ภาคผนวก ก

ข้อมูลการวิเคราะห์ของปริมาณฟอสโฟไลปิด

1 อุปกรณ์

1.1 ถ้วย crucible

1.2 กระจกนาฬิกาขนาด 75 มิลลิเมตร

1.3 เครื่อง hot plate

1.4 เตาเผา อุณหภูมิ 550°C - 600°C

1.5 กรวยแก้ว ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 50 มิลลิเมตร

1.6 กระดาษกรอง เบอร์ 42

1.7 ขวดปรับปริมาตขนาด 25, 50, 100 มิลลิลิตร

1.8 ขวดลูกชมพู่ ขนาด 50, 100, 250, 500 มิลลิลิตร

1.9 ปิเปต ชนิด 10 มิลลิลิตร และ 0.1 มิลลิลิตร

1.10 ปิเปต ขนาด 2, 5, 10, 25 มิลลิลิตร

1.11 เครื่องสเปกโตโฟโตมิเตอร์

1.12 หลอดแก้ว ขนาดเล็ก 1.000 ±0.005 เซนติเมตร

2 สารเคมีที่ใช้

2.1 กรดไฮโดรคลอริก

2.2 สังกะสีออกไซด์

2.3 โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์

2.4 โซเดียมโมดิบเมท

2.5 ไฮดราซีนซัลเฟต

3 การเตรียมสารละลาย

1 ทำการเติมกรดซัลฟูริกจำนวน 140 มิลลิลตรแล้วเติมน้ำให้ได้ปริมาตร 300 มิลิลิตรทิ้งไว้ให้เย็นในอุณหภูมิห้อง แล้วเติม โซเดียมโมลิบเมท จำนวน 12.5 กรัมหลังจากนั้นปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 500 มิลลิลิตรทำการละลายสารให้เข้ากัน ทิ้งสารละลายไว้ 24 ชั่งโมง. ก่อนนำไปใช้

2 สารละลาย ไฮดราซีนซัลเฟตความเข้มข้น 0.015% โดย เตรียมสารจำนวน 0.15 กรัมปรับปริมาตรในน้ำกลั่นให้ได้จำนวน 1 ลิตร

3 สารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 50% ชั่งสารจำนวน 50 กรัมในน้ำกลั่น 50 มิลลิลิตรทิ้งไว้ให้เย็น

4 สารละลายมาตรฐาน ฟอสฟอรัส

(a) Standard stock solution เตรียมสารไฮดราซีนไดไฮโครเจนฟอสเฟต จำนวน 1.0967 กรัมทำการปรับปริมาตรให้ได้ 250 มิลลิลิตร ด้วยน้ำกลั่นในขวดปรับปริมาตร ในสารนี้จะมี ฟอสฟรัสอยู่ 1 กรัมในน้ำสารละลาย

(b) สารละลายมาตรฐาน– เตรียมทำการปิเปต standard stocksolution จำนวน5 มิลลิลิตรลงในขวดปรับปริมาตร 500 มิลลิลิตรทำการปรับปริมาตรให้ได้ 500 มิลลิลิตร(ในสารละลายนี้มีฟอสฟอรัส จำนวน 0.07 มิลลิกรัม)

4. ขั้นตอนการทดลอง

4.1 ชั่งน้ำมัน (สารตัวอย่าง) 3.0-3.2±0.001 กรัม ลงใน ถ้วย crucible เติมซิงค์ออกไซด์ จำนวน 0.5 กรัม

4.2 ให้ความร้อนอย่างช้า ๆ จนกระทั่งของเหลวหนืดขึ้นด้วย เครื่อง hot plate ค่อยๆให้ความร้อนต่อไปจนปฏิกิริยาเผาไหม้สมบูรณ์เป็นสีชาของขี้เถ้า

4.3. นำไปเผาที่เตาเผา ที่อุณหภูมิ 550–600 °C จำนวน2 ชั่วโมง แล้วนำออกมาวางที่อุณหภูมิห้องจนเย็น

