เอกสารอ้างอิง

ภาษาไทย

กล้าณรงค์ ศรีรอด, "การตรวจวัดคุณภาพของน้ำเชื่อมกลูโคสหรือฟรุคโตส," การปฏิบัติการเทคโนโลยีของแป้ง (BIOT 424), 10-15, ภาควิชาเทคโนโยีชีวภาพ. คณะอุตสาหกรรมเกษตร, มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์, 2530.

นฤมล ศุภจรรยา, "การศึกษากลูโคสไอโซเมอเรสที่ผลิตโดยสเตรพโตมัยซีสสายพันธุ์ 190-1," วิทยานิพนธ์ปริญญามหาบัณฑิต ภาควิชาจุลชีววิทยา บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2526.

ฝ่ายข่าวเศรษฐกิจ, "วีระเตรียมปล่อยผีโรงงานไฮฟรัคโตส," เดลินิวส์, หน้า 7 1 ตุลาคม 2534.

ฝ่ายนโยบายและเศรษฐกิจน้ำตาล, "รายงานสถานการณ์น้ำตาลประจำเดือนธันวาคม 2534," สำนักงานคณะกรรมการอ้อยและน้ำตาลทราย, กระทรวงอุตสาหกรรม, 2535.

____. "สรุปสถานการณ์การผลิตน้ำตาลของประเทศไทย ในฤดูการผลิตปี 2533-2534," สำนักงานคณะกรรมการอ้อยและน้ำตาลทราย, กระทรวงอุตสาหกรรม, 2534.

ฝ่ายวิชาการ ธนาคารกสิกรไทย, "การบริโภคน้ำตาลภายในประเทศ : เป้าหมายที่ยังไม่ลุล่วง," สรุปข่าวธุรกิจ, 17(6), 10-21, 2529.

____. "High Fructose Syrup : ผลิตภัณฑ์เขย่าขวัญวงการน้ำตาลไทย," ส่องอุตสาหกรรม, 3(2), 1-11, 2530.

____. "High Fructose Corn Syrup : ผลิตภัณฑ์ใหม่ที่น่าสนใจ," สรุปข่าวธุรกิจ, 16(11), 7-14, 2528.

____. "High Fructose Syrup : ฤาฝันร้ายจะกลับมาเยือนระบบอ้อยและน้ำตาล," สรุปข่าวธุรกิจ, 20(20), 31-36, 2532.

ศิริลักษณ์ ธีระดากร, "การผลิตกลูโคสไอโซเมอเรสจาก Streptomyces sp. 190-1 ในถังหมัก," วิทยานิพนธ์ปริญญามหาบัณฑิต ภาควิชาเทคโนโลยีชีวภาพ บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2529.

สมบุญ ศุภผล, "การผลิตฟรัคโตสซีรัฟจากแป้งมันสำปะหลัง," วิทยานิพนธ์ปริญญามหาบัณฑิต ภาควิชาเคมีเทคนิค บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2525.

สมศักดิ์ ดำรงค์เลิศ, "ลักษณะคล้ายของไหลของฟลูอิดไดซ์เบด," ฟลูอิดไดซ์เบด, 5-7, สำนักพิมพ์จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, กรุงเทพมหานคร, 2528.

สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม, "มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมกลูโคสซีรัป มอก.278-2521," สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม กระทรวงอุตสาหกรรม, กรุงเทพมหานคร, 2521.

____. "มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมน้ำตาลทราย มอก.56-2530," (ฉบับแก้ไขครั้งที่ 2). สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม กระทรวงอุตสาหกรรม, กรุงเทพมหานคร, 2530.

____. "มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมแป้งมันสำปะหลัง มอก.274-2521," สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม. กระทรวงอุตสาหกรรม, กรุงเทพมหานคร, 2521.

ภาษาต่างประเทศ

Ananichev, A., "Preperation of Crystalline Fructose from a Glucose Fructose Syrups," Prikladanaya Biokhimyai Microbioligiya, 21(2), 260-264, 1985.

Andres, C., "Fructose Sweetener of Choice," Food Processing, 12, 27-28, 1987.

Anonymous, "Commits Capacity to Make 90 % HFCS for Reduced Calories Food Application," Food Engineering, 57, 45, 1985.

Barker, P.E. and E.K.E. Abusabah, "The Saparation of Synthetic Mixtures of Glucose and Fructose and Also Inverted Sucrose Feedstocks Using Countercurrent Chromatographic Techniques," Chromatographia, 20 (1), 9-12, 1985.

Barker, P.E. and G.A. Irlam, "Continuous Chromatographic Separation of Glucose-Fructose Mixture Using Anion-Exchange Resins," Chromatographia, 18 (10), 567-574, 1984.

Barker, S.A and J.G. Fleetwood, "Studies on Aspergillus niger Part IX. The Mechanism of Glucoamylase Action, "J. Am. Chem. Soc, 35, 4863-4871, 1975.

Beck, M., T. Kiesser, M. Perrier and W. Ba·er, "Modelling Glucose/ Fructose Isomerization with Immobilized Glucose Isomerase in Fixed and Fluid Bed Reactors," The Canadian Journal of Chemical Engineering, 64, 553-556, 1986.

Bernfeld, P., "Enzymes of Starch Degredation and Synthesis," Adv. in Enzymo, 12, 380-424, 1951.

_____. "Amylase ∝ and ß ," Methods in Enzymology. (Colowick P.S. and O.N. Kaplan eds.) Vol. I, pp. 149, Acadamic Press, New York, 1955.

Brautlecht, C.A. (ed), "Starch Its Sources : Production and Uses," pp. 11-18, Reinhold Publishing Corporation, New York, 1953.

Bucke, C., "Carbohydrate Transformation by Immobilized Cells," Biochem. Soc. Sym, Vol.48, pp. 25-38, Great Britain, 1978.

_____. "Industrial Glucose Isomerase," Enzyme and Fermentation Biotechnology (Wiseman, A. ed.), pp.147-171, John Wiley & Sons Inc., New York, 1977.

Chen, W.P., "Studies on Glucose Isomerase from Streptomyces fravogriseus," Dissertation Abstracts International, B 40(2)-601 : Order No. 79-17994, Oregon Univ., USA., 1979.

Chibata, I., "Immobilized Enzyme Research and Development," pp.1-147, Halsted Press, New York, 1978.

Corman, I. and A.F. Langlykke, "Action of Mold Enzyme in Starch Saccharification," Cereal Chem., 25, 191-201, 1948.

Demnerova, K., I. Safarik and B. Karlova, "Glucose Isomerase Extraction from Streptomyces nigrificans. A Comparison of Methods," Biotech. Lett., 4 (7), 431-435, 1982.

Denault, L.T. and L.A. Underkofler, "Conversion of Starch by Microbial Enzymes for Production of Syrups and Sugars," Cereal Chem., 40 (60), 618-629, 1963.

Durand, G. and J.M. Navarro, "Immobilized Microbial Cell," Process Biochem., 9, 14-23, 1978.

Frostell, G., P.H. Keyes and R.H. Larson, "Effect of Various Sugars and Sugar Substitutes on Dental Caries in Hemsters and Rats," J. Nutri., 93, 65-76, 1967.

Fry, J., "Sweetener Production, Consumption and Price Cycles 1987-1990 : The world picture," Sugar Y. Azucar, 82, 14-20, 1987.

Fujita, Y., A. Matsumoto, H. Ishikawa, T. Hishida, H. Kato and H. Takamisawa, "Process for the Isomerization of Glucose into Fructose," US. Pat., 4,008,124, 1977.

Golovina, N.S., I.I. Menyailova, E.G. Murina, L.A. Nakhapetyan, T.A. Ladur and T.S. Puchkova, "Production of Glucose-Fructose Syrup Using the Domestic Immobilized Glucose Isomerase `Imfrazim'," Sakharnaya Promyshlennost, 3, 42-44, 1985.

Greenwood, C.I., "Observation on the Structure of the Starch Granule," Polysaccharides in Food, (Blanshard, J.M.V. and J.R. Mitchell eds.), pp. 129-138, Butterworths, London, 1979.

Hafner, E.W., "Constitutive Producer of a Thermostable Glucose Isomerase," US. Pat., 4,551,430, 1985.

Hamada, N., T. Yamato and J. Fukumoto, " -Amylase Formation and Calcium Metabolism of Bacillus subtilis," Agric. Biol. Chem., 31, 1-6, 1967.

Hann, R.R., "Tailoring Starches for the Baking Industry," The Bakers Dugest, 43 (4), 48-52, 1969.

Hodgkin, J.A., "High Fructose : A Growing World Role," Sugar y Azucar, 82, 15-23, 1987.

Hoppe, K., "The Sweetness Intensity of Fructose," Labensm.-Ind., 33, 267-269, 1986.

Horwitz, W. (ed)., Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists, 13rd ed. Association of Official Analytical Chemists, Washington D.C., 1980.

Katwa, L.C. and M.R.R. Rao., "Immobilization of -amylase, Glucoamylase and Glucose Isomerase on Cyanogen Bromide Activated Sepharose-6MB," Biotech. Lett., 5 (3), 191-196, 1983.

Kumakura, M., I. Kaetsu, "Precoating of Microbial Cells by Hydrophobic Reagents on Immobilization," Biotech. Lett., 5 (3), 197-200, 1983.

Kuptserich, Y.E., "Chromatographic Separation of Fructose and Glucose from Their Aqueous Solution," Prikladnaya Biokhimiyai Mikrobiologiya 21 (1), 129-134, 1985.

Lai, C.L., "Studies on Immobilized Enzyme, I. Immobilization of Glucose Isomerase. Ko Hsuch Fa Chan Yueh Kan, 5 (2), 106-115, 19977.

Laszlo, L. and J. Kurtossy, "Glucose Isomerase and Isomerization of Glucose," Szeszipar, 30 (3), 81-86, 1962.

Leach, H.W., "Gelatinization of Starch, Starch : Chemistry and Technology," (Whistler, R.L. and E.F. Paschall eds.) Vol.1, pp. 289-307, Academic Press, New York, 1965.

Lloyd, N.E., "Process for Isomerizing Glucose," US. Pat., 4,411,996, 1983.

Macallister, R.V., N.E. Lloyd, R.G. Dworschack and W.J. Nelson., "Improvements in or Relating to Fructose-Contaning Syrups," Brit. Pat., 1,267,119, 1972.

Marshall, R.O. and E.R. Kooi, "Enzymatic Conversion of D-glucose to D-fructose. Science, 125, 648-649, 1957.

Matsuoka, H., Y. Koba and S. Ueda., "Alcoholic Fermentation of Sweet Potato without Cooking," J. Fermet. Technol., 60 (6), 599-602, 1982.

Meyer, L.H., Food Chemistry, Reinhold, New York, 1976.

Mitsubishi Acetetate Co., Ltd., "Preparation of Immdoilized Enzyme," Jpn. Pat., JP 5,928,475, 1984.

Moorhouse, J.A. and R.M. Kark., "Fructose and Diabetes. Am. J. Med., 23, 45-58, 1952.

Natake, M. and S. Yoshimura., "Studies on Glucose Isomerase of Bacteria. I. Formation of Glucose Isomerase by Acrobacter aerogenes Strain HN-56 and Its Relationship to Xylose Isomerase" Agric. Biol. Chem., 27, 342-348, 1963.

Newsome, R.L., "Sweeteners : Nutritive and Non-Nutritive," Food Techno., 8, 197-206, 1986.

Nitto Electric Industrial Co. Ltd., "Manufacture of Carriers for the Immobilization of Enzymes," Jpn. Pat. 57,207,603, 1982.

Nitto Electric Industrial Co. Ltd., "Preparation of Immobilized Enzymes," Jpn. Pat. 5,925,686, 1984.

NOVO Industri A/S., "NOVO Enzyme for the Conversion of Starch," Copenhagen, Denmark, 1987.

_____. "NOVO Method for Activity Determination of the Immobilized Glucose Isomerase-Sweetzyme T," Copenhagen, Denmark, 1987.

