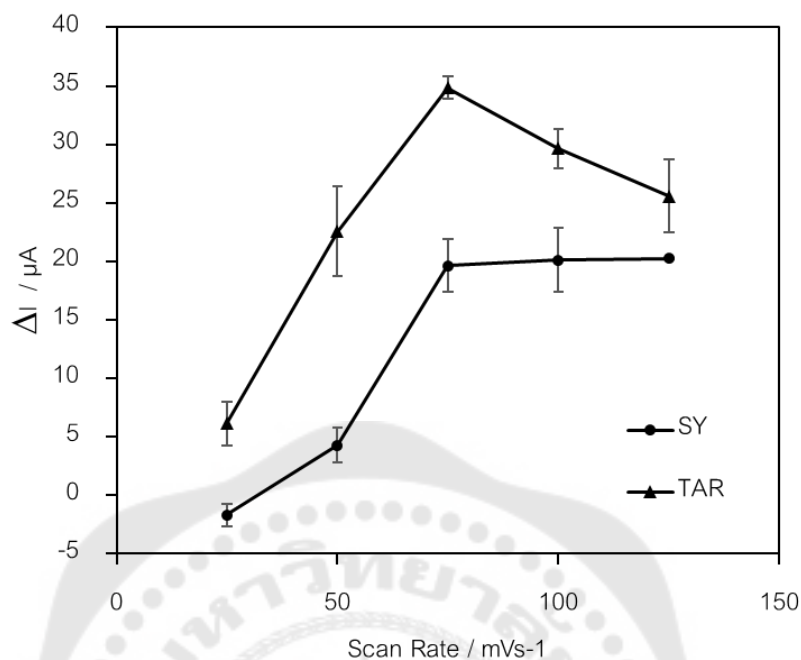


ภาพประกอบ 11 แสดงการเปรียบเทียบค่ากระแสไฟฟ้าของการตรวจวัดซันเซตเยลโล่และคาร์ตราซีนแบบพร้อมกันที่ได้จากการดัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชัน โดยใช้จำนวนรอบในการสแกนที่แตกต่างกัน

2.5. อัตราเร็วในการสแกน (Scan rate) ศักย์ไฟฟ้าเพื่อตัดแปรม้วนหน้าขั้วไฟฟ้า พิมพ์สกรีนแกรฟีนด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชัน

อัตราเร็วในการสแกนศักย์ไฟฟ้าสำหรับการตัดแปรม้วนหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชันได้ศึกษาอัตราเร็วในการสแกนตั้งแต่ 25 ถึง 125 มิลลิโวลต์ต่อวินาที โดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี เพื่อหาอัตราเร็วในการสแกนที่เหมาะสมสำหรับการตัดแปรม้วนหน้าขั้วไฟฟ้าก่อนการตรวจวัดสสารละลายผสมของชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีน ที่ความเข้มข้น 5 ไมโครโมลาร์ ได้ผลการทดลองดังภาพประกอบ 12 แสดงค่ากระแสไฟฟ้าของชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนที่ได้จากขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนที่ผ่านการตัดแปรด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชัน โดยมีอัตราเร็วในการสแกนศักย์ไฟฟ้าที่ต่างกัน

จากภาพประกอบ 12 พบว่า ค่ากระแสไฟฟ้าของชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนเพิ่มขึ้นเมื่อใช้อัตราเร็วในการสแกนศักย์ไฟฟ้าตั้งแต่ 25 ถึง 75 มิลลิโวลต์ต่อวินาที หลังจากนั้นเมื่อเพิ่มอัตราเร็วในการสแกนต่อไป ค่ากระแสไฟฟ้าของชั้นเซตเยลโล่จะคงที่ ส่วนค่ากระแสไฟฟ้าของตาร์ตราซีนจะลดลง จากผลการทดลองนี้ คาดว่าเมื่อเพิ่มอัตราเร็วในการสแกนสำหรับการตัดแปรม้วนหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชัน ทำให้มีอะตอมของออกซิเจนและความขรุขระบนผิวหน้าขั้วไฟฟ้าใช้งานมากขึ้น ส่งผลให้ขั้วไฟฟ้างกล่าวสามารถนำไฟฟ้าได้ดี ค่ากระแสไฟฟ้าของชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนจึงเพิ่มขึ้น แต่เมื่อเพิ่มอัตราเร็วในการสแกนมากกว่า 75 มิลลิโวลต์ต่อวินาที การเกิดโอเวอร์ออกซิเดชันอาจเกิดได้น้อยลงเนื่องจากอัตราเร็วในการสแกนที่มากขึ้น ในกรณีของชั้นเซตเยลโล่ การลดอะตอมของออกซิเจนและความขรุขระไม่ได้ส่งผลให้ขั้วไฟฟ้าที่ผ่านการตัดแปรม้วนหน้านั้นนำไฟฟ้าได้น้อยกว่าเดิม ค่ากระแสไฟฟ้าของชั้นเซตเยลโล่จึงไม่เปลี่ยนแปลง ส่วนในกรณีของตาร์ตราซีน การลดอะตอมของออกซิเจนและความขรุขระบนผิวหน้าขั้วไฟฟ้าอาจจะส่งผลให้การส่งผ่านอิเล็กตรอนของตาร์ตราซีนเกิดขึ้นน้อยลง ทำให้ค่ากระแสไฟฟ้าของตาร์ตราซีนน้อยลงกว่าเดิม ดังนั้นอัตราเร็วในการสแกนศักย์ไฟฟ้า เท่ากับ 75 มิลลิโวลต์ต่อวินาที ถูกเลือกเป็นอัตราเร็วที่เหมาะสมสำหรับการตัดแปรม้วนหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชัน เพื่อการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนแบบพร้อมกัน



ภาพประกอบ 12 แสดงการเปรียบเทียบค่ากระแสไฟฟ้าของการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซินแบบพร้อมกันที่ได้จากการตัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนโดยใช้อัตราเร็วในการสแกนที่แตกต่างกัน

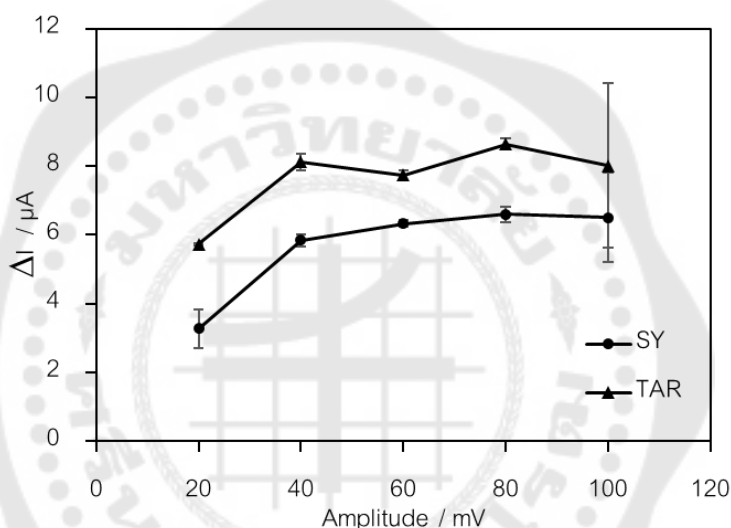
3. การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซินแบบพร้อมกันด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี

จากการทดลองข้างต้นทำให้ได้สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการตัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนด้วยเทคนิคโวลแทมเมตรีเพื่อการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซินแบบพร้อมกัน จึงสามารถสรุปได้ดังต่อไปนี้คือ ใช้สารละลายฟอสเฟตบัพเฟอร์ ความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ ที่พีเอช 7 เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ ช่วงศักย์ไฟฟ้าสแกนระหว่าง -0.50 โวลต์ และ +2.00 โวลต์ จำนวน 5 รอบ ด้วยอัตราเร็วการสแกนเท่ากับ 75 มิลลิโวลต์ต่อวินาที โดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี

ในหัวข้อนี้เป็นการศึกษาตัวแปรทางเคมีไฟฟ้าที่เหมาะสมในการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซินแบบพร้อมกันด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี โดยควบคุมสภาวะต่าง ๆ ของการเตรียมขั้วไฟฟ้าตามหัวข้อที่ 2 แล้วศึกษาตัวแปรต่าง ๆ ที่มีผลต่อค่ากระแสไฟฟ้าการตรวจวัดสารละลายผสมของชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซิน ที่ความเข้มข้น 1 ไมโครโมลาร์ ตัวแปรทางเคมีไฟฟ้าที่ศึกษามีดังต่อไปนี้