4.4 เติมน้ำกลั่น 5 มิลลิลิตรและ กรดไฮโดรคลอริก 5 มิลลิลิตรลงในขี้เถ้า

4.5 ปิดด้วยกระจกนาฬิกาแล้วนำไปต้มให้ความร้อนนาน 5 นาที

4.6 กรองสารละลายที่ได้ลงในขวดปรับปริมาตร 100 มิลลิลิตรทำการล้าง 4 ครั้งโดยทำการล้างด้านในของกระจกนาฬิกาและด้านข้างของถ้วย crucible ด้วยน้ำร้อน 5 มิลลิลิตรและล้างกระดาษกรองด้วยน้ำร้อน 5 มิลลิลิตร

4.7 ทิ้งสารละลายให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง ปรับสารละลายให้เป็นกลางด้วย โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ 50% จนกระทั่งเกิดตะกอนและเติม กรดไฮโรคลอริก จนกระทั่งซิงค์ ออกไซด์ละลายแล้วหยดสารเพิ่มอีก 2 หยด จากนั้นปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นทำการละลายสารให้เข้ากัน

4.8 ปิเปตสารละลาย จากข้อ 4.7 มา 10 มิลลิลิตรลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร

4.9 เติมไฮดราซีนซัลเฟต 0.015% จำนวน 8 มิลลิลิตรและเติมสารละลาย โซเดียมโม-ดิบเมท จำนวน 2 มิลลิลิตรแล้วตั้งทิ้งไว้

4.10 ปิดฝาขวดเขย่าให้สารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน เปิดฝาออกแล้วนำไปต้มในน้ำร้อนที่เครื่อง water bath เป็นเวลา 10±0.5 นาที จนเห็นการเดือด

4.11 นำออกมาแช่ไว้ในน้ำอุณหภูมิ 25 ± 5 °C ทำการปรับปริมาตรให้ได้ 50 มิลลิลิตร

4.12 นำสารละลายไปวัดค่าการดูดกลืนแสง ที่ความยาวคลื่น 650 nm ด้วยเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

(1) ปิเปต สารละลายมาตรฐาน มา 0.0 , 1.0 , 2.0 , 4.0 , 6.0 , 8.0 และ 10.0 มิลลิลิตร ลงในขวดปริมาตร ขนาด 50 มิลลิลิตรแล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำ กลั่นให้ได้ 10 มิลลิลิตรนำไปวัดโดย

ทำตั้งแต่ ข้อ9-12 สำหรับค่า ฟอสฟอรัสมาตรฐาน มีค่าตั้งแต่ 0.0 , 0.01, 0.02 ,0.04, 0.06, 0.08และ 0.10 มิลลิกรัม

(2) พลอตค่าดูดกลืนแสงของฟอสฟอรัสมีหน่วยเป็น มิลลิกรัม

(3) การคำนวณ

1. Phosphorus ,% = 10(A-B) / W*V

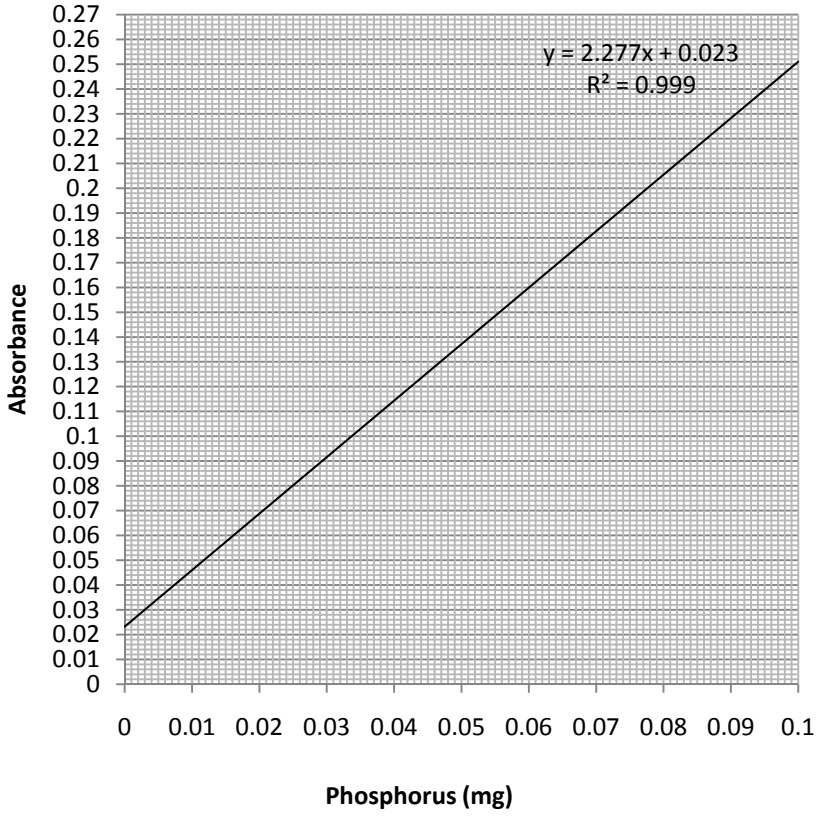
เมื่อ A = ค่าฟอสฟอรัสที่วัดจากตัวอย่าง มีหน่วยเป็น มิลลิกรัม

