

# คู่มือการวิเคราะห์คุณภาพน้ำตาลทราย

ตามประกาศคณะกรรมการอ้อยและน้ำตาลทราย

เรื่อง

การกำหนดปริมาณมาตรฐานในการผลิตน้ำตาลทรายของโรงงาน พ.ศ.๒๕๖๐

## คำนำ

คู่มือการปฏิบัติงานการวิเคราะห์คุณภาพน้ำตาลทราย ได้จัดทำขึ้นเพื่อใช้เป็นวิธีวิเคราะห์คุณภาพน้ำตาลทรายตามประกาศคณะกรรมการอ้อยและน้ำตาลทราย เรื่อง การกำหนดปริมาณมาตรฐานในการผลิตน้ำตาลทรายของโรงงาน พ.ศ. ๒๕๖๐ ซึ่งเป็นวิธีการวิเคราะห์น้ำตาลทรายตามมาตรฐาน ICUMSA (International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis) และเป็นวิธีวิเคราะห์น้ำตาลทรายที่สำนักงานคณะกรรมการอ้อยและน้ำตาลทรายใช้เป็นวิธีมาตรฐานในการวิเคราะห์ของอุตสาหกรรมอ้อยน้ำตาลทรายที่ยึดถือมาโดยตลอด

คู่มือการปฏิบัติงานนี้จะเน้นการจัดทำในวิธีวิเคราะห์ในค่าที่มีผลต่อการคำนวณมาตรฐานการผลิตน้ำตาลทราย และเป็นวิธีที่เป็นปัจจุบันของมาตรฐาน ซึ่งผู้จัดทำหวังว่าจะเป็นประโยชน์และสามารถใช้เป็นแนวทางปฏิบัติงานการวิเคราะห์คุณภาพน้ำตาลทรายตามประกาศคณะกรรมการอ้อยและน้ำตาลทรายต่อไป

วรรณภา ตุงศ์สมบูรณ์

นักวิชาการอุตสาหกรรมชำนาญการพิเศษ

ผู้จัดทำ

ธันวาคม ๒๕๖๑

## สารบัญ

|   | หน้า |
|---|------|
| คำนำ  | ๑    |
| สารบัญ  | ๒    |
| ๑. วัตถุประสงค์   | ๓    |
| ๒. ขอบเขต   | ๓    |
| ๓. เกณฑ์ห้องปฏิบัติการวิเคราะห์คุณภาพน้ำตาลทรายที่ดี  | ๓    |
| ๔. การสุ่มตัวอย่างโดยวิธีตาม ICUMSA   | ๗    |
| ๕. วิธีการวิเคราะห์คุณภาพน้ำตาลทราย   | ๑๑   |
| ๕.๑ การวิเคราะห์หาค่าโพลาริเซชันของน้ำตาลทรายดิบ<br>(Method GS1/2/3/9-1 (2007))   | ๑๑   |
| ๕.๒ การวิเคราะห์หาค่าโพลาริเซชันของน้ำตาลทรายขาว,ขาวบริสุทธิ์<br>(Method GS2/3-1 (2011))  | ๑๘   |
| ๕.๓ การวิเคราะห์ค่าถ้าเชิงความนำไฟฟ้า (Conductivity Ash) ในน้ำตาลทรายดิบ<br>(Method GS1/3/4/7/8-13 (1994))  | ๒๔   |
| ๕.๔ การวิเคราะห์ค่าถ้าเชิงความนำไฟฟ้า (Conductivity Ash) ในน้ำตาลทรายขาว<br>และน้ำตาลทรายขาวบริสุทธิ์ (Method GS2/3/9-17 (2011))                    | ๒๗   |
| ๕.๕ การวิเคราะห์ปริมาณน้ำตาลรีตีวซิ่ง ในน้ำตาลทรายดิบ โดยวิธี Lane and Eynon<br>Constant Volume (Method GS1/3/7-3 (2005))                           | ๓๑   |
| ๕.๖ การวิเคราะห์ปริมาณน้ำตาลรีตีวซิ่ง ในน้ำตาลทรายขาว โดยวิธี Knight and Allen EDTA<br>Method-Official (Reference) Method (Method GS2/3/9-5 (2011)) | ๓๘   |
| ๖. การนำไปใช้ประโยชน์   | ๔๑   |
| ๗. บรรณานุกรม   | ๔๑   |

## คู่มือการวิเคราะห์คุณภาพน้ำตาลทราย

### ๑. วัตถุประสงค์

เพื่อมุ่งเน้นส่งเสริมห้องปฏิบัติการวิเคราะห์คุณภาพน้ำตาลทรายของโรงงานน้ำตาลมีวิธีวิเคราะห์ตามมาตรฐานที่เป็นปัจจุบัน มีการพัฒนาบริหารจัดการของห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ให้สอดคล้องกับระบบมาตรฐานสากล ให้ความสำคัญกับการประกันคุณภาพและควบคุมผลการวิเคราะห์ทดสอบ รวมทั้งการจัดการสิ่งแวดล้อมอย่างมีประสิทธิภาพ

### ๒. ขอบเขต

๒.๑ เพื่อเป็นแนวทางการปฏิบัติการวิเคราะห์คุณภาพน้ำตาลทรายตามประกาศคณะกรรมการอ้อยและน้ำตาลทราย เรื่อง การกำหนดปริมาณมาตรฐานในการผลิตน้ำตาลทรายของโรงงาน พ.ศ. ๒๕๖๐ ในการคำนวณค่าสัมประสิทธิ์ของงาน (Coefficient of Work หรือ COW.)

๒.๒ เพื่อใช้เป็นวิธีมาตรฐานในการวิเคราะห์คุณภาพน้ำตาลทรายของห้องปฏิบัติการวิเคราะห์คุณภาพน้ำตาลทรายของโรงงานน้ำตาลทรายที่เป็นวิธีปัจจุบัน

### ๓. เกณฑ์ห้องปฏิบัติการวิเคราะห์คุณภาพน้ำตาลทรายที่ดี

#### ๓.๑ องค์กรและบุคลากร ห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ต้อง

- (๑) มีนโยบายชัดเจนที่จะให้การสนับสนุนให้ห้องปฏิบัติการวิเคราะห์มีคุณภาพ
- (๒) กำหนดแผนผังองค์กร โครงสร้างการบริหารของห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ และการบริหารของห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ สถานะของห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ในองค์กรใหญ่ ซึ่งแสดงโดยมี
  - แผนภูมิแสดงการจัดองค์กรทั้งองค์กร
  - แผนภูมิของห้องวิเคราะห์คุณภาพน้ำตาลทราย
- (๓) บุคลากร อำนาจหน้าที่ความรับผิดชอบในห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ และหน่วยงานที่สนับสนุน ประกอบด้วย
  - หน้าที่ความรับผิดชอบของทุกตำแหน่งในห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ ได้แก่ ผู้ควบคุมงานการวิเคราะห์ เจ้าหน้าที่ประจำห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ เจ้าหน้าที่ชั่วคราวที่ทำการวิเคราะห์
  - หน้าที่ความรับผิดชอบของทุกตำแหน่งที่เป็นฝ่ายสนับสนุนห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ ได้แก่ ฝ่ายบุคคล ฝ่ายจัดซื้อ เป็นต้น
- (๔) บุคลากรผู้ปฏิบัติงานต้องมีบันทึกประวัติการศึกษา ประสบการณ์ ความชำนาญ การฝึกอบรมที่สอดคล้องกับตำแหน่งงาน และความรับผิดชอบ
- (๕) มีการจัดทำแผนการพัฒนาบุคลากร เพื่อเป็นการพัฒนาและเพิ่มพูนความรู้ เพิ่มทักษะศักยภาพในการปฏิบัติงานทุกปี เพื่อให้มั่นใจว่าพนักงานมีความสามารถในการทดสอบได้ตามความต้องการของงาน โดยห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ต้องมี

- ตรวจสอบความต้องการและความจำเป็นในเรื่องที่ต้องมีการฝึกอบรมให้เหมาะสมกับตำแหน่งงานประจำปี

- แผนการฝึกอบรมประจำปี  
- การประเมินผลการฝึกอบรม โดยผู้เข้าอบรมจะต้องผ่านการประเมินทุกครั้ง  
- บันทึกประวัติการฝึกในงาน (on the job training) การฝึกอบรมในหน่วยงาน และการฝึกอบรมกับหน่วยงานภายนอก ให้ทันสมัยอยู่เสมอ

(๖) บุคลากรที่เริ่มเข้าทำงานจะต้องผ่านการอบรมและสอนงาน (on the job training, OJT) และผ่านการประเมินก่อนได้รับมอบหมายงาน

(๗) องค์กรต้องมีการประเมินความสามารถด้านวิชาการของบุคลากรที่ปฏิบัติงานอย่างน้อยปีละ ๑ ครั้ง

### ๓.๒ สถานที่และภาวะแวดล้อม ห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ห้อง

(๑) มีมาตรการในการดูแลรักษาความสะอาดห้องปฏิบัติการวิเคราะห์อย่างสม่ำเสมอ  
(๒) ห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ต้องมีมาตรการควบคุมการเข้า - ออกของบุคคลภายนอก  
(๓) มีการเฝ้าระวังควบคุมสภาวะแวดล้อมห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ให้สอดคล้องกับเกณฑ์มาตรฐานตามวิธีการวิเคราะห์ และมีการจดบันทึก หากไม่เป็นไปตามเกณฑ์ที่กำหนดต้องหยุดทำการวิเคราะห์ในวิธีที่อุณหภูมิของห้องมีผลกระทบต่อผลวิเคราะห์ และรีบดำเนินการแก้ไขโดยด่วน

(๔) มีการแบ่งพื้นที่ภายในห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ หากมีกิจกรรมที่เข้ากันไม่ได้ต้องทำการแบ่งแยกพื้นที่ข้างเคียงออกจากกัน เช่นห้องวิเคราะห์หาค่าโพลาริเซชันที่ต้องควบคุมอุณหภูมิในการวิเคราะห์ที่ ๒๐ C กับห้องวิเคราะห์ความชื้นน้ำตาลที่ต้องอบด้วยตู้อบลมร้อนที่ ๑๐๕ C

(๕) มีสิ่งอำนวยความสะดวกต่าง ๆ ในห้องปฏิบัติการวิเคราะห์รวมถึงแหล่งพลังงานไฟฟ้า แสงสว่างเพียงพอ ความชื้น อุณหภูมิ ระดับเสียง ระดับความสั่นสะเทือน ต้องเหมาะสมกับการทำการทดสอบและเอื้ออำนวยให้เกิดการทำการทดสอบได้ถูกต้อง

### ๓.๓ เครื่องมือ อุปกรณ์ และสารเคมี ห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ห้อง

(๑) มีวิธีการและขั้นตอนในการจัดซื้อสารเคมี เครื่องมือ อุปกรณ์ ที่มีผลกระทบต่อคุณภาพงานของห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ รวมทั้งการตรวจรับให้เป็นไปตามข้อกำหนดคุณลักษณะเฉพาะ และมีเอกสารรับรอง เช่น Certificate of Analysis

(๒) มีสารเคมี เครื่องมือ และอุปกรณ์ ที่จำเป็น และเพียงพอต่อการปฏิบัติงาน

(๓) มีการจัดทำประวัติเครื่องมือ คู่มือของเครื่องมือ วิธีการใช้ และวิธีการบำรุงรักษา

(๔) มอบหมายและกำหนดผู้ที่สามารถใช้เครื่องมือ

(๕) มีแผนการสอบเทียบ แผนบำรุงรักษา เครื่องมือหลัก และปฏิบัติงานตามแผนที่กำหนดไว้ โดยมีการบันทึกการดำเนินการตามแผนที่วางไว้

(๖) เครื่องมือที่ผ่านการสอบเทียบ ต้องทำการทวนสอบผลว่าอยู่ในเกณฑ์การยอมรับหรือไม่ ก่อนนำไปใช้งาน ในกรณีที่ผลการทวนสอบแล้วเครื่องมืออยู่ในเกณฑ์การยอมรับสามารถนำไปใช้งานได้ หากไม่ผ่านเกณฑ์ต้องทำการพิจารณาแก้ไขให้อยู่ในเกณฑ์ก่อนนำมาใช้งาน และติดป้ายชี้บ่งสถานะเครื่องมือให้ผู้ปฏิบัติงานรับรู้ทั่วกันเพื่อป้องกันการนำเครื่องมือที่ไม่ผ่านเกณฑ์ไปใช้งาน

(๗) เครื่องมือที่ได้รับการสอบเทียบต้องมั่นใจว่าเครื่องมือได้รับการสอบเทียบและการวัดที่ทำ โดยห้องปฏิบัติการ สามารถสอบกลับได้ไปยัง หน่วยตามระบบสากล (International System of Units, SI)

(๘) เครื่องมือต้องได้รับการป้องกันการถูกปรับแต่งที่อาจทำให้ผลของการทดสอบไม่สามารถ ใช้ได้

### ๓.๔ วิธีทดสอบ ห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ต้อง

(๑) เลือกวิธีการทดสอบที่เป็นวิธีมาตรฐาน เหมาะสมกับความสามารถของห้องปฏิบัติการ วิเคราะห์ และเป็นวิธีทันสมัยที่สุดเป็นที่ยอมรับในระดับภูมิภาคหรือระดับชาติหรือออกโดยองค์กรที่มีชื่อเสียงทาง วิชาการ

(๒) ทำการทดสอบเพื่อยืนยันว่าวิธีทดสอบมีความเหมาะสมต่อห้องปฏิบัติการวิเคราะห์

(๓) มีขั้นตอนการดำเนินงานในการวิเคราะห์ตัวอย่าง รวมถึงเครื่องมืออุปกรณ์ สารเคมีที่ใช้ สภาวะการทดสอบ การควบคุมคุณภาพการทดสอบ และการบันทึกผลต่าง ๆ

(๔) ดำเนินการตามขั้นตอนวิธีทดสอบที่ห้องปฏิบัติการวิเคราะห์จัดทำขึ้น พร้อมทั้งบันทึกผล การทดสอบในแบบบันทึกที่กำหนดไว้

(๕) มีขั้นตอนการตรวจสอบสูตรการคำนวณ การถ่ายโอนข้อมูล และการจัดเก็บรักษาบันทึก ผลการทดสอบ

### ๓.๕ การจัดการตัวอย่างทดสอบ ห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ต้อง

(๑) ขั้นตอนการดำเนินงานสำหรับการรับตัวอย่าง การเตรียมตัวอย่าง การวิเคราะห์ทดสอบ การเก็บรักษาตัวอย่าง การจัดการตัวอย่าง และการบันทึกผลต่าง ๆ

(๒) มีระบบการชี้บ่งตัวอย่าง เช่นการกำหนดรหัสตัวอย่าง เพื่อให้มั่นใจว่าห้องปฏิบัติการ วิเคราะห์มีการจัดการตัวอย่างที่ไม่ให้เกิดการสับสน

(๓) มีขั้นตอนการบันทึกสภาพตัวอย่าง และต้องกำหนดให้บันทึกลักษณะตัวอย่างที่ได้รับ อย่างชัดเจน โดยจัดทำเป็นแบบตรวจสอบคุณลักษณะ หากมีข้อมูลที่แตกต่างให้บันทึกในหมายเหตุ เช่นตัวอย่างมี ความผิดปกติ มีความชื้นมาก กลิ่น สีผิดปกติ และแจ้งผู้ที่เกี่ยวข้องทราบ

### ๓.๖ การประกันคุณภาพของผลการทดสอบ ห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ต้อง

(๑) มีขั้นตอนการดำเนินงานในการควบคุมคุณภาพเพื่อเฝ้าระวังความใช้ได้ของการทดสอบ

(๒) มีการบันทึกข้อมูลที่สามารถตรวจสอบแนวโน้มต่าง ๆ ได้

(๓) กำหนดแผนในการเฝ้าระวังและการทบทวน ซึ่งแผนนี้ห้องปฏิบัติการวิเคราะห์สามารถ เลือกใช้ได้ตามความเหมาะสม

- มีการใช้วัสดุอ้างอิงรับรอง (Certified reference materials) เป็นประจำ และ/หรือมี
- การควบคุมคุณภาพภายใน (Internal quality control) โดยใช้วัสดุอ้างอิงทุติยภูมิ (Secondary reference materials)

- การทดสอบซ้ำ (Replicate tests) โดยใช้วิธีทดสอบเดิมหรือต่างวิธี
- การทดสอบซ้ำโดยใช้ตัวอย่างอื่น ๆ ที่เก็บไว้
- การหาสหสัมพันธ์ (Correlation) ของผลที่ได้ สำหรับคุณลักษณะที่แตกต่างกันของตัวอย่างทดสอบ

- มีการเปรียบเทียบผลระหว่างห้องปฏิบัติการหรือทดสอบความชำนาญเป็นระยะ ๆ

(๔) มีการวิเคราะห์ข้อมูลของการควบคุมคุณภาพทุกครั้ง และเมื่อพบว่าอยู่นอกเกณฑ์ที่ควบคุมไว้ จะต้องดำเนินการตามแผนที่วางไว้ เพื่อแก้ไขปัญหาและป้องกันการรายงานผลที่ไม่ถูกต้อง

### ๓.๗ ระบบเอกสาร และการควบคุม ห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ต้อง

- (๑) มีบัญชีรายชื่อเอกสาร
- (๒) มีการจัดทำเอกสาร ขั้นตอนมาตรฐานการปฏิบัติงานที่จำเป็น วิธีทดสอบ คู่มือปฏิบัติงาน และคู่มือการใช้งานต่าง ๆ
- (๓) มีระบบการควบคุมเอกสาร โดยมีขั้นตอนปฏิบัติงานในการควบคุมเอกสารทั้งหมดที่แจกจ่ายให้แก่บุคลากรในห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ ซึ่งเอกสารนั้นต้องได้รับการทบทวน และอนุมัติโดยผู้มีอำนาจก่อนนำออกใช้
- (๔) มีการซื้่งสถานะเอกสาร ซึ่งเอกสารที่ใช้งานต้องเป็นปัจจุบัน
- (๕) มีการทบทวนเอกสารเป็นระยะ ๆ และถ้าจำเป็นต้องให้มีการแก้ไขได้

### ๓.๘ การรายงานผล ห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ต้อง

- (๑) มีการรายงานผลการทดสอบอย่างถูกต้อง ชัดเจน ไม่คลุมเครือ และตรงตามวัตถุประสงค์ และเป็นไปตามคำแนะนำที่ระบุใด ๆ ในวิธีทดสอบซึ่งจะรายงานในรูปของใบรายงานผลการทดสอบ
- (๒) ใบรายงานผลการทดสอบมีรายละเอียดครบถ้วน อย่างน้อยจะต้องประกอบด้วยข้อมูลดังต่อไปนี้

- ประเภทของใบรายงานผล เช่น รายงานผลการทดสอบ
- ชื่อและที่อยู่ของห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ และสถานที่ที่ทำการทดสอบ
- การซื้่งเฉพาะของรายงานการทดสอบ เช่น หมายเลขลำดับที่ และมีการซื้่งแต่ละหน้าและมีการซื้่งอย่างชัดเจนถึงการสิ้นสุดรายงานผลการทดสอบ
- ชื่อที่อยู่ของลูกค้า หรือหน่วยงานที่เกี่ยวข้อง (กรณีภายในไม่ต้องรายงานที่อยู่)
- ระบุวิธีใช้ทดสอบ และอ้างอิง
- รายละเอียด สภาพ และการซื้่งตัวอย่างทดสอบที่ชัดเจน
- วัน เดือน ปี ที่รับตัวอย่าง ที่ทำการวิเคราะห์ทดสอบ และที่เสร็จสิ้นการทดสอบ

- ผลการทดสอบ พร้อมกับหน่วยของการวัดตามความเหมาะสม
- ชื่อ หน้าที่ ตำแหน่ง หน้าที่ และลายมือชื่อของผู้ควบคุมดูแลห้องปฏิบัติการวิเคราะห์
- มีข้อความระบุว่า “ รายงานนี้มีผลเฉพาะกับตัวอย่างที่นำมาทดสอบเท่านั้น ”

(๓) มีการจัดเก็บใบรายงานผลทดสอบไว้ในที่ปลอดภัย พร้อมการตรวจสอบ

(๔) มีขั้นตอนการดำเนินงานในการแก้ไขรายงานผลการทดสอบ กรณีที่มีการแก้ไขข้อความในรายงานผลการทดสอบที่ได้ออกไปแล้ว และมีการชี้แจงเฉพาะและต้องมีการอ้างอิงถึงเอกสารต้นฉบับเดิมที่ออกแทนด้วย

### ๓.๘ ความปลอดภัยในห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ ห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ต้อง