3.1. แอมพลิจูด (Amplitude)

แอมพลิจูดของเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี ทำการศึกษาในช่วง 20 ถึง 100 มิลลิโวลต์ ได้ผลการทดลองดังภาพประกอบ 13 แสดงค่ากระแสไฟฟ้าของชันเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนที่ได้จากการใช้แอมพลิจูดแตกต่างกัน พบว่า ค่ากระแสไฟฟ้าของชันเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนเพิ่มขึ้นในช่วงแรก และเปลี่ยนแปลงเล็กน้อยเมื่อแอมพลิจูดมากกว่า 40 มิลลิโวลต์ ดังนั้นจึงเลือกใช้แอมพลิจูดที่ 60 มิลลิโวลต์ เป็นสภาวะที่เหมาะสมในการตรวจวัดชันเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนแบบพร้อมกัน

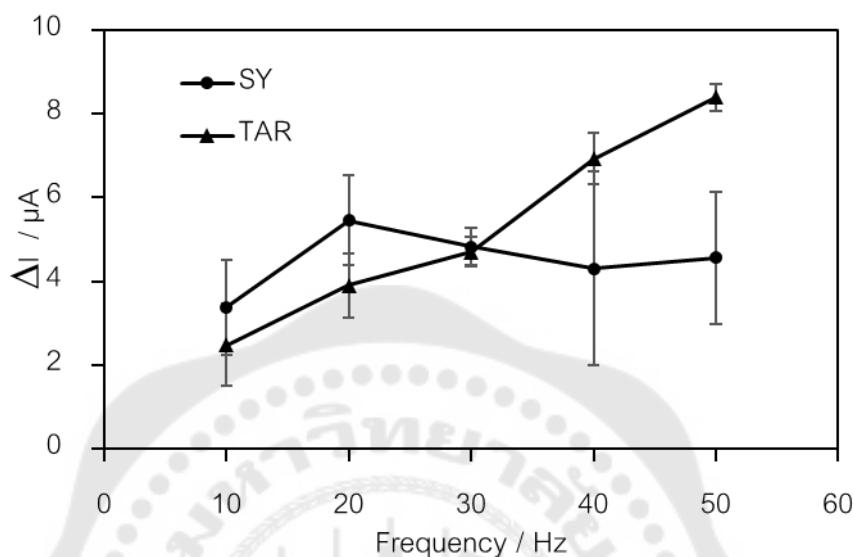


ภาพประกอบ 13 แสดงการเปรียบเทียบค่ากระแสไฟฟ้าของการตรวจวัดชันเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนแบบพร้อมกัน ในการตรวจวัดด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรีที่มีการให้ค่าแอมพลิจูดแตกต่างกัน

3.2. ความถี่ (Frequency)

ความถี่ของเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรีทำการศึกษาในช่วง 10 ถึง 50 เฮิร์ตซ์ ได้ผลการทดลองดังภาพประกอบ 14 แสดงค่ากระแสไฟฟ้าของชันเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนที่ได้จากการใช้ความถี่แตกต่างกัน พบว่าเมื่อเพิ่มความถี่ของเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี ค่ากระแสไฟฟ้าของชันเซตเยลโล่จะลดลงเมื่อใช้ความถี่มากกว่า 20 เฮิร์ตซ์ ส่วนค่ากระแสไฟฟ้าของตาร์ตราซีนจะเพิ่มขึ้นตามความถี่ที่ให้เพิ่มกับระบบ ดังนั้นเพื่อการตรวจวัดแบบพร้อมกัน ผู้วิจัยจึงเลือกใช้ความถี่ที่ 30 เฮิร์ตซ์ เป็นความถี่ที่เหมาะสมในการตรวจวัดชันเซตเยลโล่และตาร์ตราซีน เนื่องจากการใช้ความถี่สูงในการตรวจวัดนั้นจะส่งผลให้สัญญาณเพิ่มสูงขึ้นก็จริง แต่สัญญาณพื้น

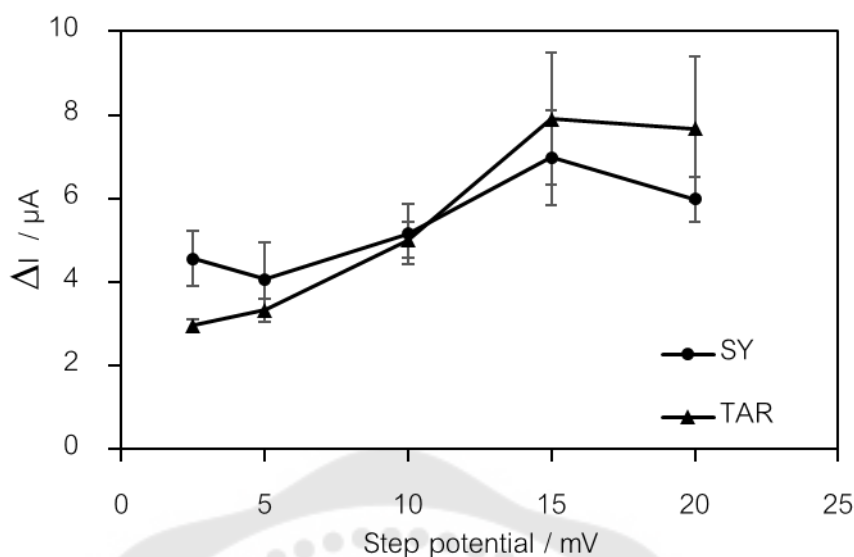
หลังก็เพิ่มสูงขึ้นตามเช่นกัน ทำให้เมื่อหักลบแล้วค่ากระแสไฟฟ้าสุทธิที่วัดได้ของชั้นเซตเยลโล่จึงลดลงที่ความถี่สูงกว่า 20 เฮิรตซ์



ภาพประกอบ 14 แสดงการเปรียบเทียบค่ากระแสไฟฟ้าของการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนแบบพร้อมกัน ในการตรวจวัดด้วยเทคนิคแควร์วเฟโวลแทมเมตรีที่มีการให้ค่าความถี่แตกต่างกัน

3.3. การเพิ่มขึ้นของค่าศักย์ไฟฟ้า (Step potential)

การเพิ่มขึ้นของค่าศักย์ไฟฟ้าของเทคนิคแควร์วเฟโวลแทมเมตรี ทำการศึกษาในช่วง 2.5 ถึง 20 มิลลิโวลต์ ได้ผลการทดลองดังภาพประกอบ 15 แสดงค่ากระแสไฟฟ้าของชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนได้จากการเพิ่มขึ้นของค่าศักย์ไฟฟ้าที่แตกต่างกัน พบว่าค่ากระแสไฟฟ้าของชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนเพิ่มขึ้น เมื่อมีการเพิ่มขึ้นของค่าศักย์ไฟฟ้าตั้งแต่ 2.5 ถึง 15.0 มิลลิโวลต์ หลังจากนั้นกระแสไฟฟ้าที่ตรวจวัดได้ของสารทั้งสองชนิดจะลดลง ดังนั้นจึงเลือกใช้การเพิ่มขึ้นของค่าศักย์ไฟฟ้าที่ 15 มิลลิโวลต์ เป็นสภาวะที่เหมาะสมในการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนแบบพร้อมกัน



ภาพประกอบ 15 แสดงการเปรียบเทียบค่ากระแสไฟฟ้าของการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซินแบบพร้อมกัน ในการตรวจวัดด้วยเทคนิคแควร์เวฟโวลแทมเมตรีที่มีการเพิ่มขึ้นของค่าศักย์ไฟฟ้าที่แตกต่างกัน

4. การศึกษาประสิทธิภาพของวิธีการวิเคราะห์สำหรับการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซินแบบพร้อมกันด้วยเทคนิคแควร์เวฟโวลแทมเมตรี

หลังจากได้สภาวะที่เหมาะสมในการตัดแปรงไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนด้วยเทคนิคไอเวอร์ออกซิเดชันและสภาวะที่เหมาะสมในการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซินแบบพร้อมกันแล้ว จึงได้นำสภาวะเหล่านั้นไปใช้ในการหาประสิทธิภาพของวิธีการวิเคราะห์ต่อไป

