

ภาคผนวก ก

วิธีมาตรฐานในการหาความเข้มข้นกรดฟูมาริกในน้ำผลไม้ [13]

1. เครื่องมือ : เครื่องโวลแทมโมกราฟหรือโพลารोगราฟ

2. รีเอเจนต์

2.1 สารละลายมาตรฐานกรดฟูมาริก : Stock solution 500 $\mu\text{g/ml}$ ทำได้โดยละลายกรดฟูมาริก 0.5 mg ด้วยเมทานอล แล้วปรับปริมาตรในขวดวัดปริมาตรจนครบ 100 ml

2.2 สารละลาย supporting electrolyte : ละลาย $(\text{CH}_3)_4\text{NBr}$ 7.70 g และ LiCl 0.210 g ด้วยน้ำกลั่น แล้วเจือจางจนได้ปริมาตร 500 ml

2.3 working standard fumaric acid solution : ปิเปตสารละลายมาตรฐานกรดฟูมาริก 500 $\mu\text{g/ml}$ ปริมาตร 0.15, 0.5, 0.75, 1 ml ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 ml เติมเมทานอลลงในแต่ละขวด ปริมาตร 4.85, 4.5, 4.25, 4 ml ตามลำดับ จากนั้นเจือจางด้วยสารละลาย supporting electrolyte จนครบปริมาตร จะได้ working standard fumaric acid solution เข้มข้น 3, 10, 15, 20 $\mu\text{g/ml}$

3. การเตรียมตัวอย่าง

สำหรับตัวอย่างน้ำผลไม้ที่มีองค์ประกอบที่ไม่ละลายปนอยู่ให้ทำการกรองแล้วนำส่วนที่ใสมาทำการวิเคราะห์

ปิเปตตัวอย่างน้ำผลไม้ 10 ml และ เมทานอล 5 ml ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 ml จากนั้นเจือจางด้วยสารละลาย supporting electrolyte จนครบปริมาตร

4. การสร้างกราฟมาตรฐาน

ปิเปต working standard fumaric acid solution 10 ml ใส่ measuring cell ทำการไล่ก๊าซออกซิเจนโดยการผ่านก๊าซไนโตรเจนลงไปในสารละลายเป็นเวลา 3 นาที แล้วทำการวัดกระแสเมื่อใช้กรดฟูมาริกเข้มข้นต่างๆ กราฟมาตรฐานจะได้จากการเขียนระหว่างความเข้มข้นของกรดฟูมาริกกับ peak current

5. การวิเคราะห์ตัวอย่าง

ตัวอย่างน้ำผลไม้ที่ผ่านการเตรียมตัวอย่างแล้วจะนำมาหาความเข้มข้นกรดฟูมาริกโดยใช้สภาวะเช่นเดียวกันกับข้อ 4 จาก peak current ที่ได้ สามารถนำมาหาความเข้มข้นกรดฟูมาริกจากกราฟมาตรฐาน

ภาคผนวก ข

**คุณสมบัติของอิเล็กทรอนิกส์เปกตรัมของโปแตสเซียมไอโอไดด์ที่สกัดจากสารละลาย
ยี่ห้อที่เตรียมใหม่กับที่เตรียมไว้นาน 1 เดือนที่ผสมกับกรดโอเลอิก [28]**

1. เครื่องมือ

เครื่อง Diode Array Spectrophotometer จะถูกนำมาใช้ในการศึกษาอิเล็กทรอนิกส์เปกตรัมของสารละลาย

2. รีเอเจนต์ / สารเคมี

2.1 Hanus solution

สารละลายยี่ห้อที่ใช้จะประกอบด้วยสารละลายยี่ห้อที่เตรียมขึ้นใหม่ (ดังแสดงวิธีเตรียมในข้อ 2.1.2) และ ที่ถูกเตรียมไว้นาน 1 เดือน

2.2 สารละลายโปแตสเซียมไอโอไดด์เข้มข้น 10 % (w/v)