(๑) มีนโยบายด้านความปลอดภัย และอาชีวอนามัยในห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ หรือองค์กรที่ประกาศโดยผู้บริหารสูงสุด

(๒) มีขั้นตอนการดำเนินงานด้านความปลอดภัย และอาชีวอนามัย ให้สอดคล้องกับงานที่ปฏิบัติ ตลอดจนควบคุมภาวะแวดล้อมในห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ให้ปลอดภัย ทั้งนี้ควรจัดให้มีสิ่งต่าง ๆ ดังนี้

- อุปกรณ์ป้องกันภัยส่วนบุคคล ได้แก่ เสื้อกราวน์ หน้ากาก ถุงมือ แว่นตา
- มีระบบระบายอากาศที่ดี ได้แก่ พัดลมดูดอากาศ ตู้ดูดควัน
- เครื่องมือเพื่อความปลอดภัยจากเหตุฉุกเฉิน ได้แก่ ฝักบัวอาบน้ำฉุกเฉิน น้ำสำหรับล้าง

ตา เครื่องดับเพลิง

(๓) มีอุปกรณ์การปฐมพยาบาลเบื้องต้นไว้ภายในห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ หากเกิดอุบัติเหตุเล็กน้อยให้สามารถทำการปฐมพยาบาลได้ เช่น การทำความสะอาดแผล เป็นต้น

(๔) มีขั้นตอนการดำเนินงานด้านความปลอดภัยในขณะที่ปฏิบัติงานในห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ พร้อมทั้งจัดให้มีป้ายคำเตือนต่าง ๆ และอุปกรณ์ดับเพลิง อุปกรณ์ระงับภัยฉุกเฉิน ตลอดจนข้อบังคับหรือวิธีการรักษาความปลอดภัยโดยทั่ว ๆ ไปภายในห้องปฏิบัติการวิเคราะห์

## ๔. การสุ่มตัวอย่างโดยวิธีตาม ICUMSA (แปลและเรียบเรียงจาก ICUMSA Sampling Procedures)

ใช้สำหรับการสุ่มตัวอย่างน้ำตาลทรายขาวบริสุทธิ์ และน้ำตาลทรายดิบ มีรายละเอียดดังนี้

### ๔.๑ น้ำตาลทรายขาวบริสุทธิ์ (Refined Sugars) : แผนการสุ่มตัวอย่าง

(๑) ถ้าน้ำตาลทรายที่ส่งมอบเป็นแบบเทกองในภาชนะบรรจุหลายๆ ภาชนะบรรจุทุกภาชนะบรรจุต้องได้รับการสุ่มตัวอย่าง เช่นเดียวกับน้ำน้ำตาลทรายที่ส่งมอบเป็นแบบบรรจุในหีบห่อหรือกระสอบที่มาจากการผลิตต่างชุดกัน (batch) ทุกชุดการผลิตต้องได้รับการสุ่มตัวอย่าง

(๒) จำนวนของตัวอย่างที่สุ่มออกมาขึ้นกับขนาดบรรจุหรือชุดการผลิต และควรมีค่าเป็น  $2\sqrt{T}$  โดยค่าขั้นต่ำคือ อย่างน้อย ๕ ตัวอย่าง โดยที่  $T$  คือน้ำหนักของน้ำตาลทราย หน่วยเป็นเมตริกตัน (t) ในภาชนะบรรจุ หรือในชุดการผลิต



#### ๔.๑.๑ น้ำตาลทรายชนิดเทกอง

การสุ่มตัวอย่างอาจจะมาจากที่ที่ตั้งอยู่กับที่ เช่น จากระบบบรรจุที่บรรจุน้ำตาลไว้จำนวนมาก หรือจากในส่วนที่มีการเคลื่อนที่ เช่น ในระหว่างที่กำลังทำการบรรจุ หรือกำลังขนถ่าย

##### ๔.๑.๑.๑ การสุ่มตัวอย่างที่ตั้งอยู่กับที่

เริ่มจากควรสุ่มตัวอย่างจากหลายตำแหน่ง จากความลึกทั้งหมดของภาชนะบรรจุโดยใช้กระบอกลูกเต๋ตัวอย่างที่เป็นหลอดทรงยาว ท้ายปิด และมีการเจาะรูตามความยาวของของกระบอกลูกเต๋อความถี่เท่า ๆ กัน เพื่อให้น้ำตาลทรายเข้ามาในกระบอกลูกเต๋อในทุกระดับ ความลึกที่เจาะรูไว้ เพื่อสามารถเก็บน้ำตาลได้ที่ความลึกต่าง ๆ (ภาพที่ ๑) และตำแหน่งที่สุ่มตัวอย่างควรกระจายให้ทั่วพื้นที่ของภาชนะบรรจุ สำหรับภาชนะบรรจุที่เป็นรูปทรงสี่เหลี่ยมผืนผ้าให้เก็บตัวอย่างจากมุมทั้ง ๔ มุม และจากจุดกลางอีก ๑ จุด

ภาพที่ ๑ กระบอกลูกเต๋อตัวอย่าง (Cylindrical sampler)



ที่มา: <https://www.indiamart.com/proddetail/ss-powder-sample-10274135291.html>

(22/12/2018)

##### ๔.๑.๑.๒ การสุ่มตัวอย่างในขณะที่มีการเคลื่อนที่

การสุ่มตัวอย่างน้ำตาลในสายการผลิตอาจจะสุ่มเก็บโดยใช้เครื่องมืออัตโนมัติ หรือโดยการสุ่มเก็บตัวอย่างตามจำนวนที่ต้องการโดยใช้ช่วงเวลาความถี่ในการเก็บตัวอย่างที่เท่ากัน

##### ๔.๑.๒ น้ำตาลทรายที่บรรจุหีบห่อ และหรือกระสอบ

ปริมาณของตัวอย่างที่เก็บควรจะเก็บออกมามีปริมาณเท่ากับ  $2\sqrt{T}$  ของหีบห่อ โดยเก็บแบบสุ่มตัวอย่าง และเก็บหีบห่อละหนึ่งตัวอย่าง

๕. ตัวอย่างที่ได้จากการสุ่มควรนำมาผสมกัน และตัวอย่างน้ำตาลที่ผสมกันเป็นกองและแบ่งขนาดออกมาเป็นตัวอย่างสุดท้าย

๖. ตัวอย่างสุดท้ายที่ได้ให้เป็นตัวแทนของน้ำตาลทรายจากภาชนะบรรจุ หรือในหนึ่งชุดการผลิต

## ๔.๒ น้ำตาลทรายดิบชนิดเทกอง ( Bulk Raw Sugar) : แผนการสุ่มตัวอย่าง

การดำเนินการตามหลักการต่อไปนี้ควรมีผู้กำกับดูแลดังนี้

๑. จุดที่สุ่มตัวอย่างต้องอยู่ใกล้กับจุดที่ซึ่งน้ำหนักตัวอย่างเพื่อให้เกิดความเปลี่ยนแปลงของปริมาณความชื้นในตัวอย่างน้ำตาลน้อยที่สุดระหว่างจุดเก็บตัวอย่างน้ำตาลและจุดชั่งน้ำหนัก
๒. ขนาดของ lot น้ำตาลที่ขนส่งควรอยู่ในระหว่าง ๓๐๐ – ๑,๑๐๐ เมตริกตัน
๓. น้ำตาลทั้งหมดที่จะส่งมอบให้ลูกค้าต้องถูกสุ่มตัวอย่าง
๔. การออกแบบการเก็บตัวอย่างแบบอัตโนมัติต้องไม่มีการโน้มเอียง และเก็บตัวอย่างที่เป็นตัวแทนอย่างต่อเนื่อง หรือกำหนดช่วงความถี่ในการเก็บตัวอย่าง
๕. จำนวนของตัวอย่างที่เก็บมาต้องมากกว่า ๕๐ ตัวอย่างต่อล็อต
๖. ภาชนะเก็บตัวอย่างสะสมต้องปิดแน่นสนิททันทีการเก็บตัวอย่างเสร็จเรียบร้อย และการเคลื่อนย้ายตัวอย่างไปยังห้องเตรียมตัวอย่างต้องทำในระยะเวลาที่เร็วที่สุด
๗. ห้องเตรียมตัวอย่างควรควบคุมอุณหภูมิอยู่ที่  $20 \pm 2$  C ความชื้นสัมพัทธ์อยู่ที่  $65 \pm 5$  % และปราศจากลมพัดผ่าน
๘. ถ้าจำนวนตัวอย่างที่เก็บมาแล้วนำมาผสมเป็นตัวอย่างสุดท้ายตัวอย่างเดียว สัดส่วนการนำตัวอย่างแต่ละส่วนมาผสมควรใช้สัดส่วนตามน้ำหนักของน้ำตาลทรายดิบที่เป็นตัวแทน
๙. การผสมตัวอย่างเทกองอาจจะใช้ผสมด้วยมือหรือเครื่องผสมแล้วแต่กรณี ซึ่งควรทำด้วยความรวดเร็วเท่าที่สามารถจะทำได้ ถ้าหากตัวอย่างไม่เป็นเนื้อเดียวกันมีบางส่วนจับตัวกันเป็นก้อนต้องบดก่อนและผสมให้เข้ากันเพื่อให้ได้ตัวอย่างสุดท้ายที่เป็นตัวแทนที่แท้จริง
๑๐. การลดขนาดของตัวอย่างชนิดเทกองที่นำมาเป็นตัวอย่างสุดท้ายทำได้โดยใช้วิธี coning and quartering หรือใช้เครื่องจักรแบ่งตัวอย่าง

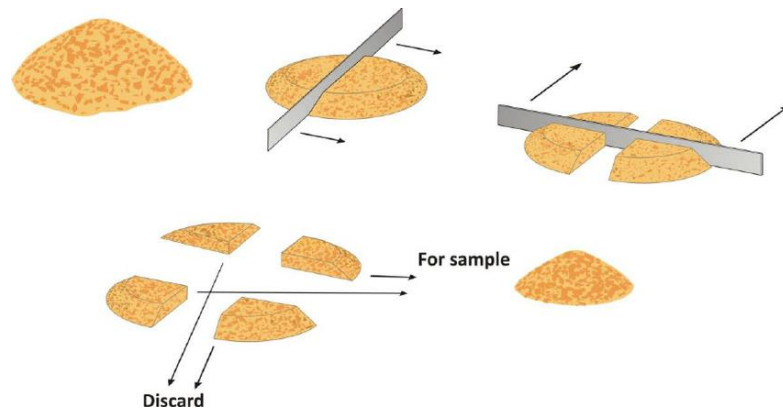
**วิธี coning and quartering** มีวิธีการทำดังนี้คือ (ภาพที่ ๒ และ ๓)

- (๑) นำตัวอย่างน้ำตาลที่สุ่มมาทั้งหมดเทจากมุมสูงให้น้ำตาลทรายกองเป็นทรงกรวย
- (๒) ใช้แผ่นกระจกหรือแผ่นไม้วางบนส่วนยอดของกรวย และกดให้ตัวอย่างแบนลงมาเป็นทรงกลม
- (๓) แบ่งตัวอย่างที่เป็นทรงกลม (เช่นเดียวกับการแบ่งก้อนเค้ก) ออกเป็น ๔ ส่วนเท่า ๆ กัน
- (๔) นำตัวอย่างน้ำตาลทรายกองที่อยู่ตรงกันข้าม ๒ กองออกไป เช่น กองที่ ๑ กับกองที่ ๓ หรือ กองที่ ๒ กับกองที่ ๔ ส่วนน้ำตาล ๒ กองที่เหลือเก็บเป็นตัวอย่าง
- (๕) กรณีที่ตัวอย่างน้ำตาลที่ได้ยังมีขนาดใหญ่อยู่ให้เริ่มทำตั้งแต่ (๑) – (๔) ซ้ำต่อไปเรื่อย ๆ จนเหลือขนาดตัวอย่างน้ำตาลทรายที่ต้องการ

๑๑. การจัดเก็บตัวอย่างสุดท้ายที่ผ่านการสุ่มเรียบร้อยแล้วควรบรรจุในภาชนะบรรจุและให้มีช่องว่างอากาศน้อยที่สุด

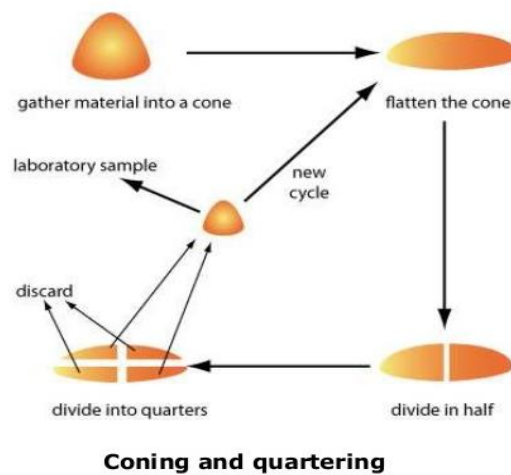
๑๒. การจัดเก็บตัวอย่างสุดท้ายต้องเก็บในภาชนะที่ปิดผนึกแน่นสนิท

ภาพที่ ๒ การลดขนาดตัวอย่างโดยวิธี coning and quartering



ที่มา: [https://www.researchgate.net/figure/The-coning-and-quartering-procedure-fig-18\\_242671015](https://www.researchgate.net/figure/The-coning-and-quartering-procedure-fig-18_242671015) (22/12/2018)

ภาพที่ ๓ แผนผังการลดขนาดตัวอย่างโดยวิธี coning and quartering



ที่มา: <https://community.asdlib.org/imageandvideoexchangeforum/2013/07/24/coning-and-quartering> (22/12/2018)

## ๕. การวิเคราะห์คุณภาพน้ำตาลทราย

วิธีการวิเคราะห์คุณภาพน้ำตาลทรายเป็นการแปลและเรียบเรียงวิธีวิเคราะห์หาค่าคุณภาพน้ำตาลทรายที่ใช้ในการคำนวณค่าสัมประสิทธิ์ของงาน (Coefficient of Work หรือ COW) จาก International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis (ICUMSA) Methods Book ได้แก่ ค่าโพลาไรเซชัน (Polarisation) ของน้ำตาลทรายดิบ น้ำตาลทรายขาว น้ำตาลทรายขาวบริสุทธิ์ ค่าเถ้า (Ash) ของน้ำตาลทรายดิบ น้ำตาลทรายขาว น้ำตาลทรายขาวบริสุทธิ์ และค่าน้ำตาลรีดิวซ์ซิง (Reducing Sugar) ของน้ำตาลทรายดิบ น้ำตาลทรายขาว น้ำตาลทรายขาวบริสุทธิ์ ซึ่งเป็นวิธีที่เป็นปัจจุบัน ดังนี้คือ

### ๕.๑ การวิเคราะห์หาค่าโพลาไรเซชันของน้ำตาลทรายดิบ (Method GS1/2/3/9-1 (2011))

The Determination of the Polarisation of Raw Sugar by Polarimetry - Official

#### (๑) ขอบข่าย

เป็นวิธีที่เหมาะสมกับการใช้วิเคราะห์น้ำตาลทรายดิบทั้งหมด น้ำตาลทรายขาว น้ำตาลทรายชนิดพิเศษ และน้ำตาลทรายขาวที่ผลิตโดยตรงจากอ้อย โดยไม่ต้องทำใส

#### (๒) ขอบเขตการประยุกต์ใช้

วิธีนี้เป็นวิธีที่ใช้ในการทำสัญญาซื้อขาย เป็นการวัดการหมุนระนาบแสง (Optical rotation) ของสารละลายน้ำตาลทรายดิบที่มีความเข้มข้น ๒๖ กรัมต่อ ๑๐๐ กรัม โดยค่าโพลาไรเซชันจะรายงานในหน่วย Sugar degree <sup>0</sup> Z ของ International Sugar Scale

#### (๓) นิยาม

๓.๑ Normal Sugar Solution คือ สารละลายน้ำตาลที่เตรียมโดย การชั่งน้ำหนักน้ำตาลซูโครสบริสุทธิ์ ๒๖.๐๑๖๐ กรัม ในภาวะสูญญากาศ แล้วนำไปละลายในน้ำบริสุทธิ์ให้ได้ปริมาตรรวมเป็น ๑๐๐.๐๐๐ มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิ ๒๐.๐๐ องศาเซลเซียส ซึ่งสารละลายนี้จะเทียบเท่ากับการชั่งน้ำตาลซูโครสบริสุทธิ์หนัก ๒๖.๐๐๐ กรัม ในภาวะบรรยากาศ แล้วนำไปละลายในน้ำบริสุทธิ์ให้ได้ปริมาตรรวมเป็น ๑๐๐.๐๐๐ มิลลิลิตรที่อุณหภูมิ ๒๐.๐๐ องศาเซลเซียส

๓.๒ The basis of the ๑๐๐<sup>0</sup>Z point of the International Sugar Scale คือค่าการหมุนหรือบิดระนาบแสง (Optical Rotation) ของ Normal Sugar Solution ที่อุณหภูมิ ๒๐.๐๐ องศาเซลเซียส โดยใช้หลอดโพลาไรมิเตอร์ที่มีความยาว ๒๐๐.๐๐๐ มิลลิลิตร จะมีค่าการหมุนเวียนหรือบิดระนาบแสงแตกต่างกันในแต่ละกรณี ดังนี้

๓.๒.๑ ที่ความยาวคลื่น ๕๔๖.๒๒๗๑ นาโนเมตร ซึ่งเป็นแสงสีเขียวของปรอท (<sup>๑๙๘</sup>Hg) จะมีค่าการหมุนหรือบิดระนาบแสง (Optical Rotation) เท่ากับ  $๔๐.๗๗๗ \pm ๐.๐๐๑$  angular

๓.๒.๒ ที่ความยาวคลื่น ๕๘๙.๔๔๐๐ นาโนเมตร ซึ่งเป็นแสงสีเหลืองของโซเดียม จะมีค่าการหมุนหรือบิดระนาบแสง (Optical Rotation) เท่ากับ  $๓๔.๖๒๖ \pm ๐.๐๐๑$  angular

๓.๒.๓ ที่ความยาวคลื่น ๕๘๗.๐๐๐๐ นาโนเมตร สำหรับเครื่องมือที่ใช้ระบบ Quartz Wedge จะมีค่าการหมุนหรือบิดระนาบแสง (Optical Rotation) เท่ากับ  $๓๔.๙๓๔ \pm ๐.๐๐๑^{\circ}$  angular

#### (๔) หลักการ

การหมุนระนาบแสงของสารละลายตัวอย่างน้ำตาล คือผลรวมทางพีชคณิต ของการหมุนระนาบแสงของสารทั้งหมดในสารละลายตัวอย่างน้ำตาล ซึ่งสามารถหมุนระนาบแสงได้ ขึ้นอยู่กับปริมาณน้ำตาลซูโครสเป็นหลัก แต่จากสารประกอบอื่น ๆ จัดการได้โดยขั้นตอนการทำใส

การวิเคราะห์ค่าโพลาไรเซชัน มีพื้นฐานการวิเคราะห์ ๓ ขั้นตอน ดังนี้

๔.๑ การเตรียมตัวอย่างสารละลายน้ำตาลทรายดิบโดยใช้ น้ำกลั่นเป็นตัวทำละลาย รวมทั้งการกำจัดสิ่งสกปรกโดยการเติม basic lead acetate

๔.๒ การทำสารละลายให้ใสโดยวิธีการกรอง

๔.๓ การวิเคราะห์ค่าโพลาไรเซชันโดยการวัดค่าการหมุนหรือบิดระนาบแสง (Optical Rotation) ของสารละลายใสที่ได้จากการกรอง

#### (๕) สารเคมี

การใช้สารเคมีในห้องวิเคราะห์ทดสอบต้องคำนึงถึงความปลอดภัย อาชีวอนามัยเรื่องสารเคมี

๕.๑ **Basic lead acetate** เป็นสารที่มีลักษณะเป็นผงละเอียดที่ผ่านตะแกรงร่อน (sieve) ขนาด ๐.๔๒ มิลลิเมตร และมีสมบัติของสารดังนี้

|   |         |
|---|---------|
| (๑) ปริมาณ Basic Lead (PbO) ต้องไม่น้อยกว่า   | ๓๓ %    |
| (๒) ค่าความชื้น (Loss on drying) ที่อุณหภูมิห้องไม่มากกว่า  | ๑.๕ %   |
| (๓) ปริมาณสารที่ไม่ละลายในกรดอะซิติกเจือจางต้องไม่มากกว่า   | ๐.๐๒ %  |
| (๔) ปริมาณสารที่ไม่ละลายในน้ำต้องไม่มากกว่า   | ๑.๐ %   |
| (๕) ปริมาณคลอไรด์ (Cl) ต้องไม่มากกว่า   | ๐.๐๐๓ % |
| (๖) ปริมาณสารไนเตรทและไนไตรท์ (ในรูปของ NO <sub>3</sub> ) ต้องไม่มากกว่า  | ๐.๐๐๓ % |
| (๗) ปริมาณทองแดง (Cu) ต้องไม่มากกว่า  | ๐.๐๐๒ % |
| (๘) ปริมาณสารที่ไม่เกิดการตกตะกอนโดยสาร H <sub>2</sub> S (ในรูปของ SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> ) ต้องไม่มากกว่า | ๐.๓๐ %  |
| (๙) ปริมาณเหล็ก (Fe) ต้องไม่มากกว่า   | ๐.๐๐๒ % |