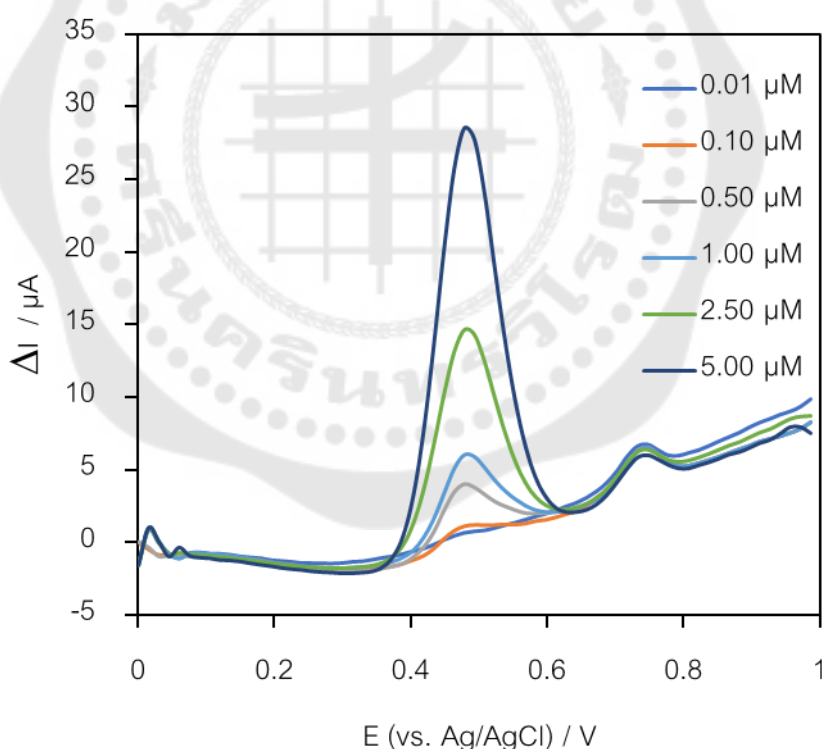
4.1. การหาช่วงความสัมพันธ์เชิงเส้น (Linearity) และขีดจำกัดต่ำสุดในการตรวจวัด (LOD)

ในการหาความสัมพันธ์เชิงเส้นของชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซิน ทำโดยการตรวจวัดสารทั้งสองพร้อมกันด้วยวิธีที่ได้พัฒนาขึ้น ทำการทดลองโดยกำหนดให้สารหนึ่งมีความเข้มข้นที่คงที่เท่ากับ 1.0 ไมโครโมลาร์แล้วปรับอีกสารหนึ่งให้มีความเข้มข้นที่แตกต่างกัน แล้วจึงนำค่ากระแสไฟฟ้าของสารที่มีความเข้มข้นแตกต่างกันมาหาค่าความสัมพันธ์ผกผัน และนำไปสร้างเป็นกราฟที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้า และความเข้มข้น ได้ผลการทดลองดังภาพประกอบ 16 และ 17 ตามลำดับ

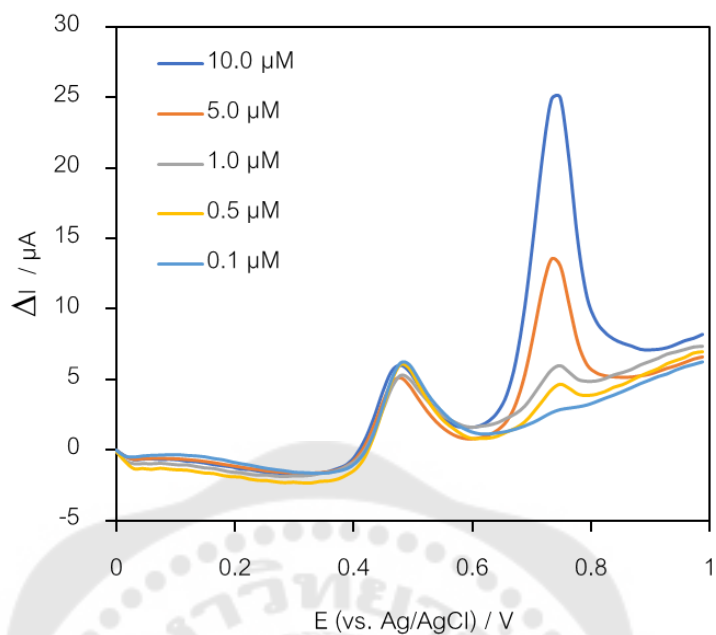
จากการทดลองได้โวลแทมโมแกรมดังภาพประกอบ 16 โดยการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่ที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ กัน พบว่าช่วงความเป็นเส้นตรงของการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่อยู่ในช่วงระหว่าง 0.01 ถึง 5.00 ไมโครโมลาร์ ได้สมการเส้นตรงจากภาพประกอบ 18 คือ $y = 5.5529x +$

0.6474 และมีค่า R^2 เท่ากับ 0.9995 สำหรับการตรวจวัดสารตราซีนนั้นในช่วงความเป็นเส้นตรงอยู่ในช่วง 0.1 ถึง 10.0 ไมโครโมลาร์ ดังแสดงในโวลแทมโมแกรมภาพประกอบ 17 และได้สมการดังเส้นตรงจากภาพประกอบ 19 คือ $y = 2.18x + 3.1451$ และมีค่า R^2 เท่ากับ 0.9978

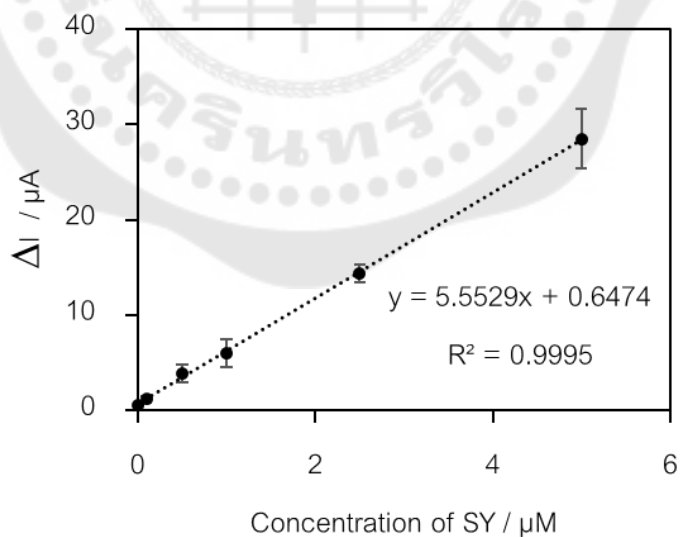
นอกจากนี้ทำศึกษาผลของการรบกวนซึ่งกันและกันของสารทั้งสองพบว่า การควบคุมความเข้มข้นของสารตราซีนเท่ากับ 1.0 ไมโครโมลาร์แล้วตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่ที่ความเข้มข้นตั้งแต่ 0.01 ถึง 5.00 ไมโครโมลาร์ ได้สัญญาณของสารตราซีนที่มีการเปลี่ยนแปลงเพียงเล็กน้อย ซึ่งเป็นในทำนองเดียวกันกับการควบคุมความเข้มข้นของชั้นเซตเยลโล่ให้คงที่ แล้วตรวจวัดสารตราซีนที่ความเข้มข้นต่าง ๆ จึงสามารถสรุปได้ว่าสารทั้งสองที่ต้องการวิเคราะห์ทั้งสองนี้สามารถตรวจวัดแบบพร้อมกันโดยไม่มีผลรบกวนกันเองในช่วงความเข้มข้นที่รายงาน และมีค่าขีดจำกัดในการตรวจวัด (LOD) และขีดจำกัดในการตรวจพบ (LOQ) ที่ค่าเดียวกัน คือ 0.01 ไมโครโมลาร์ และ 0.1 ไมโครโมลาร์ ของชั้นเซตเยลโล่และสารตราซีน ตามลำดับ