_____. "NOVO Method for the Determination of the Activity of Immobilized Glucose Isomerase," Copenhagen, Denmark, 1979.

_____. "Sweetzyme T : A New Immobilized Glucose Isomerase with High Productivity," Copenhagen, Denmark, 1987.

_____. "Use of Sweetzyme in the Production of High Fructose Syrup," Copenhagen, Denmark, 1987.

Odigboh, E.U., "Cassava : Production, Processing and Utilization," Handbook of Tropical Foods (Chan, H.T., Jr.ed.), pp.145-200, Marcel Dekker, New York, 1983.

Oliveri, R., E. Fascetti, L. Angelni and L. Degen., "Method for Producing Fructose and Fructose Syrups," Indian Pat. 151,310, 1983.

Osman, E.M., "Starch in Food Industry," Starch : Chemistry and Tecnology, (Whistler, R.L. and E.F. Paschall eds.) Vol.2, pp.163-215. Academic Press, New York, 1967.

Pansolli, P. and A. Barbaro, "Method and Apparatus for the Continuous Separation of Fructose from Glucose Starting from Invert Sugar or from Isomerized Glucose Syrups," Us. Pat. 4,443,267, 1984.

Park, Y.H., "Studies on Microbial Glucose Isometase 4 Characteristics of Immobilized Whole-cell Glucose Isomerase from Streptomyces spp.," Enzyme Microb. Technol., 2 (3), 227-233, 1980.

Peat, S., "The Biological Function of Starch," Starch and Its Derivatives, (Radley, J.A. ed.) 3rd ed. (revised). Vol.1. pp.5-24. John Wiley & Sons, New York, 1954.

Reed, G., "Enzyme in Food Processing," 2nd ed., 250 p., Academic Press, New York, 1975.

Richard, L.A., C. William and J.C. Bern., "Glucose Isomerase Production of High-Fructose Syrups," Applied Biochemistry and Bioengineering. (Lamuel, B.W., K.K. Ephrim and G.S. Leon, eds.) Vol.2, pp.97-155, Academic Press, New York, 1979.

Robinson, J.W. and Food Technical Service Staff, "Will high fructose corn syrup sweetener your future ?," Food Enginerring, 47 (5), 57-61, 1975.

Spalding, S.J., "Native Starches," International Flavors and Food Additives, 10 (1), 23-24, 1979.

Speck, J.C., Jr., "The Lobry de Bruyn-Alberda Van Ekenstein Transformation," Adv. Carbohyd. Chem., 13, 63-103, 1958.

Swinkles, J.J.M., "Difference Between Comercial Native Starches," International Marketing and Sales, Foxhol, 1983.

Takagi, T., H. Toda and T. Isemura, "Bacterial and Mold Amylase in the Enzyme," (3rd ed.) Vol.5, pp.235-271, Academic Press, New York, 1971.

Takasaki, Y. and O. Tanabe, "Formation of Fructose from Glucose by Bacteria. I. Properties of Glucose Isomerase," Hakko Kyokaishi, 20, 449-455, 1962.

_____. "NAD-linked D-glucose-isomerizing and D-mannose-isomerizing Enzyme form Paracolobactrum aerogenoides," Agric. Biol. Chem., 28, 740-741, 1964.

Takasaki, Y., Y. Kosuki and A. Kanbayashi, "Studies on Sygar Isomerizing Enzyme Purification, Crystalization and some Properties of Glucose Isomerase from Streptomyces sp.," Agric. Biol. Chem., 33, 1527-1534, 1969.

Tilburg, R.V., "Enzymatic Isomerization of Corn Starch-Based Glucose Syrups," Starch Conversion Technology, (Vanbeynum G.M.A. and J.A. Roels eds.), pp.175-236, Marcel Dekker, New York, 1985.

Trevan, M.D., Immobilized Enzyme. An Introduction and Applications in Biotechnology, pp.11-15, John Wiley & Sons, 1980.

Tsumura, N. and T. Kasumi, "Isomerizing Glucose with Enzyme Immobilized within Microbial Cell," US. Pat. 4,001,082, 1977.

_____. "Treatment of Microbial Cells," Jpn. Pat. 76/128,474, 1976.

Tsumura, N. and T. Sato, "Enzymatic Conversion of D-glucose to D-Fructose Part VI. Properties of the Enzyme from Streptomyces phaeochromogenes," Agric. Biol. Chem., 29, 1129-1134, 1965.

Ulezlo, I.V., A.A. Rezchikov, A.V. Ananichev and A.M. Bezborodova, "Highly purified glucose isomerase of Actimyces olivocinereus," Appl. Biochem. Microbiol. 16, 148-199, 1980.

Underkofler, L.A., "Fungal Amyolytic Enzyme," Fermentation, (1st ed.) 215 p., Academic Press, New York, 1954.

Voedingsraad, "Use of Fructose as a Sweetener in Product for Diabetics," Voeding, 45, 215-220, 1984.

Wiseman, A., "Handbook of Enzyme Biotechnology., 1020 p. John Wiley & Sons, London, 1978.

Wurzburg, O.B., "Starch in the Food Industry," Handbook of Food Additives. (Furia, T.E. ed.) 2nd ed., Vol.1, pp.361-395, CRC Press, New York, 1972.

Zemek, J., B. Kadlecikova, L. Kuniak, S. Kucar and A.K. Kratochilova, "Conversion of D-glucose to D-fructose Catalized by Yeasts and Yeast-Like Organism," Bulletin Potravinarskeho Vyskumu, Special Issue, pp.45-53, Bratislava, Czechoslovakia, 1984

ภาคผนวก ก

คุณลักษณะที่ต้องการสำหรับแป้งมันสำปะหลังและการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี

(A.O.A.C., 1980; มอก. 274,2521)

1. คุณลักษณะที่ต้องการสำหรับแป้งมันสำปะหลัง

ตารางผนวกที่ 1 คุณลักษณะที่ต้องการสำหรับแป้งมันสำปะหลัง

คุณลักษณะ		ชั้น คุณภาพ 1	ชั้น คุณภาพ 2	ชั้น คุณภาพ 3	วิธีทดสอบ ตามข้อ
ความชื้น ร้อยละ	ไม่เกิน	13	14	14	2.1
แป้ง ร้อยละ (ของน้ำหนักเมื่ออบแห้ง)	ไม่น้อยกว่า	97.5	96	94	2.2
เถ้า ร้อยละ (ของน้ำหนักเมื่ออบแห้ง)	ไม่เกิน	0.15	0.3	0.5	2.3
เถ้าที่ไม่ละลายในกรด (acid insoluble ash) ร้อยละ (ของน้ำหนักเมื่ออบแห้ง)	ไม่เกิน	0.05	0.10	0.15	2.4
โปรตีน ร้อยละ (ของน้ำหนักเมื่ออบแห้ง)	ไม่เกิน	0.3	0.3	0.3	2.5
ความเป็นกรด-ด่าง		4.5 ถึง 7	3.5 ถึง 7	3.0 ถึง 7	2.6

2. การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของแป้งมันสำปะหลัง

2.1 ปริมาณความชื้น (A.O.A.C., 1980 - 14.004)

2.1.1 อบจานอะลูมิเนียมพร้อมด้วยฝาปิดในตู้อบไฟฟ้า ที่อุณหภูมิ 105-107 องศาเซลเซียส นาน 15 นาที นำออกมาใส่เดสซิเคเตอร์ ทิ้งไว้ให้เย็นแล้วนำไปชั่ง

2.1.2 ชั่งน้ำหนักตัวอย่างแป้งประมาณ 2 กรัม (ทราบน้ำหนักแน่นอน) ใส่ในจานอะลูมิเนียมที่ทราบน้ำหนักแน่นอนแล้ว

2.1.3 นำไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 130 $\pm$ 3 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง หรือจนได้น้ำหนักคงที่

2.1.4 นำมาทำให้เย็นในเดสซิเคเตอร์ ชั่งน้ำหนัก

การคำนวณ

$$\text{ปริมาณความชื้น ร้อยละของน้ำหนัก} = \frac{100\ (W_1 - W_2)}{W_1 - W}$$

เมื่อ W คือ น้ำหนักของจานอะลูมิเนียม (กรัม)

W_1 คือ น้ำหนักของจานอะลูมิเนียมและตัวอย่างก่อนอบ (กรัม)

W_2 คือ น้ำหนักของจานอะลูมิเนียมและตัวอย่างหลังจากอบแห้งแล้ว (กรัม)

2.2 ปริมาณแป้ง

การเตรียม Fehling A ชั่งคอบเปอร์ซัลเฟต 34.639 กรัม ละลายในน้ำกลั่นให้เป็น 500 มิลลิลิตร เก็บสารละลายเป็นเวลา 1-2 วัน แล้วกรองสารละลายด้วยกระดาษกรอง

การเตรียม Fehling B ชั่งโปตัสเซียมโซเดียมตาเตรท 173 กรัม และโซเดียมไฮดรอกไซด์ 50 กรัม ละลายสารทั้งสองในน้ำกลั่นให้มีปริมาตรเป็น 500 มิลลิลิตร เก็บสารละลายเป็นเวลา 1-2 วัน แล้วกรองสารละลายด้วยกระดาษกรอง

2.2.1 ชั่งตัวอย่างแป้ง 2 กรัม (น้ำหนักแห้ง)

2.2.2 นำไปย่อยโดยเติมกรดเกลือความเข้มข้นร้อยละ 37 จำนวน 10 มิลลิลิตร และน้ำ 20 มิลลิลิตร

2.2.3 ต้มโดย reflux เป็นเวลา 2 ชั่วโมง 30 นาที แล้วทิ้งให้เย็น

2.2.4 นำมาทำให้เป็นกลางด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ แล้วเติมน้ำกลั่นให้มีปริมาตรครบ 250 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากัน

2.2.5 กรองผ่านกระดาษกรอง Whatman No.1 เอาสารละลายนี้ใส่ในบุเรต

2.2.6 เตรียมสารละลาย Fehling โดยปิเปต Fehling A และ B อย่างละ 5 มิลลิลิตร ใส่ในขวดชมพู่ตั้งบนเตาให้เดือดแล้วไตเตรทกับสารละลายในข้อ 2.2.5 แล้วต้มให้เดือดจนใกล้ถึง end point ซึ่งสารละลายที่ได้จะมีสีน้ำตาลแดง

2.2.7 หยดเมทิลีน บลู 2-3 หยด แล้วรอจนสารละลายเดือด จึงเติมสารละลายในข้อ 2.2.5 ลงไปทีละหยดจนกระทั่งสีของเมทิลีน บลู จางหายไป และเกิดตะกอนสีน้ำตาลแดง

การหาแฟคเตอร์ของสารละลายมาตรฐาน Fehling

1. ชั่งน้ำตาลกลูโคส 1 กรัม ละลายในน้ำกลั่น 250 มิลลิลิตร
2. ไตเตรทกับสารละลาย Fehling เช่นเดียวกับข้อ 2.2.6 และ 2.2.7

การคำนวณ

$$F = \frac{\text{น้ำหนักกลูโคส (กรัม) x titer (มิลลิลิตร)}}{250}$$

$$\text{ปริมาณแป้ง (ร้อยละ)} = \frac{F \times 250 \times 100 \times 0.9}{(X \times Y)(100-M)} \times 100$$

เมื่อ F = แฟคเตอร์ของสารละลายมาตรฐาน

X = ปริมาตรของสารละลายที่ใช้ในการไตเตรท

Y = น้ำหนักของตัวอย่าง (กรัม)

M = ปริมาณความชื้น (ร้อยละ)

2.3 <u>ปริมาณเถ้า</u> (A.O.A.C., 1980 - 14.006)

2.3.1 นำจานกระเบื้องเคลือบ (crucible) ไปเผาที่อุณหภูมิ 550 °ซ จนน้ำหนักคงที่ ชั่งน้ำหนักที่แน่นอน

2.3.2 ชั่งตัวอย่างประมาณ 1 กรัม (ทราบน้ำหนักแน่นอน) ใส่ในจานกระเบื้องเคลือบ

2.3.3 นำไปเผาที่อุณหภูมิ 550 °ซ จนได้น้ำหนักคงที่

2.3.4 นำมาทำให้เย็นในเดสซิเคเตอร์ ชั่งน้ำหนัก

การคำนวณ

$$\text{ปริมาณเถ้าร้อยละของน้ำหนักเมื่ออบแห้ง} = \frac{W_2 - W}{(W_1 - W)(100-M)} \times 10^4$$