2.3 คลอโรฟอร์ม

2.4 กรดโอเลอิก (ค่าไอโอไดน์ เท่ากับ 60)

กรดโอเลอิกที่มีค่าไอโอไดน์เท่ากับ 60 (โดยวิธีไทเทรต) จะได้ทำการเตรียม stock solution โดยละลายกรดโอเลอิก 40 g โดยใช้ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 ml ด้วยคลอโรฟอร์ม จะได้สารละลายที่มีกรดโอเลอิกเข้มข้น 0.40 g / ml

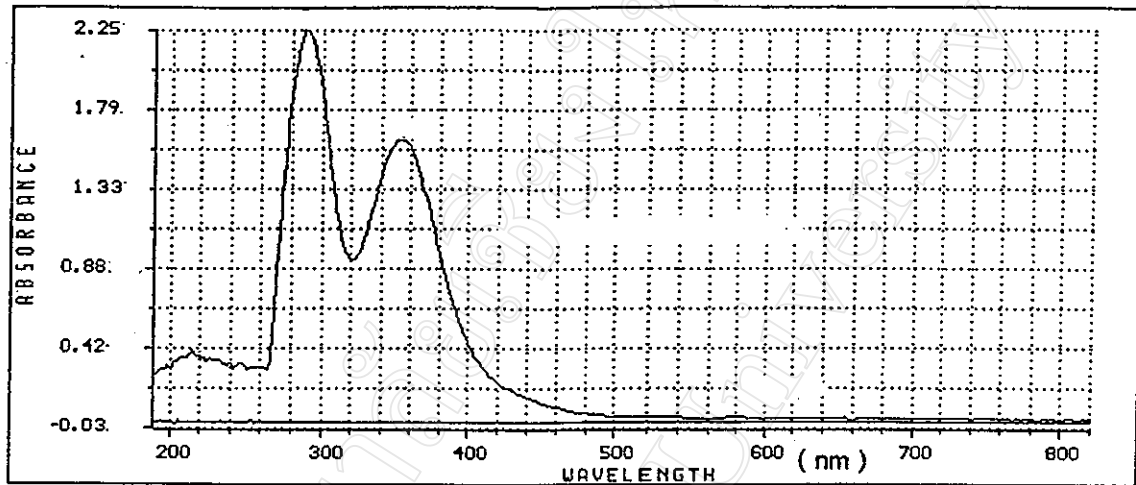
สำหรับกรดโอเลอิกที่มีค่าไอโอไดน์เท่ากับ 10 จะได้จากการเจือจาง stock solution (ค่าไอโอไดน์เท่ากับ 60) ด้วยคลอโรฟอร์ม แล้วหาค่าไอโอไดน์ของสารละลายกรดโอเลอิกที่เจือจางนี้ ด้วยวิธีไทเทรตอีกครั้ง ซึ่งจะมีค่าไอโอไดน์ใกล้เคียงกับที่คำนวณได้โดยอาศัยการเจือจาง