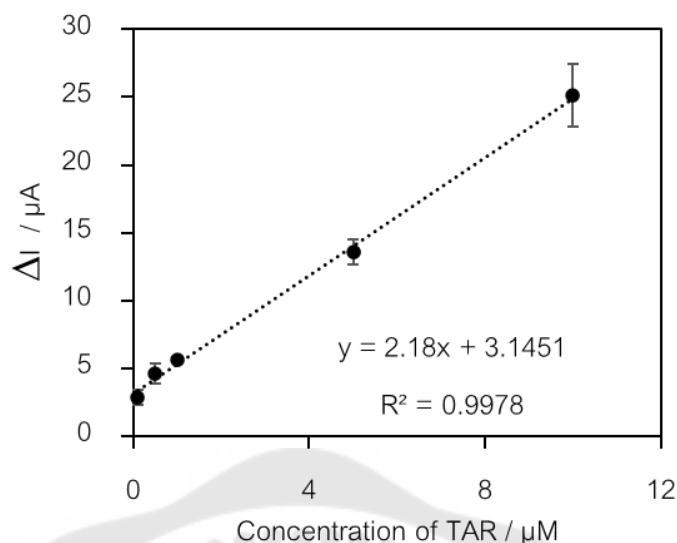
ภาพประกอบ 16 แสดงสแควร์เวฟโวลแทมโมแกรมของการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และสารตราซีนแบบพร้อมกัน โดยกำหนดให้สารตราซีนมีความเข้มข้นคงที่เท่ากับ 1.0 ไมโครโมลาร์ และให้ชั้นเซตเยลโล่มีความเข้มข้นในช่วง 0.01 ถึง 5.00 ไมโครโมลาร์



ภาพประกอบ 17 แสดงสแควร์วอลท์โวลแทมโมแกรมของการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนแบบพร้อมกัน โดยกำหนดให้ชั้นเซตเยลโล่มีความเข้มข้นคงที่เท่ากับ 1.0 ไมโครโมลาร์ และให้ตาร์ตราซีนมีความเข้มข้นในช่วง 0.1 ถึง 10.0 ไมโครโมลาร์



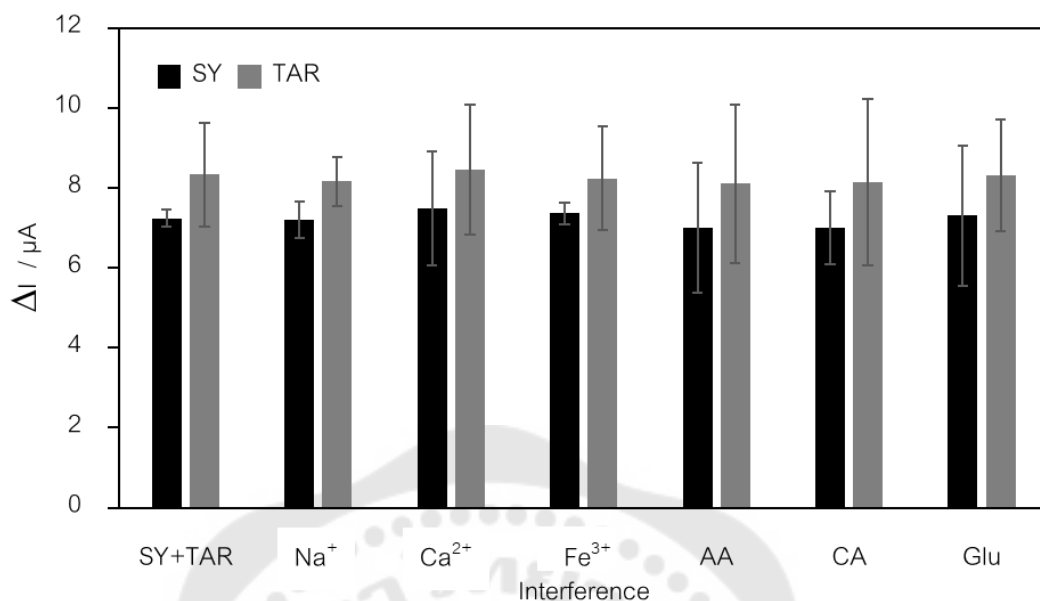
ภาพประกอบ 18 กราฟแสดงความสัมพันธ์เชิงเส้นระหว่างกระแสไฟฟ้าที่ตรวจวัดได้กับความเข้มข้นของชั้นเซตเยลโล่ในหน่วยไมโครโมลาร์



ภาพประกอบ 19 กราฟแสดงความสัมพันธ์เชิงเส้นระหว่างกระแสไฟฟ้าที่ตรวจวัดได้กับความเข้มข้นของตาร์ตราซีนในหน่วยไมโครโมลาร์

4.2. ความจำเพาะ (Selectivity)

ในการศึกษาความจำเพาะต่อการตรวจวัดสารละลายผสมของซันเซตเยลโล่และตาร์ตราซีน ที่ความเข้มข้น 1.0 ไมโครโมลาร์ ผู้ทำการวิจัยได้ศึกษาความเป็นไปได้ในการถูกรบกวนจากสารรบกวนต่าง ๆ ด้วยวิธีวิเคราะห์ที่พัฒนาขึ้น โดยมีการผสมสารรบกวนต่าง ๆ ที่อาจพบได้ในตัวอย่างเครื่องดื่มที่มีความเข้มข้นมากกว่า 50 เท่า ประกอบด้วย กรดแอสคอร์บิก (Ascorbic acid, AA) กรดซิตริก (Citric acid, CA) และน้ำตาลกลูโคส (Glucose, Glu) และความเข้มข้นมากกว่า 100 เท่า ประกอบด้วย ไอออนโซเดียม (Sodium ion, Na^+) ไอออนแคลเซียม (Calcium ion, Ca^{2+}) และไอออนเหล็ก (Iron(III) ion, Fe^{3+}) ได้ผลการทดลองดังภาพประกอบ 20 พบว่า กระแสไฟฟ้าของซันเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนที่มีการผสมตัวรบกวนนั้น มีค่ากระแสไฟฟ้าเปลี่ยนแปลงน้อยกว่าร้อยละ 5 จึงสรุปได้ว่าไม่มีการรบกวนเกิดขึ้น แสดงถึงวิธีการวิเคราะห์ซันเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนที่พัฒนาขึ้นนั้นมีความจำเพาะสูง



ภาพประกอบ 20 แสดงค่ากระแสไฟฟ้าที่เปลี่ยนแปลงจากการรบกวนด้วยสารรบกวนต่าง ๆ ที่ความเข้มข้นมากกว่าชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซีน 100 เท่า (ประกอบด้วย ไอออนโซเดียม ไอออนแคลเซียม และไอออนเหล็ก) และ 50 เท่า (ประกอบด้วย กรดแอสคอร์บิก กรดซิตริก และน้ำตาลกลูโคส)

5. การหาปริมาณชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซีนแบบพร้อมกันในตัวอย่างเครื่องดื่ม

ในการหาปริมาณชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซีนแบบพร้อมกันในตัวอย่างเครื่องดื่มจากร้านสะดวกซื้อ 3 ชนิดประกอบด้วย เครื่องดื่มชูกำลัง 2 ชนิด (ตัวอย่างที่ 1, 2) และเครื่องดื่มกลิ่นส้ม 1 ชนิด (ตัวอย่างที่ 3) ทำการทดสอบด้วยเทคนิคการเติมสารละลายมาตรฐานชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซีนที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ แล้วนำมาวิเคราะห์ด้วยวิธีที่พัฒนาขึ้นภายใต้สภาวะที่ได้ศึกษาแล้ว จากการวิเคราะห์ชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซีนแบบพร้อมกันในตัวอย่างพบว่าได้สมการเส้นตรง และ ค่าร้อยละการคืนกลับ ดังแสดงในตารางที่ 4 โดยมีค่าร้อยละการคืนกลับของชั้นเซตเยลโล่ อยู่ในช่วงร้อยละ 96.26 ถึง 107.73 และค่าร้อยละการคืนกลับของคาร์ตราซีน อยู่ในช่วงร้อยละ 94.25 ถึง 104.69 จะพบว่าค่าร้อยละการคืนกลับที่คำนวณได้นั้นเป็นค่าที่อยู่ในเกณฑ์การยอมรับได้ ตามมาตรฐาน AOAC 2016 (AOAC, 2016)

