

สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

การตรวจวัดปริมาณไทโรซอลในไวน์แดงที่ผลิตในประเทศไทย
ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี



T107835

นางสาวสุวิสา ติวสุวรรณบรร

นายอมฤต ศรีประเสริฐ



เลขหมู่.....
เลขทะเบียน.....107835
วัน,เดือน,ปี.....14 พ.ค. 2553

b. 12211412
i.

โครงการนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

สาขาเคมีอุตสาหกรรม-เครื่องมือวิเคราะห์

ภาควิชาเคมี

คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2549

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

A Special Project Submitted in Fulfillment of the Requirement for
the Degree of Bachelor of Science
Department of Chemistry
Faculty of Science
King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang
Academic Year 2549



Determination of Tyrosol in Thai red wine by using Gaschromatography

โครงการพิเศษเรื่อง การตรวจวัดปริมาณไทโรซอลในไวน์แดงที่ผลิตในประเทศไทยด้วยเทคนิค
 แก๊สโครมาโทกราฟี

นักศึกษา นางสาวสุวิสา ตี๋สุวรรณบวร

 นายอมฤต ศรีประเสริฐ

ภาควิชา เคมี

สาขาวิชา เคมีอุตสาหกรรม-เครื่องมือวิเคราะห์

อาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.คณิตา ตั้งคณานุกรณ์

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
อนุมัติในโครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

คณะกรรมการตรวจสอบ	ลายมือชื่อ
ประธานกรรมการ ดร.วิบูลย์ ประดิษฐ์เวียงคำ	
กรรมการ ผศ.นงนุช ศิวะภิญโญยศ	
กรรมการ ผศ.คณิตา ตั้งคณานุกรณ์	

.....
(ผศ.ดร.ประยงค์ ดวงดี)
หัวหน้าภาควิชา

ลิขสิทธิ์ของภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ การตรวจหาปริมาณสารไทโรซอลในตัวอย่างไวน์โดยใช้เทคนิค
แก๊สโครมาโทกราฟี

นักศึกษา 1. นางสาวสุวิสา ติวสุวรรณบวร

2. นายอมฤต ศรีประเสริฐ

ภาควิชา เคมี

สาขาวิชา เคมีอุตสาหกรรม-เครื่องมือวิเคราะห์

ปีการศึกษา 2549

อาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.คณิตา ตั้งคณานุรักษ์

บทคัดย่อ

ไทโรซอลเป็นสารประกอบพอลิฟีนอลตัวหนึ่งซึ่งเป็นสารต้านอนุมูลอิสระและมีปริมาณมากในไวน์ งานวิจัยนี้มีจุดประสงค์เพื่อทำการตรวจหาปริมาณไทโรซอลในไวน์แดงที่ผลิตในประเทศไทยด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี ตัวอย่างไวน์แดงถูกสกัดด้วยวิธีของเหลว-ของเหลวโดยใช้เอทิลอะซิเตตเป็นตัวทำละลายและไม่มีการทำอนุพันธ์ การแยกใช้คอลัมน์คาปิลลารี ให้น้ำแก๊สฮีเลียมเป็นเฟสเคลื่อนที่ และใช้ตัวตรวจวัดแบบฟลูออโรอิมแซนซ์ สถานะการวิเคราะห์ที่เหมาะสมถูกทดสอบความใช้ได้ของวิธีด้วยค่าความเที่ยง, ค่าความแม่นยำ, ค่าความเป็นเส้นตรง, ค่าต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้ และค่าต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้และรายงานได้อย่างมีความถูกต้องและแม่นยำของวิธีวิเคราะห์ ร้อยละของการเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ของค่าเวลาการคงไว้ (retention time) และ พื้นที่ใต้พีกเท่ากับ 1.133 %และ % 0.044ตามลำดับ ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ของตรวจวัดไทโรซอลเท่ากับ 0.9925 ค่าร้อยละของการกลับคืน (%Recovery) ของไทโรซอลเท่ากับ 93.46-103.88 ช่วงของค่าความเป็นเส้นตรงเท่ากับ 0.9906, LOD เท่ากับ 0.0659ppm และ LOQ เท่ากับ 0.2197ppm วิธีวิเคราะห์นี้สามารถใช้ในการตรวจวิเคราะห์ปริมาณไทโรซอลในไวน์แดงที่ผลิตในประเทศไทยได้โดยปราศจากสิ่งรบกวน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Special Project Title Determination of Tyrosol in wine by gas chromatography

Name Miss Suvisa Tiwsuwanborwon

Mister Ammarit Sriprasert

Program Chemistry

Academic Year 2006

Special Project Advisor Assoc.Prof Kanita Tangkananurak

Abstract

Tyrosol was the one of polyphenol compounds which as antioxidant agent and much contented in red wine. Therefore this project is proposed to determine tyrosol in Thai red wine by Gas Chromatography. Thai red wine samples were extracted by liquid-liquid extraction using ethylacetate as solvent and were not derivatized. Separation was achieved using capillary DB5 column (30 m x 0.25 mm i.d.), helium gas as mobile phase and flame ionization detector. Optimized analytical condition were validated in terms of precision, accuracy, linearity, limit of detection (LOD) and limit of quantitation (LOQ). The relative standard deviation (RSDs) of the retention time and peak area were 1.133 % and 0.044 % respectively. The correlation coefficients (R^2) of determination for tyrosol was 0.9925. The spiked recoveries for tyrosol were 93.46-103.88 % . The linearity range was 0.9906 , LOD was 0.0659 ppm and LOQ was 0.2197 ppm. The method was applied to determine tyrosol in Thai red wine without interference.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

การจัดทำโครงงานพิเศษนี้ สามารถสำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี สืบเนื่องมาจากความร่วมมือ การได้รับการดูแล เอาใจใส่ ช่วยเหลือ แนะนำ และความกรุณาของทุก ๆ ท่าน ทั้งอาจารย์ที่ปรึกษา คณะกรรมการ และผู้ที่เกี่ยวข้องแก่ผู้จัดทำ ที่กรุณาติดตาม ตรวจสอบดูแลเอาใจใส่เป็นอย่างดี และแก้ไข โครงงานพิเศษฉบับนี้จนสำเร็จไปได้ด้วยดี

ขอขอบพระคุณ ผศ.คณิตา ดังคนานุรักษ์ เป็นอย่างสูงที่ให้คำปรึกษา ช่วยแก้ไขปัญหา คอยเอาใจใส่ดูแล ให้ความช่วยเหลือในการทำโครงงานพิเศษนี้มาตลอด

ขอขอบพระคุณ ดร.วิบูลย์ ประดิษฐ์เวียงคำ และ ผศ.นงนุช ศิวะภิญโญศ อาจารย์ คณะกรรมการตรวจสอบโครงงานพิเศษที่ให้ความกรุณาแก้ไขโครงงานพิเศษให้มีความสมบูรณ์มากยิ่งขึ้น และเจ้าหน้าที่ภาควิชาเคมีทุกท่านที่คอยช่วยเหลือในการทำโครงงานพิเศษนี้ดำเนินไปด้วยดี

ขอขอบพระคุณฉัตรพล พิริยานสรณ์ และ คุณนิลนิต นุ่มสกุล ที่ช่วยดูแลเรื่องการใช้เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี ให้การทำงานสำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

ขอขอบพระคุณเจ้าหน้าที่ห้องธุรการ เจ้าหน้าที่ห้องปฏิบัติการภาควิชาเคมี ที่ได้ให้คอยให้ความช่วยเหลือ และอำนวยความสะดวกในทุก ๆ ด้าน