3. วิธีทดลองและผลการทดลอง

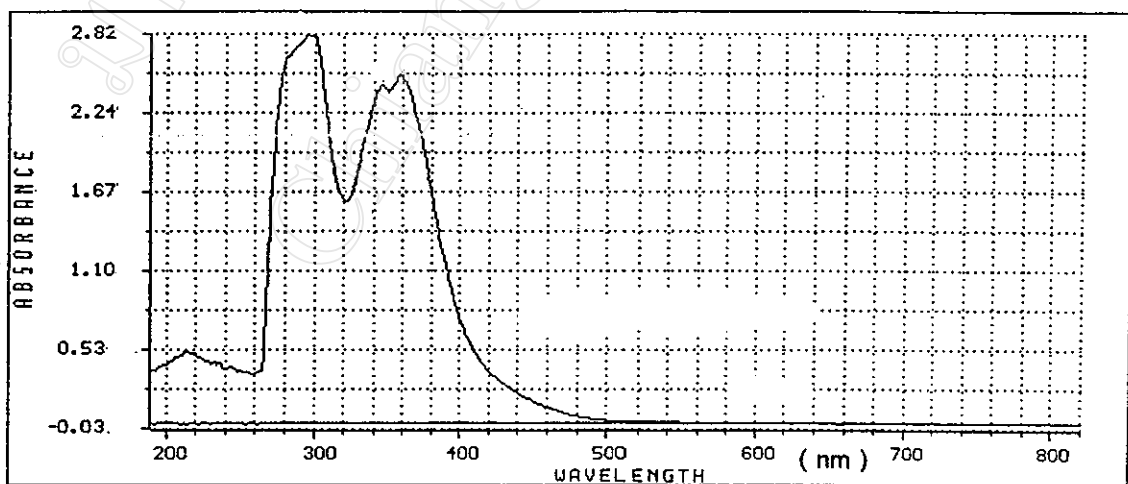
ปิเปต stock solution ของกรดโอเลอิกปริมาตร 1 ml (ค่าไอโอไดน์ 60 หรือ 10) ใส่ในขวดสีชา จากนั้นเติมคลอโรฟอร์มอีก 9 ml แล้วเติมสารละลายยี่ห้อด้วยปิเปตปริมาตร 0.3 ml ลงในขวดสีชา ปิดฝาแล้วนำเก็บในที่มืด 5 นาที แล้วนำออกมาเติมสารละลาย KI เข้มข้น 10% (w/v) ปริมาตร 10 ml เขย่าแล้วเจือจางด้วยน้ำกลั่น จากนั้นนำสารละลายชั้นน้ำไปบันทึกอิเล็กทรอนิกส์เปกตรัมเทียบกับสารละลายเบลงค์ (สารละลายชั้นน้ำของสารละลายผสมของสารละลาย KI คลอโรฟอร์ม และ กรดอะซิติก)