๕.๒ **Basic lead acetate solution** นำสาร Basic lead acetate จำนวน ๕๖๐ กรัม มาละลายในน้ำกลั่นประมาณ ๑ ลิตร นำสารละลายไปต้มเป็นเวลานาน ๓๐ นาที แล้วตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน ค่อย ๆ เทสารละลายส่วนที่ใสใสในบีกเกอร์ทรงสูง แล้วเจือจางสารละลายนี้ด้วยน้ำกลั่นที่ต้มเดือดใหม่ ๆ ที่ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นจนกระทั่งสารละลายมีความหนาแน่นเท่ากับ ๑.๒๔ กรัม/มิลลิลิตร หรือ ๒๔.๔ กรัม PbO ต่อ ๑๐๐ มิลลิลิตร โดยวัดค่าความหนาแน่นของสารละลายด้วยไฮโดรมิเตอร์ ซึ่งลักษณะของสารตะกั่วทั้งหมดจะแสดงในรูปของความหนาแน่น (p<sub>20</sub>) เป็น ๑.๒๔ ± ๐.๐๑ กรัมต่อมิลลิลิตร หรือค่าปริมาณของสารตะกั่วทั้งหมดเป็น ๒๔.๔ ± ๑.๐ กรัม PbO ต่อ ๑๐๐

มิลลิลิตร ซึ่งปริมาณของสาร Basic lead ต้องมีค่าอยู่ในช่วงระหว่าง ๙.๕ และ ๑๐.๕ กรัม PbO ต่อ ๑๐๐ มิลลิลิตร หากปริมาณสาร Basic lead มีค่าเกินช่วงนี้ ให้ทำการปรับสภาพสารโดยการเติมสารละลายกรดแกลเซียล อะซิติก (Glacial Acetic) หลังจากการปรับสภาพสารแล้ว ให้ทำการวิเคราะห์หาปริมาณสารตะกั่วทั้งหมดและสารเบสิคเลดอีกครั้ง ในการเก็บรักษาสารละลายนี้ให้ทำการเก็บใส่ในขวดที่มีระบบป้องกันเพื่อไม่ให้ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์จากอากาศสัมผัสกับสารละลาย ให้ทำการไล่อากาศภายในขวดด้วยก๊าซไนโตรเจนก่อนทำการปิดฝาทุกครั้ง

## (๖) เครื่องมือและอุปกรณ์

**๖.๑ เครื่องชั่งละเอียด (Analytical balance)** ที่สามารถอ่านได้ละเอียดถึง ๑ มิลลิกรัม และผ่านการสอบเทียบแล้ว

**๖.๒ ขวดปริมาตร (Volumetric Flask) Class A** ขนาด ๑๐๐ มิลลิลิตร และมีค่า tolerance  $\pm 0.02$  มิลลิลิตร ใช้ขวดปริมาตรที่สามารถระบุค่าแก่ปริมาตรของขวดปริมาตรนั้น ๆ โดยค่าแก่ปริมาตรต้องแสดงไว้ให้เห็นชัดเจนที่ขวดปริมาตร หรือทำการบันทึกค่าแก่ปริมาตรให้ชัดเจนเทียบกับรหัสขวดปริมาตรแต่ละใบ เมื่อมีการนำค่าแก่ปริมาตรไปใช้ให้คำนวณค่าโพลาริเซชันโดยนำค่าแก่ของขวดปริมาตร (Flask correction) ไปบวกกับค่าโพลาริเซชันที่อ่านได้จากเครื่อง ซึ่งค่าแก่ของขวดปริมาตรนี้อาจมีได้ทั้งเครื่องหมายบวกหรือลบ จึงต้องแสดงเครื่องหมายไว้ด้วย และค่าแก่ของขวดปริมาตรคำนวณได้จากสมการ

$$\text{ค่าแก่ของขวดปริมาตร} = \text{ปริมาตรที่แท้จริงของขวดปริมาตร (Actual volume of flask)} - 100$$

**๖.๓ Automatic dispenser for lead acetate** ใช้สำหรับเก็บสารละลาย basic lead acetate โดยมี Cartridge ที่บรรจุของผสมของแคลเซียมไฮดรอกไซด์และโซเดียมไฮดรอกไซด์หรือสารที่มีคุณสมบัติเหมือนกันไว้เพื่อป้องกันไม่ให้ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์เข้าไปสัมผัสกับสารละลายภายใน

**๖.๔ อุปกรณ์ที่ใช้ในการกรอง** ใช้กรวยที่ไม่มีก้านที่ทำด้วยวัสดุที่ทนต่อการกัดกร่อนสำหรับใช้ในการกรองสารละลายสำหรับการวิเคราะห์โพลาริเซชัน ภาชนะรองรับสารละลายที่ได้จากการกรอง เช่น บีกเกอร์ ที่มีขนาดพอเหมาะไม่ทำให้สารละลายหกหล่น กระจกนาฬิกาสำหรับปิดกรวยกรอง เพื่อให้มีการระเหยขณะกรองน้อยที่สุด กระดาษกรองที่ใช้ต้องมีความเหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์หาค่าโพลาริเซชันของน้ำตาลทรายดิบ เช่นกระดาษกรอง Whatman No.๙๑ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง ๑๕ เซนติเมตร โดยความชื้นกระดาษกรองอยู่ในช่วง ๖ - ๘ % ซึ่งการวิเคราะห์หาความชื้นของกระดาษทำได้โดยการนำไปอบที่ ๑๐๐ องศาเซลเซียส เป็นเวลา ๓ ชั่วโมง

**๖.๕ เครื่องโพลาริมิเตอร์ (Polarimeter)** ที่ผ่านการสอบเทียบในหน่วย Sugar degrees ( $^{\circ}Z$ ) ที่  $20.00^{\circ}C$

**๖.๖ หลอดโพลาริมิเตอร์และกระจกปิดหัวท้าย (Polarimeter tubes and cover glasses)** ใช้หลอดที่มีลักษณะตามที่ระบุไว้โดย ICUMSA คือค่าความผิดพลาดของความยาวหลอดที่ยอมรับได้สูงสุดเมื่อเทียบกับความยาวที่ระบุไม่เกิน  $\pm 0.02$  มิลลิลิตร ซึ่งหลอด ในระดับ Class A จะเป็นไปตามเกณฑ์ของ ICUMSA แต่ถ้าหากเป็นหลอด Class B ความยาว และค่าความผิดพลาดของความยาวหลอดที่ยอมรับได้สูงสุดเมื่อเทียบกับความยาวที่ระบุจะเป็นหลอด Class B ระบุค่าไว้ที่หลอด ค่าแก่ความยาวของหลอดมีค่าเท่ากับความยาวที่ต้องการหารด้วยความยาวจริงของหลอดคูณด้วยค่าโพลที่อ่านได้

**๖.๗ ควอ์ซ พเลท (Quartz plate):** ที่ได้รับการรับรองจากหน่วยงานที่น่าเชื่อถือ เช่น Physikalisch-Technische Bundesanstalt (Braunschweig, Germany) หรือใช้ Quartz plate ที่ได้รับการสอบเทียบกับ Quartz plate ที่ผ่านการรับรองแล้ว

**๖.๘ อ่างอิงไอน้ำ (Water bath)** ที่สามารถควบคุมอุณหภูมิอยู่ที่  $20 \pm 0.5$  °C

**๖.๙ เทอร์โมมิเตอร์ (Thermometer)** มีความสามารถอ่านค่าได้  $0 - 50$  °C และอ่านค่าได้ละเอียดถึง  $0.1$  °C

**(๗) ตัวอย่าง (Samples)** เมื่อตัวอย่างมาถึงห้องวิเคราะห์คุณภาพและก่อนที่จะเปิดให้ตรวจสอบภาชนะบรรจุ ดังนี้

- ตัวอย่างน้ำตาลทรายไม่ได้ผลกระทบจากในระหว่างการบรรจุและการนำส่งตัวอย่าง
- หีบที่บรรจุน้ำตาลมาไม่มีความเสียหาย หรือบวมเปียว

ถ้าผลจากการตรวจสอบแล้วมีเหตุให้เชื่อได้ว่าน้ำตาลที่รับเข้ามาในห้องวิเคราะห์คุณภาพแตกต่างจากจากน้ำตาลที่อยู่ในส่วนที่เก็บไว้ ต้องรายงานเรื่องนี้ให้ผู้เกี่ยวข้องหรือหน่วยงานที่ต้องทำการวิเคราะห์ทราบ และไม่ว่าจะมีอะไรเกิดขึ้นก็ตามการวิเคราะห์ต้องทำให้สำเร็จ

เท่าที่สามารถปฏิบัติงานได้การรักษาความชื้นสัมพัทธ์ของห้องวิเคราะห์คุณภาพในตัวอย่างที่ไม่อยู่ในหีบห่อ อยู่ในช่วง ๖๕ ถึง ๗๐ %

ถ้าเป็นไปได้ควรหลีกเลี่ยงการผสมตัวอย่างใหม่ซ้ำอีก ในกรณีที่มีการผสมตัวอย่างใหม่ซ้ำอีกในการรายงานผลการวิเคราะห์ความชื้น และค่าโพลาไรเซชันต้องเขียนไว้ในรายงานด้วย

ถ้าตัวอย่างน้ำตาลไม่ได้เกิดจากการผสมกันใหม่ ๆ และมีเหตุให้สงสัยว่าภาชนะบรรจุตัวอย่างอากาศสามารถเข้าไปได้ ในการนำตัวอย่างมาวิเคราะห์ให้ตัดตัวอย่างลึกลงไปจากผิวหน้า ๑ - ๒ เซนติเมตรอย่างรวดเร็ว ก่อนนำไปชั่งน้ำหนัก

## **(๘) ขั้นตอนการวิเคราะห์**

### **๘.๑ การเตรียมสารละลายตัวอย่าง**

๘.๑.๑ ชั่งตัวอย่างน้ำตาลทรายด้วยความรวดเร็วเท่าที่จะทำได้ให้มีค่า  $26.000 \pm 0.002$  กรัม จากนั้นถ่ายตัวอย่างใส่ขวดปริมาตรขนาด ๑๐๐ มิลลิลิตร โดยใช้น้ำกลั่นกลั้วล้างโดยให้ใช้ปริมาตรน้ำกลั่นไม่เกิน ๗๐ มิลลิลิตร จากนั้นเขย่าตัวอย่างน้ำตาลให้ละลายในน้ำกลั่นให้หมดโดยใช้เครื่องเขย่า หากปริมาตรของสารละลายตัวอย่างไม่ถึง ๖๐ - ๗๐ มิลลิลิตร ให้เติมน้ำกลั่นเพิ่มเข้าไปจนได้ปริมาตรที่กำหนด

๘.๑.๒ เติมสารละลาย basic lead acetate ลงไปในสารละลายตัวอย่างน้ำตาลโดยปริมาตรของสารละลายที่เติมจะขึ้นอยู่กัค่าโพลาไรเซชันของตัวอย่างน้ำตาล ดังนี้

- กรณีที่ค่าโพลาไรเซชันของตัวอย่างน้ำตาลทรายดิบมีค่าน้อยกว่า  $44.3$  °Z ให้ใช้สารละลาย basic lead acetate ปริมาตร  $1.00 \pm 0.05$  มิลลิลิตร

- กรณีที่ค่าโพลาไรเซชันของตัวอย่างน้ำตาลทรายดิบมีค่ามากกว่า  $44.3$  °Z ให้ใช้สารละลาย basic lead acetate ปริมาตร  $0.50 \pm 0.05$  มิลลิลิตร

๘.๑.๓ เขย่าขวดปริมาตรให้สารละลายเข้ากันด้วยความแรงที่เท่ากันเบา ๆ จากนั้นเติมน้ำกลั่นจนกระทั่งเต็มกระเปาะของขวดปริมาตร แล้วตั้งทิ้งไว้อย่างน้อย ๑๐ นาที เพื่อให้อุณหภูมิเดียวกับอุณหภูมิห้อง ที่ควบคุมไว้ที่  $20 \pm 1^{\circ}\text{C}$

๘.๑.๔ เติมน้ำกลั่นให้ต่ำกว่าขีดบอกปริมาตร ๒ มิลลิลิตร และต้องตรวจสอบให้แน่ใจว่าคอขวดปริมาตรด้านในถูกชะล้างจนสะอาดและไม่มีฟองอากาศอยู่ในสารละลาย หากมีฟองบริเวณขีดบอกปริมาตรให้กำจัดโดยใช้แอลกอฮอล์หรืออีเทอร์

๘.๑.๕ เช็ดคอขวดบริเวณด้านในเหนือขีดบอกปริมาตรให้แห้งด้วยกระดาษกรองมันที่สะอาดแล้วปรับปริมาตรให้ส่วนโค้งล่างสัมผัสขีดบอกปริมาตรพอดี โดยจับคอขวดบริเวณเหนือขีดบอกปริมาตรให้อยู่ในแนวตั้งและให้ขีดบอกปริมาตรอยู่ในระดับสายตา ค่อย ๆ เติมน้ำกลั่นที่ละลายโดยใช้หลอดหยดขนาดเล็ก

๘.๑.๖ ถ้าหากมีเศษกากอ้อยหรือชิ้นไฟเบอร์ขนาดเล็ก ๆ ให้เขย่าขวดเบา ๆ เพื่อให้สารแขวนลอยเหล่านี้ไปจับที่คอขวด จะทำให้เห็นส่วนโค้งได้ชัดเจน แล้วเช็ดคอขวดให้แห้งอีกครั้งหนึ่ง

๘.๑.๗ ปิดขวดปริมาตรโดยใช้จุกแห้งและสะอาด แล้วเขย่าให้สารละลายผสมทั่วกัน

๘.๑.๘ จับคอขวดเหนือขีดปริมาตร เสียเทอร์โมมิเตอร์ที่แห้งและสะอาดลงในขวดปริมาตร แล้วอ่านค่าอุณหภูมิที่วัดได้ ( $t_m$ ) โดยบันทึกอุณหภูมิที่ความละเอียด  $0.1^{\circ}\text{C}$

## ๘.๒ การกรองสารละลาย

ตั้งสารละลายทิ้งไว้อย่างน้อย ๕ นาที เพื่อให้ตะกอนนอนกัน แล้วกรองสารละลายน้ำตาลผ่านกระดาษกรองโดยใช้กระดาษกรองเพียง ๑ แผ่น กับอุปกรณ์การกรอง ๖.๔ ทำการกรองให้ได้ปริมาตรสารละลายน้ำตาลประมาณ ๕๐ – ๖๐ มิลลิลิตร สำหรับนำไปวิเคราะห์หาค่าโพลาริเซชัน โดยมีข้อควรระวังดังนี้

- (๑) สารละลายน้ำตาลที่กรองได้ในช่วงแรกประมาณ ๑๐ มิลลิลิตร ให้เททิ้งไป
- (๒) ขณะทำการกรองต้องปิดกรวยกรองด้วยกระดาษฟิวส์เพื่อป้องกันการระเหยขณะกรอง
- (๓) ควรเก็บสารละลายที่กรองได้ไม่ให้โดนลมหรือสัมผัสแสงแดด
- (๔) ห้ามเทสารละลายลงในกรวยกรองอีกในระหว่างการกรอง
- (๕) ห้ามนำสารละลายที่กรองได้แล้วมากรองซ้ำอีก

## ๘.๓ การหาค่าโพลาริเซชัน

๘.๓.๑ กลั้วหลอดโพลด้วยสารละลายน้ำตาลที่กรองได้อย่างน้อย ๒ ครั้ง โดยเทสารละลายน้ำตาลผ่านลงในหลอดให้เต็มและไม่มีฟองอากาศเหลืออยู่ในหลอด

๘.๓.๒ หมุนเกลียวที่ปลายหลอดหลังจากที่เทบรรจุสารเสร็จให้แน่นพอที่จะไม่เกิดการรั่วซึม ต้องระวังอย่าหมุนให้แน่นเกินไป เนื่องจากจะทำให้กระจกเกิดแรงดึง และจะทำให้ระนาบของแสงโพลาริไซซ์บิดไป พยายามสัมผัสหลอดโพลให้น้อยที่สุดที่สามารถทำได้เพื่อหลีกเลี่ยงการทำให้อุณหภูมิตัวอย่างเพิ่มขึ้น

๘.๓.๓ วางหลอดโพลในเครื่องโพลาริมิเตอร์สำหรับเครื่อง visual polarimeter ให้อ่านค่า ๔ ครั้ง ให้ได้  $0.05^{\circ}\text{Z}$  หรือดีกว่า หมุนหลอดประมาณ ๔๕ องศา ในระหว่างการอ่านค่า



๘.๓.๔ เทสสารละลายน้ำตาลใส่ลงไปในหลอดโพลาริเมเตอร์ โดยค่อย ๆ เทผ่านกรวยที่ต่อไว้กับหลอดระวังอย่าให้มีฟองอากาศเกิดขึ้น

๘.๓.๕ เนื่องจากหลอดโพลเป็นแบบเทตัวอย่างผ่านหลอด ดังนั้นต้องตรวจสอบหลอดโพลให้แน่ใจว่าฝาของช่องว่างหลอดโพลของเครื่องโพลาริเมเตอร์ปิดเรียบร้อยแล้ว หลอดอยู่ในสภาพสมดุลพร้อมที่จะอ่านค่า โดยให้ความละเอียดของการอ่านค่าที่  $0.01 \text{ }^{\circ}\text{Z}$

๘.๓.๖ วัดอุณหภูมิของสารละลายในหลอดโพล ( $t_r$ ) ทันทีภายหลังจากอ่านค่าโพลาริเมชัน และบันทึกอุณหภูมิไว้โดยมีความละเอียดถึง  $0.1 \text{ }^{\circ}\text{C}$

#### ๘.๔ การเปรียบเทียบเครื่องโพลาริเมเตอร์ และการปรับค่าอุณหภูมิให้ถูกต้อง

ทำการเปรียบเทียบเครื่องโพลาริเมเตอร์โดยการอ่านค่าเฉลี่ยที่วัดได้จาก certified quartz plates ซึ่งมีค่าโพลาริเมชันที่ระบุไว้ (Nominal value) อยู่ในช่วง  $๙๕ - ๑๐๑ \text{ }^{\circ}\text{Z}$  ในการเปรียบเทียบจะต้องใช้ค่าแก้ของอุณหภูมิในการวัดค่าอุณหภูมิขณะอ่านค่าควอร์ซเพลท โดยทำการบันทึกอุณหภูมิของควอร์ซเพลท และเครื่องโพลาริเมเตอร์ด้วย การบันทึกค่าที่อ่านได้จากหลอดโพลก็ทำเช่นเดียวกับการบันทึกค่าอุณหภูมิ โดยให้บันทึกค่าที่มีความละเอียดถึง  $0.01 \text{ }^{\circ}\text{Z}$

วิธีการเปรียบเทียบเครื่องและการคำนวณค่าโพลาริเมชันที่วัดได้เมื่อคิดเทียบอุณหภูมิที่  $20^{\circ}\text{C}$  มี ๒ วิธีที่ทำได้ คือ

(๑) เปรียบเทียบเครื่องโดยควอร์ซเพลทในเวลาเดียวกันกับการทดสอบหาค่าโพลาริเมชันของตัวอย่างในทุกครั้ง ซึ่งการเปรียบเทียบโดยวิธีนี้จะมีสมมติฐานว่าเครื่องโพลาริเมเตอร์สามารถทำงานได้อย่างคงที่ แต่จะไม่มี การวัดอุณหภูมิของเครื่องมือ

(๒) เปรียบเทียบเครื่องโดยควอร์ซเพลทแต่ไม่จำเป็นต้องทำเวลาเดียวกันกับการวัดค่าตัวอย่างวิธีที่

(๑) เป็นวิธีที่ใช้กันอย่างแพร่หลาย ซึ่งมีขั้นตอนการดำเนินงาน ดังนี้

- การอ่านค่าเมื่อเครื่องโพลาริเมเตอร์เป็นศูนย์ (Polarimeter zero) เช่น การอ่านค่าโพลาริเมชันของอากาศ (Pa)