B = ค่าฟอสฟอรัสของ blank มีหน่วยเป็น มิลลิกรัม

W = มวลของสารที่วิเคราะห์

V = ปริมาตรของ aliquot ในข้อ 8

2. ค่าฟอสโฟไลปิด,% = % Phosphorus* 30



รูปที่ ก.1 กราฟมาตรฐานแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงและปริมาณฟอสฟอรัส

รูปที่ ก.2 ลักษณะทางกายภาพก่อนนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสง

ภาคผนวก ข

ข้อมูลการทดลองปริมาณกรดไขมันอิสระและฟอสโฟไลปิด

ตารางที่ ข.1 ปริมาณกรดไขมันอิสระของมิสเซลล่า 1:1 ในกระแสป้อน รีเทนเทท และเพอร์มิเอท

M1					
สาร	น้ำมัน (g)	NaOH (ml)	กรดโอเลอิก (%)	กรดลอริก (%)	กรดปาล์มมิติก (%)
มิสเซลล่า	7.05	4.7	4.7	3.3	4.3
เพอร์มิเอท	7.05	4.5	4.6	3.2	4.1
รีเทนเทท	7.05	4.6	4.7	3.3	4.2
M2					
สาร	น้ำมัน (g)	NaOH (ml)	กรดโอเลอิก (%)	กรดลอริก (%)	กรดปาล์มมิติก (%)
มิสเซลล่า	7.05	4.6	4.6	3.3	4.2
เพอร์มิเอท	7.05	4.5	4.5	3.2	4.1
รีเทนเทท	7.05	4.6	4.6	3.3	4.2
M3					
สาร	น้ำมัน (g)	NaOH (ml)	กรดโอเลอิก (%)	กรดลอริก (%)	กรดปาล์มมิติก (%)
มิสเซลล่า	7.05	4.6	4.6	3.3	4.2
เพอร์มิเอท	7.05	4.4	4.4	3.1	4.0
รีเทนเทท	7.05	4.6	4.6	3.3	4.2

ตารางที่ ข.2 ปริมาณกรดไขมันอิสระของมิสเซลล่า 1:3 ในกระแสป้อน รีเทนเทท และเพอร์มิเอท

M1					
สาร	น้ำมัน (g)	NaOH (ml)	กรดโอเลอิก (%)	กรดลอริก (%)	กรดปาล์มมิติก (%)
มิสเซลล่า	7.05	4.0	4.0	2.8	3.6
เพอร์มิเอท	7.05	3.9	3.9	2.8	3.5
รีเทนเทท	7.05	4.0	4.0	2.8	3.6
M2					
สาร	น้ำมัน (g)	NaOH (ml)	กรดโอเลอิก (%)	กรดลอริก (%)	กรดปาล์มมิติก (%)
มิสเซลล่า	7.05	4.0	4.0	2.8	3.6
เพอร์มิเอท	7.05	3.9	3.9	2.8	3.5
รีเทนเทท	7.05	4.0	4.0	2.8	3.6
M3					
สาร	น้ำมัน (g)	NaOH (ml)	กรดโอเลอิก (%)	กรดลอริก (%)	กรดปาล์มมิติก (%)
มิสเซลล่า	7.05	3.9	3.9	2.8	3.5
เพอร์มิเอท	7.05	3.7	3.7	2.6	3.3
รีเทนเทท	7.05	4.0	4.0	2.8	3.6