จากนั้นผู้ทำการทดลองได้ทำการเปรียบเทียบผลการทดลองที่ได้จากวิธีที่พัฒนาขึ้นกับเทคนิคมาตรฐานที่ใช้ในการตรวจวัดปริมาณสีสังเคราะห์คือเทคนิคโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูงพบว่าค่าความเข้มข้นของตัวอย่างทั้งสามชนิดมีค่าใกล้เคียงกันโดยมีค่าร้อยละความ

คลาดเคลื่อนโดยประมาณ (Relative error) อยู่ในช่วง 1.5 ถึง 7.0 จากตารางที่ 1 แสดงถึงวิธีการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และตาร์ทราซีนแบบพร้อมกันที่ได้พัฒนาขึ้นนี้มีความถูกต้องและแม่นยำสูงในระดับความเข้มข้นมากกว่าระดับ ppm แล้วยังสามารถเทียบเคียงกับเทคนิคมาตรฐานที่มีการใช้งานในปัจจุบัน และสามารถตรวจวัดหาปริมาณชั้นเซตเยลโล่และตาร์ทราซีนแบบพร้อมกันในตัวอย่างจริงได้

ตาราง 4 แสดงค่าที่ได้จากการตรวจวัดด้วยวิธีที่ได้พัฒนาขึ้นเทียบกับการใช้เทคนิคมาตรฐาน

ตัวอย่างที่	Analyte	ผลจากวิธีที่ได้พัฒนาขึ้น (µM)	ผลจากวิธีมาตรฐาน (µM)	ค่าร้อยละความคลาดเคลื่อนโดยประมาณ
1	SY	61.74±0.84	66.38±0.22	6.99
	TAR	160.15±1.10	167.68±0.17	4.49
2	SY	38.96±0.62	41.32±0.43	5.70
	TAR	71.47±0.60	74.90±0.34	4.58
3	SY	85.78±0.88	88.98±0.28	3.59
	TAR	27.39±1.62	27.81±0.52	1.50

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัย และข้อเสนอแนะ

เนื่องจากผู้วิจัยได้สังเกตเห็นถึงความเป็นพิษของการใช้สีสังเคราะห์ในกลุ่มเอโซ ในการเติมแต่งอาหาร ที่มีต่อผู้บริโภค โดยก่อให้เกิดอาการท้องผูก ท้องเสีย ปวดศีรษะ เป็นสารก่อภูมิแพ้ และสารก่อมะเร็งได้ เมื่อบริโภคในปริมาณเกินกว่าค่าที่กำหนด งานวิจัยนี้จึงได้นำเสนอเกี่ยวกับการพัฒนาข้าวไฟฟ้าพิมพ์สกรีนเพื่อเป็นวิธีทางเลือกใหม่สำหรับการวิเคราะห์ปริมาณสีสังเคราะห์ชั้นเซตเยลโลและตาร์ตราซินแบบพร้อมกัน โดยใช้ข้าวไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนที่ทำการปรับปรุงผิวหน้าด้วยเทคนิคไอเวอร์ออกซิเดชัน เพื่อให้ได้มาซึ่งวิธีที่ง่ายขึ้น เร็วขึ้น สะดวกขึ้น และใช้ต้นทุนการวิเคราะห์ที่น้อยลง เมื่อเปรียบเทียบกับวิธีมาตรฐานที่ใช้ทั่วไปคือเทคนิคโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง

งานวิจัยนี้เลือกใช้วิธีทางไฟฟ้าเคมี เป็นวิธีการตรวจวัด เนื่องจากเป็นวิธีที่มีข้อดีคือ ใช้งานง่าย มีความไวสูง สามารถสร้างความจำเพาะทางการตรวจวัดได้หลากหลายวิธี และสามารถลดต้นทุนการวิเคราะห์โดยใช้ข้าวไฟฟ้าเป็นข้าวไฟฟ้าพิมพ์สกรีน ซึ่งสามารถใช้แล้วทิ้งได้ สร้างเป็นเซนเซอร์แบบพกพาได้สะดวก ต้นทุนต่ำ ใช้ปริมาณตัวอย่างเพียงเล็กน้อย และเกิดของเสียจากการตรวจวัดต่ำ

ข้าวไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนเตรียมได้โดยการใช้วัสดุฐานรองเป็นแผ่นใส ทำการสกรีนหมึกแกรฟีน และซิลเวอร์ซิลเวอร์คอลลอยด์ ลงบนแผ่นใสแล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 30 นาที จะได้ข้าวไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนสำหรับใช้งานออกมา หลังจากนั้นทำการปรับปรุงผิวหน้าข้าวโดยการให้ค่าศักย์ไฟฟ้าเกินช่วงใช้งานหรือไอเวอร์ออกซิเดชัน ด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี ใช้สารละลายอิเล็กโทรไลต์เป็น สารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ พีเอช 7 ความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ แล้วทำการสแกนศักย์ไฟฟ้าในช่วง -0.5 ถึง +2.0 โวลต์ ด้วยอัตราเร็ว 75 มิลลิโวลต์ต่อวินาที จำนวน 5 รอบ แล้วนำข้าวไฟฟ้ามาล้างด้วยน้ำปราศจากไอออนเล็กน้อย ต่อมานำข้าวไฟฟ้าที่ผ่านการปรับปรุงผิวหน้าด้วยเทคนิคไอเวอร์ออกซิเดชันแล้วมาทำการตรวจวัดชั้นเซตเยลโลและตาร์ตราซินแบบพร้อมกันด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี ก่อนการใช้งานทำการเตรียมความพร้อมของข้าวไฟฟ้าด้วยการวัดสารละลายอิเล็กโทรไลต์ในช่วงหน้าต่างใช้งานที่ สแกนในช่วง 0.0 ถึง +1.0 โวลต์ อัตราเร็ว 100 มิลลิโวลต์ต่อวินาที จำนวน 5 รอบด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี ใช้เพื่อให้สัญญาณพื้นหลังมีค่าคงที่ แล้วจึงทำการตรวจวัดสัญญาณของชั้นเซตเยลโลและตาร์ตราซินแบบพร้อมกันด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี โดยใช้สารตัวอย่างเพียง 100 ไมโครลิตร ใช้ค่าศักย์ไฟฟ้าตรวจวัดในช่วง 0.0 ถึง +1.0 โวลต์ แอมพิจูด 0.06 โวลต์ การเพิ่มขึ้นของค่า

ศักย์ไฟฟ้า 0.015 โวลต์ และความถี่ 30 เฮิรตซ์ จะได้สัญญาณของชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนออกมาที่ตำแหน่ง +0.45 โวลต์ และ +0.7 โวลต์ ตามลำดับ

ในการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการดัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชัน ผู้ทำการทดลองได้ศึกษาสภาวะต่าง ๆ ของเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี โดยประกอบด้วย

1. ชนิดของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ใช้ ศึกษาทั้งหมด 6 ชนิด ได้แก่ สารละลาย 0.1 โมลาร์ สารละลายกรดไฮโดรคลอริก (HCl) 0.1 โมลาร์ สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) 0.1 โมลาร์ สารละลายอะซิเตทบัฟเฟอร์ พีเอช 4.24 (AB) 0.1 โมลาร์ สารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ พีเอช 7 (PBS) 0.1 โมลาร์ สารละลายคาร์บอนเตตบัฟเฟอร์ พีเอช 9.97 (CBS) และ สารละลาย 0.01 โมลาร์ ไฮโดรเจนเพอร์ออกไซด์ (H_2O_2) โดยจากผลการทดลองสามารถบอกได้ว่า การดัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชันนั้นเกิดได้ดีในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่เป็นเบส และเกิดได้ไม่ดีในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่เป็นกรด บอกได้ว่ากระบวนการโอเวอร์ออกซิเดชันเพื่อดัดแปรขั้วไฟฟ้านั้น สามารถเกิดได้ดีเมื่อใช้สารละลายที่มีปริมาณหมู่ไฮดรอกซิลมาก ทั้งนี้ ผู้วิจัยได้เลือกใช้สารละลาย 0.1 โมลาร์ ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ พีเอช 7 เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ในการดัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีน เนื่องจากสารละลายดังกล่าวให้สัญญาณการตรวจวัดตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนที่เหมาะสมที่สุด