สุดท้ายนี้ขอกราบขอบพระคุณ คุณพ่อ คุณแม่ ธัญติ พี่น้อง และเพื่อนๆ รวมถึงรุ่นพี่ รุ่นน้อง ทุก ๆ คนที่ทำให้กำลังใจ และช่วยเหลือในทุก ๆ ด้านจนโครงงานพิเศษนี้สำเร็จในที่สุด

นอกจากนี้ บุคคลที่มีส่วนช่วยที่มีได้กล่าวไว้ ณ ที่นี้ขอขอบพระคุณเป็นอย่างสูง

นางสาวสุวิสา ตัวสุวรรณบรร

นายอมฤต ศรีประเสริฐ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อโครงการพิเศษภาษาไทย	ก
บทคัดย่อโครงการพิเศษภาษาอังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	ฉ
สารบัญรูป	ช
บทที่ 1 บทนำ	
-1.1 บทนำ	1
-1.2 วัตถุประสงค์	2
-1.3 ขอบเขตงานวิจัย	2
-1.4 ขั้นตอนในการวิจัยและการดำเนินงาน	2
-1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	2
บทที่ 2 ทฤษฎีและหลักการ	
-2.1 ไวน์	4
-2.2 สารต้านอนุมูลอิสระ	8
-2.3 สารประกอบฟีนอลิก	9
-2.4 ไทโรซอล	10
-2.5 การสกัดแบบของเหลว-ของเหลว(liquid-liquid extraction)	11
-2.6. แก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatography, GC)	13
-2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	20
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย	
-3.1 สารเคมี อุปกรณ์และเครื่องมือ	21
-3.2 วิธีดำเนินการทดลอง	22
-3.3 ประเมินผล ทดสอบความใช้ได้ของวิธี	24
บทที่ 4 ผลการทดลองและอภิปรายผล	
-4.1 กราฟมาตรฐานของสารละลายไทโรซอล	26
-4.2 การศึกษาความเที่ยงของการวิเคราะห์ (precision)	29

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

-4.3 การศึกษาความแม่นยำของวิธีวิเคราะห์ (accuracy)	29
-4.4 การศึกษาค่าต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้ (Limit of Detection; LOD) และค่าต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้และรายงานได้ อย่างมีความถูกต้องและ แม่นยำ (Limit of Quantitation; LOQ)	30
-4.5 การศึกษาการตอบสนองความเป็นเส้นตรง (linearity)	31
-4.6 การตรวจวัดปริมาณไทโรซอลในไวน์แดง	31
บทที่ 5 สรุปและข้อเสนอแนะ	33
เอกสารอ้างอิง	34
ภาคผนวก	
-ก. การตรวจสอบความเหมาะสมของวิธีวิเคราะห์	36
-ก.1 กราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานไทโรซอล	36
-ก.2 การศึกษาความเที่ยงของวิธีวิเคราะห์ (precision)	36
-ก.3 การศึกษาความถูกต้องของวิธีวิเคราะห์ (accuracy)	37
-ก.4 การศึกษาค่าต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้ (Limit of Detection; LOD) และค่าต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้และรายงานได้ อย่างมีความถูกต้องและ แม่นยำ (Limit of Quantitation; LOQ)	38
-ก.5 การศึกษาการตอบสนองความเป็นเส้นตรง (linearity)	39
-ก.6 การวิเคราะห์หาปริมาณไทโรซอลในไวน์แดง	40

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 เครื่องตรวจวัดต่างๆ ไปที่ใช้ในเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี	16
ตารางที่ 4.1 แสดงผลการทดลองค่าพื้นที่ใต้พีคและ Retention time ของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลในเอทิลอะซิเตตที่ระดับความเข้มข้นต่างๆ	28
ตารางที่ 4.2 แสดงค่าความเที่ยงของการฉีดสาร	29
ตารางที่ 4.3 แสดงค่าร้อยละการคืนกลับของปริมาณไทโรซอลในตัวอย่างไวน์	30
ตารางที่ 4.4 แสดงผลการวิเคราะห์หาปริมาณไทโรซอลในไวน์แดง	32
ตารางที่ ก.1 แสดงความเข้มข้น (ppm) และพื้นที่ใต้พีคของสารละลายมาตรฐานไทโรซอล	36
ตารางที่ ก.2 แสดงค่าความเที่ยงของการวิเคราะห์	36
ตารางที่ ก.3 แสดงผลการวัดหาปริมาณไทโรซอลในสารละลายตัวอย่างกับ spiked sample และค่า % Recovery	37
ตารางที่ ก.4 แสดงผลการวัดความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานเพื่อหาค่า LOD และ LOQ	38
ตารางที่ ก.5 แสดงผลการวัดหาปริมาณไทโรซอล และพื้นที่ใต้พีคของสารละลายมาตรฐานไทโรซอล	39
ตารางที่ ก.6 แสดงผลการวิเคราะห์หาปริมาณไทโรซอลในไวน์แดง	40

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 2.1 ไวน์แดง	4
รูปที่ 2.2 กรรมวิธีการผลิตไวน์ผลไม้	5
รูปที่ 2.3 การทำงานของสารต้านอนุมูลอิสระ	8
รูปที่ 2.4 โครงสร้างโมเลกุลของไทโรซอล	10
รูปที่ 2.5 การสกัดแบบของเหลว-ของเหลว	11
รูปที่ 2.6 แผนผังแสดงลักษณะของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟและชนิดคอลัมน์	14
รูปที่ 2.7 อุปกรณ์ที่ใช้ควบคุมระบบความเร็วของการไหลของแก๊สใน Agilent 6890N network และอุณหภูมิภายในตู้อบคอลัมน์ของ Young Lin Instrument	17
รูปที่ 4.1 รูปโครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 5 ppm	27
รูปที่ 4.2 รูปกราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานไทโรซอล	28
รูปที่ 4.3 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลกับความเข้มข้นไทโรซอลที่ตรวจวัดได้ (detector response)	30
รูปที่ 4.4 แสดงกราฟความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์ (Linearity)	31
รูปที่ ก.1 แสดงรูปกราฟการหาค่า S_0	38
รูปที่ ข.1 แสดงโครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 1.25 ppm ครั้งที่ 1	42
รูปที่ ข.2 แสดงโครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 1.25 ppm ครั้งที่ 2	43
รูปที่ ข.3 แสดงโครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 2.5 ppm ครั้งที่ 1	44
รูปที่ ข.4 แสดงโครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 2.5 ppm ครั้งที่ 2	45
รูปที่ ข.5 แสดงโครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 5 ppm ครั้งที่ 1	46
รูปที่ ข.6 แสดงโครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 5 ppm ครั้งที่ 2	47
รูปที่ ข.7 แสดงโครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 10 ppm ครั้งที่ 1	48
รูปที่ ข.8 แสดงโครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 10 ppm ครั้งที่ 2	49
รูปที่ ข.9 แสดงโครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 10 ppm ครั้งที่ 3	50
รูปที่ ข.10 แสดงโครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 10 ppm ครั้งที่ 4	51
รูปที่ ข.11 แสดงโครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 10 ppm ครั้งที่ 5	52
รูปที่ ข.12 แสดงโครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 10 ppm ครั้งที่ 6	53
รูปที่ ข.13 แสดงโครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 10 ppm ครั้งที่ 7	54