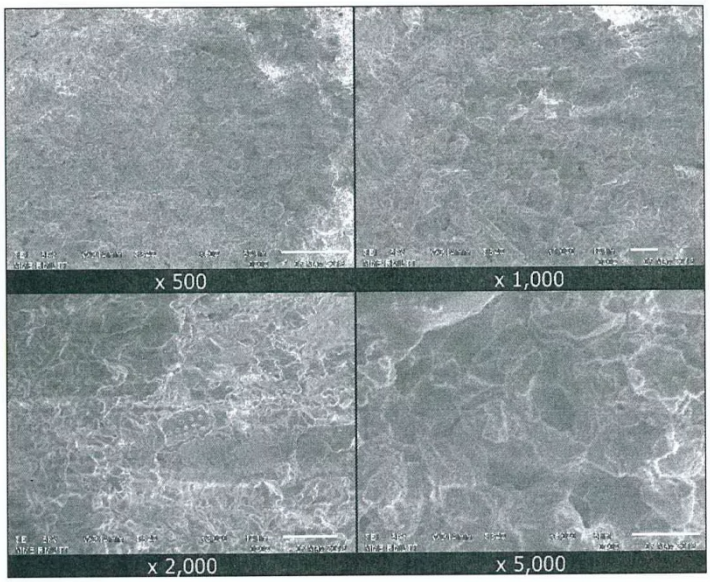
ตารางที่ ข.3 ปริมาณฟอสโฟไลปิดในกระแสป้อน รีเทนเทท และเพอร์มิเอท

มิสเซลล่า 1:1			
สาร	ฟอสโฟไลปิด (mg kg^{-1})		
	M1	M2	M3
มิสเซลล่า	106	106	106
เพอร์มิเอท	87	92	77
รีเทนเทท	106	106	111
มิสเซลล่า 1:3			
สาร	ฟอสโฟไลปิด (mg kg^{-1})		
	M1	M2	M3
มิสเซลล่า	82	77	82
เพอร์มิเอท	53	53	48
รีเทนเทท	82	82	87

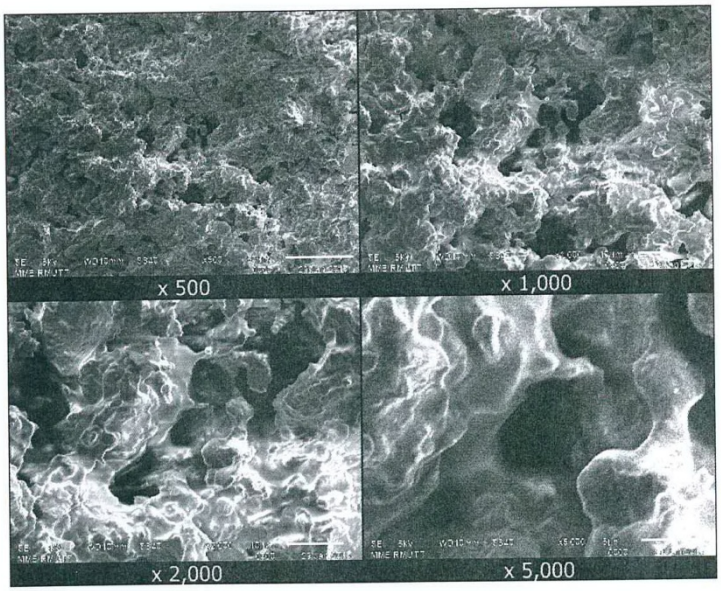
ภาคผนวก ค

ตัวอย่างข้อมูลผลการทดลอง

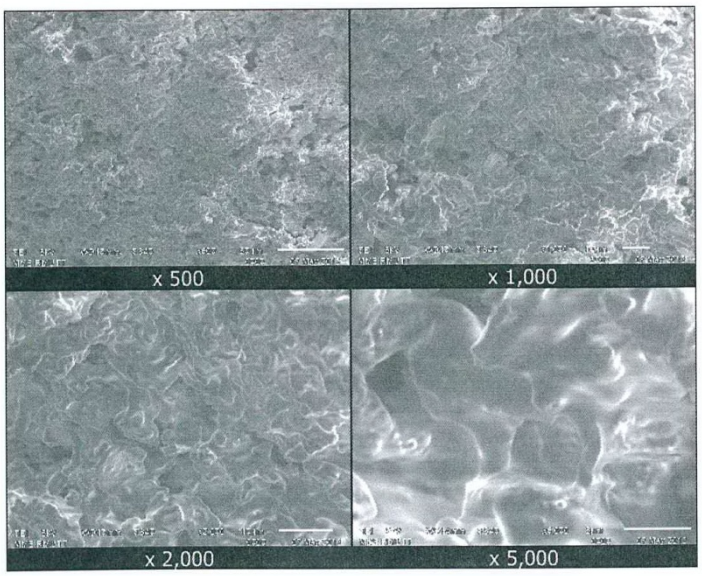
ค.1 ลักษณะพื้นผิวเมมเบรนก่อนและหลังการกรองด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องกราด