- การอ่านค่าควอร์ซเพลท ( $Q_{t_q}$ ) ที่อุณหภูมิ  $t_q$  เมื่อ  $t_q$  คือค่าอุณหภูมิของควอร์ซเพลทขณะอ่านค่า

- อ่านค่าที่ได้จากหลอดโพลาริเมเตอร์เมื่อมีการบรรจุน้ำกลั่นไว้เต็ม ( $P_w$ )

- อ่านค่าที่ได้จากโพลาริเมชันของสารละลายตัวอย่าง ( $P_{t_r}$ ) ที่อุณหภูมิ  $t_r$

- อุณหภูมิขณะปรับปริมาตรสารละลายตัวอย่าง ( $t_m$ )

#### (๙) การรายงานผล

๙.๑ การคำนวณผล นำผลการวิเคราะห์ที่ได้มาใช้ในการคำนวณค่าโพลาริเมชันที่อุณหภูมิ  $20^{\circ}\text{C}$  ( $P_{20}$ ) โดยนำค่าโพลาริเมชันของสารละลายตัวอย่าง ( $P_{t_r}$ ) ที่อุณหภูมิ  $t_r$  มาใช้ในการคำนวณ ดังสูตร

- ค่าโพลาริเมชันที่อ่านได้จากหลอดโพลาริเมเตอร์เมื่อมีการบรรจุน้ำกลั่นไว้เต็ม  $P_w$

- อุณหภูมิขณะอ่านค่า ปรับแก้ค่าอุณหภูมิ  $t_r$

$$\text{Add } c \times P_{tr} \times (t_r - 20) - 0.004 \times R \times (t_r - 20)$$

ขณะที่  $c$  = ค่า coefficient ที่แสดงในตารางที่ ๑

$R$  = reducing sugar , % ของตัวอย่าง

- การปรับค่าอุณหภูมิสารละลายตัวอย่าง ( $t_m$ )

$$f \times P_{tr} \times (t_m - 20)$$

$f$  = coefficient ที่แสดงในตารางที่ ๑

ตารางที่ ๑ แสดงค่า coefficient ที่ใช้ในการคำนวณปรับค่าโพลาไรเซชันให้ถูกต้องตามอุณหภูมิที่ใช้ในการวิเคราะห์

| ชนิดของวัสดุที่ใช้ |            | Coefficients |          |
|--------------------|------------|--------------|----------|
| หลอดโพลาไรมิเตอร์  | ขวดปริมาตร | c            | f        |
| BS                 | BS         | 0.000467     | 0.000270 |
| N                  | BS         | 0.000462     | 0.000270 |
| St                 | BS         | 0.000455     | 0.000270 |
| BS                 | N          | 0.000467     | 0.000255 |
| N                  | N          | 0.000462     | 0.000255 |
| St                 | N          | 0.000455     | 0.000255 |

BS = Borosilicate glass เช่น Duran, Pyrex

N = normal glass, e.g. window glass

St = Steel เช่น Stainless , V2A

- รวมค่าแก้ไข scale และ instrument temperature โดยทำการวัดอุณหภูมิของควอร์ซเพลทขณะทำการอ่านค่าแล้วคิดแก้ไขที่อุณหภูมิ  $20^{\circ}\text{C} = Q_{t_q} - Q_{20} - P_a - 0.0001444 \times Q_{20} \times (t_q - 20)$

เมื่อ  $Q_{20}$  = ค่า certified quartz plate ที่  $20^{\circ}\text{C}$

$$P_{20} = P_{tr} - P_w + t_r \text{ corr.} - \text{scale \& instr. t corr.}$$

แสดงผลเป็นทศนิยม ๒ ตำแหน่ง ในหน่วย  $^{\circ}\text{Z}$  โดยค่าที่รายงานเป็นค่าที่อุณหภูมิ  $20^{\circ}\text{C}$

### ๙.๒ ความแม่นยำ (Precision)

(๑) ให้ค่าความแตกต่างสัมบูรณ์ระหว่างผลลัพธ์ที่ได้จากการทดสอบสองครั้ง โดยวิธีการเดิมซึ่งกระทำภายใต้สภาวะเดียวกัน (repeatability) ไม่ควรมีค่าเกิน  $0.10^{\circ}\text{Z}$

(๒) ให้ค่าความแตกต่างสัมบูรณ์ระหว่างผลลัพธ์ที่ได้จากการทดสอบสองครั้ง โดยวิธีการเดิมซึ่งกระทำภายใต้สภาวะต่างกัน (reproducibility) ไม่ควรมีค่าเกิน  $0.25^{\circ}\text{Z}$

### (๑๐) เอกสารอ้างอิง

ICUMSA Methods Book 2011 : Method GS1/2/3/9-1 (2011) , The Determination of the Polarisation of Raw Sugar by Polarimetry - Official

## ๕.๒ การวิเคราะห์หาค่าโพลาไรเซชันของน้ำตาลทรายขาว (Method GS2/3 -1 (2011))

### The Braunschweig Method for the Polarisation of White Sugar by Polarimetry – Official (Reference) Method

#### (๑) ขอบข่าย

เป็นวิธีวัดการหมุนระนาบแสง (Optical rotation) ของสารละลายน้ำตาลทรายขาว และน้ำตาลทรายขาวชนิดพิเศษ เทียบกับการหมุนระนาบแสงของสารละลายซูโครสบริสุทธิ์

#### (๒) ขอบเขตการประยุกต์ใช้

วิธีนี้เป็นวิธีที่ใช้ในการวิเคราะห์ตามกฎหมาย และประยุกต์ใช้กับน้ำตาลทรายขาวและน้ำตาลทรายขาวบริสุทธิ์ค่าสีและความชื้นต่ำ ซึ่งไม่จำเป็นต้องมีการทำใส และตัวอย่างมีค่าความชื้นไม่มากกว่า ๐.๑ % กรณีที่เป็นตัวอย่างน้ำตาลทรายขาวที่ไม่สามารถวัดค่าโพลาไรเซชันได้ถ้าไม่ได้ทำใส ให้ใช้วิธีวิเคราะห์น้ำตาลทรายดิบ ICUMSA Methods GS 1/2/3-1

วิธีนี้เป็นวิธีที่ระบุเป็น ICUMSA Official (Reference) เป็นวิธีที่ ICUMSA แนะนำสำหรับการวิเคราะห์ค่าโพลาไรเซชันของน้ำตาลทรายขาวสำหรับผู้ที่ใช้วิธี ICUMSA Methods GS 1/2/3/9-1

#### (๓) นิยาม

**๓.๑ Normal Sugar Solution** คือ สารละลายน้ำตาลที่เตรียมโดย การชั่งน้ำหนักน้ำตาลซูโครสบริสุทธิ์ ๒๖.๐๑๖๐ กรัม ในภาวะสุญญากาศ แล้วนำไปละลายในน้ำบริสุทธิ์ให้ได้ปริมาตรรวมเป็น ๑๐๐.๐๐๐ มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิ ๒๐.๐๐ องศาเซลเซียส ซึ่งสารละลายนี้จะเทียบเท่ากับการชั่งน้ำตาลซูโครสบริสุทธิ์หนัก ๒๖.๐๐๐ กรัม ในภาวะบรรยากาศ แล้วนำไปละลายในน้ำบริสุทธิ์ให้ได้ปริมาตรรวมเป็น ๑๐๐.๐๐๐ มิลลิลิตรที่อุณหภูมิ ๒๐.๐๐ องศาเซลเซียส

**๓.๒ The basis of the ๑๐๐ °Z point of the International Sugar Scale** คือค่าการหมุนหรือบิดระนาบแสง (Optical Rotation) ของ Normal Sugar Solution ที่อุณหภูมิ ๒๐.๐๐ องศาเซลเซียส โดยใช้หลอดโพลาไรมิเตอร์ที่มีความยาว ๒๐๐.๐๐๐ มิลลิลิตร จะมีค่าการหมุนเวียนหรือบิดระนาบแสงแตกต่างกันในแต่ละกรณี ดังนี้

๓.๒.๑ ที่ความยาวคลื่น ๕๔๖.๒๒๗๑ นาโนเมตร ซึ่งเป็นแสงสีเขียวของปรอท (<sup>๑๙๘</sup>Hg) จะมีค่าการหมุนหรือบิดระนาบแสง (Optical Rotation) เท่ากับ  $๔๐.๗๗๗ \pm ๐.๐๐๑$  °angular

๓.๒.๒ ที่ความยาวคลื่น ๕๘๙.๔๔๐๐ นาโนเมตร ซึ่งเป็นแสงสีเหลืองของโซเดียม จะมีค่าการหมุนหรือบิดระนาบแสง (Optical Rotation) เท่ากับ  $๓๔.๖๒๖ \pm ๐.๐๐๑$  °angular

๓.๒.๓ ที่ความยาวคลื่น ๕๘๗.๐๐๐๐ นาโนเมตร สำหรับเครื่องมือที่ใช้ระบบ Quartz Wedge จะมีค่าการหมุนหรือบิดระนาบแสง (Optical Rotation) เท่ากับ  $๓๔.๙๓๔ \pm ๐.๐๐๑$  °angular

#### (๔) หลักการ

การหมุนระนาบแสงของสารละลายตัวอย่างน้ำตาล คือผลรวมทางพีชคณิต ของการหมุนระนาบแสงของสารทั้งหมดในสารละลายตัวอย่างน้ำตาล ซึ่งสามารถหมุนระนาบแสงได้ ขึ้นอยู่กับปริมาณน้ำตาลซูโครสเป็นหลัก แต่จากสารประกอบอื่น ๆ จัดการได้โดยขั้นตอนการทำใส

การวิเคราะห์ค่าโพลาไรเซชัน มีพื้นฐานการวิเคราะห์ ๓ ขั้นตอน ดังนี้

๔.๑ การเตรียม Normal solution ของตัวอย่างสารละลายน้ำตาลทรายโดยใช้น้ำกลั่นเป็นตัวทำละลาย และเตรียมใสในขวดปริมาตรขนาด ๑๐๐ มิลลิลิตร

๔.๒ การชั่งน้ำหนักของสารละลายตัวอย่างที่เตรียมได้ เพื่อนำไปใช้ในการคำนวณหาค่าแก้ของปริมาตรเครื่องแก้ว

๔.๓ การวิเคราะห์หาค่าโพลาไรเซชันโดยการวัดค่าการหมุนหรือบิดระนาบแสง (Optical Rotation) ของสารละลายเทียบกับการหมุนหรือบิดระนาบแสงของสารละลายซูโครส

#### (๕) เครื่องมือและอุปกรณ์

๕.๑ Saccharimeter with Internation Sugar Scale : ซึ่งเป็นชนิด Quartz Wedge ที่ผ่านการรับรองในหน่วย  $^{\circ}Z$  และอ่านค่าได้ถูกต้องถึง  $\pm 0.01^{\circ}Z$  และสามารถปรับแก้ค่า Polarisation ที่อ่านได้เป็นที่อุณหภูมิ ๒๐ องศาเซลเซียส

๕.๒ ควอร์ซ คอนโทรล เพลท (Quartz Control Plate): ที่ผ่านการสอบเทียบในหน่วย  $^{\circ}Z$  ที่อุณหภูมิ ๒๐ องศาเซลเซียส ห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ต้องตรวจสอบให้ค่าเป็นไปตามคุณสมบัติของ ICUMSA ค่าจากการรับรองควรมีค่าใกล้เคียง  $100^{\circ}Z$

๕.๓ ขวดปริมาตร (Volumetric Flask) ขนาด ๑๐๐ มิลลิลิตร มีคุณสมบัติเป็นไปตาม ISO ในระดับเครื่องแก้ว Class A มีค่าความคลาดเคลื่อนสูงสุดได้ไม่เกิน  $\pm 0.1$  มิลลิลิตร

๕.๔ หลอดโพลาไรมิเตอร์ (Polarimeter Tube) เป็นหลอดที่มีความยาว ๒๐๐ มิลลิลิตร และมีลักษณะตามที่ระบุไว้โดย ICUMSA ในระดับ Class A คือค่าความผิดพลาดของความยาวหลอดที่ยอมรับได้สูงสุดเมื่อเทียบกับความยาวที่ระบุไม่เกิน  $\pm 0.02$  มิลลิลิตร

๕.๕ Cover Glass ใช้สำหรับหลอดโพลาไรมิเตอร์ (Polarimeter Tube) มีคุณสมบัติเป็นไปตาม ICUMSA

๕.๖ เครื่องชั่งละเอียด (Laboratory Balance): ที่สามารถอ่านค่าได้ละเอียดถึง ๑ มิลลิกรัม และผ่านการสอบเทียบแล้ว

๕.๗ อ่างอังไอน้ำ (Water bath) ที่สามารถควบคุมอุณหภูมิอยู่ที่  $20 \pm 0.1^{\circ}C$

#### (๖) ขั้นตอนการวิเคราะห์

การวิเคราะห์ค่าโพลาไรเซชันตามวิธี น้ำที่ใช้ในการวิเคราะห์ให้ใช้เฉพาะน้ำกลั่นหรือน้ำ de-ionised และการชั่งน้ำหนักทุกครั้งให้ทำโดยไม่มีค่าแก้จากแรงพยุอากาศ

**๖.๑ การหาน้ำหนักของขวดปริมาตร** ล้างขวดปริมาตรให้สะอาดแล้วล้างด้วยน้ำกลั่นและอบให้แห้งที่อุณหภูมิ  $40^{\circ}\text{C}$  ในระหว่างการทำให้เย็นให้ผ่านอากาศเข้าไปในขวดปริมาตร เพื่อกำจัดน้ำที่อาจเหลืออยู่ เมื่ออุณหภูมิลดลงเท่าอุณหภูมิห้อง (ประมาณ ๓๐ นาที) ชั่งน้ำหนักที่แน่นอนของขวดปริมาตรโดยมีความละเอียด  $\pm 0.001$  กรัม

### ๖.๒ การเตรียมสารละลายตัวอย่าง

๖.๒.๑ ชั่งตัวอย่างน้ำตาลทราย  $26.000 \pm 0.001$  กรัม จากนั้นถ่ายตัวอย่างใส่ขวดปริมาตรขนาด ๑๐๐ มิลลิลิตร ที่แห้งและชั่งน้ำหนักไว้แล้วในข้อ ๖.๑

๖.๒.๒ ละลายตัวอย่างน้ำตาลด้วยประมาณ ๖๐ มิลลิลิตร แล้วเติมน้ำกลั่นให้อยู่ที่ขีดบอกระดับขีดตัวอย่างโดยใช้เครื่องเขย่านำไปวางไว้ในห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ หรือเครื่องอังไอน้ำเพื่อให้สารละลายมีอุณหภูมิ  $20^{\circ}\text{C}$  หากอุณหภูมิไม่ได้  $20^{\circ}\text{C}$  จะต้องคำนวณปรับแก้ค่าตามอุณหภูมิที่แท้จริง

๖.๒.๓ เช็ดภายในคอขวดให้แห้งด้วยกระดาษกรอง แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นอุณหภูมิ  $20^{\circ}\text{C}$  โดยใช้หลอดหยดในการปรับปริมาตรที่ละเอียด ปิดด้วยกระจกนาฬิกาหรือจุกที่แห้งและสะอาด เพื่อป้องกันการระเหยและเช็ดภายนอกให้แห้งอย่างระมัดระวัง

๖.๒.๔ วางขวดปริมาตรไว้ข้าง ๆ เครื่องชั่งประมาณ ๓๐ นาที เพื่อให้อุณหภูมิเข้าสู่สมดุล จากนั้นเอาจุกออกแล้วนำกลับไปชั่งอีกครั้งหนึ่งให้มีความถูกต้อง  $\pm 0.001$  กรัม ปิดขวดปริมาตรด้วยจุกที่แห้งและสะอาด เขย่าให้เข้ากัน

### ๖.๓ Zero Correction of the Polarimeter

เตรียมเครื่องโพลาไรมิเตอร์ Polarimeter และควอร์ซ (Quartz Plate) ให้มีอุณหภูมิสมดุลกับอุณหภูมิห้อง แล้วบันทึกค่าโพลาไรเซชัน ( $P_0$ ) ให้เป็นค่าที่อ่านได้จากเครื่องมือที่ยังไม่ได้วางอะไรไว้ในช่องวางเซลล์

### ๖.๔ Polarimeter Tube Correction:

อ่านค่า  $P_R$  ซึ่งเป็นค่าที่ได้จากการอ่านโดยวางหลอดโพลาไรมิเตอร์ (Polarisation Tube) ที่แห้งและสะอาดไว้ในช่องวางเซลล์โดยไม่มีการเติมน้ำกลั่นลงไป

### ๖.๕ Optical Rotation of the Quartz Control Plate

เตรียมเครื่องโพลาไรมิเตอร์ (Polarimeter) และควอร์ซเพลท (Quartz Plate) ให้มีอุณหภูมิสมดุลกับอุณหภูมิห้อง บันทึกค่าอุณหภูมิ  $t_p$  ในหน่วยองศาเซลเซียส บันทึกค่า  $Q_t$  ในหน่วย  $^{\circ}\text{Z}$  สำหรับการอ่านค่าจากเครื่องมือชนิด Quartz wedge ให้ปรับ Quartz plate และเครื่องมือให้มีอุณหภูมิสมดุลกับอุณหภูมิห้อง ซึ่งในกรณีที่  $Q_t$  จะไม่ขึ้นกับอุณหภูมิให้ใช้  $Q_{20}$  เป็นค่าที่ได้รับการรับรองของควอร์ซเพลท (Quartz Plate) ในหน่วย  $^{\circ}\text{Z}$

### ๖.๖ Optical rotation of the Sugar Solution

เทสารละลายตัวอย่างผ่านกรวยลงในหลอดโพลาไรเซชัน (Polarimeter tube) ที่ใช้ บันทึกค่าที่อ่านได้เป็น  $P_L$  ในหน่วย  $^{\circ}\text{Z}$  การใช้เครื่อง Automatic Polarimeter ในการวัดค่าโพลาไรเซชันจะวางหลอดโพลาไรเซชัน (Polarimeter tube) ในช่องวางเซลล์และทำการอ่านค่าโพลาไรเซชันภายใน ๑ นาที หลังจากที่ว่าหลอด (tube) ในโพลาไรมิเตอร์

### (๓) การรายงานผล

รายงานผลการวิเคราะห์ค่าโพลาไรเซชัน (Polarisation) ในหน่วย Sugar Degree ( $^{\circ}\text{Z}$ ) โดยรายงานให้มีความถูกต้อง  $\pm 0.01^{\circ}\text{Z}$  และรายงานอุณหภูมิให้มีความถูกต้อง  $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$

#### ๓.๑ การคำนวณผลการวิเคราะห์

การคำนวณผลการวิเคราะห์ ให้บันทึกทุกค่าที่อ่านได้จากเครื่องโพลาไรมิเตอร์ (Polarimeter) ให้ละเอียดถึง  $\pm 0.01^{\circ}\text{Z}$  และอุณหภูมิให้ละเอียดถึง  $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$  แล้วคำนวณค่าโพลาไรเซชัน (Polarisation) ที่อุณหภูมิ  $20^{\circ}\text{C}$

สำหรับเครื่อง Circular Polarimeter ดังนี้

$$P_{20} = \frac{(P_L - P_R) Q_{20} \{ 1 + 0.0001444 (t_q - 20) \} \times \{ 1 + c (t_r - 20) \}}{(Q_t - P_o)} \times 2$$

สำหรับเครื่องมือที่มี Quartz Wedge ดังนี้

$$P_{20} = \frac{(P_L - P_R) Q_{20} \{ 1 + c (t_r - 20) + 0.0001444 (t_q - 20) \}}{(Q_t - P_o)} \times 3$$

เมื่อ  $P_L$  = เป็นค่าที่ได้จากการอ่านค่า Polarimeter ของสารละลายในหน่วย  $^{\circ}\text{Z}$

$P_R$  = เป็นค่าที่ได้จากการอ่านค่า Polarimeter ของหลอดเปล่าในหน่วย  $^{\circ}\text{Z}$

$Q_{20}$  = ค่า Polarisation ของ Quartz Control Plate ในหน่วย  $^{\circ}\text{Z}$

$Q_t$  = เป็นค่าที่ได้จากการอ่าน Polarimeter ของ Quartz Control Plate ในหน่วย  $^{\circ}\text{Z}$

$P_o$  = เป็นค่าที่ได้จากการอ่าน Polarimeter ของอากาศ คือช่วงว่างเซลล์ว่าง ในหน่วย  $^{\circ}\text{Z}$