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รูปที่ ข.14 แสดงโครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 10 ppm ครั้งที่ 8	55
รูปที่ ข.15 แสดงโครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 10 ppm ครั้งที่ 9	56
รูปที่ ข.16 แสดงโครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 20 ppm ครั้งที่ 1	57
รูปที่ ข.17 แสดงโครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 20 ppm ครั้งที่ 2	58
รูปที่ ข.18 แสดงโครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 40 ppm ครั้งที่ 1	59
รูปที่ ข.19 แสดงโครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 40 ppm ครั้งที่ 2	60
รูปที่ ข.20 แสดงโครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 80 ppm ครั้งที่ 1	61
รูปที่ ข.21 แสดงโครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 80 ppm ครั้งที่ 2	62
รูปที่ ข.22 แสดงโครมาโทแกรมของตัวอย่างไวน์จิตรดา ครั้งที่ 1	63
รูปที่ ข.23 แสดงโครมาโทแกรมของตัวอย่างไวน์จิตรดา ครั้งที่ 2	64
รูปที่ ข.24 แสดงโครมาโทแกรมของตัวอย่างไวน์มะเม่า ครั้งที่ 1	65
รูปที่ ข.25 แสดงโครมาโทแกรมของตัวอย่างไวน์มะเม่า ครั้งที่ 2	66
รูปที่ ข.26 แสดงโครมาโทแกรมของตัวอย่างไวน์กระเจียบ ครั้งที่ 1	67
รูปที่ ข.27 แสดงโครมาโทแกรมของตัวอย่างไวน์กระเจียบ ครั้งที่ 2	68
รูปที่ ข.28 แสดงโครมาโทแกรมของ spiked sample ของตัวอย่างไวน์จิตรดา ครั้งที่ 1	69
รูปที่ ข.29 แสดงโครมาโทแกรมของ spiked sample ของตัวอย่างไวน์จิตรดา ครั้งที่ 2	70
รูปที่ ข.30 แสดงโครมาโทแกรมของ spiked sample ของตัวอย่างกระเจียบครั้งที่ 1	71
รูปที่ ข.31 แสดงโครมาโทแกรมของ spiked sample ของตัวอย่างกระเจียบครั้งที่ 2	72
รูปที่ ข.32 แสดงโครมาโทแกรมของ spiked sample ของตัวอย่างไวน์มะเม่าครั้งที่ 1	73
รูปที่ ข.33 แสดงโครมาโทแกรมของ spiked sample ของตัวอย่างไวน์มะเม่าครั้งที่ 2	74

บทที่ 1

บทนำ

1.1 บทนำ

สารพอลิฟีนอลจัดเป็นสารประกอบอินทรีย์ที่พบในอาหารและเครื่องดื่มหลายชนิด เนื่องจากสารพอลิฟีนอลมีคุณสมบัติสำคัญคือต้านอนุมูลอิสระ (Antioxidant)

ในปัจจุบันในประเทศไทยผู้บริโภคนิยมดื่มไวน์เพื่อสุขภาพกันมาก โครงการวิจัยนี้จึงมีความสนใจที่จะศึกษาหาวิธีที่ง่ายและมีความรวดเร็วในการตรวจวัดปริมาณสารพอลิฟีนอลที่มีชื่อว่าไทโรซอลที่เครื่องดื่มไวน์แดงที่ผลิตโดยภูมิปัญญาชาวบ้าน ซึ่งสารไทโรซอลก็เป็นพอลิฟีนอลชนิดหนึ่ง มีการประเมินความสามารถในการต้านอนุมูลอิสระและบทบาทในการทำหน้าที่เป็นตัวยับยั้งการเกิดมะเร็ง ซึ่งจะพบว่ามีความก้าวหน้าและมีการทดลองซึ่งแสดงให้เห็นผลทั้งภายในและภายนอกร่างกาย นอกจากนี้สารประกอบพอลิฟีนอลยังมีบทบาทสำคัญต่อสี กลิ่น และรสชาติของไวน์ด้วย ดังนั้นจึงจำเป็นต้องวิเคราะห์หาปริมาณและคุณภาพของพอลิฟีนอลในไวน์แดง

โดยปกติการหาปริมาณของพอลิฟีนอลทั้งหมดในไวน์จะใช้วิธี Folin-Ciocalteu ซึ่งให้ผลรวดเร็วและตรงกับความต้องการของผู้ผลิตไวน์ แต่ยังไม่สามารถที่จะใช้ระบุและหาปริมาณของสารไทโรซอลได้ ยิ่งกว่านั้นสารประกอบอื่นๆที่อยู่ในตัวอย่างยังอาจกลายเป็นตัวดูดซับจึงให้ผลที่ไม่ดีนัก วิธีแก๊ส (GC) และวิธีโครมาโทกราฟีของเหลวแบบสมรรถนะสูง (HPLC) เป็นวิธีที่ใช้ตรวจหาปริมาณและคุณภาพของพอลิฟีนอล โดยวิธีหลังจะเป็นที่นิยมมากกว่าเนื่องจากไม่ต้องทำอนุพันธ์และมีความรวดเร็ว แม่นยำที่เพียงพอ อย่างไรก็ตามเนื่องจากวิธี HPLC มักจะใช้การตรวจวัดด้วย UV และพีนอลหลายตัวแสดงเส้นสเปกตรัมด้วยความยาวคลื่นสูงสุด (λ_{max}) ที่อยู่ในช่วงแถบๆ 280-320 นาโนเมตร และก่อนการวิเคราะห์ต้องทำไวน์ให้บริสุทธิ์และสกัดแยกสารพอลิฟีนอลออกมาเพื่อป้องกันสิ่งรบกวนที่อาจเกิดขึ้น จึงเกิดความยุ่งยากและความซับซ้อน ส่วนวิธี GC มักใช้ควบคู่กับการตรวจวัดด้วยวิธีแมสสเปกโตรเมตรี วิธีวิเคราะห์แก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโตรเมตรี (GC/MS) มีการพัฒนาวิธีเพื่อที่จะแยกชนิดและหาปริมาณของสารประกอบพอลิฟีนอลในไวน์แดง ซึ่งทั้งหมดนี้ใช้วิธีการสกัดแบบของเหลว-ของเหลว หรือแบบเฟสของแข็ง (SPE) ต่อด้วยการทำอนุพันธ์ก่อนจะทำการวิเคราะห์ด้วยแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโตรเมตรี เมื่อเร็วๆนี้มีรายงานถึงการใช่วิธีแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโตรเมตรีแบบซีเล็กทีฟไอออนมอนิเตอร์ (SIM) ในการหาปริมาณของพอลิฟีนอลบางตัวในไวน์แดงได้สำเร็จ แต่ถึงแม้ว่าวิธีนี้จะเป็เพียงวิธีเดียวที่สามารถหาปริมาณของสารประกอบหลายๆชนิดได้พร้อมกัน ก็ใช้เวลานาน และมีความซับซ้อนเนื่องจากจำเป็นต้องทำการฉีดไวน์ไปยัง pre-conditioned Sep-Pak C₈ cartridges ทำการสกัดสารประกอบพอลิฟีนอลโดยการเจือจาง Sep-Pak ด้วยเอทิลอะซิเตต ทำการระเหยสารสกัดที่ได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หลายๆครั้งเพื่อให้แห้ง ทำการวิเคราะห์แก๊สโครมาโท กราฟี หลังจากทำอนุพันธ์ด้วยสาร bis(trimethylsilyl)trifluoroacetamide (BSTFA)