เมื่อ W คือ น้ำหนักจานกระเบื้องเคลือบหลังจากเผาจนได้น้ำหนักคงที่ (กรัม)

W_1 คือ น้ำหนักจานกระเบื้องเคลือบหลังจากเผาจนได้น้ำหนักคงที่และตัวอย่างก่อนเผา (กรัม)

W_2 คือ น้ำหนักจานกระเบื้องเคลือบและตัวอย่างหลังจากเผาจนได้น้ำหนักคงที่ (กรัม)

M คือ ปริมาณความชื้น (ร้อยละ)

2.4 ปริมาณเถ้าที่ไม่ละลายในกรด (acid insoluble ash)

2.4.1 หยดกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น จำนวน 5 มิลลิลิตร ลงในเถ้าในจานกระเบื้องเคลือบ ตั้งบนอ่างน้ำเดือดจนแห้ง แล้วเติมกรดไฮโดรคลอริกเจือจาง (5 นอร์มอล) จำนวน 25 มิลลิลิตร ปิดด้วยกระจก (watch glass) ทำให้ร้อนบนอ่างน้ำเดือดนาน 15 นาที

2.4.2 กรองทันทีด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42 ล้างด้วยน้ำร้อนจนหมดคลอไรด์ นำกระดาษกรองพร้อมด้วยเถ้าที่ไม่ละลายในกรดใส่จานกระเบื้องเดิม

2.4.3 นำไปอบให้แห้งในตู้อบไฟฟ้า ที่อุณหภูมิ 105 ถึง 110 องศาเซลเซียส แล้วเผาในเตาเผาไฟฟ้า ที่อุณหภูมิ 600 $\pm$ 20 องศาเซลเซียส นานประมาณ 1 ชั่วโมง นำออกมาใส่ในเดสซิเคเตอร์ ทิ้งไว้ให้เย็นในอุณหภูมิห้อง แล้วนำไปชั่งจนได้น้ำหนักคงที่

การคำนวณ

$$\text{เถ้าที่ไม่ละลายในกรด} = \frac{W_2 - W}{(W_1 - W)\ (100 - M)} \times 10^4$$

$$\text{ร้อยละของน้ำหนักเมื่ออบแห้ง}$$

เมื่อ W คือ น้ำหนักจานกระเบื้องเคลือบหลังจากเผาจนได้น้ำหนักคงที่ (กรัม)

W_1 คือ น้ำหนักจานกระเบื้องเคลือบหลังจากเผาจนได้น้ำหนักคงที่และตัวอย่างก่อนเผา (กรัม)

W_2 คือ น้ำหนักจานกระเบื้องเคลือบและเถ้าที่ไม่ละลายในกรดหลังจากเผาจนได้น้ำหนักคงที่ (กรัม)

M คือ ปริมาณความชื้น (ร้อยละ)

2.5 ปริมาณโปรตีน Kjeldahl method (A.O.A.C., 1980 - 2.062)

2.5.1 ชั่งตัวอย่าง 0.7-2.2 กรัม (น้ำหนักแห้ง) ใส่ใน Kjeldahl flask

2.5.2 เติมเมอคิวริกออกไซด์ Ø.7 กรัม และโปตัสเซียมซัลเฟต 15 กรัม

2.5.3 เติมกรดซัลฟุริกเข้มข้น 25 มิลลิลิตร

2.5.4 นำไปย่อยบนเตาไฟจนได้ของเหลวใส ตั้งทิ้งไว้ให้เย็น

2.5.5 เติมน้ำกลั่นลงไปประมาณ 2ØØ มิลลิลิตร

2.5.6 เติมสารละลายไทโอซัลเฟตลงไปเพื่อตกตะกอนปรอท

2.5.7 เตรียมสารละลายมาตรฐานกรดซัลฟุริกความเข้มข้น Ø.1 นอร์มอล ปริมาตร 2Ø มิลลิลิตร เพื่อใช้เป็นตัวจับแอมโมเนียที่กลั่นได้จากตัวอย่าง หยดเมทิลเรด 5-7 เพื่อใช้เป็นอินดิเคเตอร์

2.5.8 ใส่เม็ดโซเดียมไฮดรอกไซด์ 37.5 กรัม ลงในตัวอย่าง แล้วนำมากลั่นด้วยไอน้ำ

2.5.9 นำสารละลายที่กลั่นได้ในกรดซัลฟุริก มาไตเตรทด้วยสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น Ø.1 นอร์มอล จนกระทั่งสารละลายเปลี่ยนสี

การคำนวณ

$$\text{ไนโตรเจน (ร้อยละ)} = \frac{\{(AxN_1 - BxN_2)\} \times 1.4Ø07}{S}$$

เมื่อ A = ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานกรดซัลฟุริกที่ใช้กับสารตัวอย่าง (มิลลิลิตร)

N_1 = ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานกรดซัลฟุริกในหน่วยของนอร์มอล

B = ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ ที่ใช้กับสารละลายที่กลั่นได้ (มิลลิลิตร)

N_2 = ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ ในหน่วยของนอร์มอล

โปรตีน (ร้อยละ) = ไนโตรเจน (ร้อยละ) x 6.25

2.6 ความเป็นกรด-ด่าง (A.O.A.C., (1980-14.022)

2.6.1 ละลายแป้งจำนวน 25 กรัม ในน้ำกลั่นจำนวน 50 มิลลิลิตร

2.6.2 ตรวจสอบเครื่องมือวัดความเป็นกรด-ด่าง โดยใช้สารละลายมาตรฐานบัฟเฟอร์ที่มีความเป็นกรด-ด่าง 4 และ 7

2.6.3 วัดค่าความเป็นกรด-ด่าง ของตัวอย่างโดยใช้เครื่องมือวัดความเป็นกรด-ด่าง ที่อุณหภูมิห้อง

ภาคผนวก ข

การเตรียมสารละลายกรดไดไนโตรซาลิไซลิก

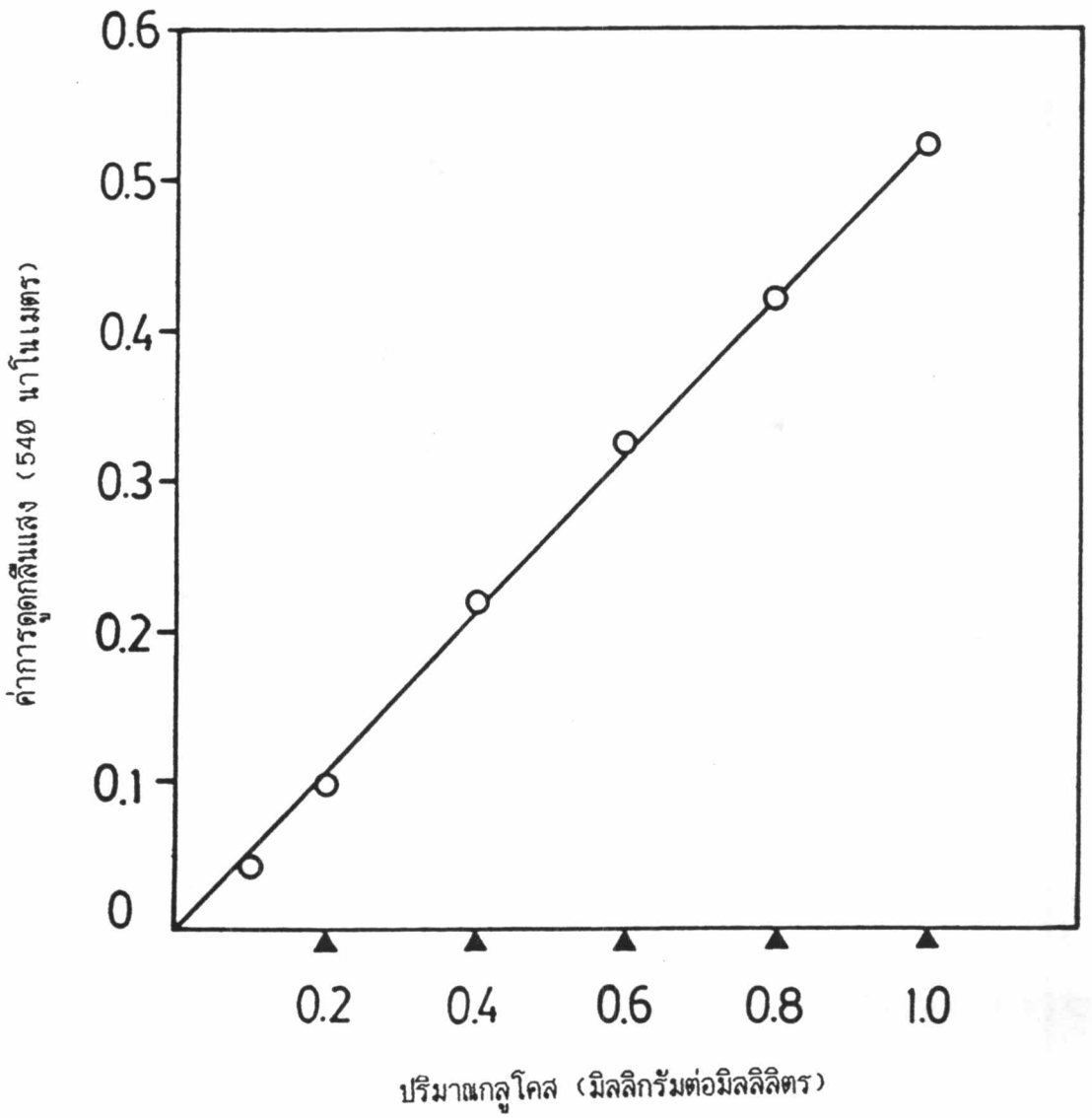
(dinitrosalicylic acid; DNSA reagent)

ละลายกรดไดไนโตรซาลิกน้ำหนัก 1 กรัม ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 2 โมลาร์ ปริมาตร 20 มิลลิลิตร เติมโซเดียม โปตัสเซียมตาเตรท 30 กรัม เติมน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตรทั้งหมดเท่ากับ 100 มิลลิลิตร เก็บสารละลายในขวดสีน้ำตาล

ภาคผนวก ค

กราฟมาตรฐานสำหรับหาปริมาณน้ำตาลรีดิวซิ่งโดยวิธีของ Bernfeld

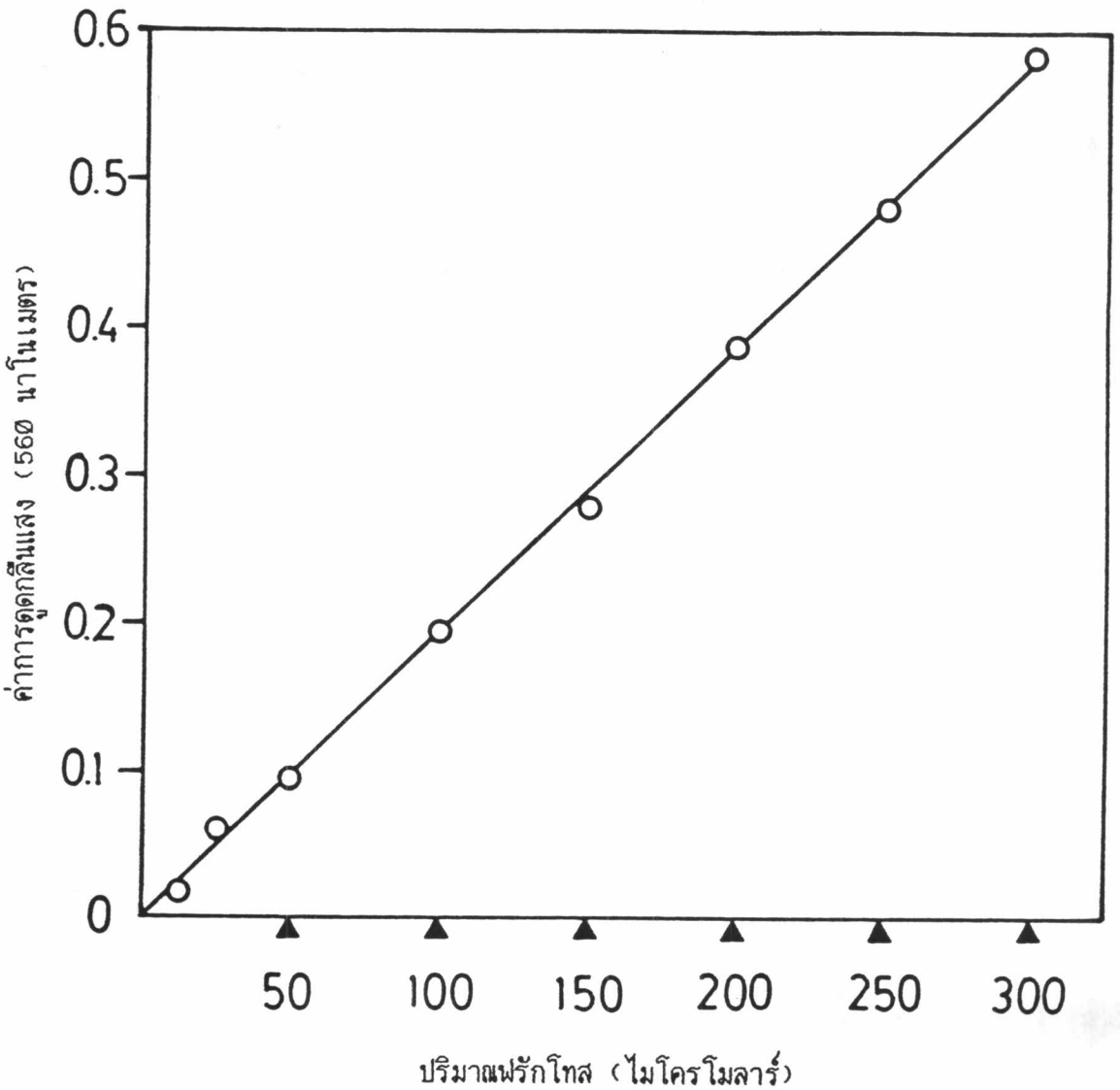
(Bernfeld, 1957)