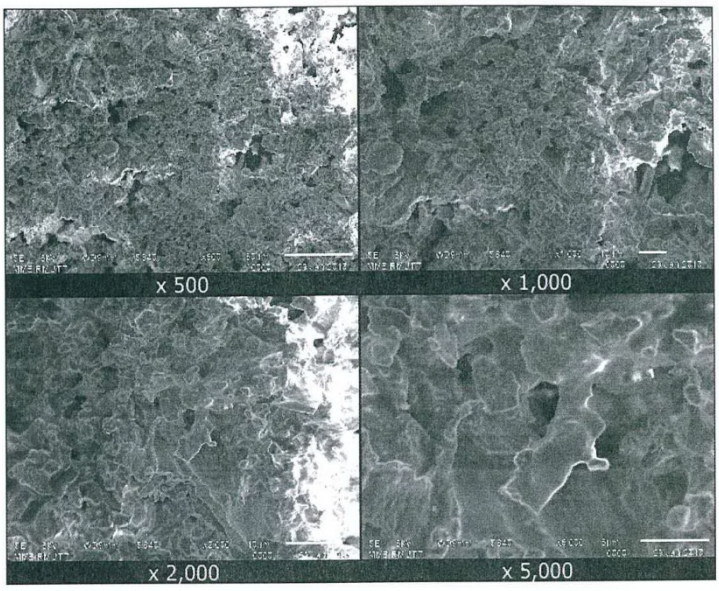
รูปที่ ค.1 พื้นผิวเมมเบรนชนิด M1 ก่อนกรอง กำลังขยาย X500; X1,000; X2,000; X5,000



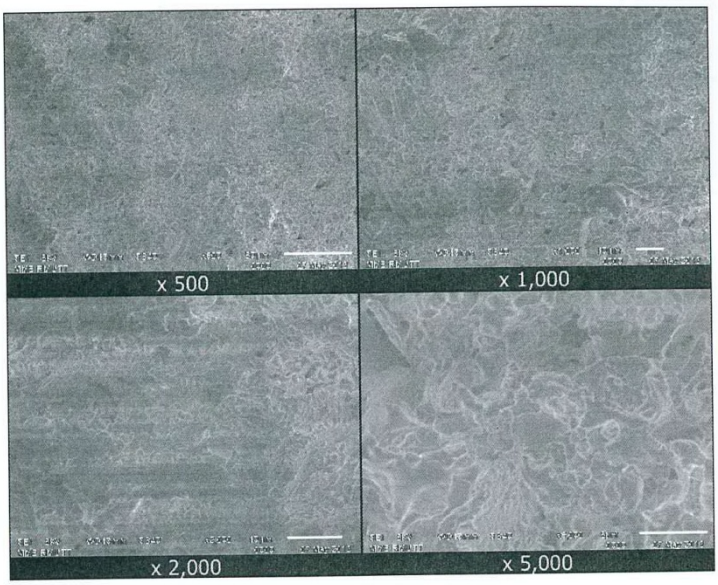
รูปที่ ค.2 พื้นผิวเมมเบรนชนิด M1 หลังกรอง กำลังขยาย X500; X1,000; X2,000; X5,000



