

บทที่ 3

วิจารณ์และสรุปผลการทดลอง

ในงานวิจัยนี้ได้นำเทคนิคโฟลอินเจกชันอะนาไลซิสที่ใช้กับเทคนิคสเปกโทรโฟโตเมตรีมาประยุกต์เพื่อหาค่าไอโอดีนของน้ำมันพืชบริโภค ในการศึกษาปริมาณตัวอย่างน้ำมันพืชและปริมาตรสารละลายยาสีที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยา ดังแสดงในหัวข้อ 2.3.4 จากรูป 2.4 ปริมาตรสารละลายยาสีที่เหมาะสมจะพิจารณาจากปริมาตรที่ทำให้ความสูงของพีกของตัวอย่างน้ำมันพืชแตกต่างกันมากที่สุด (เนื่องจากตัวอย่างที่ใช้มีค่าไอโอดีนต่างกัน) และแตกต่างกันเป็นไปตามค่าไอโอดีน (ค่าไอโอดีนสูง ความสูงของพีกต่ำ) ดังนั้นปริมาตรสารละลายยาสีที่เหมาะสม คือ 6 ml สำหรับตัวอย่างน้ำมันพืชหนัก 0.1 g

ในการศึกษาการหาค่าไอโอดีนโดยวิธี FIA ดังแสดงใน 2.3.5 ซึ่งผลจากตาราง 2.6 แสดงให้เห็นว่าค่าไอโอดีนที่หาได้จากวิธี FIA มีค่าใกล้เคียงกับที่หาได้จากวิธีการไทเทรตในช่วงค่าไอโอดีน 60 ถึง 120 แต่สำหรับในบางตัวอย่างน้ำมัน (ที่มีกรดไลโนลิกเป็นกรดไขมันหลัก) ค่าไอโอดีนที่หาได้จากวิธีไทเทรตมีค่ามากกว่าที่หาได้จากวิธี FIA มากนั้นอาจจะอธิบายได้โดยพิจารณาการเกิดปฏิกิริยา addition ของ IBr ที่ตำแหน่งพันธะคู่ทั้ง 2 ตำแหน่งของกรดไลโนลิก กล่าวคือในกรณีตำแหน่งพันธะนั้นเป็นแบบ nonconjugated ($\Delta^{9,10,12,13}$ linoleic acid) การเกิดปฏิกิริยา addition ของฮาโลเจนจะเกิดขึ้นอย่างรวดเร็ว แต่สำหรับกรณีที่พันธะนั้นเป็นแบบ conjugated ($\Delta^{9,10,11,12}$ linoleic acid) การเกิดปฏิกิริยาจะเกิดแบบไม่แน่นอนและไม่สมบูรณ์ [18] เช่นการเกิดปฏิกิริยา addition ที่ตำแหน่ง 9,10 จะเกิดขึ้นอย่างรวดเร็วแต่ในตำแหน่ง 11,12 จะเกิดขึ้นอย่างช้าๆ และไม่สมบูรณ์แม้ว่าเวลาจะผ่านไปหลายชั่วโมง และเนื่องจากวิธีไทเทรตใช้เวลาในการเกิดปฏิกิริยา addition 30 นาที ย่อมทำให้ฮาโลเจน(ไอโอดีน)ที่เติมที่พันธะคู่มีปริมาณมากกว่าเมื่อเทียบกับเทคนิค FIA ซึ่งใช้เวลาเพียง 5 นาที ดังนั้นค่าไอโอดีนที่หาได้จากวิธีไทเทรตจึงมากกว่าเทคนิค FIA

ในการศึกษาการใช้การปิเปตตัวอย่างแทนการชั่งน้ำหนัก ดังแสดงใน 2.3.6 เนื่องจากการชั่งน้ำหนักตัวอย่างมีความล่าช้า การปิเปตตัวอย่างโดยใช้ไมโครปิเปตจะเพิ่มความสะดวก รวดเร็วยิ่งขึ้น ผลการศึกษาดังแสดงในตาราง 2.9 จะเห็นว่าค่าไอโอดีนของน้ำมันถั่วเหลืองตราทุ๊กที่วิเคราะห์ได้จากวิธี FIA (115.4 ± 4.2) แม้ว่าจะแตกต่างจากค่าที่วิเคราะห์ได้โดยวิธีไทเทรต (131.6 ± 0.8) แต่มีความแม่นยำดี (%RSD = 3.6%) สาเหตุที่แตกต่างกันน่าจะเกิดจากมีกรดไลโนลิกเป็นกรดไขมันหลัก และได้ศึกษาความแม่นยำในการหาค่าไอโอดีนเมื่อใช้การปิเปตตัวอย่างแทนการชั่งน้ำหนัก

และใช้ operator หลายคนในการปีเปิด ดังแสดงในตาราง 2.10 จะเห็นว่าค่าเปอร์เซ็นต์ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ของ operator แต่ละคนจะประมาณ 4.0 % ซึ่งมีความแม่นยำดี และค่าไอโอดีนของน้ำมันดอกทานตะวันตราถูก(มีกรดโอเลอิกและกรดไลโนลอิกในปริมาณที่ใกล้เคียงกันเป็นกรดไขมันหลัก [1]) ที่วิเคราะห์โดยวิธี FIA มีความใกล้เคียงกับที่วิเคราะห์โดยวิธีไทเทรต ดังตาราง 2.10 ซึ่งมีความถูกต้องดี