ภาคผนวก ง

กราฟมาตรฐานสำหรับหาน้ำตาลฟรักโทส โดยวิธีของ Marshall และ Kooi

(Marshall และ Kooi, 1979)



ภาคผนวก จ

การวัดความเข้มสีของน้ำเชื่อมกลูโคสหรือฟรักโทส

ดัดแปลงจาก มอก. 56-2516 และประกาศกระทรวงอุตสาหกรรม ฉบับที่ 1011 พ.ศ.2529 (ข้อ 7.11)

วิธีวัด

1.1 นำน้ำเชื่อมกรองผ่านกระดาษกรองวัตแมน เบอร์ 42 โดยใช้เครื่องกรองสูญญากาศ

1.2 ปรับพีเอชของน้ำเชื่อมให้ได้พีเอช 7.0 ด้วย 0.1 โมลาร์ สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ หรือ 0.1 โมลาร์ สารละลายกรดไฮโดรคลอริก

1.3 นำสารละลายที่กรองได้ไปวัดค่าการดูดกลืนแสงโดยใช้สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ที่ความยาวคลื่น 420 นาโนเมตร ใช้น้ำกลั่นเป็นตัวเทียบ

การคำนวณ

$$\text{ความเข้มสีของน้ำเชื่อม (ICUMSA* color index)} = \frac{As}{bc} \times 1000$$

เมื่อ As = ค่าการดูดกลืนแสง ที่ 420 นาโนเมตร

b = ความยาวของเซลล์ที่ใช้ (เซนติเมตร)

c = ความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่าง (มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร)

* ICUMSA = International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis

ภาคผนวก ฉ

การคำนวณหาแอคติวิตีของ Sweetzyme T ตามวิธีของ NOVO Industri (NOVO Industri A/S, 1987)

1. การคำนวณแอคติวิตีของ Sweetzyme T

$$IGIU/g = 0.926 \frac{F}{W} \cdot Xe \cdot Ds \cdot \ln \frac{Xe}{Xe-X} \quad .....(1)$$

เมื่อ 0.926 = unit conversion factor (g/h, μ mol/min)

F = Syrup flow rate (g/h)

W = enzyme weight (g)

Xe = equilibrium conversion (0.507 at 60 °C)

Ds = substrate glucose (% w/w)
(คำนวณจากสมการที่ 5)

X = outlet syrup conversion
(คำนวณจากสมการที่ 7)

การคำนวณค่า X จากเครื่องโพลาริมิเตอร์

ซึ่ง
$$X = \frac{[\alpha]G}{[\alpha]G-[\alpha]F} \cdot 1-\frac{[\alpha]S \cdot 100}{[\alpha]G.L.Ds.\rho} \quad .....(2)$$

เมื่อ $[\alpha]G$ = specific rotation of glucose (53.5 at 20 °C)

$[\alpha]F$ = specific rotation of fructose(-95.9 at 20 °C)

$[\alpha]S$ = sample rotation

L = cuvette lenght (cm)

ρ = substrate density (at 20 °C)

ซึ่ง $\rho = 0.00516 \cdot Ds + 0.9663$ .....(3)

การคำนวณหา substrate glucose (Ds); จากสมการที่ 2 ถ้ากำหนดให้ค่า X = 0, สมการลดรูปเป็น

$$[\alpha]sub. \frac{100}{[\alpha]G.L} = Ds.\rho \quad .....(4)$$

$[\alpha]sub$ = glucose substrate rotation

แทนค่า ρ (สมการ 3) ลงในสมการ 4

$$\therefore Ds = -93.63 + \sqrt{8767.27 + \{362.24.\frac{[\alpha]sub}{L}\}} \quad ...(5)$$

การคำนวณหา conversion (X); แทนค่า $\{[\alpha]sub.\frac{100}{[\alpha]G.L}\}$ จากสมการ 4 ลงในสมการ 2

$$\therefore X = \frac{[\alpha]G}{[\alpha]G-[\alpha]F} \cdot \frac{[\alpha]sub - [\alpha]S}{[\alpha]sub} \quad .....(6)$$

ซึ่ง $\frac{[\alpha]G}{[\alpha]G-[\alpha]F} = \frac{53.5}{(53.5+95.9)} = 0.358$

$$\therefore X = 0.358 \cdot \frac{[\alpha]sub - [\alpha]S}{[\alpha]sub} \quad .....(7)$$

2. **การหาปริมาณ Dry substance (กลูโคส) ในสารละลายไฮโดรไลเซท โดยใช้ Hand Refractometer**

วิธีการ อ่านค่าองศาบริกส์จาก Hand Refractometer ได้เท่าไร แล้วบวกลบค่าใน Correction factor เพื่อหาค่าที่อ่านได้ที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส คำนวณค่า Dry substance (glucose)

จาก Dry substance = % Rt + C

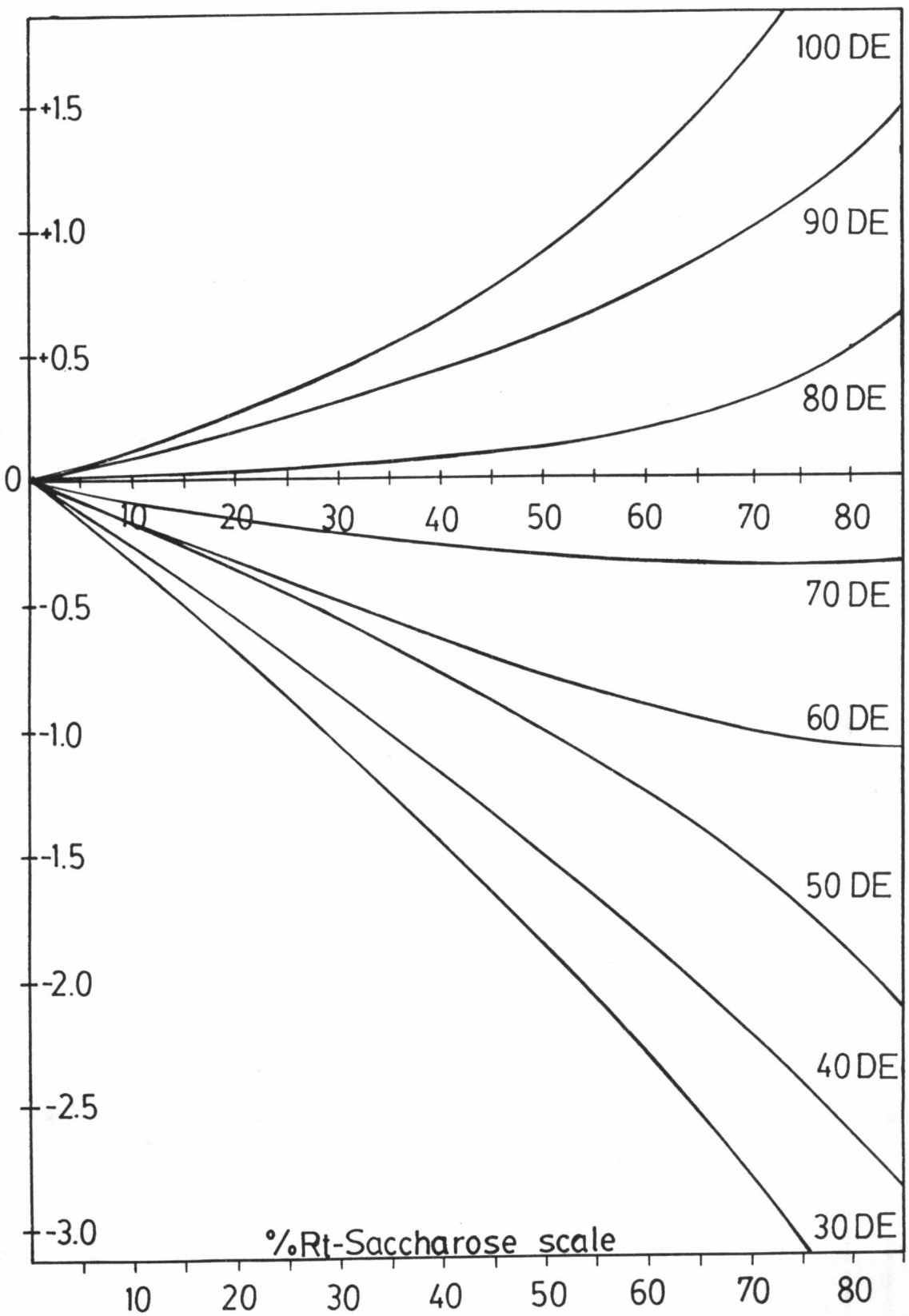
โดยที่ % Rt = ค่าที่อ่านได้จาก Hand Refractometer ที่ 20 องศาเซลเซียส

C = ค่า Correction factor ที่อ่านได้จาก Nomograph (ในรูปผนวกที่ 1)

หรือจากความสัมพันธ์ของ Dry substance / Refractive Index / Brix ที่ 20°C ;

Dry substance = Refraction Index = (Brix Refractometer) = (Brix Hydometer)

1.4646 69.6 69.9



รูปผนวกที่ 1 Nomograph สำหรับหาค่า Correction factor

ภาคผนวก ช

ข้อกำหนดคุณลักษณะที่ต้องการ วัตถุเจือปนในอาหาร และสารปนเปื้อน และการวิเคราะห์กลูโคสซีรัป (มอก. 268 – 2521)

1. **คุณลักษณะทางเคมี** ให้เป็นไปตามที่กำหนดในตารางผนวกที่ 2

ตารางผนวกที่ 2 คุณลักษณะทางเคมี

รายการ	ปริมาณที่กำหนด	วิธีทดสอบตามข้อ
ปริมาณของแข็งทั้งหมด (total solid content) ต่ำสุด ร้อยละของน้ำหนัก	70	ช 4.1
สมมูลเดกซ์โตรส ต่ำสุด ร้อยละของน้ำหนัก	20	ช 4.2
เถ้าซัลเฟต (sulphated ash) สูงสุด ร้อยละของน้ำหนักกลูโคสซีรัปที่แห้ง	1.0	ช 4.3
ความเป็นกรด-ด่าง (pH)	4.8 ถึง 5.5	ช 4.4

2. **<u>วัตถุเจือปนในอาหาร</u>** ห้ามใช้วัตถุเจือปนในอาหารอื่นใด นอกจากที่กำหนดในตารางผนวกที่ 3