2. ค่าความเป็นกรดเบสของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ได้ทำการศึกษาในช่วง 5 ถึง 9 โดยใช้สารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์เข้มข้น 0.1 โมลาร์ พบว่าสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่สภาวะเป็นเบสมีความเหมาะสมกับเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชัน แต่เมื่อสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์มีค่าความเป็นกรดเบสมากกว่า 7 ทำให้ผิวหน้าขั้วไฟฟ้ามีอะตอมของออกซิเจนและความขรุขระมากเกินไป จึงทำให้กระแสไฟฟ้าพื้นหลังสูง เมื่อหักลบกับกระแสไฟฟ้าของสารที่ต้องการตรวจวัด ทำให้ได้กระแสไฟฟ้าสุทธิน้อย ดังนั้นผู้ทำการทดลองจึงเลือกใช้สารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์เข้มข้น 0.1 โมลาร์ ที่มีค่าความเป็นกรดต่างเท่ากับ 7 เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ในการดัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชัน

3. ช่วงศักย์ไฟฟ้าในการสแกน ได้ศึกษาโดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรีด้วยศักย์ไฟฟ้าเกินช่วงใช้งานในช่วง -0.50 ถึง +2.25 โวลต์ พบว่าช่วงศักย์ไฟฟ้า -0.50 ถึง +2.00 โวลต์ เป็นช่วงศักย์ไฟฟ้าการสแกนที่ให้สัญญาณสูงที่สุด จึงได้เลือกช่วงศักย์ไฟฟ้า -0.50 ถึง +2.00 โวลต์ สำหรับการดัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชัน เพื่อตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซีนแบบพร้อมกัน

4. จำนวนรอบในการสแกน ได้ศึกษาโดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรีเป็นจำนวน 2 รอบ ถึง 6 รอบ พบว่าจำนวนรอบในการสแกนด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี 5 รอบ เป็นจำนวนรอบที่ให้สัญญาณสูงที่สุด จึงเป็นสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการดัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชัน เพื่อตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซินแบบพร้อมกัน

5. อัตราเร็วในการสแกนสำหรับการดัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชันได้ศึกษาอัตราเร็วในการสแกนตั้งแต่ 25 ถึง 125 มิลลิโวลต์ต่อวินาที พบว่าอัตราเร็วในการสแกน เท่ากับ 75 มิลลิโวลต์ต่อวินาที เป็นอัตราเร็วที่เหมาะสมสำหรับการดัดแปรผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชัน เพื่อการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซินแบบพร้อมกัน

ในการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซินพร้อมด้วยเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี ผู้ทำการทดลองได้ศึกษาสภาวะต่าง ๆ ของเทคนิคสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี โดยประกอบด้วย

1. แอมพลิจูดทำการศึกษาในช่วง 20 ถึง 100 มิลลิโวลต์ พบว่าค่ากระแสไฟฟ้าของชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซินเพิ่มขึ้นในช่วงแรก และเปลี่ยนแปลงเล็กน้อยเมื่อแอมพลิจูดมากกว่า 40 มิลลิโวลต์ ดังนั้น จึงเลือกใช้แอมพลิจูดที่ 60 มิลลิโวลต์ เป็นสภาวะที่เหมาะสมในการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซินแบบพร้อมกัน

2. ความถี่ทำการศึกษาในช่วง 10 ถึง 50 เฮิร์ตซ์ และ เลือกใช้ความถี่ที่ 30 เฮิร์ตซ์ เป็นความถี่ที่เหมาะสมในการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซินพร้อมกัน เนื่องจากการใช้ความถี่สูงในการตรวจวัดนั้นจะส่งผลให้สัญญาณเพิ่มสูงขึ้นก็จริง แต่สัญญาณพื้นหลังก็เพิ่มสูงขึ้นตามเช่นกัน ทำให้เมื่อหักลบแล้วค่ากระแสไฟฟ้าสุทธิที่วัดได้ของชั้นเซตเยลโล่จึงลดลงที่ความถี่สูงกว่า 20 เฮิร์ตซ์

3. การเพิ่มขึ้นของค่าศักย์ไฟฟ้าทำการศึกษาในช่วง 2.5 ถึง 20.0 มิลลิโวลต์ และ เลือกใช้การเพิ่มขึ้นของค่าศักย์ไฟฟ้าที่ 15 มิลลิโวลต์ เป็นสภาวะที่เหมาะสมในการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซินแบบพร้อมกัน

หลังจากได้สภาวะที่เหมาะสมในการดัดแปรขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนด้วยเทคนิคโอเวอร์ออกซิเดชันและสภาวะที่เหมาะสมในการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซินแบบพร้อมกันแล้ว จึงได้นำสภาวะเหล่านั้นไปใช้ในการหาประสิทธิภาพของวิธีการวิเคราะห์ประกอบด้วย

1. ความสัมพันธ์เชิงเส้นของชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซิน ทำโดยการตรวจวัดสารทั้งสองพร้อมกันด้วยวิธีที่ได้พัฒนาขึ้น โดยให้สารหนึ่งมีความเข้มข้นที่คงที่เท่ากับ 1.0 ไมโครโมลาร์

แล้วอีกสารหนึ่งมีความเข้มข้นแตกต่างกัน แล้วจึงนำค่ากระแสไฟฟ้าของสารที่มีความเข้มข้นแตกต่างกันมาหาค่าความสัมพันธ์ผกผัน และนำไปสร้างเป็นกราฟที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้าและความเข้มข้น โดยการตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่มีช่วงความเป็นเส้นตรงอยู่ในระหว่าง 0.01 ถึง 5.0 ไมโครโมลาร์ ได้สมการเส้นตรงคือ $y = 5.5529x + 0.6474$ และมีค่า R^2 เท่ากับ 0.9995 ส่วนการตรวจวัดคาร์ตราซีนนั้น มีช่วงความเป็นเส้นตรงอยู่ในช่วง 0.1 ถึง 10.0 ไมโครโมลาร์ ได้สมการเส้นตรงคือ $y = 2.18x + 3.1451$ และมีค่า R^2 เท่ากับ 0.9978 เพื่อศึกษาผลของการรบกวนซึ่งกันและกันของสารทั้งสองพบว่า การควบคุมความเข้มข้นของคาร์ตราซีนเท่ากับ 1.0 ไมโครโมลาร์ แล้วตรวจวัดชั้นเซตเยลโล่ที่ความเข้มข้นตั้งแต่ 0.01 ถึง 5.0 ไมโครโมลาร์ ได้สัญญาณของคาร์ตราซีนที่มีการเปลี่ยนแปลงเพียงเล็กน้อย ซึ่งเป็นในทำนองเดียวกันกับการควบคุมความเข้มข้นของชั้นเซตเยลโล่ให้คงที่ แล้วตรวจวัดคาร์ตราซีนที่ความเข้มข้นต่าง ๆ จึงสรุปได้ว่าสารทั้งสองที่ต้องการวิเคราะห์ทั้งสองนี้สามารถตรวจพร้อมกันได้ในช่วงความเข้มข้นที่ได้รายงาน และมีค่าขีดจำกัดในการตรวจวัด (LOD) และขีดจำกัดในการตรวจพบ (LOQ) ที่ค่าเดียวกัน คือ 0.01 ไมโครโมลาร์ และ 0.1 ไมโครโมลาร์ ของชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซีน ตามลำดับ

2. ในการศึกษาความจำเพาะต่อการตรวจวัดสารละลายผสมของชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซีน ที่เข้มข้น 1.0 ไมโครโมลาร์ ผู้ทำการวิจัยได้ศึกษาความเป็นไปได้ในการถูกรบกวนจากสารรบกวนต่าง ๆ ด้วยวิธีวิเคราะห์ที่พัฒนาขึ้น โดยมีการผสมสารรบกวนต่าง ๆ ที่อาจพบได้ในตัวอย่างเครื่องดื่มที่ความเข้มข้นมากกว่า 50 เท่า ประกอบด้วย กรดแอสคอร์บิก (Ascorbic acid, AA) กรดซิตริก (Citric acid, CA) และน้ำตาลกลูโคส (Glucose, Glu) และความเข้มข้นมากกว่า 100 เท่า ประกอบด้วย ไอออนโซเดียม (Sodium ion, Na^+) ไอออนแคลเซียม (Calcium ion, Ca^{2+}) และไอออนเหล็ก (Iron(III) ion, Fe^{3+}) พบว่า กระแสไฟฟ้าของชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซีนที่มีการผสมตัวรบกวนนั้น มีการเปลี่ยนแปลงน้อยกว่าร้อยละ 5 จึงสรุปได้ว่าไม่มีการรบกวนเกิดขึ้น แสดงถึงวิธีการวิเคราะห์ชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซีนที่พัฒนาขึ้นนั้นมีความจำเพาะสูงต่อการตรวจวัดสารที่สนใจ

การหาปริมาณชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซีนแบบพร้อมกันในตัวอย่างเครื่องดื่มจากร้านสะดวกซื้อ 3 ชนิดประกอบด้วย เครื่องดื่มชูกำลัง 2 ชนิด และเครื่องดื่มกลิ่นส้ม 1 ชนิด ทำการทดสอบโดยการเติมสารละลายมาตรฐานชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซีนที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ แล้วนำมาวิเคราะห์ด้วยวิธีที่พัฒนาขึ้นภายใต้สภาวะที่ได้ศึกษาแล้ว จากการวิเคราะห์ชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซีนแบบพร้อมกันในตัวอย่งพบว่า ได้มีค่าร้อยละการคืนกลับของชั้นเซตเยลโล่และคาร์ตราซีน อยู่ในช่วงร้อยละ 94.25 ถึง 107.73 จะพบได้ว่าค่าร้อยละการคืนกลับที่คำนวณได้นั้น

เป็นค่าที่อยู่ในเกณฑ์การยอมรับได้ และผู้ทำการทดลองได้ทำการเปรียบเทียบผลการทดลองกับเทคนิคมาตรฐานที่ใช้ในการตรวจวัดปริมาณสีสังเคราะห์ คือเทคนิคโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูงพบว่าค่าความเข้มข้นของตัวอย่างทั้งสามชนิดมีค่าใกล้เคียงกันโดยมีค่าความคลาดเคลื่อนโดยประมาณน้อยกว่าร้อยละ 10

จึงสรุปได้ว่าวิธีที่ได้พัฒนาขึ้นมาจากงานวิจัยนี้ให้สภาพไวและประสิทธิภาพของวิธีการวิเคราะห์สูง ง่ายต่อการใช้งาน ระยะเวลาในการวิเคราะห์รวดเร็ว และใช้สารตัวอย่างปริมาณน้อย โดยใช้ไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนที่พัฒนาด้วยเทคนิคไอเวอร์ออกซิเดชันที่ถูกประดิษฐ์ขึ้นมานี้มีต้นทุนการผลิตที่ต่ำลง และจากการนำไปประยุกต์ใช้เพื่อตรวจวัดปริมาณชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซินแบบพร้อมกันในตัวอย่างเครื่องดื่มชูกำลัง และเครื่องดื่มกลั่นส้ม ที่มีการจำหน่ายในร้านสะดวกซื้อทั่วไป พบว่าให้ค่าที่อยู่ในเกณฑ์การยอมรับได้ อีกทั้งยังมีค่าใกล้เคียงกับเทคนิคมาตรฐาน ดังนั้นงานวิจัยที่พัฒนาขึ้นมานี้อาจเป็นวิธีทางเลือกใหม่เพื่อเพิ่มศักยภาพการตรวจวัดสีสังเคราะห์และสารอื่น ๆ ด้วยวิธีทางเคมีไฟฟ้าต่อไป

งานวิจัยในอนาคต

เนื่องจากข้อได้เปรียบที่ได้ทำการพัฒนาขึ้นเพื่อตรวจวัดปริมาณสีสังเคราะห์ชั้นเซตเยลโล่และตาร์ตราซินแบบพร้อมกัน นั้นยังไม่มีคำตอบที่ชัดเจนว่าด้วยกลไกใดบริเวณผิวหน้าขั้วไฟฟ้าที่ส่งผลให้สัญญาณการตรวจวัดนั้นเพิ่มสูงขึ้น และสามารถทำให้พีคของสารแยกออกจากกันชัดเจนขึ้น จึงจำเป็นต้องทำการศึกษาการเปลี่ยนแปลงทางกายภาพบริเวณผิวหน้าขั้วไฟฟ้าพิมพ์สกรีนแกรฟีนที่ปรับปรุงด้วยเทคนิคไอเวอร์ออกซิเดชัน ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด และเทคนิคสเปกโตรสโกปีของอนุภาคอิเล็กตรอนที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอ็กซ์ เพื่อนำมาประกอบการอธิบายสืบต่อไป

บรรณานุกรม

- AOAC. (2016). Guidelines for Standard Method Performance Requirements. AOAC INTERNATIONAL, 9. Retrieved form https://www.aoac.org/wp-content/uploads/2019/08/app_f.pdf
- Bard, A. J., และ Faulkner, L. R. (2001). *Electrochemical methods : fundamentals and applications* (2nd ed.) (Bibliographies Non-fiction): John Wiley & Sons.
- Benvidi, A., Abbasi, S., Gharaghani, S., Dehghan Tezerjani, M., และ Masoum, S. (2017). Spectrophotometric determination of synthetic colorants using PSO–GA-ANN. *Food Chemistry*, 220, 377-384. Retrieved form <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0308814616316272>
- Combes, R. D., และ Haveland-Smith, R. B. (1982). A review of the genotoxicity of food, drug and cosmetic colours and other azo, triphenylmethane and xanthene dyes. *Mutation Research/Reviews in Genetic Toxicology*, 98(2), 101-243. Retrieved form <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/016511108290015X>
- Devkota, L., Nguyen, L. T., Vu, T. T., และ Piro, B. (2018). Electrochemical determination of tetracycline using AuNP-coated molecularly imprinted overoxidized polypyrrole sensing interface. *Electrochimica Acta*, 270, 535-542. Retrieved form <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0013468618306066>
- Dominguez, F. B., Diego, F. G., และ Mendez, J. H. (1990). Determination of sunset yellow and tartrazine by differential pulse polarography. *Talanta*, 37(6), 655-658. Retrieved form <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/003991409080213Y>
- Dorraj, P. S., และ Jalali, F. (2017). Electrochemical fabrication of a novel ZnO/cysteic acid nanocomposite modified electrode and its application to simultaneous determination of sunset yellow and tartrazine. *Food Chemistry*, 227, 73-77. Retrieved form <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0308814617300821>
- Dresselhaus, M. S., และ Dresselhaus, G. (2002). Intercalation compounds of graphite.

- Advances in Physics*, 51(1), 1-186. Retrieved from <https://doi.org/10.1080/00018730110113644>
- EFSA. (2009a). Scientific Opinion on the re-evaluation of Sunset Yellow FCF (E 110) as a food additive. *EFSA Journal*, 7(11), 1330. Retrieved from <https://doi.org/10.2903/j.efsa.2009.1330>
- EFSA. (2009b). Scientific Opinion on the re-evaluation Tartrazine (E 102). *EFSA Journal*, 7(11), 1331. Retrieved from <https://doi.org/10.2903/j.efsa.2009.1331>
- Feketea, G., and Tsabouri, S. (2017). Common food colorants and allergic reactions in children: Myth or reality? *Food Chemistry*, 230, 578-588. Retrieved from <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S030881461730420X>
- Gan, T., Sun, J., Cao, S., Gao, F., Zhang, Y., and Yang, Y. (2012). One-step electrochemical approach for the preparation of graphene wrapped-phosphotungstic acid hybrid and its application for simultaneous determination of sunset yellow and tartrazine. *Electrochimica Acta*, 74, 151-157. Retrieved from <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0013468612005956>
- Gan, T., Sun, J., Meng, W., Song, L., and Zhang, Y. (2013). Electrochemical sensor based on graphene and mesoporous TiO₂ for the simultaneous determination of trace colourants in food. *Food Chemistry*, 141(4), 3731-3737. Retrieved from <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0308814613008613>
- Gan, T., Sun, J., Wu, Q., Jing, Q., and Yu, S. (2013). Graphene Decorated with Nickel Nanoparticles as a Sensitive Substrate for Simultaneous Determination of Sunset Yellow and Tartrazine in Food Samples. *Electroanalysis*, 25(6), 1505-1512. Retrieved from <https://doi.org/10.1002/elan.201300008>
- Ghoreishi, S. M., Behpour, M., and Golestaneh, M. (2012). Simultaneous determination of Sunset yellow and Tartrazine in soft drinks using gold nanoparticles carbon paste electrode. *Food Chemistry*, 132(1), 637-641. Retrieved from <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0308814611015743>
- González-Sánchez, M. I., Gómez-Monedero, B., Agrisuelas, J., Iniesta, J., and Valero, E. (2018). Highly activated screen-printed carbon electrodes by electrochemical

treatment with hydrogen peroxide. *Electrochemistry Communications*, 91, 36-40.