สารละลายขานัสเก่าก็ทำการทดลองเช่นเดียวกันกับสารละลายขานัสใหม่ ได้ผลการทดลอง

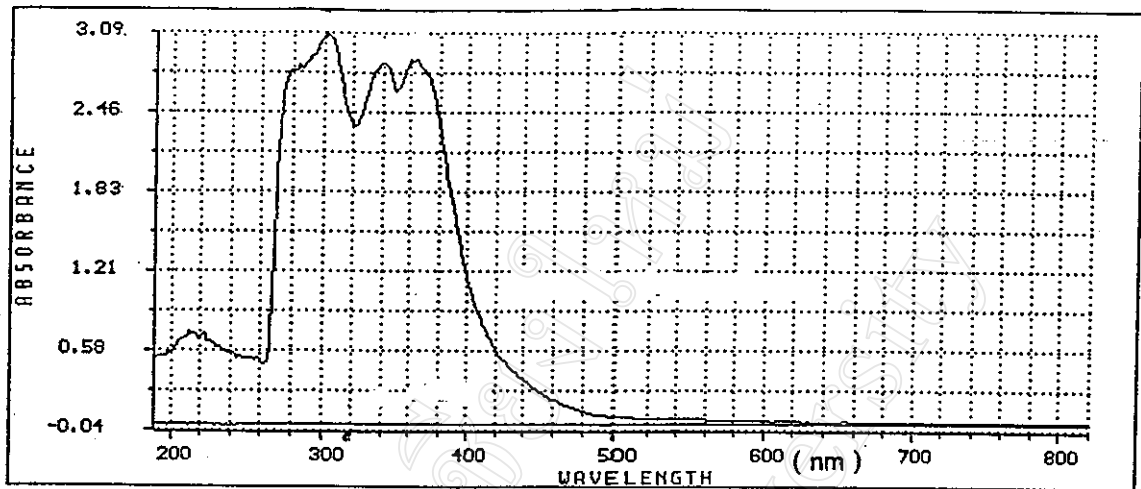
ดั่งรูป 1



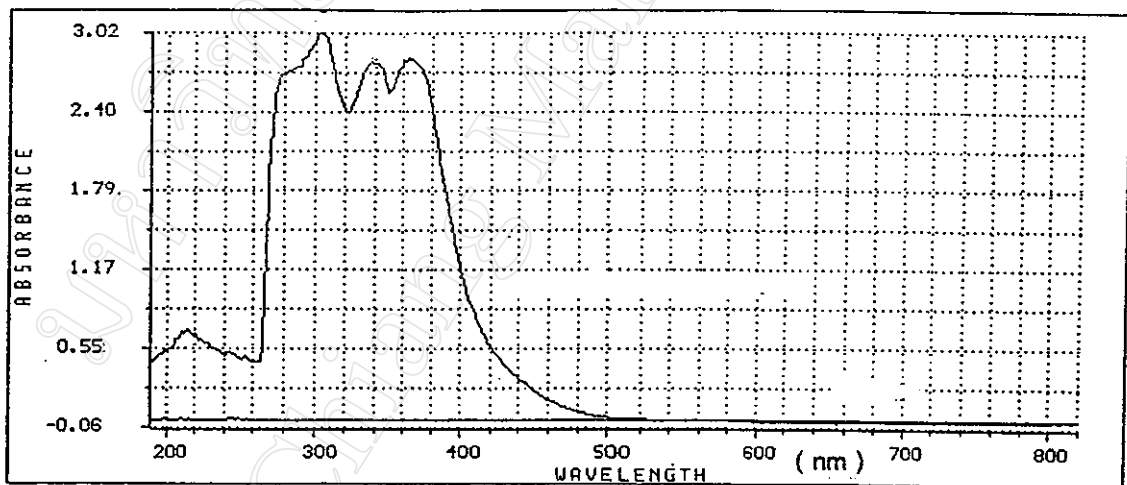
ก



ข



ก



ง

รูป 1 อิเล็กโทรนิคสเปกตรัมของสารละลายโปแตสเซียมไอโอไดด์ที่ได้จากการสกัดสารละลาย
 ชานส์ที่ทำปฏิกิริยากับกรดโอลีนิก

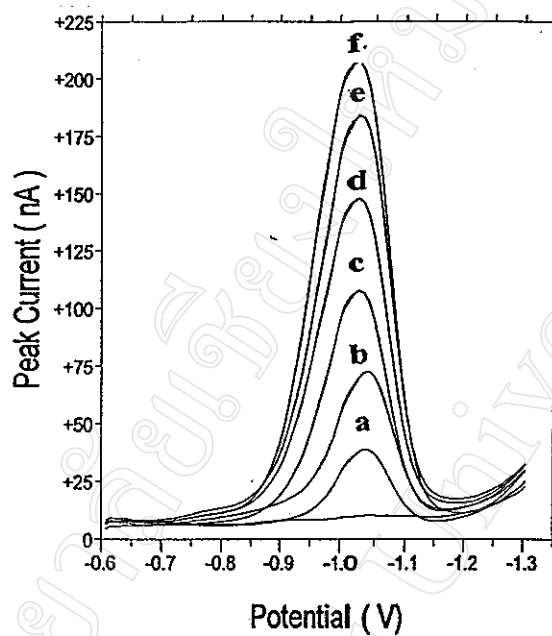
(ใช้สารละลายชานส์ใหม่ทำปฏิกิริยากับกรดโอลีนิก (ก)ค่าไอโอดีน 60 และ (ข) ค่าไอโอดีน 10
 และสารละลายชานส์เก่าทำปฏิกิริยากับกรดโอลีนิก (ค)ค่าไอโอดีน 60 และ (ง) ค่าไอโอดีน 10)