<u>ตารางผนวกที่ 3</u> วัตถุเจือปนในอาหาร

	ปริมาณสูงสุดที่ยอมให้มีได้ (มิลลิกรัม/กิโลกรัม)	วิธีทดสอบตามข้อ
ซัลเฟอร์ไดออกไซด์	40	ช 4.5
ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ในกลูโคสซีรัปที่ใช้ในทางเภสัชกรรมโดยเฉพาะ	20	ช 4.5
ซัลเฟอร์ออกไซด์ในกลูโคสซีรัปที่ใช้ในอุตสาหกรรมขนมหวาน (confectionerry) โดยเฉพาะ	400	ช 4.5

3. **<u>สารปนเปื้อน</u>** สารปนเปื้อนที่ยอมให้มีได้ต้องมีปริมาณสูงสุดไม่เกินที่กำหนดในตารางผนวกที่ 4

<u>ตารางผนวกที่ 4</u> สารปนเปื้อน

	ปริมาณสูงสุดที่ยอมให้มีได้ (มิลลิกรัม/กิโลกรัม)	วิธีทดสอบตามข้อ
อาร์เซนิก (As)	1	ช 4.6
ทองแดง (Cu)	5	ช 4.7
ตะกั่ว (Pb)	2	ช 4.8

4. การตรวจคุณลักษณะทั่วไปของน้ำเชื่อมฟรักโทส

4.1 ปริมาณของแข็งทั้งหมด

4.1.1 วิธีวิเคราะห์ ชั่งกีเซลกัว 30 กรัม ใส่ในถ้วย นำถ้วยพร้อมฝาปิดและแท่งแก้วสำหรับคน ใส่ในตู้อบสูญญากาศที่อุณหภูมิ 100 ± 1 องศาเซลเซียส ความดันไม่เกิน 25 มิลลิเมตรของปรอท เป็นเวลา 5 ชั่วโมง หลังจากนั้นให้ปิดเครื่องสูบสูญญากาศแล้วค่อย ๆ ปล่อยอากาศแห้งจากเครื่องทำให้อากาศแห้งเข้าในตู้อบสูญญากาศ จนกระทั่งถึงระดับความดันบรรยากาศ ก่อนที่จะนำถ้วยออกจากตู้อบสูญญากาศให้วางแท่งแก้วสำหรับคนไว้ในถ้วยและปิดฝาด้วย นำไปใส่ในเดสซิเคเตอร์ ทิ้งไว้ให้เย็นเป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วชั่งให้ทราบน้ำหนักแน่นอน (m_1) ชั่งตัวอย่างประมาณ 8 ถึง 10 กรัม ให้ทราบน้ำหนักแน่นอน โดยให้ละเอียดถึง 0.001 กรัม (m_0) ในบีกเกอร์ที่แห้ง เติมน้ำอุ่น 10 ลูกบาศก์เมตร ใช้แท่งแก้วคนให้เข้ากัน แล้วถ่ายตัวอย่างทั้งหมดลงในถ้วยที่บรรจุกีเซลกัว โดยใช้น้ำกลั่นที่อุ่นครั้งละ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ล้าง 3 ครั้ง คนจนกระทั่งตัวอย่างและกีเซลกัวเป็นเนื้อเดียวกัน นำถ้วยบรรจุตัวอย่าง ฝาปิดและแท่งแก้วอบในตู้อบสูญญากาศเป็นเวลา 5 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 100 ± 1 องศาเซลเซียส ความดันไม่เกิน 25 มิลลิเมตรของปรอท ในระหว่างนี้ค่อย ๆ ปล่อยอากาศผ่านเครื่องทำให้อากาศแห้งเข้าในตู้อบสูญญากาศ

หลังจากอบครบ 5 ชั่วโมง แล้วให้ปิดเครื่องสูบสูญญากาศและปล่อยให้อากาศผ่านเครื่องทำให้อากาศแห้ง เข้าในตู้อบสูญญากาศจนกระทั่งถึงระดับความดันบรรยากาศ นำถ้วยออกจากตู้อบสูญญากาศใช้แท่งแก้วบดกีเซลกัวแล้วอบเช่นเดียวกับครั้งแรกเป็นเวลา 10 ชั่วโมง ก่อนนำจานออกจากตู้อบสูญญากาศให้ปิดฝาก่อน นำไปใส่เดสซิเคเตอร์ ทิ้งไว้ให้เย็นเป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วชั่งน้ำหนัก นำไปอบในตู้อบสูญญากาศอีกครั้งเป็นเวลา 5 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นในเดสซิเคเตอร์ แล้วชั่งน้ำหนัก ทำซ้ำจนกระทั่งได้น้ำหนักที่คงที่ (m_2)

4.1.2 วิธีคำนวณ

$$\text{ปริมาณของแข็งทั้งหมด} = (m_2 - m_1)\ \frac{100}{m_0}$$

ร้อยละของน้ำหนัก

เมื่อ m_0 คือ น้ำหนักตัวอย่าง เป็นกรัม

m_1 คือ น้ำหนักถ้วย ฝาปิด แท่งแก้วสำหรับคนและกีเซลกัว เป็นกรัม

m_2 คือ น้ำหนักถ้วย ฝาปิด แท่งแก้วสำหรับคนและกีเซลกัว และตัวอย่างหลังจากทำให้แห้งแล้ว เป็นกรัม

4.2 สมมูลเดกซ์โทรสตามวิธีของเลนและอีย์นอน (Lane and Eynon's volumetric method)

4.2.1 สารละลายที่ใช้และวิธีเตรียม

สารละลายเฟห์ลิง (Fehling's solution)

(1) สารละลาย ก. ละลายคอปเปอร์ซัลเฟตเพนตะไฮเดรต ($CuSO_4.5H_2O$) 34.64 กรัม ในน้ำกลั่น แล้วเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตรครบ 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร

(2) สารละลาย ข. ละลายโปตัสเซียมโซเดียมตาร์เตรตเตตระไฮเดรต ($KNa\ C_4\ H_4\ O_6.4H_2O$) 173 กรัม และโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) 50 กรัม ในน้ำกลั่น แล้วเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตรครบ 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร

ผสมสารละลาย ก. และ ข. เข้าด้วยกัน ตั้งทิ้งไว้ 1 วัน ที่อุณหภูมิห้องแล้วกรอง เมทิลีนบลูอินดิเกเตอร์ (methylene blue indicator) ละลายเมทิลีนบลู 1 กรัม ในน้ำกลั่น 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

4.2.2 การหาค่ามาตรฐานของสารละลายเฟห์ลิง (Standardization of Fehling's solution) เมื่อเตรียมสารละลายเฟห์ลิงแล้วให้นำมาหาค่ามาตรฐานโดยการติเตรตกับสารละลายมาตรฐานน้ำตาลเดกซ์โทรส ดังนี้

อบเดกซ์โทรสบริสุทธิ์จำนวนหนึ่งให้แห้งในตู้อบสูญญากาศเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ชั่งเดกซโตรสนี้มา 5.00 กรัม ละลายในน้ำกลั่นแล้วถ่ายใส่ขวดตวงมาตรฐานขนาด 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน ใช้ปิเปตดูดสารละลายเฟห์ลิง 25.0 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ในขวดแก้วชนิดทนความร้อน ต้มให้เดือดแล้วติเตรตกับสารละลายมาตรฐานน้ำตาลเดกซ์โทรสตามวิธีในข้อ 4.2.4 จดปริมาตรสารละลายมาตรฐานน้ำตาลเดกซ์โทรสที่ใช้ในข้อ 4.2.4.2 (A)

4.2.3 วิธีเตรียมตัวอย่าง ให้ใช้ตัวอย่างในปริมาณที่เมื่อนำมาละลายน้ำแล้วจะได้สารละลายที่มีปริมาณน้ำตาลรีดิวซิงประมาณร้อยละ 1 ชั่งตัวอย่างให้ทราบน้ำหนักอย่างแน่นอน (m_o) ถ่ายใส่ขวดตวงมาตรฐานขนาด 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร โดยใช้น้ำร้อนเป็นตัวทำละลาย ทิ้งไว้ให้เย็นจนถึงอุณหภูมิห้อง แล้วเติมน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมตร เขย่าให้เข้ากัน

4.2.4 วิธีติเตรต

4.2.4.1 วิธีติเตรตแบบอินครีเมนตัล (incremental method of titration) การวิเคราะห์แบบนี้เป็นการวิเคราะห์เพื่อต้องการทราบว่าควรใช้สารละลายตัวอย่างกลูโคสซีรัปประมาณกี่ลูกบาศก์เซนติเมตรในการติเตรตกับสารละลายเฟห์ลิงเพื่อจะได้ใช้เป็นแนวทางสำหรับหาปริมาตรที่แน่นอนของสารละลายตัวอย่าง ที่จะใช้ในวิธีวิเคราะห์แบบมาตรฐานต่อไป

ใช้ปิเปตดูดสารละลายเฟห์ลิง 25.0 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ลงในขวดแก้วก้นแบนชนิดทนความร้อนขนาด 300 ถึง 400 ลูกบาศก์เซนติเมตร บรรจุสารละลายตัวอย่างในบุเร็ตชนิดที่มีก้านยาวยื่นต่อออกมาเพื่อความสะดวกในการติเตรต ไขสารละลายตัวอย่างประมาณ 15 ลูกบาศก์เซนติเมตร จากบุเร็ตลงในขวดแก้วก้นแบนชนิดทนความร้อนซึ่งมีสารละลายเฟห์ลิงอยู่ เขย่าให้เข้ากันและต้มให้เดือดโดยใช้ตะเกียงบุนเสน เมื่อเดือดได้ 10 ถึง 15 วินาทีแล้ว หากสารละลายเฟห์ลิงยังคงมีสีน้ำเงินอยู่ให้ไขสารละลายตัวอย่างไปอีกครั้งละ 5 ถึง 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร เขย่าและปล่อยให้เดือดต่อ 2 ถึง 3 วินาที ถ้าสารละลายเฟห์ลิงยังคงมีสีน้ำเงินอยู่ก็ให้ทำเช่นนี้เรื่อย ๆ ไปจนกระทั่งสีน้ำเงินของสารละลายเฟห์ลิงจางลง เติมสารละลายเมทิลีนบลูลงไป 3 ถึง 4 หยด ติเตรตต่อไปแต่ให้ใช้สารละลายตัวอย่างครั้งละ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร หรือน้อยกว่านั้นจนกระทั่งสีน้ำเงินของเมทิลีนบลูหายไป ในระหว่างติเตรตจะต้องให้สารในขวดแก้วเดือด และควรเขย่าให้เข้ากันตลอดเวลา จดจำนวนลูกบาศก์เซนติเมตรของสารละลายตัวอย่างที่ใช้ไป

4.2.4.2 วิธีติเตรตแบบมาตรฐาน (standard method of titration) ใช้วิธีเดียวกับวิธีติเตรตแบบอินครีเมนตัล แต่เนื่องจากทราบจำนวนลูกบาศก์เซนติเมตรของสารละลายตัวอย่างที่จะวิเคราะห์อยู่แล้ว ในตอนแรกสารละลายตัวอย่างที่ไข

ลงไปในขวดแก้วจะต้องให้มีปริมาตรน้อยกว่าจำนวนที่ทราบค่าแล้ว ตามวิธีติเตรตแบบอินครีเมนตัลประมาณ Ø.5 ถึง 1.Ø ลูกบาศก์เซนติเมตร และหลังจากต้มให้เดือด 2 นาที พอดีแล้วจึงเติมสารละลายเมทิลีนบลูลงไป 3 ถึง 4 หยด ติเตรตต่อไปโดยใช้สารละลายตัวอย่างครั้งละ 2 ถึง 3 หยด จนกระทั่งสีน้ำเงินของเมทิลีนบลูหายไป การเติมแต่ละครั้งให้ห่างกันประมาณ 1Ø วินาที การติเตรตนี้ต้องให้เสร็จภายใน 1 นาที นับตั้งแต่เติมสารละลายเมทิลีนบลู ในระหว่างติเตรตจะต้องให้สารในขวดแก้วเดือดและควรเขย่าให้เข้ากันตลอดเวลา จดจำนวนลูกบาศก์เซนติเมตรของสารละลายตัวอย่าง (V)