แต่ในโครงการวิจัยนี้จะทำการศึกษาหาปริมาณไทโรซอลในไวน์แดงที่ผลิตขายโดยภูมิปัญญาชาวบ้าน โดยสกัดสารไทโรซอลออกจากไวน์ด้วยตัวทำละลายเอธิลอะซีเตต และทำให้เกิดอนุพันธ์ของสาร bis(trimethylsilyl)trifluoroacetamide (BSTFA) แล้วตรวจวัดด้วยเทคนิควิธีแก๊สโครมาโทกราฟี และใช้สาร 2,3-benzophenanthrene เป็นสารอินเทอร์เนล ซึ่งวิธีดังกล่าวนี้มีความยุ่งยากน้อยกว่าวิจัยที่ผ่านมา

1.2 วัตถุประสงค์

1. เพื่อศึกษาวิธีตรวจวัดปริมาณไทโรซอลในไวน์แดงโดยวิธีแก๊สโครมาโทกราฟี
2. เพื่อทราบปริมาณไทโรซอลในตัวอย่างไวน์แดงที่ขายในท้องตลาด

1.3 ขอบเขตงานวิจัย

1. สามารถตรวจวัดปริมาณของสารไทโรซอลในตัวอย่างไวน์แดง โดยใช้เทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี

1.4 ขั้นตอนในการวิจัยและการดำเนินงาน

1. สืบค้นข้อมูลที่เกี่ยวข้อง
2. เตรียมสารเคมี อุปกรณ์ และเครื่องมือ
3. ศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมกับแก๊สโครมาโทกราฟี ในการตรวจวัดปริมาณไทโรซอลในสารละลายมาตรฐานและเตรียมกราฟมาตรฐาน
4. ตรวจวัดไทโรซอลใน spiked sample
5. ตรวจวัดไทโรซอลในตัวอย่างไวน์แดง
6. ประเมินผลโดยใช้หลักทางสถิติ

1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. สามารถตรวจวัดปริมาณสารไทโรซอลในไวน์ตัวอย่างได้
2. สามารถระบุได้ว่าไวน์มีคุณสมบัติเป็นแอนติออกซิแดนท์
3. ได้รับความรู้ความเข้าใจเกี่ยวกับวิธีการสกัดแบบของเหลว-ของเหลว

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4. ได้รับความรู้ความเข้าใจเกี่ยวกับเทคนิคที่ประยุกต์ใช้กับแก๊สโครมาโทกราฟี



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

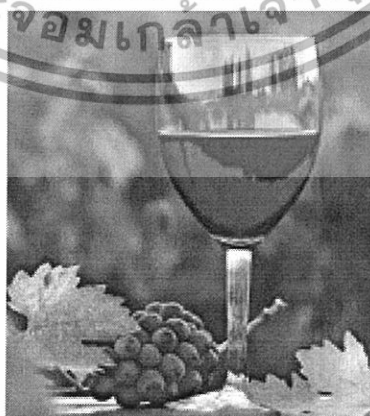
ทฤษฎีและหลักการ

2.1 ไวน์

ไวน์ หมายถึง เครื่องดื่มประเภทแอลกอฮอล์ประเภทหนึ่งซึ่งได้จากการหมักน้ำองุ่นกับยีสต์ที่ผ่านการคัดเลือกแล้วว่ามีความเหมาะสมต่อการผลิตไวน์ อีกทั้งยังมีการควบคุมกระบวนการหมักและการผลิตเป็นอย่างดี ไวน์ที่ไม่ผ่านการกระบวนการกลั่นจะมีปริมาณแอลกอฮอล์ 9-14 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร ส่วนประกอบส่วนใหญ่ของไวน์คือแอลกอฮอล์ที่ละลายในน้ำ และส่วนผสมทางเคมีอื่นๆ อีกมากมายไม่ว่าจะเป็นสารระเหยและสารไม่ระเหย ทั้งสารละลายและสารแขวนลอย แอลกอฮอล์ในไวน์ส่วนใหญ่เป็นเอธิลแอลกอฮอล์ และยังพบตัวทำละลายประเภทกลีเซอรอล ซอร์บิทอล และบูตีเลนกลีคอลด้วย นอกจากนี้ไวน์ยังประกอบด้วย

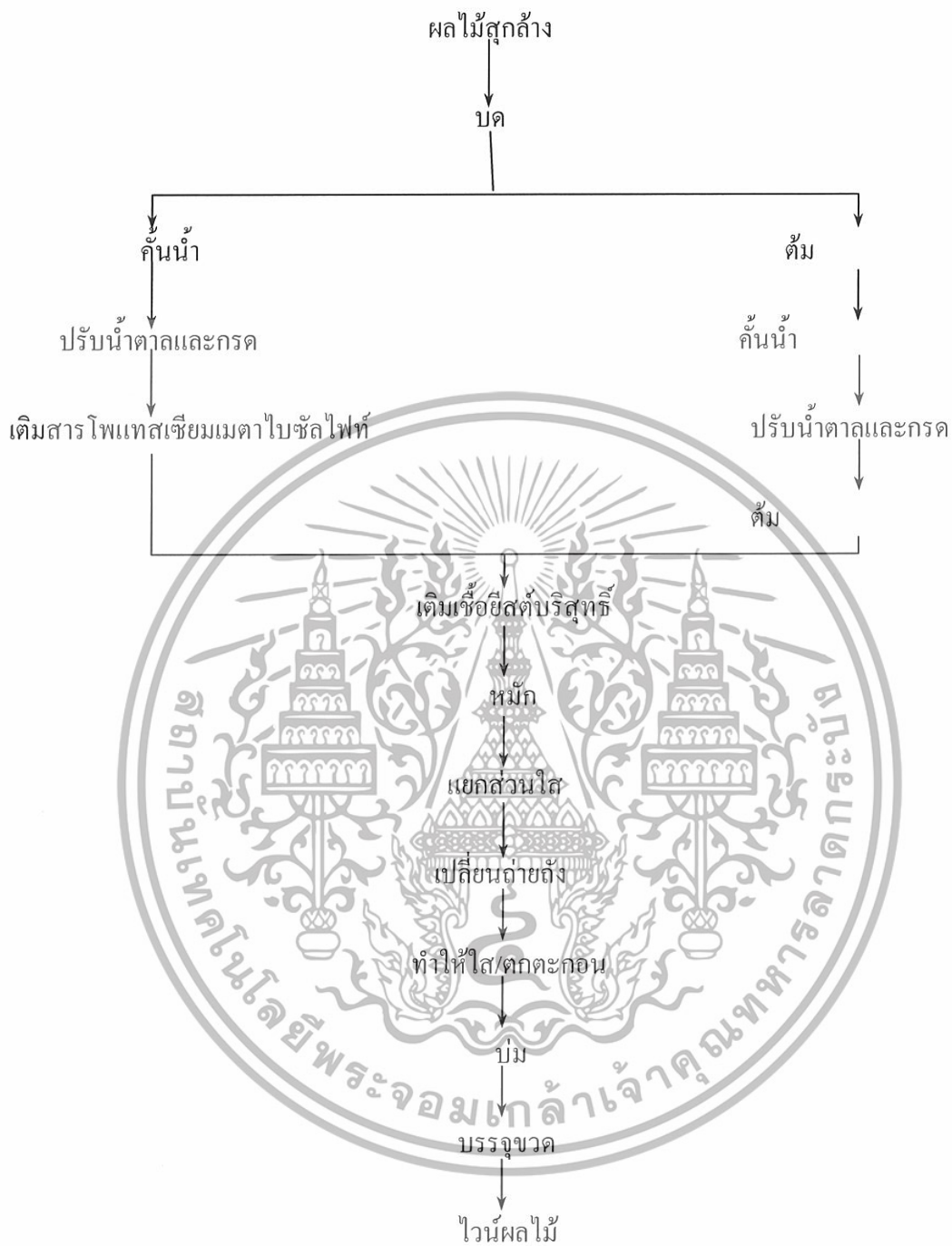
- น้ำตาลชนิดต่างๆ ทั้งกลูโคส ฟรุคโตส ในปริมาณที่แตกต่างกันไป ตั้งแต่ 2-1 กรัมต่อลิตรในดรายไวน์ที่หมักจนน้ำตาลกลายเป็นแอลกอฮอล์แล้ว จนถึง 60-50 กรัมต่อลิตรในไวน์หวานที่กระบวนการหมักบ่มยังไม่สมบูรณ์
- กรดต่างๆ ทั้งกรดมาลิก กรดซิตริก กรดทาร์ทริก กรดอะเซติก กรดแลคติก กรดซุกซินิก
- ส่วนผสมอื่นๆ เช่น แทนิน แอนโรซีอัน