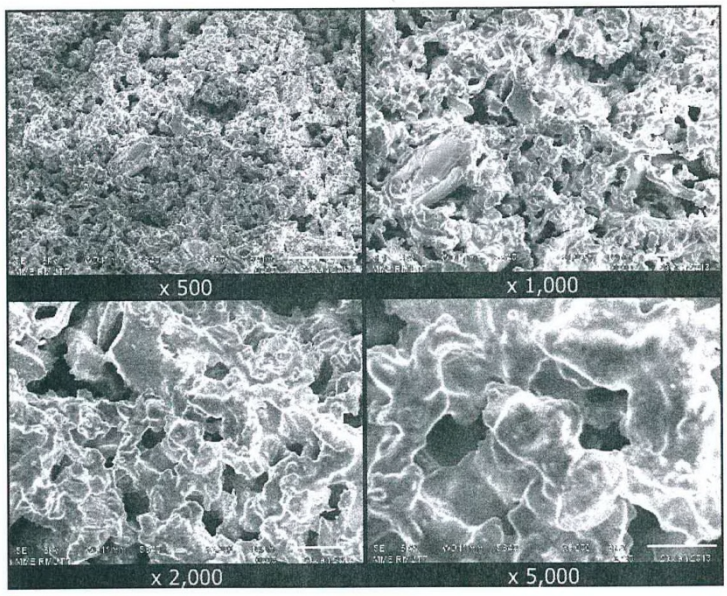
รูปที่ ค.3 พื้นผิวเมมเบรนชนิด M2 ก่อนกรอง กำลังขยาย X500; X1,000; X2,000; X5,000