4.2.5 วิธีคำนวณ

4.2.5.1 ปริมาณน้ำตาลรีดิวซ์ (คิดเป็นเดกซ์โทรส) $= \frac{5ØØ \times A}{V \times m_o}$

เมื่อ A คือ ปริมาตรสารละลายมาตรฐานน้ำตาลเดกซ์โทรสที่ใช้ในการติเตรตตามข้อ 4.2.4.2 เป็นลูกบาศก์เซนติเมตร

V คือ ปริมาตรสารละลายตัวอย่างที่ใช้ในการติเตรตตามข้อ 4.2.4.2 เป็นลูกบาศก์เซนติเมตร

m_o คือ น้ำหนักตัวอย่าง เป็นกรัม

4.2.5.2 สมมูลเดกซ์โทรส

$= \frac{\text{ปริมาณน้ำตาลรีดิวซ์เป็นร้อยละ} \times 1ØØ}{\text{ปริมาณของแข็งทั้งหมด เป็นร้อยละ}}$

4.3 <u>เถ้าซัลเฟต</u>

4.3.1 สารละลายที่ใช้และวิธีเตรียม กรดซัลฟุริก 1 : 3 เตรียมโดยค่อย ๆ เทกรดซัลฟุริกเข้มข้น (ความถ่วงจำเพาะ 1.84 ความเข้มข้นร้อยละ 96) จำนวน 1ØØ ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงในน้ำกลั่น 3ØØ ลูกบาศก์เซนติเมตร และผสมให้เข้ากัน

4.3.2 วิธีวิเคราะห์ ชั่งตัวอย่างประมาณ 5 กรัม ให้ทราบน้ำหนักแน่นอน (m_o) ในถ้วยที่ได้เผาที่อุณหภูมิ 525 $\pm$ 25 องศาเซลเซียส และชั่งทราบน้ำหนักแน่นอน (m_1) เติมกรดซัลฟุริก 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงไป นำไปเผาด้วยไฟอ่อน ๆ จนหมดควัน แล้วนำ

มาเผาในเตาเผาไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 525 ± 25 องศาเซลเซียส นานประมาณ 2 ถึง 3 ชั่วโมง จนกระทั่งได้เถ้าสีขาวหรือสีเทา นำออกมาใส่ในเดสซิเคเตอร์ ทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง แล้วนำไปชั่ง เผาตัวอย่างซ้ำนานครั้งละ 30 นาที จนได้น้ำหนักต่างกันไม่เกิน 1 มิลลิกรัม จดน้ำหนักที่น้อยที่สุดถือเป็นน้ำหนักของถ้วยและเถ้า (m_2)

4.3.3 วิธีคำนวณ

$$\text{เถ้าซัลเฟต ร้อยละของกลูโคสซีรัปที่แห้ง} = \frac{100\,(m_2-m_1)}{m_0} \times \frac{100}{M}$$

เมื่อ m_0 คือ น้ำหนักตัวอย่างก่อนเผาไหม้ เป็นกรัม

m_1 คือ น้ำหนักถ้วยเปล่า เป็นกรัม

m_2 คือ น้ำหนักถ้วยและเถ้าทั้งหมด เป็นกรัม

M คือ ปริมาณของแข็งทั้งหมด เป็นร้อยละ

4.4 <u>ความเป็นกรด-ด่าง</u>

4.4.1 <u>วิธีเตรียมตัวอย่าง</u> ละลายตัวอย่างจำนวน 100 ± 2 กรัม ในน้ำกลั่นที่ร้อนและเพิ่งต้มเดือดใหม่ ๆ จำนวน 100 ± 2 กรัม เช่นเดียวกัน ผสมให้เข้ากันโดยทั่ว ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง

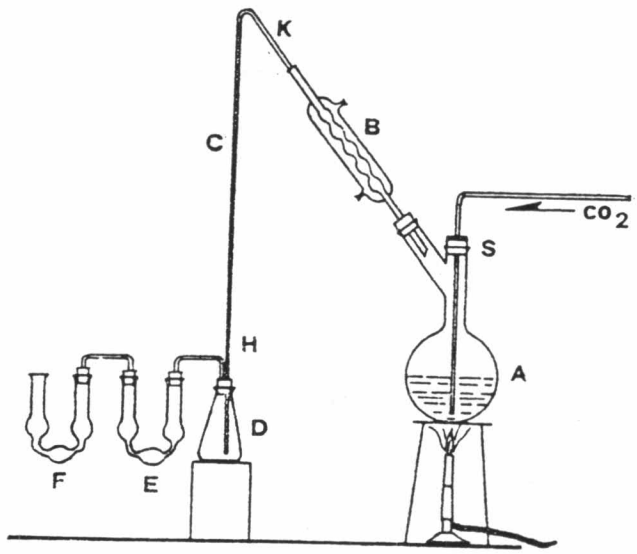
4.4.2 <u>วิธีวิเคราะห์</u>

4.4.2.1 การตรวจสอบเครื่องมือวัดความเป็นกรด-ด่าง ให้ตรวจสอบโดยใช้สารละลายมาตรฐานบัฟเฟอร์ที่มีค่าความเป็นกรด-ด่าง 4 และ 7

4.4.2.2 วิธีวัด ให้วัดค่าความเป็นกรด-ด่างของตัวอย่างโดยใช้เครื่องมือวัดความเป็นกรด-ด่าง ที่อุณหภูมิห้อง

4.5 ซัลเฟอร์ไดออกไซด์

4.5.1 <u>เครื่องมือ</u> ใช้เครื่องมือพิเศษของโมเนียร์-วิลเลียมส์ (Monier-Williams) ดังรูปผนวกที่ 2 ซึ่งประกอบด้วยขวดแก้วก้นกลมขนาด 1,500 ลูกบาศก์เซนติเมตร (A) ที่มีคอขวด 2 คอ คอหนึ่งต่อกับรีฟลักซ์คอนเดนเซอร์ (B) ปลายบนของคอนเดนเซอร์นี้ต่ออยู่กับหลอดแก้วยาวซึ่งตั้งอยู่ในแนวดิ่ง (C) และต่อไปยังขวดแก้วรูปกรวยขนาด 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร (D) โดยที่ปลายของหลอดแก้วรับก๊าซนี้ยาวเกือบถึงก้นขวดแก้วรูปกรวย จากขวดแก้วรูปกรวยมีหลอดแก้วต่อไปยังหลอดแก้วพีลิกอต (Peligot) 2 หลอด (E และ F) ทุก ๆ จุดที่มีการต่อเชื่อมเครื่องมือต้องต่ออย่างสนิทโดยใช้จุกยางหรือสิ่งอื่นที่เหมาะสม



<u>รูปผนวกที่ 2</u> เครื่องมือทดสอบหาซัลเฟอร์ไดออกไซด์

4.5.2 <u>สารเคมี สารละลายที่ใช้และวิธีเตรียม</u>

4.5.2.1 กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นบริสุทธิ์ที่ปราศจากคลอรีน

4.5.2.2 ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์บริสุทธิ์ที่ปราศจากคลอรีน

4.5.2.3 ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ความเข้มข้นร้อยละ 3 ที่ปราศจากกรดซัลฟุริก

เตรียมโดยเติมน้ำกลั่นลงในไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่เป็นกลางความเข้มข้นร้อยละ 3Ø จำนวน 1Ø ลูกบาศก์เซนติเมตร จนได้ปริมาตรเป็น 1ØØ ลูกบาศก์เซนติเมตร

4.5.2.4 สารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น Ø.1 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

4.5.2.5 สารละลายโบรโมฟีนอล บลู อินดิเคเตอร์ความเข้มข้นร้อยละ Ø.1 ในน้ำกลั่น

4.5.3 <u>การเตรียมตัวอย่าง</u> ใช้ตัวอย่างอย่างน้อย 1ØØ กรัม (m_o)

4.5.4 <u>วิธีวิเคราะห์</u> เทไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ลงในขวดแก้วรูปกรวย (D) และหลอดแก้วพีลิกอตหลอดแรก (E) อย่างละ 1Ø ลูกบาศก์เซนติเมตร หลอดแก้วพีลิกอตหลอดที่สอง (F) บรรจุของผสมระหว่างไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์และสารละลายบาเรียมคลอไรด์ ความเข้มข้นร้อยละ 1Ø จำนวน 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ซึ่งทำให้มีฤทธิ์เป็นกรดโดยเติมกรดไฮโดรคลอริก 2 ถึง 3 หยด ลงไป จัดตั้งเครื่องมือดังในรูปผนวกที่ 1 เติมน้ำกลั่น 5ØØ ลูกบาศก์เซนติเมตรลงในขวดแก้วก้นกลม (A) พร้อมด้วยกรดไฮโดรคลอริก 2Ø ลูกบาศก์เซนติเมตร ต้มสารละลายให้เดือดในขณะที่มีก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ไหลผ่านตลอดเวลาจนกระทั่งไม่มีอากาศเหลืออยู่ในขวดแก้ว หลังจากนั้นทำขวดแก้วให้เย็นลงโดยจุ่มลงในภาชนะบรรจุน้ำ ในขณะที่ยังมีก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ไหลผ่านอยู่ เปิดจุก (S) เติมตัวอย่างลงในขวดแก้วอย่างรวดเร็วแล้วปิดจุก ต้มสารละลายให้เดือดนาน 1 ชั่วโมง โดยยังมีก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ไหลผ่านขวดแก้วอย่างช้า ๆ หลังจากนั้นปิดน้ำที่หล่อคอนเดนเซอร์ ซึ่งจะทำให้คอนเดนเซอร์และหลอดแก้วรับก๊าซร้อนขึ้น ก๊าซซัลเฟอร์ไดออกไซด์ที่ยังค้างอยู่ในหลอดแก้วจะไหลลงสู่ขวดแก้วรูปกรวย (D) ที่จุ่มอยู่ในภาชนะบรรจุน้ำเย็น เมื่อปลายหลอดแก้วรับก๊าซด้านที่ต่ออยู่กับขวดแก้วรูปกรวยที่จุด H ร้อนขึ้น ให้ถอดหลอดแก้วรับก๊าซที่จุด K ออก ล้างหลอด

แก้วรับก๊าซและหลอดแก้วพีลิกอตหลอดแรกด้วยน้ำกลั่นจำนวนเล็กน้อยลงในขวดแก้วรูปกรวย(D) ติเตรตของเหลวที่ได้ทั้งหมดประมาณ 40 ถึง 50 ลูกบาศก์เซนติเมตรด้วยสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ โดยมีโบรโมฟีนอลบลูเป็นอินดิเคเตอร์ จดปริมาตรโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ (V) (ควรใช้ไมโครบุเร็ต)

4.5.5 วิธีคำนวณ

$$\text{ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม} = \frac{V \times 3,200}{m_o}$$

เมื่อ V คือ ปริมาตรสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.1 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร เป็นลูกบาศก์เซนติเมตร

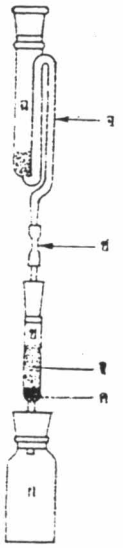
M_o คือ น้ำหนักตัวอย่าง เป็นกรัม

หมายเหตุ สารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.1 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร จำนวน 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร ทำปฏิกิริยาพอดีกับ 3.2 มิลลิกรัม ซัลเฟอร์ไดออกไซด์

4.6 อาร์เซนิก

4.6.1 เครื่องมือ

4.6.1.1 ให้ใช้เครื่องมือดังแสดงในรูปผนวกที่ 3 หรือเครื่องมืออื่นที่ใช้แทนกันได้



รูปผนวกที่ 3 เครื่องมือทดสอบหาอาร์เซนิก

ก คือ ขวดปากกว้างมีความจุประมาณ 60 ถึง 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

ข คือ หลอดแก้วที่มีเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 10 มิลลิเมตร และยาวประมาณ 60 ถึง 70 มิลลิเมตร ตอนปลายล่างของหลอดแก้วมีเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 3 มิลลิเมตร

ค คือ ใยแก้ว (glass wool) และมีลูกแก้วทับอยู่

ง คือ ทรายสะอาดหนักประมาณ 3.5 ถึง 4 กรัม ทำให้ชุ่มโดยใช้สารละลายเลดอะซีเตต

จ คือ หลอดแก้วที่มีเส้นผ่าศูนย์กลางด้านนอกประมาณ 7 มิลลิเมตร และด้านในประมาณ 2 มิลลิเมตร