ตามกฎหมายของไทยไวน์จัดเป็นสุราแท้หรือเมรัย โดยกำหนดให้มีแอลกอฮอล์ไม่เกิน 15 ดีกรีและอาจเติมสุรากลั่นลงไปด้วย นอกจากนี้ไวน์ยังสามารถทำได้จากผลไม้ต่างๆ ที่มีสารอาหารประเภทคาร์โบไฮเดรตที่เพียงพอต่อการหมักได้ แต่จะมีชื่อเรียกต่างๆ กันไป โดยทั่วไปจะเรียกชื่อตามผลไม้ที่นำมาหมัก องุ่นเป็นผลไม้ที่มีความเหมาะสมในการทำไวน์มากที่สุด ผลไม้อื่นๆ เช่น มะเกี๋ยง หม่อน สตรอเบอรี่ มะยม สับปะรด และอื่นๆ เป็นผลไม้ที่มีศักยภาพในการทำเป็นไวน์ผลไม้ที่มีคุณภาพ นอกจากผลไม้ดังกล่าวข้างต้นแล้ว สมุนไพรบางชนิดมีศักยภาพการศึกษานำมาทำเป็นไวน์ได้



รูปที่ 2.1 ไวน์แดง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.2 กรรมวิธีการผลิตไวน์ผลไม้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากแผนภูมิการผลิตไวน์ผลไม้ข้างต้นมีรายละเอียดที่ต้องควบคุม ดังนี้

1. การคัดแยกและการเตรียมน้ำผลไม้ การเตรียมน้ำผลไม้ในการผลิตไวน์มีวิธีการเตรียมเหมือนกับการเตรียมน้ำผลไม้ทั่วไปโดยมีการคัดแยกวัตถุดิบที่เสียหรือมีตำหนิออก แยกก้านใบ เมล็ด และเปลือกที่ไม่ต้องการออก คงเหลือไว้แต่น้ำผลไม้ การบีบคั้นน้ำผลไม้อาจทำได้ 2 วิธี คือ

- การดม้ วิธีนี้เหมาะสำหรับผลไม้ที่มีปริมาณเพ็คตินต่ำ การดม้อาจมีผลเสียต่อคุณภาพของน้ำหมักได้ คือ ปริมาณเพ็คตินถูกทำลายด้วยความร้อนเป็นสาเหตุทำให้ไวน์ขุ่นได้ นอกจากนี้ยังทำให้กลิ่นและรสชาติของน้ำผลไม้เสียได้ แต่ในบางครั้งการดม้ก็มีผลดีคือช่วยในการสกัดสารอาหารที่เป็นประโยชน์ต่อการเจริญเติบโตของยีสต์ได้ อุณหภูมิที่เหมาะสมในการดม้คือประมาณ 70 องศาเซลเซียส นาน 15 นาทีหรืออาจใช้อุณหภูมิต่ำกว่า 69 องศาเซลเซียส นาน 15 ถึง 20 นาที

- การใช้สารเคมี สารเคมีที่นิยมใช้คือ โซเดียมหรือโพแตสเซียมเมตาไบซัลไฟต์ ซึ่งสารชนิดนี้จัดได้ว่าเป็นวัตถุกันเสียที่นิยมใช้มากในการผลิตไวน์ จุดประสงค์ของการใช้สารชนิดนี้เพื่อทำลายจุลินทรีย์ที่พบในน้ำผลไม้ซึ่งอาจจะทำให้ไวน์เสียได้ ป้องกันการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันปริมาณสารที่ใช้อยู่ในช่วง 0.01-0.02 เปอร์เซ็นต์ ขึ้นอยู่กับชนิดของผลไม้ที่นำมาใช้ทำไวน์ หากเป็นผลไม้ที่สกปรกมากและเกิดการเน่าเสียได้ง่าย ควรใช้ในปริมาณที่มากกว่าผลไม้ที่สะอาด นอกจากนี้ยังมีการใช้สารชนิดนี้ในช่วงระหว่างหลังจากการแยกส่วนได้เพื่อมาเชื้จุลินทรีย์ที่หลงเหลืออยู่และให้แน่ใจว่าไม่เกิดการหมักและป้องกันการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน

2. ชนิดและสายพันธุ์ของผลไม้ ผลไม้ไทยจัดได้ว่าเป็นพืชเศรษฐกิจที่สำคัญ มีรสชาติที่เป็นเอกลักษณ์เฉพาะตัว ผลไม้ต่างชนิดและต่างสายพันธุ์สามารถนำมาแปรรูปเป็นไวน์ได้ดังที่ได้กล่าวมาแล้วข้างต้น ผลจากความแตกต่างของชนิดและสายพันธุ์ของผลไม้มีผลต่อคุณภาพไวน์ที่ได้ เช่น องุ่น สตรอเบอร์รี่ กล้วย มะม่วง มะขาม มะเฟือง สับปะรด เสาวรส มะยม มะเขือขื่น กระเจี๊ยบแดง นอกจากผลไม้ดังกล่าวข้างต้น สมุนไพรก็เป็นพืชอีกกลุ่มหนึ่งที่มีความสำคัญ สมุนไพรที่ควรนำมาพิจารณาในอันดับต้น ๆ คือ ตะไคร้ มะกรูด และมะนาว เพราะให้กลิ่นสมบัติ สี กลิ่น และรสชาติที่โดดเด่น และเป็นวัตถุดิบที่หาได้ง่ายจึงมีโอกาที่จะพัฒนาไปได้ไกล รองลงมา คือ กระเจี๊ยบ กระชาย สะระแหน่ มะตูม สำหรับบวบบอกอยู่ระหว่างการทดลอง ยังไม่มีข้อมูลมาก ส่วนดอกกระเจี๊ยบแดงมีข้อมูลว่าสามารถนำไปผลิตเป็นไวน์กระเจี๊ยบแดงได้ เนื่องจากหาได้ง่าย และมีราคาถูก ขั้นตอนในการแปรรูปไม่ยุ่งยาก มีสีแดงสด รสดี และดื่มง่าย ส่วนในต่างประเทศก็มีการนำเอาสมุนไพรบางชนิดมาศึกษา เช่น พุทรา และชะเอม ถั่วและใบไม้ แต่ก็ไม่มีข้อมูลมากพอเช่นกัน ส่วนพืชในตระกูลเห็ดก็ยังไม่มีการศึกษามากนัก เช่น เห็ดหลินจือ เห็ดหัวลิง ยังไม่พบรายงานการวิจัยมาก่อนในเรื่องของการแปรรูปเป็นผลิตภัณฑ์ไวน์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