$t_q$  = อุณหภูมิของ Quartz Wedge (อุณหภูมิของห้อง) ในระหว่างการอ่านสารละลาย

$t_r$  = อุณหภูมิของสารละลายน้ำตาล ในหน่วยองศาเซลเซียส

$c$  = ค่าคงที่สำหรับหลอดโพลาไรมิเตอร์ ที่ทำด้วย borosilicate glass = 0.000467

window glass = 0.000462

stainless steel = 0.000455

#### ๓.๒ การปรับแก้ค่าปริมาตร (Volume Correction)

ทำได้โดยการหักกลบน้ำหนักของขวดปริมาตรออกจากน้ำหนักของขวดปริมาตร (Flask) รวมกับน้ำหนักของสารละลาย และคำนวณเพื่อเปลี่ยนค่าน้ำหนักของสารละลายให้เป็นปริมาตร โดยใช้ตารางที่ ๑ และนำค่า correction จากตารางไปใช้ปรับแก้ค่าโพลาไรเซชัน (Polarisation) ที่คำนวณให้ถูกต้อง

### ๗.๓ รายงานผล

แสดงผลของ Polarisation ในหน่วย<sup>o</sup>Z โดยให้ความถูกต้อง (Accuracy)  $\pm 0.01$  <sup>o</sup>Z

### ๗.๔ ความแม่นยำ (Precision)

๗.๔.๑ ให้ค่าความแตกต่างสัมบูรณ์ระหว่างผลลัพธ์ที่ได้จากการทดสอบสองครั้งโดยวิธีการเดิมซึ่งกระทำภายใต้สภาวะเดียวกัน (Repeatability) ไม่ควรมีค่าเกิน  $0.066$  <sup>o</sup>Z

๗.๔.๒ ให้ค่าความแตกต่างสัมบูรณ์ระหว่างผลลัพธ์ที่ได้จากการทดสอบสองครั้งโดยวิธีการเดิม ซึ่งกระทำภายใต้สภาวะต่างกัน (Reproducibility) ไม่ควรมีค่าเกิน  $0.094$  <sup>o</sup>Z

### (๘) เอกสารอ้างอิง

ICUMSA Methods Book 2011 : Methods GS2/3-1(2011) The Braunschweig Method for the Polarisation of White Sugar by Polarimetry – Official (Reference) Method

### ตารางที่ ๑ Correction Table for the Polarisation of White Sugar

| M       | V       | Correction* |
|---------|---------|-------------|
| 109.461 | 99.800  | -0.200      |
| 109.471 | 99.810  | -0.190      |
| 109.481 | 99.820  | -0.180      |
| 109.491 | 99.830  | -0.170      |
| 109.501 | 99.840  | -0.160      |
| 109.511 | 99.850  | -0.150      |
| 109.521 | 99.860  | -0.140      |
| 109.531 | 99.870  | -0.130      |
| 109.541 | 99.880  | -0.120      |
| 109.551 | 99.890  | -0.110      |
| 109.561 | 99.900  | 90.100      |
| 109.571 | 99.910  | -0.090      |
| 109.581 | 99.920  | -0.080      |
| 109.591 | 99.930  | -0.070      |
| 109.601 | 99.940  | -0.060      |
| 109.610 | 99.950  | -0.050      |
| 109.620 | 99.960  | -0.040      |
| 109.630 | 99.970  | -0.030      |
| 109.640 | 99.980  | -0.020      |
| 109.650 | 99.990  | -0.010      |
| 109.660 | 100.00  | $\pm 0$     |
| 109.670 | 100.010 | +0.010      |
| 109.680 | 100.020 | +0.020      |
| 109.690 | 100.030 | +0.030      |

| M       | V       | Correction* |
|---------|---------|-------------|
| 109.700 | 100.040 | +0.040      |
| 109.710 | 100.050 | +0.050      |
| 109.720 | 100.060 | +0.060      |
| 109.730 | 100.070 | -0.070      |
| 109.740 | 100.080 | +0.080      |
| 109.750 | 100.090 | +0.090      |
| 109.760 | 100.100 | +0.100      |
| 109.770 | 100.110 | +0.110      |
| 109.780 | 100.120 | +0.120      |
| 109.790 | 100.130 | +0.130      |
| 109.800 | 100.140 | +0.140      |
| 109.810 | 100.150 | +0.150      |
| 109.820 | 100.160 | +0.160      |
| 109.830 | 100.170 | +0.170      |
| 109.840 | 100.180 | +0.180      |
| 109.850 | 100.190 | +0.190      |
| 109.860 | 100.200 | +0.200      |

မေး

- M = Mass of solution, g (without buoyancy correction)  
V = Volume of solution, mL.  
\* = Correction to be applied to the measured polarization,  $^{\circ}Z$



### ๕.๓ การวิเคราะห์ค่าเฝ้าเชิงความนำไฟฟ้า (Conductivity Ash) ในน้ำตาลดิบ (Method GS1/3/4/7/8 -13 (1994))

The Determination of Conductivity Ash in Raw Sugar, Brown Sugar , Juice , Syrup and Molasses - Official

#### (๑) ขอบข่าย

ค่าเฝ้าเชิงความนำไฟฟ้า (Conductivity Ash) เป็นการวัดค่าความเข้มข้นของเกลือที่แตกตัวเป็นไอออนได้ในตัวอย่างที่มีค่าความนำไฟฟ้าถึง ๕๐๐ ไมโครซีเมนส์ต่อเซนติเมตร ที่ความเข้มข้นสูงถึง ๕ กรัมต่อ ๑๐๐ มิลลิลิตร

#### (๒) ขอบเขตการประยุกต์ใช้

เป็นวิธีการที่ใช้ในการวิเคราะห์ตัวอย่างน้ำตาลทรายดิบ น้ำตาลทรายสีร่า น้ำอ้อย น้ำเชื่อม และกากน้ำตาล

#### (๓) นิยาม

ค่าเฝ้าเชิงความนำไฟฟ้า (Conductivity Ash) คือ ปริมาณเฝ้าที่หาโดยการวัดค่าความนำไฟฟ้าสามารถเปรียบเทียบโดยตรงกับปริมาณเฝ้าที่หาโดยการเผาแล้วชั่งน้ำหนักเฝ้า วิธีวัดค่าเฝ้าเชิงความนำไฟฟ้ามีนัยสำคัญเฉพาะของวิธี ปริมาณเฝ้าคำนวณได้จากการคูณค่าความนำไฟฟ้ากับตัวประกอบหนึ่งซึ่งขึ้นอยู่กับค่าของซัลเฟตที่มีอยู่ในเฝ้านั้น ค่าสัมประสิทธิ์ที่ใช้เป็นค่าคงที่ ไม่สามารถหาได้จากการทดลอง

#### (๔) หลักการ

ทดสอบหาค่าความนำไฟฟ้าเฉพาะของสารละลายตัวอย่างที่ความเข้มข้น ๕ กรัมต่อ ๑๐๐ มิลลิลิตร หรือต่ำกว่าโดยไม่มีการเติมน้ำตาลลงไปอีก คำนวณปริมาณเฝ้าโดยการค่าความนำไฟฟ้ากับค่าคงที่

#### (๕) สารเคมี

๕.๑ น้ำบริสุทธิ์ ใช้สำหรับการเตรียมสารละลายทั้งหมด (น้ำตาลและโพแทสเซียมคลอไรด์) ใช้ น้ำกลั่น ๒ ครั้ง หรือน้ำที่ปราศจากไอออนซึ่งมีค่าความนำไฟฟ้าน้อยกว่า ๒ ไมโครซีเมนส์ต่อเซนติเมตร

๕.๒ โพแทสเซียมคลอไรด์ ๐.๐๑ โมลต่อลิตร ซึ่งโพแทสเซียมคลอไรด์ ๗๔๕.๕ มิลลิกรัมที่อบแห้งที่ ๕๐๐ °C (มีสีแดงซีด) ละลายด้วยน้ำกลั่น ในขวดปริมาตร ๑ ลิตร แล้วปรับปริมาตร

๕.๓ โพแทสเซียมคลอไรด์ ๐.๐๐๒๕ โมลต่อลิตร เจือจางสารละลายโพแทสเซียมคลอไรด์ ๐.๐๑ โมลต่อลิตร ปริมาตร ๒๕๐ มิลลิลิตร ด้วยน้ำกลั่นปรับปริมาตรเป็น ๑ ลิตรในขวดปริมาตร สารละลายนี้มีค่าความนำไฟฟ้า ๓๒๘ ไมโครซีเมนส์ต่อเซนติเมตร ที่ ๒๐ °C (หลังจากหักค่าความนำไฟฟ้าของน้ำกลั่นแล้ว)

#### (๖) เครื่องมือและอุปกรณ์

๖.๑ Sugar ash bridge, null balance bridge, or conductivity meter หรือเครื่องวัดค่าความนำไฟฟ้า

๖.๒ ขวดปริมาตร (Volumetric flasks) ขนาด ๑๐๐ และ ๑,๐๐๐ มิลลิลิตร

๖.๓ เครื่องชั่งละเอียด (Laboratory balance) อ่านค่าได้ละเอียดถึง ๐.๑ มิลลิกรัม และผ่านการสอบเทียบแล้ว

**(๗) ขั้นตอนการวิเคราะห์**

เตรียมสารละลายตัวอย่างโดยละลายตัวอย่าง ๕ กรัมในน้ำ ๑๐๐ มิลลิลิตร ที่ ๒๐ °C ในขวดปริมาตร ถ้าค่าความนำไฟฟ้าของสารละลายมากกว่า ๕๐๐ ไมโครซีเมนส์ต่อเซนติเมตร ให้ลดปริมาณตัวอย่างลง (ในกรณีที่เป็นตัวอย่างกากน้ำตาล (Molasses)) ใช้ตัวอย่าง ๐.๒๕ กรัมต่อ ๑๐๐ มิลลิลิตร เขย่าสารละลายตัวอย่างให้เข้ากัน วัดค่าความนำไฟฟ้าที่  $20 \pm 0.2^{\circ}\text{C}$  ตรวจสอบเครื่องมือโดยใช้สารอ้างอิง (๕.๓)

**(๘) การรายงานผล****๘.๑ การคำนวณ**

ถ้า  $C_{20}$  คือ ค่าความนำไฟฟ้าในหน่วยไมโครซีเมนส์ต่อเซนติเมตร ที่  $20^{\circ}\text{C}$

$C_{20}$  คือ ค่าความนำไฟฟ้าของน้ำ ที่  $20^{\circ}\text{C}$

ดังนั้น ค่า Corrected Conductivity ( C ) คือ  $C = C_{20} - C_{20}$

และ  $\text{Conductivity Ash, \%} = (๑๖.๒ + ๐.๓๖ D) * ๑๐^{-๔} * C * f$

เมื่อ

D = ค่าความเข้มข้นของสารที่ทดสอบซึ่งคิดจากน้ำหนักแห้ง ในหน่วยกรัมต่อ ๑๐๐ มิลลิลิตร

S = น้ำหนักของตัวอย่าง (กรัม) ใน ๑๐๐ มิลลิลิตร

F = ตัวคูณของการเจือจาง (Dilution Factor) ของสารละลายเมื่อเปรียบเทียบกับ ๕ กรัมต่อ ๑๐๐

มิลลิลิตร เช่น  $f = ๕/S$

**๘.๒ ตัวอย่าง** ถ้าตัวอย่างคือกากน้ำตาล ที่มีน้ำหนักแห้ง ๘๐ กรัมต่อ ๑๐๐ กรัม เตรียมที่ความเข้มข้น ๐.๒๕ กรัมต่อ ๑๐๐ มิลลิลิตร วัดค่าความนำไฟฟ้า, Corrected Conductivity ( C ) = ๓๐๐ ไมโครซีเมนส์ต่อเซนติเมตร ดังนั้นความเข้มข้นของสารที่ทดสอบซึ่งคิดจากน้ำหนักแห้งในหน่วยกรัมต่อ ๑๐๐ มิลลิลิตรมีค่าดังนี้

$$D = ๐.๘ * ๐.๒๕ = ๐.๒๐ \text{ กรัมต่อ } ๑๐๐ \text{ มิลลิลิตร}$$

ตัวคูณของการเจือจาง (Dilution Factor) ของสารละลายเมื่อเปรียบเทียบกับ ๕ กรัมต่อ ๑๐๐ มิลลิลิตร มีค่าดังนี้

$$F = ๕ / ๐.๒๕ = ๒๐$$

ค่าแก้ไขความนำไฟฟ้าในหน่วยของกรัม/ ๑๐๐ กรัม กากน้ำตาล

$$= (๑๖.๒ * ๐.๓๖ * ๐.๒๐) * ๑๐^{-๔} * ๓๐๐ * ๒๐$$

$$= ๙.๗๖ \% \text{ m/m}$$

**๘.๓ ค่าแก้ของอุณหภูมิ** ถ้าไม่สามารถทำการทดสอบ ณ  $20^{\circ}\text{C}$  แต่ต้องไม่เกิน  $\pm ๕^{\circ}\text{C}$  ให้ทำการแก้ค่าของอุณหภูมิของผลการทดสอบโดยใช้สูตรคำนวณ ดังนี้

$$C_{20} = C_T / [ ๑ + ๐.๐๒๓ (T - 20) ]$$

โดยที่  $C_T$  คือค่าความนำไฟฟ้าที่อุณหภูมิ T °C

หมายเหตุ ค่าความนำไฟฟ้าของสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมคลอไรด์ (๕.๓) เป็นค่าที่ ๒๐°C ถ้าไม่สามารถทำการทดสอบ ณ ๒๐°C ค่าความนำไฟฟ้าของสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมคลอไรด์ จะต้องคำนวณจากสูตร ค่าความนำไฟฟ้าของสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมคลอไรด์ T °C

$$= ๓๒๘ / [ ๑ + ๐.๐๒๑ (T-๒๐) ] \text{ ไมโครซีเมนส์ต่อเซนติเมตรในช่วงอุณหภูมิ } ๒๐ \pm ๕ \text{ }^{\circ}\text{C}$$

#### ๘.๔ ความแม่นยำ

สำหรับน้ำตาลทรายดิบที่มีค่าเฉลี่ยของปริมาณเถ้า = ๐.๔ %

๘.๔.๑ ให้ค่าความแตกต่างสัมบูรณ์ระหว่างผลลัพธ์ที่ได้จากการทดสอบสองครั้งโดยวิธีการเดิมซึ่งกระทำภายใต้สภาวะเดียวกัน (Repeatability) ไม่ควรมีค่าเกิน ๐.๐๒๘ %

๘.๔.๒ ให้ค่าความแตกต่างสัมบูรณ์ระหว่างผลลัพธ์ที่ได้จากการทดสอบสองครั้งโดยวิธีการเดิม ซึ่งกระทำภายใต้สภาวะต่างกัน (Reproducibility) ไม่ควรมีค่าเกิน ๐.๐๘๔ %

#### (๙) เอกสารอ้างอิง

ICUMSA Methods Book 1994 : Methods GS1/3/4/7/8-13 (1994) The Determination of Conductivity Ash in Raw Sugar , Brown Sugar , Juice , Syrup and Molasses - Official

## ๕.๔ การวิเคราะห์ค่าเฝ้าเชิงความนำไฟฟ้า (Conductivity Ash) ในน้ำตาลทรายขาว (Method GS2/3/9-17 (2011))

### The Determination of Conductivity Ash in Refined Sugar Products and in Plantation White Sugar - Official

#### (๑) ขอบข่าย

ค่าเฝ้าเชิงความนำไฟฟ้า (Conductivity Ash) ในสารละลายที่มีความเข้มข้น ๒๘ กรัมต่อ ๑๐๐ กรัม จะมีค่าของเกลือที่ละลายได้ที่ทำให้ค่าความนำไฟฟ้าต่ำ

#### (๒) ขอบเขตการประยุกต์ใช้

เป็นวิธีการที่ใช้ในการวิเคราะห์ตัวอย่างน้ำตาลทรายขาว น้ำตาลชนิดพิเศษ และน้ำตาลทรายขาวที่ผลิตจากอ้อยโดยตรง

หมายเหตุ:- สำหรับน้ำตาลที่มีสารที่ทำให้ไม่จับเป็นก้อน (Anti-Caking Agent), Ducatillon ได้อธิบายไว้ว่า ควรใช้วิธีการวิเคราะห์สารป้องกันการจับเกาะเป็นก้อนแข็ง โดยวิธี Gravimetric (ICUMSA GS3-21) เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณสารที่ทำให้ไม่จับเป็นก้อนก่อน

#### (๓) นิยาม

ค่าเฝ้าเชิงความนำไฟฟ้า คือ ปริมาณเฝ้าที่หาได้โดยการวัดค่าความนำไฟฟ้า ซึ่งไม่สามารถเปรียบเทียบโดยตรงกับปริมาณเฝ้า (Gravimetric Ash) ที่หาโดยการเผาแล้วชั่งน้ำหนักของเฝ้าได้ วิธีหาค่าเฝ้าเชิงความนำไฟฟ้า มีนัยสำคัญเฉพาะของวิธีนี้เอง ปริมาณเฝ้าคำนวณได้จากการคูณค่าความนำไฟฟ้ากับตัวประกอบหนึ่งซึ่งขึ้นอยู่กับค่าของซัลเฟตที่มีอยู่ในเฝ้านั้น ค่าสัมประสิทธิ์ที่ใช้เป็นค่าคงที่ ไม่สามารถพิสูจน์จากการทดลอง

#### (๔) หลักการ

ทดสอบหาค่าความนำไฟฟ้าของสารละลายตัวอย่างน้ำตาลทรายขาวที่มีความเข้มข้น ๒๘ กรัมต่อ ๑๐๐ กิโลกรัม คำนวณปริมาณเฝ้าโดยการคูณค่าความนำไฟฟ้ากับค่าคงที่

#### (๕) สารเคมี

๕.๑ น้ำบริสุทธิ์ ใช้สำหรับการเตรียมสารละลายทั้งหมด (น้ำตาลและโพแทสเซียมคลอไรด์) ใช้ น้ำกลั่น ๒ ครั้ง หรือน้ำที่ปราศจากไอออนซึ่งมีค่าความนำไฟฟ้าน้อยกว่า ๒ ไมโครซีเมนส์ต่อเซนติเมตร

๕.๒ โพแทสเซียมคลอไรด์ ๐.๐๑ โมลต่อลิตร ซึ่งโพแทสเซียมคลอไรด์ ๗๔๕.๕ มิลลิกรัมที่อบแห้งที่ ๕๐๐ °C (มีสีแดงซีด) ละลายด้วยน้ำกลั่น ในขวดปริมาตร ๑ ลิตร แล้วปรับปริมาตร หรืออีกวิธีหนึ่งอาจซื้อสารละลายที่มีจำหน่ายอยู่แล้ว

๕.๓ โพแทสเซียมคลอไรด์ ๐.๐๐๐๒ โมลต่อลิตร เจือจางสารละลายโพแทสเซียมคลอไรด์ ๐.๐๑ โมลต่อลิตร ปริมาตร ๑๐ มิลลิลิตร ด้วยน้ำกลั่นปรับปริมาตรเป็น ๕๐๐ มิลลิลิตรในขวดปริมาตร สารละลายนี้มีค่าความนำไฟฟ้า  $26.6 \pm 0.3$  ไมโครซีเมนส์ต่อเซนติเมตร ที่ ๒๐ °C (หลังจากหักค่าความนำไฟฟ้าของน้ำกลั่นแล้ว)

## (๖) เครื่องมือและอุปกรณ์

๖.๑ Sugar ash bridge, null balance bridge, or conductivity meter หรือเครื่องวัดค่าความนำไฟฟ้า

๖.๒ ขวดปริมาตร (Volumetric flasks) ขนาด ๑๐๐ , ๕๐๐ และ ๑,๐๐๐ มิลลิลิตร

๖.๓ ปิเปต (Pipette) Class A - ขนาด ๑๐ มิลลิลิตร

๖.๔ เครื่องชั่งละเอียด (Laboratory balance) อ่านค่าได้ละเอียดถึง ๐.๑ มิลลิกรัม และผ่านการสอบเทียบแล้ว

## (๗) ขั้นตอนการวิเคราะห์

## ๗.๑ การหาค่าคงที่ของเซลล์ (Cell Constant)

ค่าคงที่ของเซลล์ (Cell Constant) ของเซลล์ความนำไฟฟ้า (Conductivity Cell) หมายถึงอัตราส่วนระหว่างระยะห่างของขั้วไฟฟ้าต่อพื้นที่หน้าตัดของขั้วไฟฟ้า มีหน่วยเป็นเซนติเมตร ซึ่งทั้งสองมิตินี้เป็นค่าคงที่ของแต่ละเซลล์ จึงต้องหาค่าคงที่ของเซลล์ (Cell Constant) ของแต่ละเซลล์และตรวจสอบอย่างสม่ำเสมอ