Retrieved form

<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1388248118301012>

Gu, H.-Y., Yu, A.-M., และ Chen, H.-Y. (2001). ELECTROCHEMICAL BEHAVIOR AND SIMULTANEOUS DETERMINATION OF VITAMIN B2, B6, AND C AT ELECTROCHEMICALLY PRETREATED GLASSY CARBON ELECTRODE. *Analytical Letters*, 34(13), 2361-2374. Retrieved form <https://doi.org/10.1081/AL-100107301>

Iijima, S., และ Ichihashi, T. (1993). Single-shell carbon nanotubes of 1-nm diameter.

Nature, 363(6430), 603-605. Retrieved form <https://doi.org/10.1038/363603a0>

Jampasa, S., Siangproh, W., Duangmal, K., และ Chailapakul, O. (2016). Electrochemically reduced graphene oxide-modified screen-printed carbon electrodes for a simple and highly sensitive electrochemical detection of synthetic colorants in beverages. *Talanta*, 160, 113-124. Retrieved form

<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0039914016305033>

Kolozof, P.-A., Florou, A. B., Spyrou, K., Hrbac, J., และ Prodromidis, M. I. (2020). In-situ tailoring of the electrocatalytic properties of screen-printed graphite electrodes with sparked generated molybdenum nanoparticles for the simultaneous voltammetric determination of sunset yellow and tartrazine. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 304, 127268. Retrieved form

<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0925400519314674>

Kroto, H. W., Heath, J. R., O'Brien, S. C., Curl, R. F., และ Smalley, R. E. (1985). C60:

Buckminsterfullerene. *Nature*, 318(6042), 162-163. Retrieved form

<https://doi.org/10.1038/318162a0>

Medeiros, R. A., Lourencao, B. C., Rocha-Filho, R. C., และ Fatibello-Filho, O. (2012).

Simultaneous voltammetric determination of synthetic colorants in food using a cathodically pretreated boron-doped diamond electrode. *Talanta*, 97, 291-297.

Retrieved form

<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0039914012003281>

Minioti, K. S., Sakellariou, C. F., และ Thomaidis, N. S. (2007). Determination of 13 synthetic

food colorants in water-soluble foods by reversed-phase high-performance liquid chromatography coupled with diode-array detector. *Analytica Chimica Acta*, 583(1), 103-110. Retrieved from

<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0003267006020101>

Nambiar, A. P., Sanyal, M., และ Shrivastav, P. S. (2018). Simultaneous densitometric determination of eight food colors and four sweeteners in candies, jellies, beverages and pharmaceuticals by normal-phase high performance thin-layer chromatography using a single elution protocol. *Journal of Chromatography A*, 1572, 152-161. Retrieved from

<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0021967318310793>

Nuñez-Dallos, N., Macías, M. A., García-Beltrán, O., Calderón, J. A., Nagles, E., และ Hurtado, J. (2018). Voltammetric determination of amaranth and tartrazine with a new double-stranded copper(I) helicate-single-walled carbon nanotube modified screen printed electrode. *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 822, 95-104. Retrieved from

<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1572665718303631>

Penagos-Llanos, J., García-Beltrán, O., Calderón, J. A., Hurtado-Murillo, J. J., Nagles, E., และ Hurtado, J. J. (2019). Simultaneous determination of tartrazine, sunset yellow and allura red in foods using a new cobalt-decorated carbon paste electrode. *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 852, 113517. Retrieved from

<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1572665719307854>

Qiu, X., Lu, L., Leng, J., Yu, Y., Wang, W., Jiang, M., และ Bai, L. (2016). An enhanced electrochemical platform based on graphene oxide and multi-walled carbon nanotubes nanocomposite for sensitive determination of Sunset Yellow and Tartrazine. *Food Chemistry*, 190, 889-895. Retrieved from

<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0308814615009371>

Samori, P., Kinloch, I. A., Feng, X., และ Palermo, V. (2015). Graphene-based nanocomposites for structural and functional applications: using 2-dimensional materials in a 3-dimensional world. *2D Materials*, 2(3), 030205. Retrieved from

<http://dx.doi.org/10.1088/2053-1583/2/3/030205>

- Sierra-Rosales, P., Toledo-Neira, C., และ Squella, J. A. (2017). Electrochemical determination of food colorants in soft drinks using MWCNT-modified GCEs. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 240, 1257-1264. Retrieved form <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0925400516313685>
- Smith, A. D., Elgammal, K., Niklaus, F., Delin, A., Fischer, A. C., Vaziri, S., และ Lemme, M. C. (2015). Resistive graphene humidity sensors with rapid and direct electrical readout. *Nanoscale*, 7(45), 19099-19109. Retrieved form <http://dx.doi.org/10.1039/C5NR06038A>
- Tikhomirova, T. I., Ramazanova, G. R., และ Apyari, V. V. (2017). A hybrid sorption – Spectrometric method for determination of synthetic anionic dyes in foodstuffs. *Food Chemistry*, 221, 351-355. Retrieved form <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0308814616316594>
- Wang, J. (2000). *Analytical electrochemistry* (Book). New York: Wiley-VCH.
- Wang, M., และ Zhao, J. (2015). Facile synthesis of Au supported on ionic liquid functionalized reduced graphene oxide for simultaneous determination of Sunset yellow and Tartrazine in drinks. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 216, 578-585. Retrieved form <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0925400515005055>
- Zhao, X., Yi, L., Wang, C., Xian, Y., Zeng, X., และ Bai, W. (2018). Simple and Sensitive Electrochemical Sensor for Tyramine Determination Based on Overoxidized Poly(o-aminophenol) Film Modified Electrode, 10289-10301.
- Zhu, Y., Murali, S., Stoller, M. D., Ganesh, K. J., Cai, W., Ferreira, P. J., และ Ruoff, R. S. (2011). Carbon-Based Supercapacitors Produced by Activation of Graphene. *Science*, 332(6037), 1537. Retrieved form <http://science.sciencemag.org/content/332/6037/1537.abstract>
- เพ็ญศรี ทองนพเนื่อ. (2561). เคมีวิเคราะห์เชิงไฟฟ้า (พิมพ์ครั้งที่ 6, [ฉบับปรับปรุง]) (Bibliographies Non-fiction): สำนักพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- กุลนารี สิริสาดี. (2542). การประกันคุณภาพ : กระบวนการวิเคราะห์คุณภาพห้องปฏิบัติการชั้นสูง

โรคตามระบบ ISO (Non-fiction): ชมรมคุณภาพและมาตรฐานห้องปฏิบัติการชั้นสูงโรค.
วิลาวลัย พงษ์พิทักษ์. (2544). การตรวจสอบการใช้ได้ของวิธี (*Test Method Validation*) และการ
ประยุกต์ใช้เทคนิคทางสถิติ. กรุงเทพฯ: สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่ง
ประเทศไทย.



ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-สกุล	ศุภสิทธิ์ หิรัญศักดิ์
วัน เดือน ปี เกิด	4 กรกฎาคม 2540
สถานที่เกิด	กรุงเทพมหานคร
วุฒิการศึกษา	พ.ศ.2557 โรงเรียนอัสสัมชัญ พ.ศ.2561 วิทยาศาสตร์บัณฑิต มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ กรุงเทพมหานคร ปัจจุบัน วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ กรุงเทพมหานคร
ที่อยู่ปัจจุบัน	42/1 ซ.สวนหลวง ถ.เทอดไท แขวงบางค้อ เขตจอมทอง กทม 10150
ผลงานตีพิมพ์	The 1st International Conference on Advanced Materials for Printed Electronics and Sensors (iCAMPS2020)
รางวัลที่ได้รับ	Best Poster Presentation Awards : ICAMPS2020 Session A : Gas Sensor and Biosensor for Sustainable Life