ได้ทำการวิเคราะห์หาค่าไอโอดีนของตัวอย่างน้ำมันพืชบริโภคโดยวิธีที่พัฒนาขึ้นเปรียบเทียบกับผลการวิเคราะห์ที่ได้จากวิธีไทเทรต ดังแสดงในตาราง 2.11 ซึ่งค่าไอโอดีนที่วิเคราะห์ได้สอดคล้องกับวิธีไทเทรต

จากผลการพัฒนาวิธีการหาค่าไอโอดีนของน้ำมันพืชบริโภค ทำให้สามารถลดปริมาณสารเคมีและเวลาในการวิเคราะห์ แต่ยังคงพบว่ามีขั้นตอนในการเจือจางสารละลายชั้นน้ำก่อนฉีดเข้าสู่ระบบ FIA ที่มีผลต่อเวลาในการวิเคราะห์ ทั้งนี้เนื่องจากสารละลายชั้นน้ำมีความเข้มข้นของ I_3^- สูง อาจลดความเข้มข้นของ I_3^- ลงได้โดยใช้ภาชนะที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยามีปริมาตรมากขึ้น เพื่อที่จะทำการเจือจางได้มากขึ้น (ในขั้นตอนการเติมน้ำกลั่น 15 ml หลังจากที่ได้เติมสารละลายโปแตสเซียมไอโอไดด์) หรือการใช้ระบบ on-line dilution

จากการพัฒนาวิธีโฟลอินเจกชันเพื่อหาค่าไอโอดีนของน้ำมันพืชพบว่าข้อดีดังนี้

- ลดปริมาณสารเคมีที่ใช้
- ลดเวลาในการวิเคราะห์
- มีการตรวจวัดที่ง่ายและถูกต้อง (ในกรณีวิธีมาตรฐานซึ่งใช้วิธีไทเทรตจะมีผลความคลาดเคลื่อนในการตรวจวัดจุดยุติ และการไทเทรตในที่ที่มีอุณหภูมิค่อนข้างสูงจะมีผลต่อการสลายตัวของไอโอดีน การไทเทรตหาปริมาณไอโอดีนจะผิดพลาดได้ เมื่อเทียบกับระบบ FIA ซึ่งวัดการดูดกลืนแสงที่ใช้เวลาในการตรวจวัดเพียงเล็กน้อยเท่านั้น)

การปรับปรุงวิธีมาตรฐานสำหรับการหาปริมาณกรดฟumaric ในน้ำผลไม้โดยใช้เทคนิคโวลแทมเมตรี ได้ศึกษาผลของ pH ของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ช่วย ดังหัวข้อ 2.4.2 พบว่าในกรณี pH สูงๆ ไม่สามารถหาค่า peak current ได้ อาจเนื่องมาจากที่ pH สูงๆ ไฮดรอกไซด์ไอออนจะไปทำปฏิกิริยาสะเทิน (neutralized) กับหมู่คาร์บอกซิลของกรดฟumaric ทำให้กรดฟumaric ไม่อยู่ในรูปที่จะเกิดปฏิกิริยาที่ขั้วไฟฟ้าได้ ณ สภาวะดังกล่าว

ในการศึกษาความเข้มข้นของโซเดียมคลอไรด์ที่เหมาะสมในการเตรียมสารละลายอิเล็กโทรไลต์ช่วย ดังแสดงในหัวข้อ 2.4.3.1 2.4.7.1 และ 2.4.7.2 พบว่าความเข้มข้นของโซเดียมคลอไรด์ที่เหมาะสมคือ 0.2 M ทั้งนี้พิจารณาจากร้อยละการกลับคืน และ ความสอดคล้องของผลการวิเคราะห์ความเข้มข้นของกรดฟูมาริกที่ได้จากการใช้กราฟมาตรฐานและจากวิธี standard addition จากผลที่ได้ทำให้สามารถนำกราฟมาตรฐานมาใช้ในการคำนวณความเข้มข้นของกรดฟูมาริกแทนการใช้วิธี standard addition

สำหรับการดัดแปลงวิธีมาตรฐานเพื่อนำมาวิเคราะห์ความเข้มข้นของกรดฟูมาริกในน้ำผลไม้พบว่าความเข้มข้นของกรดฟูมาริกที่วิเคราะห์โดยวิธีที่ดัดแปลงจากวิธีมาตรฐาน (ซึ่งใช้ NaCl เป็นองค์ประกอบของสารละลาย supporting electrolyte) มีความสอดคล้องกับผลที่วิเคราะห์ได้จากวิธีมาตรฐาน (ซึ่งใช้ LiCl เป็นองค์ประกอบของสารละลาย supporting electrolyte) ดังนั้นจึงสามารถนำเอาโซเดียมคลอไรด์มาใช้แทนลิเทียมคลอไรด์ ในการเตรียมสารละลายอิเล็กโทรไลต์ช่วย ซึ่งจะสามารถประหยัดค่าสารเคมีได้

ได้ทำการวิเคราะห์ปริมาณกรดฟูมาริกในตัวอย่างน้ำผลไม้ ผลการวิเคราะห์ที่ได้จากวิธีที่ดัดแปลงจากวิธีมาตรฐานมีความสอดคล้องกับผลที่วิเคราะห์ได้จากวิธีมาตรฐาน