และอื่นๆ ศึกษาสารเคมีที่พบในเห็ดหัวลิงพบว่า สามารถกระตุ้นการสังเคราะห์ neuro growth factor และเป็นพิษต่อเซลล์มะเร็งได้

3. การควบคุมปริมาณน้ำตาล น้ำตาลในน้ำหมักเป็นองค์ประกอบที่สำคัญที่สุดเพราะเป็นสารอาหารที่ยีสต์ทำการหมักเพื่อเปลี่ยนน้ำตาลให้เป็นแอลกอฮอล์ น้ำตาลซูโครสหรือน้ำตาลทรายขาวบริสุทธิ์เป็นน้ำตาลที่นิยมใช้ในการทำไวน์มากที่สุด เพราะหาได้ง่าย และพบได้ในผลไม้โดยทั่วไปในปริมาณที่แตกต่างกันไปขึ้นอยู่กับชนิดและฤดูกาลของผลไม้ด้วย ผลไม้ต่างชนิดและฤดูกาลมีน้ำตาลเป็นองค์ประกอบในปริมาณที่แตกต่างกัน

4. การควบคุมปริมาณกรดและ pH ปริมาณกรดควรมีในปริมาณที่พอเหมาะโดยทั่วไปอยู่ในช่วง 0.4-0.6 เปอร์เซ็นต์ ปริมาณกรดในไวน์มีความสำคัญต่อการหมักในการสร้างสมดุลรสชาติในระหว่างการบ่มและยับยั้งการเจริญเติบโตของแบคทีเรียที่ทำให้รสชาติของไวน์เสีย โดยทั่วไปน้ำตาลผลไม้แต่ละชนิดจะมีปริมาณกรดที่แตกต่างกันไป จึงส่วนใหญ่มีไม่มากพอที่จะใช้ในการหมักไวน์ pH ที่เหมาะสมกับการเจริญเติบโตของยีสต์ในช่วง 3.0-4.5

5. ชนิดของจุลินทรีย์ ในการผลิตไวน์ยีสต์จัดเป็นจุลินทรีย์ที่มีความสำคัญมากที่สุดเพราะการใช้ยีสต์สายพันธุ์ต่างกันจะส่งผลต่อคุณภาพของไวน์คือ ทำให้ได้ไวน์ที่มีกลิ่น รส และคุณภาพทางประสาทสัมผัสที่แตกต่างกัน โดยยีสต์ที่พบในการหมักไวน์ส่วนใหญ่เป็น *S. cerevisiae* ยีสต์ที่สามารถใช้ในการผลิตไวน์มีมากกว่า 300 ชนิด และมีรายงานการวิจัยหลายฉบับให้ข้อมูลว่า การใช้ยีสต์หลายสายพันธุ์ผสมกันในการผลิตไวน์จะให้ผลดีกว่าการใช้ยีสต์เพียงชนิดเดียว เช่น การผลิตไวน์ในแคนาดาใช้ยีสต์หลายสายพันธุ์ผสมกันคือ *S. cerevisiae* var *ellipsoideus*, *S. florentinus*, *S. steineri* และ *Torulopsis* sp. ส่วนการผลิตไวน์ในอิตาลีใช้ *S. rosei* มากกว่าการใช้ *S. cerevisiae* var *ellipsoideus* โดยกระบวนการควบคุมการหมักโดยอาศัยยีสต์เป็นหัวเชื้อเริ่มต้นในการหมัก ในสภาวะที่ไม่มีอากาศผลิตที่ได้ คือ เอธานอลและก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ โดยควบคุม pH ที่เหมาะสมในช่วง 3.0-3.5 อุณหภูมิที่เหมาะสมในการหมักในช่วง 27-35 องศาเซลเซียส โดยปกติการเตรียมกล้าเชื้อต้องเตรียมในปริมาณที่มากพอต่อการหมักการเตรียมมีได้ 2 แบบ คือ ยีสต์ผงพบว่าทำให้ได้ไวน์ที่มีคุณภาพดี มีกลิ่นหอม ปริมาณในการเตรียมให้สังเกตจากฉลากที่จะระบุมากับยีสต์ และวิธีที่สอง คือ การใช้ยีสต์สด วิธีนี้จัดได้ว่ามีราคาถูก เพราะใช้ปริมาณน้อยในการหมักแต่ละครั้ง และสามารถเก็บไวน์ตู้เย็นได้นานประมาณ 3-4 เดือน ข้อเสียของวิธีนี้เมื่อเปรียบเทียบกับวิธีแรก คือ การเตรียมค่อนข้างยุ่งยาก การทำต้องทำอย่างระมัดระวัง

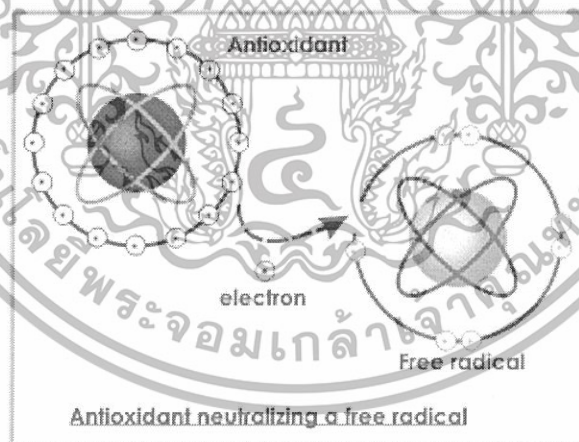
6. อุณหภูมิ มีผลต่อการเจริญเติบโตของยีสต์และระยะเวลาการหมัก ปฏิกริยาชีวเคมีของยีสต์มีผลต่อองค์ประกอบทางเคมีและรสชาติของไวน์ ไวน์ขาวหมักที่อุณหภูมิ 10-20 องศาเซลเซียส ส่วนไวน์

แดงหมักที่อุณหภูมิ 20-30 องศาเซลเซียส นอกจากนี้อุณหภูมิมีผลต่อการบ่มและการเก็บรักษาที่อุณหภูมิต่ำ ปริมาณสารที่ให้กลิ่นรมีคุณภาพดีกว่าที่อุณหภูมิสูง

7. แหล่งอาหารเสริม เช่น ไนโตรเจน วิตามินและเกลือแร่ในผลไม้โดยทั่วไปมีปริมาณน้อย ไม่เพียงพอต่อการเจริญเติบโตของยีสต์ ยกเว้นผลไม้บางชนิด เช่น องุ่น สับประสมมีสารอาหารค่อนข้างสมบูรณ์ ผู้ผลิตมีความจำเป็นต้องเติมลงไปปริมาณที่เหมาะสมมีผลต่อการเจริญเติบโตของยีสต์