จากรูป 1 จะเห็นว่าอิเล็กทรอนิกส์ประเภทของสารละลายโปแตสเซียมไอโอไดด์ที่ได้จากการสกัดสารละลายฮานส์ใหม่ที่ทำปฏิกิริยากับกรดโอลิก(ก-ข)กับที่ได้จากสารละลายฮานส์เก่าที่ทำปฏิกิริยากับกรดโอลิก(ค-ง)จะมีความแตกต่างกันที่บริเวณความยาวคลื่น 340-345 นาโนเมตร จะเห็นว่าเมื่อใช้สารละลายฮานส์เก่าจะพบการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 340 นาโนเมตร ซึ่งจะไม่พบในกรณีที่ใช้สารละลายฮานส์ใหม่ ดังนั้นถ้าใช้สารละลายฮานส์เก่าในการวิเคราะห์จะมีพิกที่ความยาวคลื่น 340 นาโนเมตร มารบกวนการวิเคราะห์ที่ความยาวคลื่น 350 นาโนเมตร ทำให้การอ่านค่าการดูดกลืนแสงที่ 350 นาโนเมตร มีความผิดพลาด ทำให้ผลการวิเคราะห์มีความคลาดเคลื่อน จึงสรุปได้ว่าไม่ควรนำสารละลายฮานส์เก่า (ที่เตรียมไว้เป็นเวลา 1 เดือน) มาใช้ในการหาค่าไอโอดีน

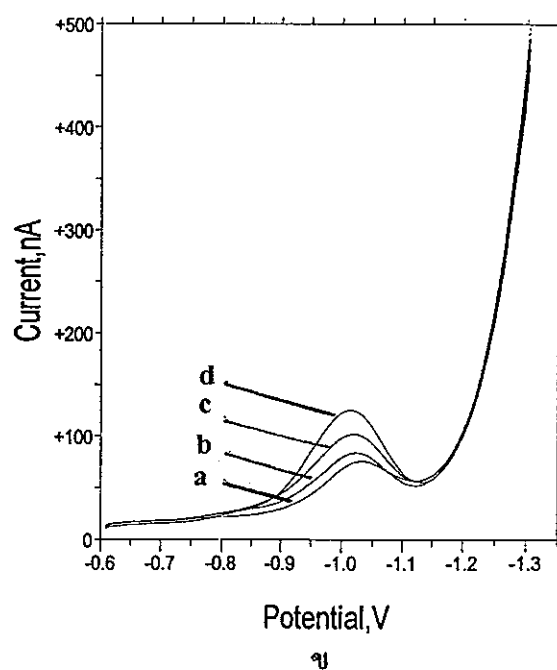
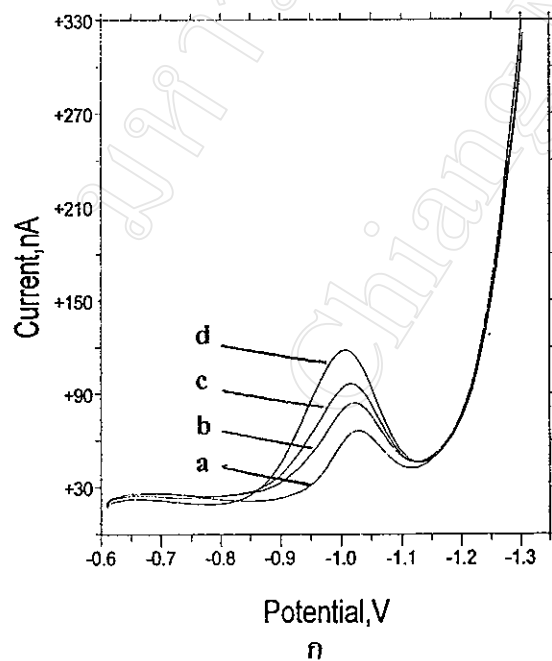
สารละลายฮานส์จำเป็นต้องมีการตรวจสอบอยู่เสมอว่ายังใช้ได้หรือไม่โดยนำไปทำปฏิกิริยากับน้ำมันที่รู้ค่าไอโอดีน(และมีค่าไอโอดีนสูง) ถ้าค่าไอโอดีนที่หาได้มีค่าไม่ถูกต้องก็ให้เตรียมสารละลายฮานส์ขึ้นใหม่เพื่อนำมาใช้แทน [29]