การเปรียบเทียบค่าคงที่ของแต่ละเซลล์ (Cell Constant) ทำได้โดยใช้สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมคลอไรด์ที่ทราบค่าความนำไฟฟ้า (๕.๓) ค่าคงที่ของเซลล์ (Cell Constant) เป็นอัตราส่วนของค่าความนำไฟฟ้าของสารละลายนี้ (๒๖.๖ ไมโครซีเมนส์ต่อเซนติเมตร) รวมกับค่าความนำไฟฟ้าของน้ำต่อค่าความนำไฟฟ้าของสารละลายนี้ที่อุณหภูมิ ๒๐ °C

ดังนั้น จึงต้องหาค่าความนำไฟฟ้าของน้ำที่ปราศจากไอออน ซึ่งค่าความนำไฟฟ้าของน้ำอย่างคร่าว ๆ คำนวณได้จาก

= ค่าคงที่ของเซลล์ (Cell Constant) (เป็นค่าที่ได้จากผู้ผลิต) × ค่าความนำไฟฟ้าที่อ่านได้ที่อุณหภูมิ ๒๐°C

หลังจากวัดค่าความนำไฟฟ้าของสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมคลอไรด์ (๕.๓) จะสามารถคำนวณค่าคงที่ของเซลล์ (Cell Constant) คร่าว ๆ ได้ดังนี้

$K =$  ค่าความนำไฟฟ้าของสารละลายมาตรฐาน KCL + ค่าความนำไฟฟ้าของน้ำอย่างคร่าว ๆ

ค่าความนำไฟฟ้าของสารละลายมาตรฐาน KCL ที่อ่านได้ที่อุณหภูมิ ๒๐ °C

ดังนั้นค่าความนำไฟฟ้าของน้ำที่แก้ไขแล้ว (Corrected Water Conductivity) มีค่าดังนี้

ความนำไฟฟ้าของน้ำ ( $C_{water}$ ) =  $K' \times$  ค่าความนำไฟฟ้าของน้ำที่อ่านได้

และค่าคงที่ของเซลล์ (Cell Constant) ที่ถูกต้อง คือ

$K' = \frac{\text{ค่าความนำไฟฟ้าของสารละลายมาตรฐาน KCL} + (C_{water})}{\text{ค่าความนำไฟฟ้าของสารละลาย ที่อ่านได้ที่อุณหภูมิ ๒๐ °C}}$

ค่าความนำไฟฟ้าของสารละลาย ที่อ่านได้ที่อุณหภูมิ ๒๐ °C

ถ้าค่าคงที่ของเซลล์ นี้ไม่สามารถใช้ได้โดยตรงจากเครื่องมือ นั้น ต้องนำค่าความนำไฟฟ้าที่วัดได้มาคูณกับค่าคงที่นี้ จึงเป็นคำตอบที่ถูกต้อง

## ๗.๒ ค่าความนำไฟฟ้าของตัวอย่าง

ละลายตัวอย่างน้ำตาล ๓๑.๓ ± ๐.๑ กรัม ด้วยน้ำแล้วปรับปริมาตรเป็น ๑๐๐ มิลลิลิตร ในขวดวัดปริมาตรที่อุณหภูมิ ๒๐°C (หรือละลายตัวอย่างน้ำตาล ๒๘.๐ ± ๐.๑ กรัมในน้ำ จนได้สารละลายที่มีมวลเป็น ๑๐๐.๐ กรัม) ในกรณีที่ตัวอย่างเป็นของเหลวต้องนำตัวอย่างมาในปริมาณที่ทำให้ได้สารละลายที่มีของแข็ง ๓๑.๓ กรัมต่อ ๑๐๐ มิลลิลิตร หรือสารละลายที่มีของแข็ง ๒๘.๐ กรัมต่อ ๑๐๐ กรัมของสารละลาย จากนั้นเขย่าตัวอย่างให้ผสมทั่วกัน ถ่ายลงในภาชนะที่ใช้วัดและวัดค่าความนำไฟฟ้าที่ ๒๐ ± ๐.๒ °C ตรวจสอบการวัดโดยใช้สารละลายอ้างอิง (๕.๓)

### (๗) การรายงานผล

#### ๘.๑ การคำนวณ

ถ้า  $C_{๑}$  คือ ค่าความนำไฟฟ้า ในหน่วยไมโครซีเมนซ์ต่อเซนติเมตร ที่ ๒๐°C

$C_{water}$  คือ ค่าความนำไฟฟ้าของน้ำที่ ๒๐°C

ดังนั้น ค่า Corrected Conductivity

( $C_{๒๘}$ ) คือ ค่าความนำไฟฟ้าที่ถูกต้องของสารละลายที่มีความเข้มข้น ๒๘ กรัมต่อ ๑๐๐ กรัม

$$C_{๒๘} = C_{๑} - ๐.๓๕ C_{water}$$

และ

$$\text{Conductivity Ash, \%} = ๖ \times ๑๐^{-๔} \times C_{๒๘}$$

๘.๒ ค่าแก้ของอุณหภูมิ (Temperature Correction) ถ้าไม่สามารถทำการทดสอบที่อุณหภูมิ ๒๐ °C แต่จะต้องอยู่ในช่วงไม่เกิน ± ๕ °C ให้ทำการแก้ค่าของอุณหภูมิของผลการทดสอบ โดยใช้สูตรคำนวณ ดังนี้

$$C_{๒๐}^{\circ} = C_T / [๑ + ๐.๐๒๖ (T - ๒๐)]$$

โดยที่

$C_T$  คือค่าความนำไฟฟ้าที่อุณหภูมิ T °C

หมายเหตุ;- ค่าความนำไฟฟ้าของสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมคลอไรด์ (๕.๓) เป็นค่าที่อุณหภูมิ ๒๐ °C ถ้าไม่ได้ทำการทดสอบที่อุณหภูมิ ๒๐°C ค่าความนำไฟฟ้าของสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมคลอไรด์ จะคำนวณได้จากสูตร

ค่าความนำไฟฟ้าของสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมคลอไรด์ที่ T องศาเซลเซียส

$$= ๒๖.๖ [๑ + ๐.๐๒๑ (T - ๒๐)] \text{ ไมโครซีเมนซ์ต่อเซนติเมตร ณ อุณหภูมิในช่วง } ๒๐ \pm ๕ \text{ }^{\circ}\text{C}$$

๘.๓ ความแม่นยำ จากการศึกษาในการทดสอบร่วมกันโดยสถาบัน Braunschweig กับตัวอย่างน้ำตาลทรายขาว ๑๑ ตัวอย่าง ซึ่งกระทำใน ๘ ห้องปฏิบัติการ ได้พบว่าสำหรับน้ำตาลที่มีปริมาณแฉ่ำเฉลี่ย ๐.๐๑๒๓ %

๘.๓.๑ ให้ค่าความแตกต่างสัมบูรณ์ระหว่างผลลัพธ์ที่ได้จากการทดสอบสองครั้งโดยวิธีการเดิมซึ่งกระทำภายใต้สภาวะเดียวกัน (Repeatability) ไม่ควรมีค่าเกิน ๐.๐๐๑๑๕ %

๘.๓.๒ ให้ค่าความแตกต่างสัมบูรณ์ระหว่างผลลัพธ์ที่ได้จากการทดสอบสองครั้งโดยวิธีการเดิม ซึ่งกระทำภายใต้สภาวะต่างกัน (Reproducibility) ไม่ควรมีค่าเกิน ๐.๐๐๑๗๗ %

**(๙) เอกสารอ้างอิง**

ICUMSA Methods Book 2011 : Methods GS2/ 3/9 - 17 ( 2011) The Determination of Conductivity Ash in Refined Sugar Products and in Plantation White Sugar - Official

## ๕.๕ การวิเคราะห์ปริมาณน้ำตาลรีดิวซิ่งในน้ำตาลทรายดิบ ผลิตภัณฑ์จากอ้อย และน้ำตาลชนิดพิเศษโดยวิธี Lane and Eynon Constant Volume (Method GS1/3/7-3 (2005))

The Determination of Reducing Sugars in Cane Raw Sugar , Cane Processing Products and Specialty Sugars by the Lane and Eynon Constant Volume Procedure - Accepted

### (๑) ขอบข่ายและขอบเขตการประยุกต์ใช้

วิธีทดสอบนี้ใช้สำหรับหาปริมาณน้ำตาลรีดิวซิ่งและสารรีดิวซิ่งอื่น ๆ ที่มีซูโครสอยู่ด้วย และสามารถประยุกต์ใช้กับน้ำตาลทรายดิบ ผลิตภัณฑ์จากกระบวนการผลิตอ้อย และน้ำตาลทรายชนิดพิเศษที่มีปริมาณอินเวิร์ตต่ำ

การทดสอบความเข้มข้นของน้ำตาลรีดิวซิ่งในตัวอย่างทดสอบอยู่ระหว่าง ๒๕๐ - ๔๐๐ มิลลิกรัมต่อ ๑๐๐ มิลลิลิตร หรือประมาณ ๒ กรัมของกากน้ำตาลจากอ้อยต่อ ๑๐๐ มิลลิลิตร ตัวอย่างที่มีระดับของน้ำตาลรีดิวซิ่งอยู่นอกช่วงความเข้มข้นนี้ให้เจือจางหรือเติมสารละลายมาตรฐานอินเวิร์ตก่อนการวิเคราะห์ ในกรณีหลัง ความเข้มข้นของน้ำตาลรีดิวซิ่งที่อยู่ในตัวอย่างทดสอบเดิม หาได้โดยนำค่าของอินเวิร์ตที่เติมมาหักออกจากปริมาณน้ำตาลรีดิวซิ่งที่หาได้

### (๒) นิยาม

๒.๑ น้ำตาลรีดิวซิ่ง น้ำตาลกลูโคสและน้ำตาลฟรุกโตสที่มีอยู่ในกากน้ำตาล

๒.๒ อินเวิร์ต เป็นสารผสมระหว่างน้ำตาลกลูโคสและน้ำตาลฟรุกโตส

๒.๓ บริกซ์ หมายถึง ปริมาณร้อยละโดยน้ำหนักต่อน้ำหนักของสารของแข็งทั้งหมด ซึ่งมีอยู่ในสารละลายหรือของเหลว นั้น ค่าบริกซ์แบ่งออกเป็น ๒ อย่าง ตามชนิดเครื่องวัดที่ใช้คือ

- Hydrometer or Spindle Brix เมื่อใช้เครื่องวัดชนิด Hydrometer หรือ Spindle ซึ่งอาศัยหลักทุนลอยตัว

- Refractometer Brix เมื่อใช้เครื่องวัดชนิด Refractometer ซึ่งอาศัยหลักการเบี่ยงเบนของลำแสงผ่านตัวกลางที่เป็นแก้วผลึกรูปเหลี่ยม (Prism)

### (๓) หลักการ

หลักการของวิธีปรับปรุงให้ปริมาตรคงที่ (constant volume modification) นี้เหมือนกับวิธีของ Lane and Eynon เดิม ซึ่งนำสารละลายตัวอย่างทดสอบส่วนใหญ่มาเติมลงในสารประกอบเชิงซ้อนของเกลือทองแดงในต่างแก่ที่เรียกว่าสารละลายเฟลิง (Fehling's solution) ซึ่งมีจำนวนปริมาตรที่แน่นอนแล้วนำไปต้มให้เดือด

นำสารละลายตัวอย่างทดสอบที่เหลือมาเติมจนกระทั่งถึงจุดยุติ ซึ่ง ณ จุดนี้คิวปริกไอออน (cupric ions) ถูกรีดิวซ์เป็นคิวปรัสออกไซด์ (cuprous oxide) ทำให้สีฟ้าของสารละลายคิวปริกไอออนหายไป ซึ่งการใช้เมธิลีนบลูเป็นอินดิเคเตอร์จะทำให้เห็นจุดยุติชัดเจนขึ้น เนื่องจากเมธิลีนบลูจะลดสีของน้ำตาลรีดิวซิ่งที่มากเกินไปให้น้อยลง



วิธีปรับปรุงให้ปริมาตรคงที่นี้ต่างจากเดิมเพียงเล็กน้อย คือเมื่อถึงจุดยุติปริมาตรสุดท้ายและความเข้มข้นของสารละลายเฟลิ่ง มีค่าคงที่โดยการเติมน้ำที่รู้ปริมาตรแน่นอนก่อนการทดสอบ ทำให้ปริมาณน้ำตาลอินเวิร์ตในระหว่างการไตเตรทมีค่าเท่ากัน ดังนั้นจึงสามารถใช้สูตรคำนวณอย่างง่ายแทนการใช้ตารางต่าง ๆ ถ้ามีซูโครสอยู่ในตัวอย่างทดสอบและอาจเปลี่ยนเป็นน้ำตาลรีดิวซ์ซึ่งไปบางส่วน เนื่องจากสารผสมที่ทำปฏิกิริยากันนั้นมีฤทธิ์เป็นต่างและมีอุณหภูมิสูง ผลลัพธ์ที่ได้ต้องคูณด้วยค่าแก้ของซูโครส (sucrose correction factor)

สภาวะการทดสอบรวมทั้งปริมาตรและความเข้มข้นของสารละลายเฟลิ่ง ระยะเวลาในการต้มให้เดือด และปริมาตรสุดท้ายของสารผสมที่ทำปฏิกิริยากันต้องปฏิบัติอย่างเข้มงวด

กรณีของงานที่ต้องการความถูกต้องจำเป็นจะต้องทำการไตเตรท ๓ ครั้ง โดยครั้งแรกสำหรับการทดสอบขั้นต้นเพื่อหาปริมาตรของน้ำที่ใช้เดิม ส่วนการไตเตรทที่จะกระทำใหม่อีก ๒ ครั้ง จะเป็นการหาปริมาตรครั้งสุดท้ายที่ต้องการใช้ทั้งหมด โดยกระทำเพียงแต่เติมสารละลายตัวอย่างทดสอบจำนวน ๑ มิลลิลิตร สุดท้ายลงไป สารละลายเฟลิ่งทันทีก่อนจะนำไปให้ความร้อน

#### (๔) สารเคมี

##### ค่าเตือนและข้อควรระวังในความปลอดภัย

ผู้ที่จะใช้วิธีทดสอบนี้ควรปรึกษาหน่วยงานที่ดูแลเกี่ยวกับสุขอนามัยและความปลอดภัยก่อนการใช้สารเคมีอันตราย ให้ใช้น้ำกลั่นหรือน้ำที่มีคุณภาพเทียบเท่า ส่วนสารเคมีต้องใช้เกรดสำหรับการวิเคราะห์ (analytical grade) หรือดีกว่า

๔.๑ กรดเกลือเข้มข้น ความหนาแน่น ที่ ๒๐°C = ๑.๑๘ กรัมต่อมิลลิลิตร

๔.๒ กรดเบนโซอิก เกรดทั่วไป

๔.๓ สารละลายเมธิลีนบลูเข้มข้น ๑ กรัมต่อ ๑๐๐ มิลลิลิตร เตรียมโดย ละลายเมธิลีนบลูบริสุทธิ์ ๑ กรัม ในน้ำและปรับปริมาตรเป็น ๑ ลิตร

๔.๔ สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นประมาณ ๑ โมลต่อลิตร เตรียมโดยละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ [๔๐ กรัมในน้ำประมาณ ๕๐๐ มิลลิลิตร ตั้งไว้ให้เย็น ถ่ายลงในขวดปริมาตรขนาด ๑ ลิตร แล้วปรับปริมาตรเป็น ๑ ลิตร

๔.๕ กรดเกลือเข้มข้นประมาณ ๐.๕ โมลต่อลิตร เตรียมโดยเจือจางกรดเกลือเข้มข้น (๔.๑) จำนวน ๔๔.๕ มิลลิลิตรด้วยน้ำกลั่นแล้วปรับปริมาตรเป็น ๑ ลิตร

๔.๖ สารละลายไดโซเดียมซอลต์ของอีดีทีเอ (Disodium Salt of EDTA) เข้มข้น ๔๐ กรัมต่อลิตร ละลายไดโซเดียมซอลต์ของอีดีทีเอ (Disodium Salt of EDTA) ๒๐ กรัมในน้ำกลั่นแล้วปรับปริมาตรเป็น ๕๐๐ มิลลิลิตร

๔.๗ พาราฟินเหลว ทำหน้าที่เป็นสารลดฟอง อาจใช้สารลดฟองอื่นที่ไม่รีดิวซ์สารละลายเฟลิ่ง

๔.๘ สารละลายฟีนอล์ฟธาลีน ๑ กรัมต่อ ๑๐๐ มิลลิลิตร ละลายฟีนอล์ฟธาลีน (Indicator Grade) ๑ กรัมใน แอลกอฮอล์ (Denatured Alcohol) ๖๐ มิลลิลิตร ปรับปริมาตรเป็น ๑๐๐ มิลลิลิตรด้วยน้ำกลั่น

#### ๔.๙ สารละลายมาตรฐานอินเวิร์ต (Standard Invert Solution) ความเข้มข้น ๒.๕ กรัมต่อลิตร

๔.๙.๑ ชั่งซูโครส ๙.๕๐ กรัม ถ่ายลงในขวดปริมาตรขนาด ๑ ลิตรอย่างระมัดระวังโดยใช้น้ำกลั่น  $100 \pm 5$  มิลลิลิตร ละลายจนหมด

๔.๙.๒ เติมกรดเกลือเข้มข้น (๔.๑) ๕ มิลลิลิตรลงในสารละลายซูโครส ผสมให้เข้ากันในขณะที่เติมกรด ปิดฝาขวดปริมาตรด้วยปีกเกอร์ขนาดเล็กเพื่อป้องกันการปนเปื้อน แล้วตั้งไว้ให้เกิดปฏิกิริยาย้อนกลับ (Inversion) ของซูโครสอย่างสมบูรณ์ ซึ่งเวลาที่ใช้ขึ้นอยู่กับอุณหภูมิ ถ้าอุณหภูมิ ๒๐ -๒๕ องศาเซลเซียส ใช้เวลา ๓ วัน ถ้าอุณหภูมิ ๑๒ - ๑๕ องศาเซลเซียส ใช้เวลา ๘ วัน

๔.๙.๓ เจือจางสารละลายอินเวิร์ต (Invert) ด้วยน้ำกลั่นประมาณ ๘๐๐ มิลลิลิตร

๔.๙.๔ ละลายกรดเบนโซอิก (๔.๒) ประมาณ ๒ กรัม โดยใช้น้ำร้อนประมาณ ๗๕ มิลลิลิตร เติมสารละลายกรดเบนโซอิก ลงในสารละลายอินเวิร์ต (Invert Solution) ปรับปริมาตรสารละลายเป็น ๑ ลิตรที่ ๒๐ องศาเซลเซียส ผสมให้เข้ากันจะได้สารละลายน้ำตาลอินเวิร์ต ๑๐ กรัมต่อลิตร สารละลายนี้เก็บไว้ได้ไม่น้อยกว่า ๖ เดือนในขวดที่ปิดสนิท

๔.๙.๕ เตรียมสารละลายที่เป็นกลางของสารละลายอินเวิร์ตมาตรฐาน ๒.๕ กรัมต่อลิตร โดยเปิดสารละลายอินเวิร์ต ๑๐ กรัมต่อลิตร จำนวน ๕๐ มิลลิลิตร ถ่ายลงในขวดปริมาตรขนาด ๒๐๐ มิลลิลิตร เติมสารละลายฟีนอล์ฟธาไลน์ (๔.๘) ๒ หยด และเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น ๑ โมลต่อลิตร (๔.๔) พร้อมทั้งกวนเบาๆ จนกระทั่งมีสีชมพูจางๆ แล้วค่อยๆเติมกรดเกลือเข้มข้น ๐.๕ โมลต่อลิตร (๔.๕) ๑-๒ หยดเพื่อให้สีชมพูหายไป จากนั้นเติมน้ำกลั่นจนถึงขีดบอกปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน ควรเตรียมสารละลายนี้ก่อนใช้ทันที

#### ๔.๑๐ สารละลายเฟลิ่ง

- สารละลายทองแดง (สารละลาย A) ชั่งคิวปริกซัลเฟต เพนตะไฮเดรต ๑๓๘.๕๖ กรัม ละลายในน้ำกลั่น ถ่ายสารละลายนี้ลงในขวดปริมาตรขนาด ๒ ลิตรอย่างระมัดระวัง ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น ณ อุณหภูมิ ๒๐ องศาเซลเซียส เขย่าให้เข้ากัน ในกรณีจำเป็นอาจต้องกรองด้วยตัวกรองที่เฉื่อยระดับกลาง เช่นเซรามิกที่มีรูพรุน หรือซินเตอร์กลาส (Sintered Glass)