ฉ คือ หลอดแก้วที่มีเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 17 มิลลิเมตร สูงประมาณ 110 มิลลิเมตร บรรจุสารละลายไดไทโอคาร์บาเมต และมีลูกแก้วอยู่ตอนล่าง

ช คือ สายยาง

4.6.2 สารเคมี สารละลายและวิธีเตรียม

4.6.2.1 สารละลายมาตรฐานอาร์เซนิก(arsenic standard solution) ละลายอาร์เซเนียสออกไซด์ (arsenious oxide) 1.32 กรัม ในโซเดียมไฮดรอกไซด์ ซึ่งมีความเข้มข้นร้อยละ 20 ของน้ำหนักต่อปริมาตรจำนวน 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร และเติมน้ำกลั่นจนครบ 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร ใช้ปิเปตดูดสารละลายนี้มา 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร และเติมน้ำกลั่นจนครบ 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร ใช้ปิเปตดูดสารละลายที่เตรียมครั้งหลังนี้มา 100 ลูกบาศก์เดซิเมตร สารละลายที่เตรียมได้ครั้งสุดท้ายนี้ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร จะมีอาร์เซนิก 1 ไมโครกรัม

4.6.2.3 สารละลายโปตัสเซียมไอโอไดด์(potassium iodide solution) ละลายโปตัสเซียมไอโอไดด์ 15 กรัม ในน้ำกลั่นและเติมน้ำกลั่นจนครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร เก็บสารละลายนี้ไว้ในที่มืด ถ้าสารละลายนี้เปลี่ยนเป็นสีเหลืองให้เตรียมใหม่

4.6.2.4 สารละลายสตันนัสคลอไรด์ (stannous chloride solution) ละลายสตันนัสคลอไรด์ ($SnCl_2.2H_2O$) 40 กรัม ในกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นและเติมกรดนี้จนครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

4.6.2.5 โลหะสังกะสี (zinc metal) ใช้โลหะสังกะสีบริสุทธิ์ที่ไม่มีอาร์เซนิกและให้มีขนาดประมาณ 30 เมช (mesh)

4.6.2.6 สารละลายซิลเวอร์ไดเอทิลไดไทโอคาร์บาเมต (silver diethyl dithiocarbamate) ละลายซิลเวอร์ไดเอทิลไดไทโอคาร์บาเมต 0.5 กรัม ในพีริดีน (pyridine) และเติมพีริดีนจนครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร เก็บสารละลายนี้ไว้ในขวดสีน้ำตาล

4.6.2.7 สารละลายอิ่มตัวอัมโมเนียมออกซาเลต (ammonium oxalate solution) ละลายอัมโมเนียมออกซาเลตโมโนไฮเดรต [$(NH_4)_2 C_2O_4.H_2O$] ในน้ำกลั่น 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร จนอิ่มตัว ซึ่งจะใช้อัมโมเนียมออกซาเลตโมโนไฮเดรตประมาณ 15 กรัม

4.6.2.8 สารละลายเลดอะซีเตต (lead acetate solution) ละลายเลดอะซีเตตไตรไฮเดรต [$Pb(CH_3COO)_2.3H_2O$] 10 กรัม ในน้ำกลั่นและเติมน้ำกลั่นจนครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

4.6.2.9 ทราย ทรายที่ใช้ต้องสะอาดซึ่งทำได้โดยบรรจุทรายประมาณ 3.5 ถึง 4 กรัม ลงในหลอดแก้ว ข ถอดหลอดแก้ว ข ออกจากเครื่องมือแล้วไปต่อเข้ากับขวดดูด (suction flask) เติมกรดกัดทอง (aqua regia) แล้วปิดเครื่องกรองดูดเอากรดกัดทองออกมาและล้างกรดนี้โดยใช้น้ำกลั่น หลังจากนั้นจึงใส่กรดไนตริกและครั้งสุดท้ายล้างกรดนี้ให้หมดโดยใช้น้ำกลั่น เติมสารละลายเลดอะซีเตตลงไปจนทรายชุ่ม หากชุ่มมากเกินไปให้ใช้เครื่องกรองดูดสารละลายเลดอะซีเตตออก

4.6.3 <u>วิธีเตรียมตัวอย่าง</u> ชั่งตัวอย่างที่จะวิเคราะห์ให้ทราบน้ำหนักแน่นอน 10.0 กรัม ใส่ลงในขวดเชดาห์ล (Kjeldahl flask) เติมน้ำกลั่น 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร เพื่อละลายตัวอย่างให้หมด เติมกรดไนตริกเข้มข้น 25 ถึง 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร และเติมกรดซัลฟุริกเข้มข้น 20 ลูกบาศก์เซนติเมตร ค่อย ๆ เพิ่มความร้อนให้แก่สารละลายในขวดเชดาห์ลถ้าสารละลายในขวดเชดาห์ลยังมีสีน้ำตาลหรือสีดำ ให้หยดกรดไนตริกเข้มข้นลงไปทีละน้อยแล้วให้ความร้อนต่อไปจนกระทั่งสารละลายไม่มีสีและมีควันขาวเกิดขึ้น ปล่อยให้เย็นลงเล็กน้อยแล้วเติมน้ำกลั่นลงไป 75 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมสารละลายอิ่มตัวอัมโมเนียมออกซาเลตลงไป 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร ให้ความร้อนต่อไปจนกระทั่งมีควันขาวเกิดขึ้น ทิ้งไว้ให้เย็น ถ่ายสารละลายที่ได้ลงในขวดแก้วปริมาตรให้หมด ล้างด้วยน้ำกลั่นและเติมน้ำกลั่นจนครบ 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร

4.6.4 <u>วิธีวิเคราะห์</u> ใช้ปิเปตดูดสารละลายที่เตรียมได้ 40 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ลงในขวด ก เติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร สารละลายโปตัสเซียมไอโอไดด์ 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร และสารละลายสตันนัสคลอไรด์ 8 หยด ตั้งทิ้งไว้อย่างน้อย 15 นาที ที่หลอดแก้ว ฉ มีสารละลายซิลเวอร์ไดเอทิลไดไทโอคาร์บาเมตบรรจุอยู่ 4 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมสังกะสีไป 4 กรัม แล้วต่อเครื่องมือเข้าด้วยกันดังรูปผนวกที่ 2 ตั้งเครื่องมือทิ้งไว้ 30 นาที ถอดสายยาง ช ออกจากเครื่องมือ เอียงหลอดแก้ว ฉ ไปมาประมาณ 5 ครั้ง เพื่อให้สารละลายในหลอดผสมเข้ากันดี ถ่ายสารละลายในหลอดแก้ว ฉ ลงในแอบซอร์ปชันเซลขนาดยาว 10 มิลลิเมตร (10 millimeter absorption cell) แล้ววัดความเข้มข้นสีโดยใช้เครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (spectrophotometer) ที่ความยาวคลื่น 522 นาโนเมตร

4.6.5 วิธีเปรียบเทียบสี เตรียมสารละลายอ้างอิงโดยวิธีการตามข้อ 4.6.3 และ 4.6.4 โดยไม่ต้องใส่ตัวอย่างที่จะวิเคราะห์ลงไปในขวดเชดาห์ล แต่ให้เติมสารละลายมาตรฐานอาร์เซนิกลงไปในขวด ก จำนวน 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร ซึ่งมีปริมาณอาร์เซนิก 2 ไมโครกรัม ความเข้มของสีที่เกิดขึ้นจากตัวอย่างที่วิเคราะห์ต้องไม่มากกว่าความเข้มของสีที่เกิดจากสารละลายอ้างอิง

4.7 ทองแดง

4.7.1 สารละลายและวิธีเตรียม

4.7.1.1 สารละลายอัมโมเนียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น

4.7.1.2 คาร์บอนเตตระคลอไรด์ (carbon tetrachloride) ให้กลั่นก่อนนำมาใช้

4.7.1.3 สารละลายซิเตรต อีดีทีเอ(citrate EDTA) ละลายอัมโมเนียมซิเตรต 200 กรัม และ อีดีทีเอ (disodium salt of ethylenediamine tetra acetic acid) 50 กรัม ในน้ำกลั่นและเติมน้ำกลั่นจนครบ 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร

4.7.1.4 สารละลายมาตรฐานทองแดง (standard copper solution)

สารละลาย ก ละลายอันไฮดรัสคอปเปอร์ซัลเฟต (anhydrous copper sulphate) 0.2015 กรัม ในน้ำกลั่น แล้วเติมน้ำกลั่นจนครบ 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร

สารละลาย ข ใช้ปิเปตดูดสารละลาย ก 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ลงในขวดแก้วปริมาตรขนาด 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร แล้วเติมน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร สารละลายนี้ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร จะมีปริมาณทองแดง 2 ไมโครกรัม ในเวลาปฏิบัติการควรเตรียมสารละลายนี้ใหม่ทุกครั้ง

4.7.1.5 สารละลายครีซอลเรด อินดิเคเตอร์ (cresol red indicator) ละลายครีซอลเรด 50 มิลลิกรัม ในเอทิลอัลกอฮอล์ 20 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.1 โมลต่อลูกบาศก์เซนติเมตร จำนวน 1.3 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วเติมน้ำกลั่นจนครบ 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร

4.7.1.6 สารละลายคาร์บาเมต (carbamate reagent) ละลายโซเดียมไดเอทิลไดไทโอคาร์บาเมต (sodium diethyldithiocarbamate) 0.2 กรัม ในน้ำกลั่นแล้วเติมน้ำกลั่นจนครบ 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร ถ้าสารละลายนี้ไม่ใสก็ให้กรอง ในเวลาปฏิบัติการควรเตรียมสารละลายนี้ใหม่ทุกครั้ง

4.7.2 <u>วิธีวิเคราะห์</u> ชั่งตัวอย่างที่จะวิเคราะห์ให้ทราบน้ำหนักที่แน่นอน 200 กรัม ใส่ลงในกรวยแยกขนาด 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร ซึ่งมีน้ำกลั่นอยู่ในกรวนแยกนี้ประมาณ 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร เขย่าจนตัวอย่างละลายหมด เติมสารละลายซิเตรต อีดีทีเอ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร สารละลายครีซอลเรด 2 หยด เขย่าให้เข้ากัน ค่อย ๆ หยดสารละลายอัมโมเนียมไฮดรอกไซด์ จนกระทั่งสีของสารละลายในกรวยแยกเป็นสีม่วง เติมสารละลายอัมโมเนียมไฮดรอกไซด์นี้อีก 2 หยด เติมสารละลายคาร์บาเมต 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร เขย่าให้เข้ากัน ใช้บิเปตดูดคาร์บอนเตตระคลอไรด์ 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ลงในกรวยแยก เขย่าอย่างแรงประมาณ 2 นาที ไขของเหลวชั้นล่างผ่านสำลีลงไปในหลอดแก้วสำหรับเทียบสี

4.7.3 <u>วิธีเปรียบเทียบสี</u> ใช้บิเปตดูดสารละลาย ข 20 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ลงในกรวยแยกแทนตัวอย่าง เติมน้ำกลั่นประมาณ 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วดำเนินการต่อไปตามวิธีวิเคราะห์ข้อ 4.7.2 ความเข้มของสีที่เกิดขึ้นจากตัวอย่างที่วิเคราะห์ต้องไม่มากกว่าความเข้มของสีที่เกิดจากใช้สารละลายมาตรฐานทองแดง

4.8. <u>ตะกั่ว</u>

4.8.1 <u>สารละลายและวิธีเตรียม</u>

4.8.1.1 กรดซัลฟุริกเข้มข้นที่มีตะกั่วไม่มากกว่า 0.005 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

4.8.1.2 กรดไนตริกเข้มข้นที่มีตะกั่วไม่มากกว่า 0.005 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

4.8.1.3 สารละลายกรดไนตริกเจือจาง เติมกรดไนตริกเข้มข้น 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงในน้ำกลั่นที่ไม่มีตะกั่ว แล้วเติมน้ำกลั่นนี้จนครบ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร

4.8.1.4 กรดเปอร์ครอริกที่มีเนื้อกรดร้อยละ 60 ของน้ำหนัก และมีตะกั่วไม่เกิน 0.005 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

4.8.1.5 สารละลายอัมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ที่มีความถ่วงจำเพาะ 0.880

4.8.1.6 สารละลายไดไทโซน (dithizone) ในคลอโรฟอร์ม (chloroform) ร้อยละ 0.1 ของน้ำหนักต่อปริมาตร ละลายไดไทโซน 1 กรัม ในคลอโรฟอร์มและเติมคลอโรฟอร์มจนครบ 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร

4.8.1.7 สารละลายไดไทโซนในคลอโรฟอร์ม ร้อยละ 0.002 ของน้ำหนักต่อปริมาตร ละลายไดไทโซน 20 มิลลิกรัม ในคลอโรฟอร์ม และเติมคลอโรฟอร์มจนครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

4.8.1.8 สารละลายอัมโมเนียมซิเตรต(ammonium citrate) ละลายอัมโมเนียมซิเตรต 62.5 กรัม ในน้ำกลั่นที่ไม่มีตะกั่ว จำนวน 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร ถ่ายสารละลายนี้ลงในกรวยแยก (separating funnel) เติมสารละลายอัมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร และเติมสารละลายไดไทโซนในปริมาณพอสมควรลงไปเขย่าสารละลายนี้ทั้งหมดเข้าด้วยกัน ไขส่วนของสารละลายไดไทโซนออกทิ้งเสีย เติมสารละลายไดไทโซนลงไปใหม่และเขย่าอีก ทำเช่นนี้หลาย ๆ ครั้ง จนกระทั่งสารละลายไดไทโซนที่แยกตัวออกหลังจากเขย่าแล้วมีสีเขียว ไขสารละลายไดไทโซนออกทิ้งเสีย และล้างสารละลายอัมโมเนียมซิเตรตที่เหลืออยู่ด้วยคลอโรฟอร์มจนกระทั่งสารละลายอัมโมเนียมซิเตรตไม่มีสี

4.8.1.9 สารละลายโปตัสเซียมไซอะไนด์ (potassium cyanide) ละลายโปตัสเซียมไซอะไนด์ 10 กรัม ในน้ำกลั่นที่ไม่มีตะกั่ว แล้วเติมน้ำกลั่นนี้จนครบ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ทิ้งสารละลายนี้ไว้อย่างน้อย 2 วัน ก่อนที่จะนำไปใช้

4.8.1.10 สารละลายมาตรฐานตะกั่ว (standard lead solution) ที่มีปริมาณตะกั่ว 0.1 กรัม ในสารละลาย 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ละลายเลดไนเตรต (lead nitrate) 0.160 กรัมในกรดไนตริก 1.0 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

และเติมกรดไนตริกนี้จนครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร กรดไนตริก 1.0 ลูกบาศก์เดซิเมตร เตรียมได้โดยการเติมกรดไนตริก 15.6 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงในน้ำกลั่นที่ไม่มีตะกั่ว แล้วเติมน้ำกลั่นนี้จนครบ 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร

4.8.1.11 สารละลายมาตรฐานตะกั่วที่มีปริมาณตะกั่ว 0.001 กรัม ในสารละลาย 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ละลายสารละลายมาตรฐานตะกั่ว (ข้อ 4.8.1.10) 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร ในน้ำกลั่นที่ไม่มีตะกั่ว แล้วเติมน้ำกลั่นจนครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

4.8.1.12 สารละลายโบรโมไทมอลบลู(bromothymol blue) ละลายโบรโมไทมอลบลู 0.04 กรัม ในอัลกอฮอล์ที่มีความเข้มข้นร้อยละ 20 ของน้ำหนักต่อปริมาตร แล้วเติมอัลกอฮอล์จนครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

4.8.1.13 สารละลายไฮดรอกซิลามีนไฮโดรคลอไรด์ (hydroxylamine hydrochloride) ละลายไฮดรอกซิลามินไฮโดรคลอไรด์ 20 กรัม ในน้ำกลั่นที่ไม่มีตะกั่วและเติมน้ำกลั่นจนครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

4.8.1.14 สารละลายโซเดียมเฮกซาเมตาฟอสเฟต (sodium hexametaphosphate solution) $(NaPO_3)_6$ ละลายโซเดียมเฮกซาเมตาฟอสเฟต 10 กรัม ในน้ำกลั่นที่ไม่มีตะกั่ว แล้วเติมน้ำกลั่นจนครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

4.8.2 <u>วิธีเตรียมสารละลายตัวอย่าง</u> ชั่งตัวอย่างที่จะวิเคราะห์ให้ทราบน้ำหนักแน่นอนประมาณ 2 กรัม แล้วใส่ขวดแก้วชนิดทนไฟซึ่งมีความจุ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำกลั่นลงไป 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร เพื่อละลายตัวอย่างให้หมด เติมกรดไนตริกเข้มข้น 3 ลูกบาศก์เซนติเมตร และกรดเปอร์คลอริก 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงไป ค่อย ๆ ให้ความร้อนแก่สารละลายที่อยู่ในขวดแก้วทนไฟนี้ โดยวางขวดแก้วลงบนเตาไฟฟ้า เมื่อสารละลายในขวดกลายเป็นสีน้ำตาล เติมกรดไนตริกลงไป 1 ถึง 2 หยด และให้ความร้อนแก่สารละลายต่อไป หากสารละลายในขวดยังมีสีน้ำตาลอยู่ก็หยดกรดไนตริกลงไปอีก ทำเช่นนี้เรื่อย ๆ จนกระทั่งสารละลายนั้นไม่มีสีและมีควันขาวเกิดขึ้น กรดไนตริกที่จะใช้ทั้งหมดประมาณ 6 ลูกบาศก์เซนติเมตร

4.8.3 <u>วิธีวิเคราะห์</u> เติมน้ำกลั่นลงไปในสารละลายที่เตรียมได้ตามข้อ 9.2 ให้มีปริมาตรทั้งสิ้นประมาณ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร และต้มสารละลายนี้จนเดือดประมาณครึ่งนาที เพื่อละลายตะกอนที่อาจจะมีอยู่ เติมสารละลายอัมโมเนียมซิเตรต 6 ลูกบาศก์เซนติเมตร และสารละลายเฮกซาเมตาฟอสเฟต 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงไปเขย่าให้เข้ากัน ถ้าสารละลายนี้ยังไม่ใสให้ต้มจนเดือดอีก เติมน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตรทั้งสิ้น 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร หยดสารละลายโบรโมไทมอลบลู 2 ถึง 3 หยด และไขสารละลายอัมโมเนียมไฮดรอกไซด์จากบุเร็ตลงไปในสารละลายนี้ จนกระทั่งสีของโบรโมไทมอลบลูกลายเป็นสีน้ำเงิน เติมสารละลาย อัมโมเนียมไฮดรอกไซด์ลงไปอีก 1.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร สารละลายโปตัสเซียมไซอะไนด์ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร และสารละลายไฮดรอกซิลามีนไฮโดรคลอไรด์ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร ถ่ายสารผสมที่ได้ทั้งหมดลงในกรวยแยก ใช้น้ำกลั่นล้างแต่ให้ใช้น้อยที่สุดเท่าที่จะทำได้ เติมสารละลายไดไทโซนจากบุเร็ตลงไปในกรวยแยกนี้ให้มีปริมาณมากพอที่จะสังเกตเห็นได้ในเมื่อเขย่ากรวยแยกนี้ ส่วนของของเหลวชั้นล่างที่แยกตัวออกจะเปลี่ยนจากสีแดงอิฐเป็นสีม่วงหรือสีน้ำเงิน เขย่ากรวยแยกประมาณ 20 วินาที หากสีของของเหลวชั้นล่างยังคงเป็นสีแดงอิฐให้เติมสารละลายไดไทโซนลงไปอีกจนกระทั่งสีของของเหลวชั้นล่างเป็นสีม่วงหรือสีน้ำเงิน ถ่ายของเหลวชั้นล่างในกรวยแยกใบที่สอง หยดคลอโรฟอร์มลงไปในกรวยแยกใบแรก 2 ถึง 3 หยด เมื่อของเหลวแยกชั้นกันแล้วไขคลอโรฟอร์มออกใส่ในกรวยแยกใบที่สอง เติมสารละลายไดไทโซน 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงไปในกรวยแยกใบแรก เขย่าให้เข้ากัน เมื่อของเหลวในกรวยแยกชนกันดีแล้ว ไขของเหลวชั้นล่าวลงไปในกรวยแยกใบที่สองอีก เติมสารละลายกรดไนตริกเจือจาง 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงในกรวยแยกใบที่สองและเขย่าจนกระทั่งของเหลวชั้นล่างกลับเป็นสีเขียว ไขของเหลวชั้นล่างออกทิ้งเสีย เติมสารละลายอัมโมเนียมซิเตรต 0.2 ลูกบาศก์เซนติเมตร สารละลายอัมโมเนียมไซอะไนด์ 0.1 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงไปในกรวยแยกใบที่สองนี้ เติมสารละลายไดไทโซนครั้งละ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร จนกระทั่งเมื่อหลังจากเขย่าแล้วให้มีไดไทโซนมากเกินพอ ซึ่งจะสังเกตได้ที่ชั้นของคลอโรฟอร์มกลับเป็นสีม่วงแดง จดจำนวนไดไทโซนที่ใช้ของแต่ละตัวอย่างที่วิเคราะห์

4.8.4 <u>วิธีเปรียบเทียบสี</u> เตรียมสารละลายอ้างอิงโดยใช้วิธีการตามข้อ 9.2 และข้อ 9.3 จนกระทั่งถึงเติมไดไทโซนครั้งสุดท้าย แต่ไม่ต้องใส่ตัวอย่างที่จะวิเคราะห์ลงไปด้วย ในกรณีที่วิเคราะห์ตัวอย่างหลายตัวอย่างและใช้ปริมาณของไดไทโซนต่าง ๆ กันให้

ดูว่าตัวอย่างใดใช้ไดไทโซนจำนวนน้อยที่สุดเท่าใดก็ให้ใช้ไดไทโซนจำนวนนี้ใส่ลงในสารละลายใหม่ที่เตรียมไว้นี้ตอนเติมไดไทโซนครั้งสุดท้าย เติมสารละลายมาตรฐานตะกั่วทีละน้อยลงไปในกรวยแยกซึ่งมีสารละลายที่เตรียมใหม่นี้อยู่ เขย่าจนกระทั่งสีในชั้นของคลอโรฟอร์มเท่ากับสีของชั้นคลอโรฟอร์มในตัวอย่างที่ใช้ไดไทโซนจำนวนน้อยที่สุดนั้น จดจำนวนของสารละลายมาตรฐานตะกั่วที่ใช้ สำหรับตัวอย่างที่วิเคราะห์อย่างอื่น ๆ ที่ต้องใช้ไดไทโซนมากกว่านี้ก็จะเทียบสีได้โดยเติมไดไทโซนลงไป จนมีปริมาณเท่ากับปริมาณของไดไทโซนที่จะวิเคราะห์สำหรับตัวอย่างนั้น ๆ แล้วเติมสารละลายมาตรฐานตะกั่วลงไปอีกทีละน้อย เขย่าจนสีในชั้นของคลอโรฟอร์มเท่ากัน จดปริมาตรของสารละลายมาตรฐานตะกั่วเอาไว้

4.8.5 <u>วิธีคำนวณ</u>

$$\text{ปริมาณของตะกั่ว มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม} = \frac{V \times 10}{m_o}$$

เมื่อ V คือ ปริมาตรสารละลายมาตรฐานตะกั่วตามข้อ 4.8.1.11 ที่ใช้ไป เป็นลูกบาศก์เซนติเมตร

m_o คือ น้ำหนักตัวอย่างที่ใช้ในการวิเคราะห์ เป็นกรัม

ประวัติผู้เขียน

นายณัฐพงษ์ บวรเรืองโรจน์ เกิดเมื่อวันที่ 7 กรกฎาคม พ.ศ.2507 ณ จังหวัดสงขลา ได้รับปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาอุตสาหกรรมเกษตร คณะเทคโนโลยีการเกษตร สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้า เจ้าคุณทหารลาดกระบัง เมื่อ พ.ศ.2529