รูปที่ ค.4 พื้นผิวเมมเบรนชนิด M2 หลังกรอง กำลังขยาย X500; X1,000; X2,000; X5,000

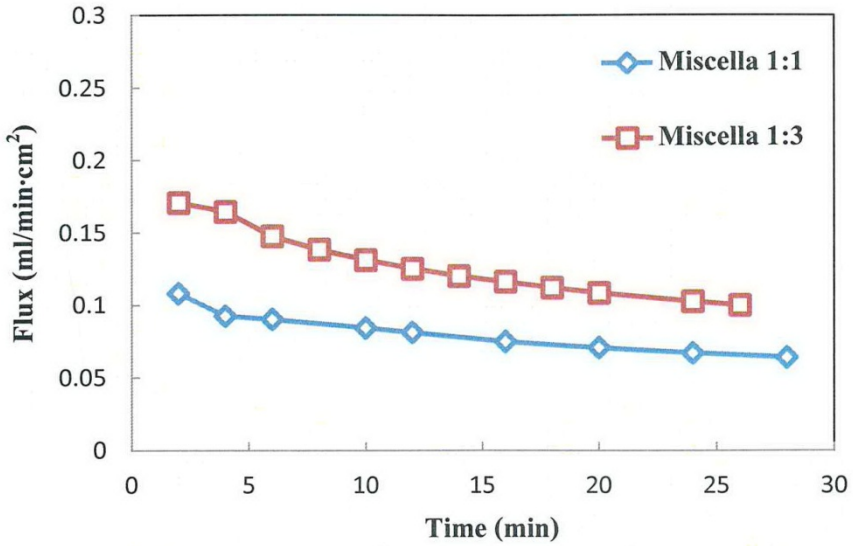


รูปที่ ค.5 พื้นผิวเมมเบรนชนิด M3 ก่อนกรอง กำลังขยาย X500; X1,000; X2,000; X5,000

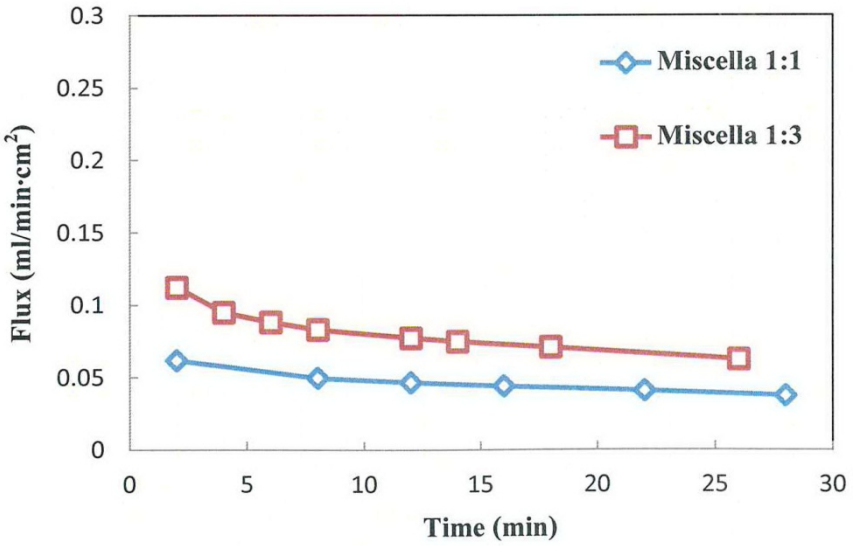


รูปที่ ค.6 พื้นผิวเมมเบรนชนิด M3 หลังกรอง กำลังขยาย X500; X1,000; X2,000; X5,000

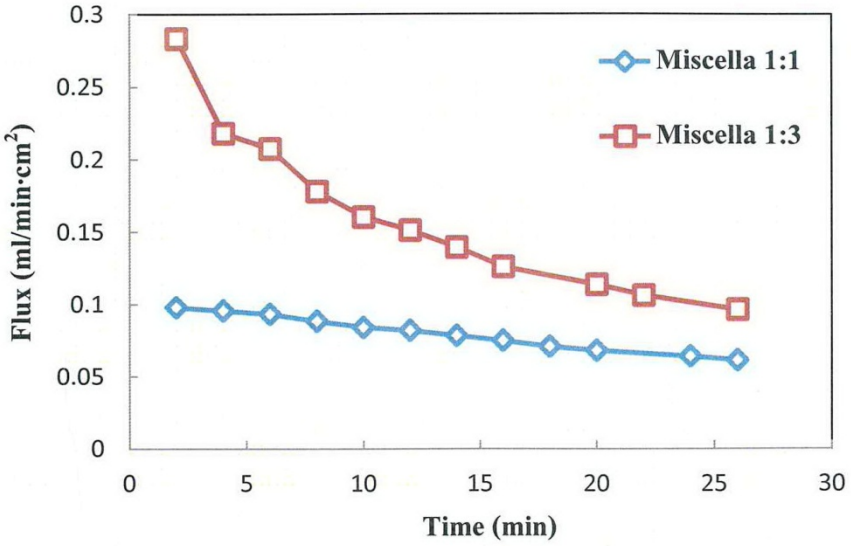
ค.2 ตัวอย่างกราฟฟลักซ์เพอร์มิเอท



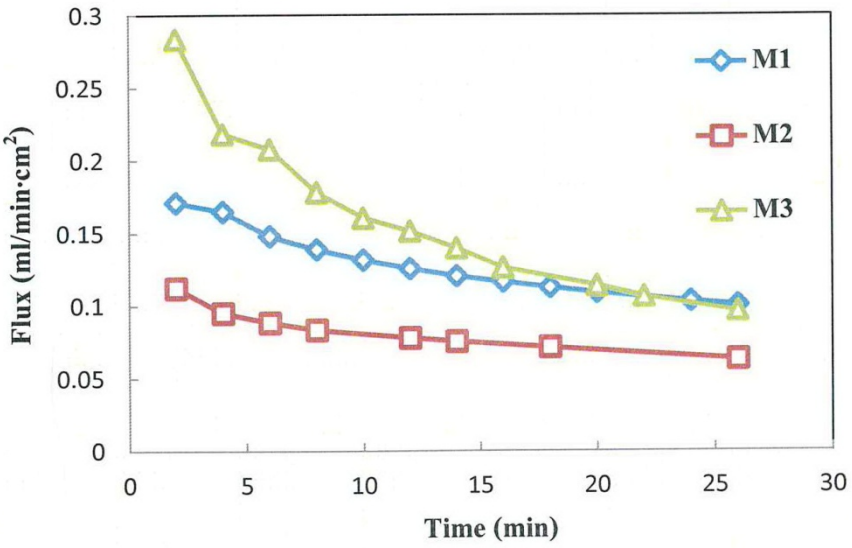
รูปที่ ค.7 ฟลักซ์เพอร์มิเอทต่อเวลาของเซรามิกเมมเบรน M1



รูปที่ ค.8 ฟลักซ์เพอร์มิเอทต่อเวลาของเซรามิกเมมเบรน M2



รูปที่ ค.9 ฟลักซ์เพอร์มิเอทต่อเวลาของเซรามิกเมมเบรน M3



รูปที่ ค.10 ฟลักซ์เพอร์มิเอทต่อเวลาของเซรามิกเมมเบรนด้วยมิสเซลล่า 1;3