- สารละลายทาร์เทรตที่มีฤทธิ์เป็นด่าง (สารละลาย B) ชั่งโพแทสเซียมโซเดียมทาร์เทรต ๖๙๒.๑๘ กรัม และโซเดียมไฮดรอกไซด์ ๒๐๐ กรัม แยกกัน และละลายในน้ำกลั่นอย่างละประมาณ ๕๐๐ มิลลิลิตร ตั้งให้เย็นแล้วถ่ายลงในขวดปริมาตรขนาด ๒ ลิตรอย่างระมัดระวัง ปรับให้ถึงขีดบอกปริมาตรด้วยน้ำกลั่นที่อุณหภูมิ ๒๐ องศาเซลเซียส ผสมให้เข้ากัน ในกรณีจำเป็นอาจต้องกรองด้วยตัวกรองที่เฉื่อยระดับกลาง เช่นเซรามิกที่มีรูพรุน หรือ ซินเตอร์กลาส (Sintered Glass)

- สารละลายผสมเฟลิ่ง (Mixed Fehling's Solution) ผสมสารละลาย A และสารละลาย B ในปริมาตรที่เท่ากัน โดยเทสารละลาย A ลงในสารละลาย B และกวนด้วยแท่งแก้วตลอดเวลาในขณะที่ ถ้าจำเป็นให้กรองและเก็บในขวดที่มีฝาปิดสนิท

#### ๔.๑๑ หินภูเขาไฟ (Pumice) ชนิดผง (หรือ ลูกแก้ว)

#### (๕) เครื่องมือและอุปกรณ์

๕.๑ เครื่องแก้วปริมาตร ที่ผ่านการสอบเทียบและสอบกลับไปยังมาตรฐานระดับประเทศได้

๕.๒ เทอร์โมมิเตอร์ ที่ผ่านการสอบเทียบกับเทอร์โมมิเตอร์อ้างอิงที่มีใบรับรอง ทุกช่วงอุณหภูมิที่ใช้งาน

๕.๓ เครื่องไตเตรตชนิดให้ความร้อน (Hot titrator/illuminator) อาจ UM-Designed combined heater/illuminator หรือเครื่องมืออื่นที่เทียบเท่า

หมายเหตุ :- UM = United Molasses Co Ltd

๕.๔ เครื่องชั่งละเอียด (Laboratory balance) – สามารถอ่านได้ละเอียดถึง ๑ มิลลิกรัม และผ่านการสอบเทียบแล้ว

๕.๕ ถ้วยชั่ง (Weighing dish)

๕.๖ นาฬิกาจับเวลา (Timer ) ๑ ชั่วโมง สามารถอ่านได้เป็นนาทีและวินาที

๕.๗ ขวดก้นกลม (Boiling flask, Pyrex) ความจุ ๔๐๐ มิลลิลิตร ชนิดก้นกลมหรือมีลักษณะใกล้เคียง

๕.๘ กรวยกรอง (Filter funnel)

๕.๙ เครื่องอ่างน้ำ (Water bath) รักษาระดับอุณหภูมิให้คงที่ที่  $20 \pm 1$  องศาเซลเซียส

๕.๑๐ ขาตั้ง (Lead rings) หรือ อุปกรณ์ที่สามารถรับน้ำหนักของขวดก้นกลมให้อยู่ในตำแหน่งเดิมของเครื่องอ่างน้ำได้

## (๖) การเตรียมตัวอย่าง

๖.๑ การเตรียมตัวอย่าง ผสมตัวอย่างให้เข้ากันโดยการกวน

## (๗) ขั้นตอนการวิเคราะห์

### ๗.๑ ทัวไป

- **เครื่องแก้ว** ผิวด้านในของเครื่องแก้วทุกชิ้นควรสะอาดปราศจากคราบไขมัน โดยทั่วไปควรล้างด้วยสารละลายผสมของกรดโครมิก ถ้าล้างด้วยสารทำความสะอาดที่ใช้ในห้องปฏิบัติการก็สามารถลดความถี่ในการใช้สารละลายผสมของกรดโครมิกลงได้

- **การให้ความร้อน** ถ้ามาตรฐานการให้ความร้อนไม่เป็นไปตามที่กำหนด อาจทำให้ผลของการทำซ้ำในแต่ละวันไม่ใกล้เคียงกัน

ในการหาปริมาณน้ำตาลรีดิวซ์โดยวิธีนี้ ต้องปฏิบัติตามข้อกำหนดดังนี้

(๑) การให้ความร้อนควรต้องอยู่ในเกณฑ์ที่ทำให้อุณหภูมิของน้ำ ๗๕ มิลลิลิตร ที่อยู่ในภาชนะขนาด ๔๐๐ มิลลิลิตร มีอุณหภูมิสูงขึ้นจาก ๒๐ องศาเซลเซียส จนถึงจุดเดือดได้ภายใน ๒.๕ นาที

(๒) แสงสว่างควรพอเหมาะที่จะทำให้ผู้ทดสอบสามารถสังเกตการเปลี่ยนแปลงของสีในตัวอย่างได้ บางครั้งผู้ทดสอบต้องปรับตำแหน่งของแสงให้เหมาะกับแต่ละบุคคล

(๓) การทำให้อุณหภูมิถึงจุดเดือดได้เร็วขึ้นให้เติมหินภูเขาไฟ (Pumice) ๕๐ มิลลิกรัม หรือลูกแก้ว

(๔.๑๑) ลงไปจำนวนเล็กน้อย จุดเดือดสามารถสังเกตได้โดยมีฟองไอน้ำปุดอย่างสม่ำเสมอที่ผิวน้ำ

- **อุณหภูมิภายในห้องปฏิบัติการ** ทุกขั้นตอนในการทดสอบนี้ต้องกระทำที่ ๒๐ องศาเซลเซียส ดังนั้นจึงต้องควบคุมอุณหภูมิอย่างระมัดระวังโดยเครื่องอ่างน้ำ (Water Bath) ที่ควบคุมอุณหภูมิที่ ๒๐ องศาเซลเซียส

### ๗.๒ การเทียบมาตรฐานสารละลายเฟลิง (Standardisation of Fehling's Solution)

๗.๒.๑ ปรับอุณหภูมิของเครื่องให้ความร้อนให้อยู่ในสภาวะที่ทำให้ น้ำ ๗๕ มิลลิลิตรที่อุณหภูมิห้องเดือดได้ภายใน ๒.๕ นาที  $\pm ๕$  วินาที เติมหินภูเขาไฟ (Pumice) ลงไปเล็กน้อยเพื่อให้มั่นใจว่าน้ำเดือด ถ้าใช้ ยูเอ็มฮีตเตอร์ (UM heater) จะต้องเปิดเครื่องไว้ ๑๐ นาทีก่อนใช้งาน

๗.๒.๒ กลั้วบิวเรตขนาด ๕๐ มิลลิลิตร ด้วยสารละลายอินเวิร์ตมาตรฐาน ๒.๕ กรัมต่อลิตร (๔.๙) เติมสารละลายนี้ให้ได้ปริมาตร ๕๐ มิลลิลิตร และเติมน้ำกลั่นลงในบิวเรตขนาด ๕๐ มิลลิลิตรอีกอันหนึ่ง

๗.๒.๓ ปิเปตสารละลายเฟลิง (๔.๑๐) จำนวน ๒๐ มิลลิลิตรถ่ายลงในขวดก้นกลม (Boiling Flask) และเติมน้ำกลั่นจากบิวเรต ๑๕ มิลลิลิตร เติมสารละลายอินเวิร์ตมาตรฐาน ๒.๕ กรัมต่อลิตร (๔.๙) ๓๙

มิลลิลิตร ทำให้ได้ปริมาตร ๗๔ มิลลิลิตร เติมผงหินภูเขาไฟ (Pumice) (๔.๑๑) เล็กน้อยแล้วเติมสารลดฟอง (๔.๗) ๒-๓ หยด ผสมให้เข้ากันโดยเขย่าเบาๆ

๗.๒.๔ นำสารละลายที่ได้มาตั้งบนเตาให้ความร้อนจนถึงจุดเดือดและให้สารละลายนั้นเดือด ๒ นาที โดยจับเวลาอย่างเที่ยงตรง เติมสารละลายเมธิลีนบลู (๔.๓) ๔ หยด ทำการไตเตรตสารละลายนี้ด้วยสารละลายอินเวิร์ตอย่างช้าๆจนกระทั่งถึงจุดยุติ

๗.๒.๕ การเติมสารละลายอินเวิร์ต ให้เติมครั้งละน้อยๆโดยเริ่มจากครั้งละ ๐.๒ มิลลิลิตรและ ๐.๑ มิลลิลิตรจนกระทั่งถึงครั้งละหยด ระยะเวลาที่ใช้ในการไตเตรตไม่ควรเกิน ๑ นาที±๕ วินาที หลังจากการเติมสารละลายเมธิลีนบลู ซึ่งทำให้เวลาในการเดือดของสารละลายทั้งหมดเป็น ๓.๐ นาที±๕ วินาที จุดยุติ สังเกตได้จากสีฟ้าหายและมีสีชมพูจางๆเกิดขึ้นเนื่องจากเกิดตะกอนของคิวปรัสออกไซด์ ในกรณีจำเป็นให้ทำการทดสอบซ้ำเพื่อให้ได้ค่าที่ถูกต้องตลอดการทดสอบไม่ให้นำขวดก้นกลม (Boiling flask) ออกจากเครื่องให้ความร้อนหรือเขย่าโดยเด็ดขาด

๗.๒.๖ บันทึกปริมาตรไตเตรนต์ที่ใช้ ถ้าใช้สารละลายเฟลิ่ง ๒๐ มิลลิลิตร ปริมาตรของสารละลายอินเวิร์ต ควรเป็น ๔๐.๐ มิลลิลิตร ในปริมาตรสารละลายรวมทั้งสิ้น ๗๕ มิลลิลิตร ถ้าปริมาตรไตเตรนต์ที่ใช้้น้อยกว่า ๔๐ มิลลิลิตรแสดงว่าสารละลายนั้นมีทองแดงน้อยไป ถ้าปริมาตรไตเตรนต์ที่ใช้มากกว่า ๔๐ มิลลิลิตรแสดงว่าสารละลายนั้นมีทองแดงมากไป ไม่ว่าจะเป็นอย่างใดก็ตามจะต้องปรับปริมาณทองแดงให้พอดี โดยการเติมคอปเปอร์ซัลเฟต หรือเจือจางด้วยน้ำ

๗.๒.๗ หลังจากการปรับสารละลายเฟลิ่งได้เหมาะสมแล้วให้ทำการเทียบมาตรฐานใหม่ เมื่อได้สารละลายเฟลิ่งที่มีความเข้มข้นถูกต้องแล้ว สารละลายนี้ ๒๐ มิลลิลิตรจะทำปฏิกิริยาพอดีกับน้ำตาลอินเวิร์ต ๑๐๐ มิลลิลิตร

### ๗.๓ สารละลายตัวอย่าง

- **น้ำตาลทรายดิบและน้ำตาลชนิดอื่นๆ** ซึ่งตัวอย่างน้ำตาลอย่างถูกต้อง (๑๐ - ๔๐ กรัม) ถ่ายลงในขวดปริมาตรคลาส เอ (Class A) ขนาด ๑๐๐ มิลลิลิตร โดยละลายด้วยน้ำกลั่นประมาณ ๕๐ - ๖๐ มิลลิลิตรเติมน้ำกลั่นจนเต็มกระเปาะของขวดปริมาตร ผสมให้เข้ากัน ปรับให้ถึงขีดบอกปริมาตรด้วยน้ำกลั่น เขย่าให้เข้ากันอีกครั้ง

เลือกใช้น้ำหนักของตัวอย่างน้ำตาลที่ให้ความเข้มข้นของน้ำตาลรีดิวซ์ซึ่งอยู่ในช่วง ๒๕๐ - ๔๐๐ มิลลิกรัมต่อ ๑๐๐ มิลลิลิตร ในกรณีที่ค่าความเข้มข้นของน้ำตาลรีดิวซ์ซึ่งต่ำมาก ให้เติมสารละลายอินเวิร์ต ดังจะอธิบายต่อไป

- **น้ำอ้อยจากลูกทึบและน้ำอ้อยใส (Mill Juice and Clarified Juice)** ถ้าจำเป็นให้ปรับความเข้มข้นของตัวอย่างจนน้ำตาลอินเวิร์ตอยู่ในช่วง ๒๕๐ - ๔๐๐ มิลลิกรัมต่อ ๑๐๐ มิลลิลิตร

- **ผลิตภัณฑ์หม้อเคียว (Pan Products)** เจือจางผลิตภัณฑ์ของโรงงานน้ำตาล โดยการทดลองเพื่อให้ได้สารละลายตัวอย่างที่มีความเข้มข้นของน้ำตาลรีดิวซ์ซึ่งในช่วง ๒๕๐ - ๔๐๐ มิลลิกรัมต่อ ๑๐๐ มิลลิลิตร

ถ้ามีแคลเซียมอยู่ในกากน้ำตาล หรือในตัวอย่างอื่นๆ มันจะเกิดสารประกอบเชิงซ้อนกับกลูโคสและฟรุกโตส ซึ่งทำให้อัตราการเกิดปฏิกิริยากับสารละลายเฟลิ่งช้าลง และทำให้ได้ค่าน้ำตาลรีดิวซ์ซึ่งน้อยกว่าความเป็นจริง การกำจัดผลกระทบจากแคลเซียม ทำได้โดย การเติมสารละลาย อีดีทีเอ (EDTA) (๔.๖) ๓ มิลลิลิตรต่อ ๑ กรัมของกากน้ำตาลจากอ้อย การเติมปริมาตรของสารละลายอีดีทีเอ (EDTA) ที่ประมาณไว้สำหรับแต่ละตัวอย่างย่อย ก่อนที่จะปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น

- **น้ำอ้อย (Juices)** ตวงตัวอย่างน้ำอ้อยและหาค่าบริกซ์ (Brix) ที่ ๐.๑ °Brix โดยอุปกรณ์วัดค่าบริกซ์แบบสปินเดิล (Spindle) หรือรีแฟรกโตมิเตอร์ (Refractometer)

- **สารละลายตัวอย่างที่มีน้ำตาลอินเวิร์ตน้อยกว่า ๒๕๐ มิลลิกรัมต่อ ๑๐๐ มิลลิลิตร**

ถ้าความเข้มข้นของน้ำตาลอินเวิร์ตในสารละลายตัวอย่างมีค่าน้อยกว่า ๒๕๐ มิลลิกรัมต่อ ๑๐๐ มิลลิลิตร ให้เติมอินเวิร์ตในรูปที่รู้ปริมาตรของอินเวิร์ตมาตรฐาน (ตัวอย่างเช่น สารละลายเป็นกลางน้ำตาลอินเวิร์ตมาตรฐาน ๒.๕ กรัมต่อลิตร ในข้อ ๔.๙) ในปริมาตรที่แน่นอนที่ทำให้ได้ค่าความเข้มข้นของน้ำตาลอินเวิร์ตอยู่ในช่วงที่ต้องการ

**๗.๔ การไตเตรตตัวอย่าง** ตรวจสอบให้แน่ใจว่าอุปกรณ์ให้ความร้อนทำงานได้ตามสภาวะที่กำหนดไว้ จากนั้นให้รินสารละลายทดสอบกลับล้างและเติมบิวเรต ให้เต็มและเติมน้ำลงในบิวเรต อีกอันหนึ่งให้เต็มแล้วทำการทดสอบขั้นต้น ดังนี้

๗.๔.๑ ปิเปตสารละลายเฟลิ่ง (๔.๑๐) ๒๐ มิลลิลิตรลงในขวดแก้วสำหรับต้มสารละลาย เติมสารละลายตัวอย่าง ๒๐ มิลลิลิตร เติมผงหินภูเขาไฟ (Pumice) (๔.๑๑) เล็กน้อย เติมสารลดฟอง (๔.๗) ๒-๓ หยด ผสมให้เข้ากันโดยเขย่าเบาๆ

๗.๔.๒ นำสารละลายที่ได้มาตั้งบนเตาให้ความร้อนจนถึงจุดเดือด และเติมสารละลายเมธีลีนบลู (๔.๓) ๔ หยด

หมายเหตุ : - ถ้าสีฟ้าของสารละลายหายไป แสดงว่าสารละลายตัวอย่างมีความเข้มข้นของน้ำตาลรีดิวซ์ซึ่งมากเกินไป ให้เตรียมตัวอย่างใหม่ให้มีความเข้มข้นพอเหมาะ

๗.๔.๓ ทำการไตเตรตโดยค่อยๆเติมสารละลายตัวอย่างครั้งละ ๒ มิลลิลิตรและค่อยๆลดปริมาณลงจนกระทั่งเติมครั้งละ ๐.๒ มิลลิลิตรและพยายามให้ใช้เวลาในการไตเตรตจนถึง จุดยุติไม่เกิน ๑ นาที หลังจากต้มเดือด จุดยุติสังเกตได้จากสีฟ้าหายไปและมีสีชมพูจางๆเกิดขึ้นเนื่องจากเกิดตะกอนของคิวปรัสออกไซด์ บันทึกริมาตรไตเตรนต์ที่ใช้

หมายเหตุ : - ถ้าหลังจากเติมสารละลายตัวอย่าง ๕๐ มิลลิลิตรแล้วสารละลายยังคงมีสีฟ้าแสดงว่าปริมาณของอินเวิร์ตน้อยกว่า ๒ มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ให้เตรียมสารละลายตัวอย่างใหม่ที่มีความเข้มข้นมากขึ้นแล้วทำการทดสอบใหม่

๗.๔.๔ ทำการทดสอบตัวอย่างอีกครั้งโดยเติมสารละลายเฟลิ่ง ๒๐ มิลลิลิตรลงในขวดแก้วก้นกลม (Boiling Flask) เติมสารละลายตัวอย่างในปริมาตรที่น้อยกว่าที่ได้จากการไตเตรตครั้งแรก ๐.๕ มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นจากบิวเรต ในปริมาตรที่ทำให้ได้ปริมาตรรวม ๗๕ มิลลิลิตร หลังจากสารละลายทั้งหมดเดือดนาน ๒ นาที เติมสารละลายเมธีลีนบลู ๔ หยด ไตเตรตโดยค่อยๆเติมสารละลายตัวอย่างครั้งละ ๐.๑ มิลลิลิตรและค่อยๆลดปริมาณจนกระทั่งเติมครั้งละหยดและพยายามให้ใช้เวลาในการไตเตรตจนถึงจุดยุติ ไม่เกิน ๑ นาที±๕ วินาทีซึ่งรวมเวลาในการต้มเดือดทั้งหมด ๓ นาที±๕ วินาที บันทึกริมาตรไตเตรนต์ที่ใช้ และนำไปใช้ในการคำนวณปริมาณน้ำตาลรีดิวซ์

๗.๔.๕ ทำการทดสอบซ้ำเพื่อให้ได้ผลที่มีค่าความเที่ยงตรงสูง

## (๘) การรายงานผล

๘.๑ การคำนวณปริมาณน้ำตาลรีดิวซิ่ง ถ้ามีการนำตัวอย่างที่ตวงวัดมาทดสอบให้คำนวณน้ำหนักตัวอย่างต่อ ๑๐๐ มิลลิลิตร โดยถือหลักตามมวลปรากฏ (ในอากาศ) ต่อหน่วยปริมาตร (กรัมต่อมิลลิลิตร)โดยใช้ค่าบริกซ์ (Brix) (๗.๓)

หมายเหตุ : - ใช้ตารางใน SPS-๔ ตามความเหมาะสม

ถ้าจำเป็น ต้องมีการคำนวณปริมาณของซูโครสต่อ ๑๐๐ มิลลิลิตรของสารละลายที่ไตเตรตจากน้ำหนักตัวอย่าง และเปอร์เซ็นต์ซูโครสโดยประมาณ ถ้ามีการตวงวัดปริมาตรตัวอย่างมาทดสอบการประมาณค่าซูโครส โดยใช้ค่ามวลปรากฏ (ในอากาศ) ต่อหน่วยปริมาตรจากตาราง SPS-๔ และใช้ค่าบริกซ์ (Brix) (๗.๓) และค่าความบริสุทธิ์สมมุติ (Assumed Purity) เช่น ถ้า Assumed Purity = ๘๐ %, Brix = ๒๐ % ดังนั้นค่ามวลปรากฏ (ในอากาศ) ต่อหน่วยปริมาตร = ๑.๐๘๐ กรัมต่อมิลลิลิตร (ดูตารางความหนาแน่น ใน Specification and Standard SPS-๔)

$$\text{ดังนั้น ปริมาณซูโครส , กรัมต่อ ๑๐๐ มิลลิลิตร} = \frac{๘๐}{๑๐๐} \times ๒๐ \times \frac{๑}{๑.๐๘}$$