2.2 แอนติออกซิแดนซ์

สารต่อต้านอนุมูลอิสระ คือ สารที่มีคุณสมบัติในการต่อต้านหรือยับยั้งการทำงานของอนุมูลอิสระ (Free Radical) โดยอนุมูลอิสระ คือ โมเลกุลที่มีธาตุที่ไม่มั่นคงเนื่องจากขาดอิเล็กตรอนไป 1 ตัว ปกติเรธาตุทั้งหลายในร่างกายของเรามีอิเล็กตรอนอยู่รอบเป็นจำนวนคู่ซึ่งทำให้โมเลกุลนั้นคงตัว แต่ในกรณีที่เกิดการสูญเสียหรือรับอิเล็กตรอนมาอีกเพียง 1 ตัวจะทำให้โมเลกุลนั้นไม่มั่นคงกลายเป็นสิ่งอันตราย ตัวอย่างเช่น เมื่อน้ำมันแอมเปิดเป็นขึ้น แล้วใส่จานทิ้งไว้บนโต๊ะโดยไม่มีอะไรปิดสักครู่ เนื้อแอมเปิดก็จะกลายเป็นสีน้ำตาล หรือถ้าวางแท่งเหล็กไว้กลางฝนก็จะมีสนิมเกิดขึ้นเหล่านี้เกิดจากการทำลายของอนุมูลอิสระนั่นเองที่ก่อให้เกิดการเปลี่ยนแปลงสีของเนื้อแอมเปิด และทำให้เหล็กเป็นสนิม และยังทำอันตรายให้แก่ร่างกายของเราได้อีกด้วย



รูปที่ 2.3 การทำงานของสารต้านอนุมูลอิสระ

โดยปกติอนุมูลอิสระจะเกิดขึ้นตลอดเวลาในร่างกายจากการหายใจ จากขบวนการเผาผลาญภายในร่างกาย ซึ่งเรียกว่า ปฏิกิริยาออกซิเดชัน (oxidation) จากความเครียดหรือจากสิ่งแวดล้อม เช่น ควันบุหรี่ ไอเสียของรถยนต์ โรงงานอุตสาหกรรม สารกันบูดในอาหาร จากยาบางชนิด และรังสีอัลตราไวโอเลตในแสงแดด ซึ่งสิ่งเหล่านี้สามารถกระตุ้นก่อให้เกิดอนุมูลอิสระขึ้นที่บริเวณผิวหนัง และทำ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปฏิกิริยาต่อเซลล์ข้างเคียง ทำให้เซลล์เสื่อมสภาพหรือตายเร็วกว่าปกติ จึงทำให้แก่ก่อนวัย ถ้ามีอนุมูลอิสระมากจะก่อให้เกิดโรคแห่งความเสื่อมของร่างกาย เช่น โรคหลอดเลือด โรคหัวใจ และต่อกระดูก เป็นต้น นอกจากนี้ยังพบว่าคนที่สูบบุหรี่ตากแดดเป็นประจำ และมีความเครียดจะแก่เร็วกว่าวัย

จากการศึกษาพบว่า อนุมูลอิสระบางชนิดนั้นไม่เป็นอันตรายและเซลล์เม็ดเลือดขาวใช้อนุมูลอิสระเหล่านี้ฆ่าเชื้อแบคทีเรีย ไวรัส และเซลล์มะเร็ง แต่ถ้ามีอนุมูลอิสระมากเกินไปที่ร่างกายต้องการมาก ร่างกายของเราจะผลิตเอนไซม์บางชนิดซึ่งเป็นแอนติออกซิแดนท์เอนไซม์เพื่อป้องกันอนุมูลอิสระ แต่อย่างไรก็ตามพบว่าถึงแม้จะมีการสร้างสารต้านอนุมูลอิสระเอนไซม์ขึ้นก็ไม่เพียงพอ เพราะร่างกายยังต้องการแอนติออกซิแดนท์ซึ่งได้แก่ วิตามินเอ เบต้าแคโรทีน วิตามินซี วิตามินอี ไบโอฟลาโวนอยด์ และเกลือแร่เช่น ซีลีเนียม แมงกานีส ทองแดง สังกะสี และโมลิบดีนัมอีกด้วย

2.3 สารประกอบฟีนอลิก

สารประกอบฟีนอลิกเป็นอนุพันธ์ของเบนซีนที่มีหมู่ไฮดรอกซิลต่ออยู่เป็นหลัก และอาจมีหมู่แทนที่ต่างๆ แทนที่ในตำแหน่ง ออโท (orto) เมตา (meta) หรือพารา (para) ได้อีกด้วย สารฟีนอลิกตัวพื้นฐาน คือ ฟีนอล ประกอบด้วยวงแหวนเบนซีน 1 วง และหมู่ไฮดรอกซิล 1 หมู่ มีมวลโมเลกุล 94.11 เป็นผลึกรูปเข็ม ไม่มีสี เมื่อโดนอากาศจะมีสีชมพูอ่อนๆ จุดหลอมเหลว 40.85 องศาเซลเซียส จุดเดือด 182 องศาเซลเซียส จุดวาบไฟ 79 องศาเซลเซียส สารละลายของฟีนอลเป็นกรดอ่อน โดยมีค่า pK_a 10.0 ฟีนอลสามารถละลายได้ในกลีเซอรอล คาร์บอนไดซัลไฟด์ แอลกอฮอล์อีเธอร์ และคลอโรฟอร์ม

ถ้าหากมีปริมาณของสารประกอบฟีนอลิกมากเกินไปก็จะทำให้เกิดผลเสียมีพิษดังนี้

1) ต่อดังน้ำ เช่น ปลา เมื่อปลาได้รับสารพิษจะถูกกระตุ้นให้ระคายเคืองจนขาดการควบคุมว่ายนน้ำไม่มั่นคง ครีบจะสั่นเทา ในที่สุดจะเสียการทรงตัว หมุนรอบๆ และตายในที่สุด หรืออาจอยู่ในสภาพไร้ความรู้สึก โดยเฉพาะฟีนอล (Phenol) และครีซอล (Cresol) จะมีผลต่อการรบกวนประสาทอย่างสูง

2) ต่อดังตัวชั้นสูงอื่นๆ เช่น ในกบ ไซกันหลังจะถูกรบกวนให้ระคายเคือง จนทำให้กล้ามเนื้อหดเกร็งอย่างรุนแรง ในที่สุดก็จะเป็นอัมพาต

3) ต่อดมนุษย์ ถ้าระดับความเข้มข้นน้อยๆ จะทำให้รู้สึกคลื่นเหียน วิงเวียน เสียการทรงตัว หายใจไม่สม่ำเสมอ ถ้ามีความเข้มข้นมากๆ จะทำให้กล้ามเนื้อเกร็งอย่างรุนแรง และทำให้หัวใจล้มเหลวในที่สุด

แต่ปัจจุบันนี้ จากการศึกษาที่มีมากขึ้นทำให้พบหลักฐานเพิ่มเติมว่าสารประกอบฟีนอลิกนั้นมีคุณสมบัติในการเป็นตัวแอนติออกซิแดนซ์อยู่ด้วย เมื่อนำมาใช้ในปริมาณที่เหมาะสมก็จะสามารถนำมาใช้ประโยชน์ได้มากมาย เช่น การยารักษาโรคหรือเครื่องสำอางค์ เป็นต้น สารประกอบฟีนอลิกสามารถพบได้ในสารตามธรรมชาติหลายอย่าง เช่น พืชหรือผลไม้บางชนิด ซึ่งผลิตภัณฑ์ที่ผลิตจากวัตถุดิบเหล่านี้ อย่างไวน์ที่ทำการผลิตด้วยองุ่นก็พบว่ามีสารประกอบฟีนอลิกอยู่ด้วยเช่นกัน