ภาคผนวก ก

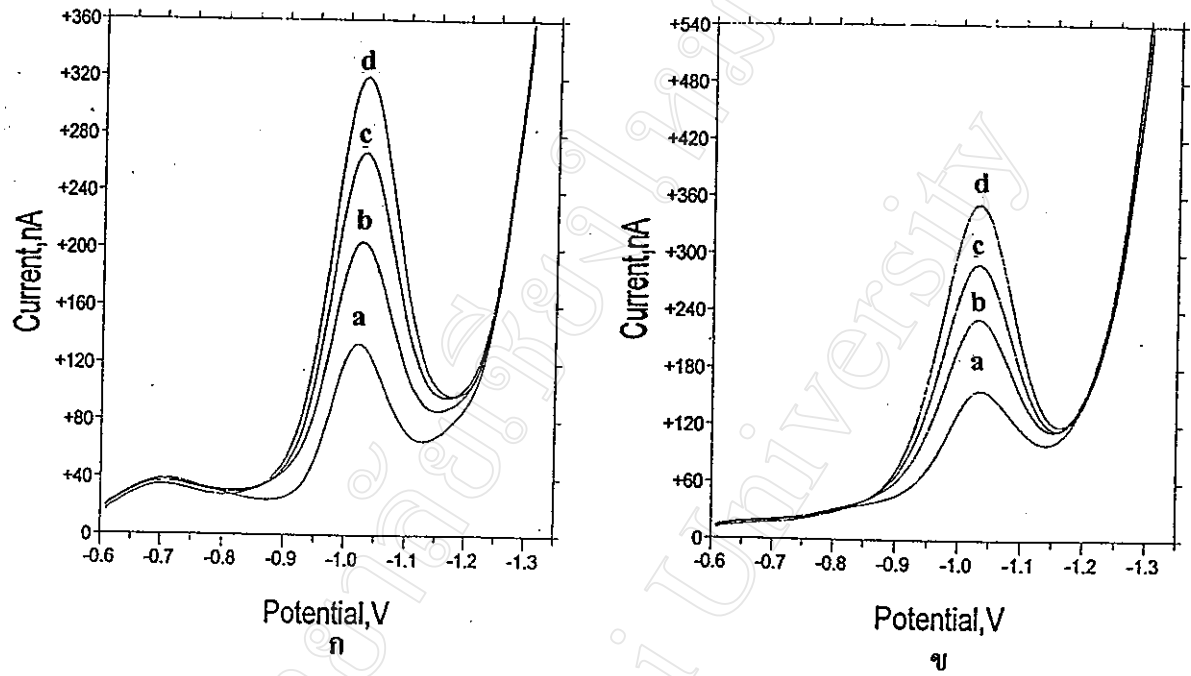
Voltammograms ของกรดฟูมาริก



รูป 1 โวลแทมโมแกรมของตัวอย่างน้ำผลไม้เมื่อเติมกรดฟูมาริกเข้มข้น : (a) 1 (b) 2 (c) 4 (d) 6 (e) 7 และ (f) 9 $\mu\text{g/ml}$



รูป 2 โวลแทมโมแกรมเมื่อเติมกรดฟูมาริกเข้มข้น (a) 0 (b) 1 (c) 2 และ (d) 4 $\mu\text{g/ml}$ ลง
น้ำผลไม้ (ก) น้ำฝรั่งตรา Tipco (ข) น้ำพีชตรา Ivy



รูป 3 รูป 2 โวลแทมโมแกรมเมื่อเติมกรดฟูมาริกเข้มข้น (a) 0 (b) 5 (c) 10 และ (d) 15 µg/ml ลงในน้ำผลไม้ (ก) น้ำฝรั่งตรา Tipco (ข) น้ำพีชตรา Ivy

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ นายกฤษณะ จิตมณี

วัน เดือน ปีเกิด 27 กรกฎาคม 2518

ประวัติการศึกษา สำเร็จการศึกษาชั้นมัธยมศึกษาจากโรงเรียนพิชัย จังหวัดอุดรดิตถ์
พ.ศ. 2536
สำเร็จการศึกษาปริญญาตรี วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมี)
คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ พ.ศ. 2539