ปริมาณน้ำตาลรีดิวซิ่ง สามารถคำนวณได้จาก สูตร

$$\text{น้ำตาลรีดิวซิ่ง , (\%)} = \frac{๑๐๐f}{V_t c_t} - \frac{c_s V_s}{c_t}$$

โดยที่

$c_t$  = ความเข้มข้น (กรัมต่อ ๑๐๐ มิลลิลิตร) ของตัวอย่างที่อยู่ในสารละลาย

$V_t$  = ปริมาตร (มิลลิลิตร) ของสารละลายตัวอย่างทดสอบที่ใช้ไตเตรต

$c_s$  = ความเข้มข้น (กรัมต่อ ๑๐๐ มิลลิลิตร) ของอินเวิร์ตมาตรฐานที่เติมถ้าจำเป็น

$V_s$  = ปริมาตร (มิลลิลิตรกรัมต่อ ๑๐๐ มิลลิลิตร) ของอินเวิร์ตที่เติมในสารละลายตัวอย่างทดสอบ

$f$  = ค่าแก้ไขขึ้นกับจำนวนซูโครสที่มี แสดงในตารางที่ ๑

ถ้าไม่มีการเติมอินเวิร์ต ดังนั้น

$$\text{น้ำตาลรีดิวซิ่ง , (\%)} = \frac{๑๐๐f}{V_t c_t}$$

## (๙) เอกสารอ้างอิง

ICUMSA Methods Book 2005 : Methods GS1/3/7-3 (2005) The Determination of Reducing Sugars in Cane Raw Sugar , Cane Processing Products and Specialty Sugars by the Lane and Eynon Constant Volume Procedure - Accepted

## ๕.๖ การวิเคราะห์ปริมาณน้ำตาลรีดิวซิ่งในน้ำตาลทรายขาว โดยวิธี Knight and Allen EDTA (Method GS2/3/9-5 (2011))

### The Determination of Reducing Sugars in Purified Sugar by the Knight and Allen EDTA Method – Official (Reference) Method

#### (๑) ขอบข่ายและขอบเขตการประยุกต์ใช้

วิธีทดสอบนี้ใช้สำหรับหาปริมาณน้ำตาลรีดิวซิ่งที่มีค่าต่ำ เช่นในตัวอย่างน้ำตาลทรายขาว น้ำตาลทรายขาวชนิดพิเศษ และน้ำตาลทรายขาวที่ผลิตจากอ้อยโดยตรงที่มีค่าถึง ๐.๐๕ % ซึ่งต่ำมากจนไม่สามารถหาค่าได้โดยวิธีการไตเตรตกับสารละลายเฟลิ่ง วิธีนี้เป็นวิธีที่ถูกออกแบบสำหรับวิธีที่เป็นทางการของ ICUMSA วิธีนี้เป็นวิธีที่แนะนำของ ICUMSA ในการหาค่าน้ำตาลรีดิวซิ่งของน้ำตาลทรายขาวและน้ำตาลทรายขาวที่ผลิตจากอ้อยโดยตรงสำหรับคนที่ขอวิธี GS2/9-6

#### (๒) หลักการ

สารละลายน้ำตาลและสารละลายอัลคาไลคอปเปอร์ จะถูกทำให้ร้อนในอ่างน้ำร้อนกำลังเดือด ซึ่งคอปริกไอออน (Cupric Ions) จะถูกรีดิวซ์โดยน้ำตาลรีดิวซิ่งให้เป็นคอปริกออกไซด์ (Cuprous Oxide) ซึ่งไม่ละลายน้ำ หลังจากสารละลายที่ตั้งให้เย็นนำมาหาปริมาณคอปริกไอออนที่เหลืออยู่จะถูกไตเตรตด้วยสารละลายอีดีทีเอ (EDTA) ใช้เมอร์เร็กซ์ไซด์ (Murexide) เป็นอินดิเคเตอร์

#### (๓) สารเคมี

##### คำเตือนและข้อควรระวังในความปลอดภัย

ผู้ที่ใช้วิธีทดสอบนี้ควรปรึกษาหน่วยงานที่ดูแลเกี่ยวกับสุขอนามัย ความปลอดภัย และผู้จำหน่ายก่อน การใช้สารเคมีอันตรายในขั้นตอนที่ ๓.๓ การบดผงเมธิลีนบลู ต้องระมัดระวังอย่าให้เข้าสู่ทางเดินหายใจใช้สารเคมีเกรดสำหรับการวิเคราะห์ (Analytical grade) ถ้าไม่มีการระบุเป็นชนิดอื่น

**๓.๑ สารละลายอัลคาไล คอปเปอร์ (Alkaline copper)** ละลายโซเดียมคาร์บอเนต ๒๕ กรัม และโพแทสเซียมโซเดียมทาร์เทรต (Rochelle salt) ๒๕ กรัม ในน้ำกลั่นประมาณ ๖๐๐ มิลลิลิตร ซึ่งบรรจุสารละลายของโซเดียมไฮดรอกไซด์ ๑.๐ โมลต่อลิตร ๔๐ มิลลิลิตร ในขวดปริมาตร ๑ ลิตร ละลายคิวละลายคิวริกซัลเฟต ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) ๖.๐๐๐ กรัม ในน้ำกลั่นประมาณ ๑๐๐ มิลลิลิตร แล้วค่อย ๆ เติมสารละลายนี้ลงในสารละลายอัลคาไล ทาร์เทรต (Alkaline tartrate solution) ตามปริมาณอย่างระมัดระวังจนหมด แล้วเจือจางด้วยน้ำกลั่นปรับปริมาตรเป็น ๑ ลิตร เขย่าให้เข้ากัน

**๓.๒ สารละลายอีดีทีเอ (EDTA) ๐.๐๐๕ โมลต่อลิตร** เตรียมสารละลายที่มีไดโซเดียม ซอลต์ ของอีดีทีเอ (Disodium salt of EDTA) ๑.๘๖๐ กรัมต่อลิตร ให้เทสารละลายนี้ทิ้งทุกครั้งหลังจากเลิกใช้งานแล้ว

หรือจะเตรียมสารละลายนี้โดยการเจือจาง ๐.๐๑ โมลต่อลิตร อีดีทีเอ (EDTA) (มีจำหน่ายในรูปสารละลาย) จำนวน ๕๐ มิลลิลิตร ในน้ำกลั่น ๑๐๐ มิลลิลิตร

**๓.๓ เมอร์เร็กซ์ไนด์อินดิเคเตอร์ (Murexide indicator)** เตรียมโดยการบดผงเมอร์เร็กซ์ไนด์ (แอมโมเนียมเพอพิวเรต) ๐.๕ กรัม ผลเมธิลีนบลู ๐.๑๕ กรัมและโซเดียมคลอไรด์ ๔๐ กรัม ให้เข้ากัน วิธีที่ดีในการเก็บอินดิเคเตอร์นี้คือเก็บในเคสิเคเตอร์ที่มีซิลิกาเจล เพราะความชื้นจะทำให้อินดิเคเตอร์จับเป็นก้อนแข็ง ส่วนสารละลายของอินดิเคเตอร์นี้จะไม่เสถียร

**หมายเหตุ:-** ทั้งเมอร์เร็กซ์ไนด์และเมธิลีนบลูมีจำหน่ายเฉพาะเกรดทั่วไป และเกรดที่เป็นอินดิเคเตอร์

**๓.๔ ซูโครส** – ที่มีปริมาณน้ำตาลรีดิวซ์ซึ่งน้อยกว่า ๐.๐๐๒ % (จัดเป็น “Low-invert”)

#### (๔) เครื่องมือและอุปกรณ์

**๔.๑ เครื่องชั่งละเอียด (Analytical balance)** สามารถอ่านได้ละเอียดถึง ๒ มิลลิกรัมและผ่านการสอบเทียบแล้ว

**๔.๒ หลอดทดลอง (Test tube)** ขนาด ๑๕๐ มิลลิเมตร x ๒๐ มิลลิเมตร

**๔.๓ ถ้วยกระเบื้องสีขาว (White porcelain dish)** สำหรับใช้ไตเตรทเพื่อให้ง่ายต่อการดูจุดยุติ

**๔.๔ เครื่องอ่างน้ำ (Water baths)** เป็นเครื่องสำหรับทำให้อุณหภูมิคงที่ ณ จุดเดือด และควรมีที่ยึดหลอดทดลอง เช่น มีรูที่ฝาปิดตัวอย่าง อีกเครื่องหนึ่งสำหรับใส่น้ำประปา ณ อุณหภูมิห้องหรือต่ำกว่า

**๔.๕ บิวเรต (Burette) และปิเปต (Pipette)**

#### (๕) ขั้นตอนการวิเคราะห์

**๕.๑** ชั่งตัวอย่างน้ำตาลอย่างถูกต้อง ๕.๐ กรัม ใส่ในหลอดทดลอง และละลายด้วยน้ำกลั่น ๕ มิลลิลิตร เขย่าให้ละลาย โดยไม่ต้องให้ความร้อน เติมสารละลายอัลคาไล คอปเปอร์ (๓.๑) ๕ มิลลิลิตรพอดี เขย่าหลอดทดลองให้เข้ากัน นำหลอดทดลองจุ่มลงในอ่างน้ำร้อนกำลังเดือด ๕ นาที และทำให้เย็นลงอย่างรวดเร็วในอ่างน้ำเย็น

**๕.๒** ถ่ายสารละลายจากหลอดทดลองลงในเคลือบถ้วยสีขาวและกลั่นด้วยน้ำกลั่น เติมผงอินดิเคเตอร์ประมาณ ๐.๑ กรัม โดยใช้ช้อนปากแบนสำหรับตักสารขนาดเล็กหรือใช้แท่งแก้วปลายแบนผสมให้เข้ากัน

**หมายเหตุ:-** ให้รีบไตเตรท เพราะถ้าทิ้งสารละลายในหลอดทดลองไว้นานเกินไป ตะกอนของคิวปรัสออกไซด์จะค่อย ๆ ละลาย

**๕.๓** ไตเตรทสารละลายจากข้อ ๕.๒ ด้วยสารละลายอีดีทีเอ (EDTA) (๓.๒) อย่างต่อเนื่องและกวนสารละลายตลอดเวลาด้วยแท่งกวนแม่เหล็กหรือแท่งแก้ว เมื่อใกล้ถึงจุดยุติให้ไตเตรทอย่างช้า ๆ ประมาณ ๒-๓ หยดต่อวินาที แต่ห้ามหยุดจนกระทั่งถึงจุดยุติ เพราะว่าสีที่เกิดขึ้นจะจางหายไปเนื่องจากเกิดการออกซิเดชัน ทำให้การไตเตรทผิดพลาดไป ถ้าหยุดการไตเตรทจะทำให้จุดยุติที่ได้คลาดเคลื่อนไปต้องทำการทดสอบใหม่

ในระหว่างการไตเตรทสีของสารละลายจะค่อย ๆ เปลี่ยนไปอย่างช้า ๆ เป็นสีเขียว สีเทาและสีม่วงตามลำดับ การพิจารณาจุดยุติสามารถพิจารณาจากการที่สารละลายอีดีทีเอ หยดแรกที่ทำให้สารละลายเปลี่ยนเป็นสีม่วง ที่จุดยุติสารละลายจะเป็นสีม่วงจนหมด ถ้าหยุดการไตเตรทแล้วสีม่วงจางหายไปก็ไม่ต้องไตเตรทต่อ เนื่องจากเกิดการเติมออกซิเจน



ให้ทำการทดสอบซ้ำทุกตัวอย่างเพื่อให้มั่นใจในผลการทดสอบบันทึกค่าเฉลี่ยของปริมาตรไตเตรนต์, T มิลลิลิตร

| ปริมาตร EDTA ที่ใช้, มิลลิลิตร | % น้ำตาลรีตีวซิ่ง |
|--------------------------------|-------------------|
| 3.2-3.8                        | 0.050             |
| 3.9-4.4                        | 0.048             |
| 4.5-5                          | 0.046             |
| 5.1-5.7                        | 0.044             |
| 5.8-6.3                        | 4.042             |
| 6.4-7                          | 0.040             |
| 7.1-7.6                        | 0.038             |
| 7.7-8.2                        | 0.036             |
| 8.3-8.9                        | 0.034             |
| 9-9.5                          | 0.032             |
| 9.6-10.1                       | 0.030             |
| 10.2-10.8                      | 0.028             |
| 10.9-11.4                      | 0.026             |
| 11.5-12                        | 0.024             |
| 12-12.7                        | 0.022             |
| 12.8-13.3                      | 0.020             |
| 13.4-14                        | 0.018             |
| 14.1-14.6                      | 0.016             |
| 14.7-15.2                      | 0.014             |
| 15.3-15.9                      | 0.012             |
| 16-16.5                        | 0.010             |
| 16.6-17.1                      | 0.008             |
| 17.2-17.8                      | 0.006             |
| 17.9-18.4                      | 0.004             |
| 18.5-19.1                      | 0.002             |

## (๖) การรายงานผล

๖.๑ การคำนวณ ปริมาณน้ำตาลรีตีวซิ่งหาได้โดยเทียบกับตารางข้างต้น หรืออาจหาได้จากการเปรียบเทียบกับกราฟมาตรฐานที่สร้างขึ้นโดยการเติมน้ำตาลอินเวิร์ต (Invert Sugar) ในปริมาณต่าง ๆ ที่ทราบค่าแน่นอนลงในน้ำตาลซูโครสที่มีปริมาณอินเวิร์ตต่ำ (Low Invert Sucrose) (๓.๔) แล้วปฏิบัติตามวิธีการข้างต้น

เตรียมสารละลายน้ำตาลอินเวิร์ด ๑๐ กรัมต่อลิตร ตามวิธีการวิเคราะห์ปริมาณน้ำตาลรีดิวซ์ในน้ำตาลทรายดิบ ผลิตภัณฑ์จากอ้อยและน้ำตาลชนิดพิเศษโดยวิธี Lane and Eynon Constant Volume แล้วเจือจางให้ได้ สารละลายน้ำตาลอินเวิร์ด ๐.๕ กรัมต่อลิตร เตรียมสารละลายน้ำตาลอินเวิร์ด ในหลอดทดลองหลอดละ ๕ มิลลิลิตร ที่ความเข้มข้น ๐.๐๕, ๐.๐๔, ๐.๐๓, ๐.๐๒, ๐.๐๑, ๐.๐๐ % ตามลำดับ เติมน้ำตาลซูโครสที่มีปริมาณ อินเวิร์ดต่ำ ลงในหลอดทดลองหลอดละ ๕ กรัม แล้วปฏิบัติตามวิธีการข้างต้น

กราฟมาตรฐานนี้จะแสดงความสัมพันธ์เชิงเส้นระหว่างความเข้มข้นกับปริมาตรไตเตรนต์จนถึง ๐.๐๕ กรัมของน้ำตาลรีดิวซ์ต่อซูโครส ๑๐๐ กรัม

**๖.๒ ความแม่นยำ** สำหรับน้ำตาลทรายขาวที่มีน้ำตาลรีดิวซ์อยู่ระหว่าง ๐.๐๐๙ ๐.๐๔ %

๖.๒.๑ ความแตกต่างสัมบูรณ์ระหว่างผลลัพธ์ที่ได้จากการทดสอบสองครั้ง ซึ่งกระทำภายใต้สภาวะ เดียวกัน (Repeatability) ต้องไม่มากกว่า ๐.๐๐๔ %

๖.๒.๒ ความแตกต่างสัมบูรณ์ระหว่างผลลัพธ์ที่ได้จากการทดสอบสองครั้งซึ่งกระทำภายใต้สภาวะ ต่างกัน (Reproducibility) ต้องไม่มากกว่า ๐.๐๐๗ %

### (๗) เอกสารอ้างอิง

ICUMSA Methods 2011 : Method GS2/ 3/9-5 (2011), The Determination of Reducing Sugars in Purified Sugar by Knight and Allen EDTA Method – Official (Reference) Method.

## ๖. การนำไปใช้ประโยชน์

๖.๑ เพื่อใช้เป็นคู่มือในการวิเคราะห์คุณภาพน้ำตาลทรายสำหรับนักวิทยาศาสตร์ในห้องวิเคราะห์ทดสอบ ของโรงงานน้ำตาลทราย

๖.๒ เพื่อใช้เป็นคู่มือในการฝึกอบรมนักวิทยาศาสตร์ เจ้าหน้าที่วิเคราะห์ของห้องวิเคราะห์ทดสอบของ โรงงานน้ำตาลทราย

๖.๓ เพื่อใช้เป็นคู่มือในการบริหารจัดการห้องวิเคราะห์ทดสอบของโรงงานน้ำตาลทราย

## ๗. บรรณานุกรม

กรมโรงงานอุตสาหกรรม ศูนย์วิจัยและพัฒนาสิ่งแวดล้อมโรงงานส่วนกลาง สำนักวิจัยและพัฒนาสิ่งแวดล้อม โรงงาน. เกณฑ์ห้องปฏิบัติการวิเคราะห์ที่ดีของกรมโรงงานอุตสาหกรรม. สืบค้นจาก [www2.diw.go.th/GLP/doc/แบบสำรวจ.doc](http://www2.diw.go.th/GLP/doc/แบบสำรวจ.doc) (๒๒/๑๒/๒๐๑๘)

“ประกาศคณะกรรมการอ้อยและน้ำตาลทราย เรื่อง การกำหนดปริมาณมาตรฐานในการผลิตน้ำตาลทรายของ โรงงาน พ.ศ. ๒๕๖๐” (๒๕๖๐,๒๗ กันยายน)

กระทรวงอุตสาหกรรม สถาบันอาหาร มาตรฐาน ISO/IEC 17025 (ข้อกำหนดทั่วไปว่าด้วยความสามารถของ ห้องปฏิบัติการทดสอบและสอบเทียบ) สืบค้นจาก [fic.nfi.or.th/foodsafety/upload/qs/pdf/ISO\\_17025-2.pdf](http://fic.nfi.or.th/foodsafety/upload/qs/pdf/ISO_17025-2.pdf) (๒๒/๑๒/๒๐๑๘)

- สันตกิจ นิลอุตมศักดิ์ และคณะ (๒๕๕๖). การพัฒนาระบบคุณภาพห้องปฏิบัติการตามมาตรฐาน ISO/IEC 17025:2005 ของสำนักคุณภาพและความปลอดภัยอาหาร. สืบค้นจาก [budgetic.dmsc.moph.go.th / research/pdf/20139.pdf](http://budgetic.dmsc.moph.go.th/research/pdf/20139.pdf) (๒๒/๑๒/๒๐๑๘)
- Coning and quartering. สืบค้นจาก [https://www.researchgate.net/figure/The-coning-and-quartering-procedure-fig-18\\_242671015](https://www.researchgate.net/figure/The-coning-and-quartering-procedure-fig-18_242671015) (22/12/2018)
- Coning and quartering. สืบค้นจาก <https://community.asdlib.org/imageandvideoexchangeforum/2013/07/24/coning-and-quartering> (22/12/2018)
- International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis (ICUMSA) Methods Book 1994 : Methods GS1/3/4/7/8-13 (1994) The Determination of Conductivity Ash in Raw Sugar , Brown Sugar , Juice , Syrup and Molasses - Official
- International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis (ICUMSA) Methods Book 2005: Methods GS1/3/7-3 (2005) The Determination of Reducing Sugars in Cane Raw Sugar, Cane Processing Products and Specialty Sugars by the Lane and Eynon Constant Volume Procedure - Accepted
- International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis (ICUMSA) Methods Book 2011: Method GS1/2/3/9-1 (2011) , The Determination of the Polarisation of Raw Sugar by Polarimetry - Official
- International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis (ICUMSA) Methods Book 2011: The Braunschweig Method for the Polarisation of White Sugar by Polarimetry – Official (Reference) Method
- International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis (ICUMSA) Methods Book 2011: Methods GS2/3/9-17 (2011) The Determination of Conductivity Ash in Refined Sugar Products and in Plantation White Sugar - Official
- International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis (ICUMSA) Methods Book 2011: Method GS2/3/9-5 (2011), The Determination of Reducing Sugars in Purified Sugar by Knight and Allen EDTA Method – Official (Reference) Method.