จากที่กล่าวมาข้างต้นจะพบว่าปริมาณสารประกอบฟีนอลิกมีผลอย่างมากต่อคุณสมบัติในการใช้งาน ซึ่งอาจทำให้เกิดได้ทั้งประโยชน์และโทษ ดังนั้นจึงมีความจำเป็นอย่างยิ่งที่จะต้องทำการตรวจสอบหาปริมาณของสารประกอบฟีนอลิกที่มีอยู่ในอาหารหรือเครื่องดื่มต่างๆ เพื่อให้ทราบถึงผลกระทบที่อาจเกิดขึ้นจากการบริโภคได้

2.4 ไทโรซอล

สารไทโรซอลเป็นหนึ่งในสารประกอบฟีนอลิก ซึ่งมีคุณสมบัติเป็นสารต้านอนุมูลอิสระ



รูปที่ 2.4 โครงสร้างโมเลกุลของไทโรซอล

สูตรโมเลกุล $C_8H_{10}O_2$ น้ำหนักโมเลกุล 138.16 จุดเดือด 195 องศาเซลเซียส จุดหลอมเหลว 89-93 องศาเซลเซียส

ไทโรซอลสามารถเรียกได้หลายชื่อ ดังนี้ 4-(2-Hydroxyethyl)phenol; p-Hydroxyphenylethyl alcohol; 4-Hydroxyphenylethyl alcohol; p-Hydroxyphenyl ethanol;

การวิเคราะห์โดยวิธีนี้ถ้าใช้ดีเทกเตอร์ชนิด Flame Ionization Detector , FID จะมีขอบเขตของความไวในการวิเคราะห์สารตัวอย่างที่มีความเข้มข้นมากกว่า 1.0 มิลลิกรัมต่อลิตร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กรมวิทยาศาสตร์บริการ กระทรวงวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีสามารถให้บริการการวิเคราะห์หาปริมาณฟีนอลในเครื่องดื่มโดยใช้วิธีที่ 4 ตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม ซึ่งกำหนดไว้ว่าปริมาณสารฟีนอลที่สกัดได้จากเครื่องดื่มนั้นไม่ควรจะมีปริมาณเกิน 10 ppm

2.5 liquid-liquid extraction

อาจเรียกว่า การสกัดด้วยสารละลาย หรือ พาร์ทิชันนิ่ง ก็ได้ เป็นวิธีการในการแยกสารประกอบ โดยอาศัยหลักของความสามารถในการละลายของสารในตัวทำละลายที่แตกต่างกัน 2 ชนิด โดยปกติจะใช้น้ำและตัวทำละลายอินทรีย์ หรือก็คือการสกัดสารจากลิควิดเฟสหนึ่งไปยังอีกลิควิดเฟสหนึ่ง วิธีนี้ถือว่าเป็นเทคนิคพื้นฐานในห้องทดลองทางเคมี โดยทำในกรวยแยก



รูปที่ 2.5 liquid-liquid extraction

เทคนิคสำหรับการสกัดด้วยตัวทำละลายของเหลว 2 ชนิด (Liquid-Liquid Extraction) มี 3 วิธี คือ

1. วิธีการสกัดแบบแบทช์ (Batch Extraction)
2. วิธีการสกัดแบบต่อเนื่อง (Continuous Extraction)
3. วิธีการสกัดแบบเคาน์เตอร์ (Counter current Extraction)

การสกัดด้วยตัวทำละลาย

หลักการ เป็นเทคนิคที่อาศัยการกระจายของตัวถูกละลายระหว่างตัวทำละลาย 2 ชนิดที่ไม่ละลายซึ่งกันและกันซึ่งตัวถูกละลายจะกระจายอยู่ในอัตราส่วนคงที่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ประโยชน์

1. ใช้สกัดแยกโลหะไอออนหรือสารประกอบอินทรีย์ในสารละลายผสม
2. สกัดผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ นอกจากนี้ทำให้ผลิตภัณฑ์บริสุทธิ์

ความสัมพันธ์ของการกระจาย

เทคนิคการสกัดด้วยตัวทำละลายจะเกิดการแบ่งส่วนหรือกระจายของตัวถูกละลายระหว่าง เฟส อธิบายโดย

1. ค่าสัมประสิทธิ์การกระจาย (K_d) หรือสัมประสิทธิ์การแบ่งส่วน (partition coefficient) K_d คือ อัตราส่วนของตัวถูกละลายสปีชีส์ A เพียงอย่างเดียวที่อยู่ในตัวละลายทั้ง 2 เท่านั้น ไม่รวมผลิตภัณฑ์ที่เกิดจากปฏิกิริยาข้างเคียงดังสมการ

$$K_d = [A]_o / [A]_w$$

K_d = ค่าคงที่ distribution coefficient

$[A]_o$ = ความเข้มข้นของตัวถูกละลายสปีชีส์ A ในตัวทำละลายอินทรีย์

$[A]_w$ = ความเข้มข้นของตัวถูกละลายสปีชีส์ A ในน้ำ

2. อัตราส่วนการกระจาย (distribution ratio, D) คือ ค่าอัตราส่วนของตัวถูกละลายทุกสปีชีส์ A ที่อยู่ในตัวทำละลายทั้ง 2 ชนิด

$$D = [C]_o / [C]_w$$

$[C]_o$ = ความเข้มข้นของตัวถูกละลายทุกสปีชีส์ A ในตัวทำละลายอินทรีย์

$[C]_w$ = ความเข้มข้นของตัวถูกละลายทุกสปีชีส์ A ในน้ำ

D และ K_d จะมีค่าเท่ากันเมื่อการสกัดไม่มีผลของปฏิกิริยาข้างเคียงเกิดขึ้น มีตัวถูกละลายแค่ สปีชีส์เดียว

ประสิทธิภาพการสกัดขึ้นอยู่กับ

1. อัตราส่วนของการกระจาย หรือสัมประสิทธิ์การกระจาย
2. จำนวนครั้งของการสกัด

การสกัดอย่างต่อเนื่อง

การสกัดที่ต้องทำหลายๆครั้งเพื่อให้ได้สารที่สนใจแยกออกมามากที่สุด พบว่าการใช้วิธีการ สกัดแบบเบตทอนั้นไม่สะดวก และอาจมีข้อผิดพลาดเกิดขึ้นมาจากการถ่ายเทตัวทำละลายหลายๆครั้ง

นอกจากนี้ยังทำให้เสียเวลาและสิ้นเปลืองตัวทำละลาย ได้มีการพัฒนาเทคนิคของการสกัดให้ใช้ตัวทำละลายน้อยลง สะดวกขึ้น และได้ผลดี คือ การทำการสกัดอย่างต่อเนื่อง

การสกัดแบบเคาน์เตอร์เคอร์เรนท์ (Countercurrent Extraction)

ในการสกัดสาร 2 ตัวซึ่งมีค่าสัมประสิทธิ์การกระจายใกล้เคียงกันและมีค่าน้อย จึงต้องทำการสกัดหลายครั้ง ซึ่งเรียกว่า multistage หรือ Countercurrent Extraction สำหรับเทคนิคนี้ลิววิดเฟส 2 ชนิด จะสัมผัสกันในหลอดแก้วที่เรียกว่า craig tube

2.6. แก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatography, GC)

2.6.1 บทนำ

แก๊สโครมาโทกราฟีเป็นหนึ่งในเทคนิคของการแยกและวิเคราะห์สาร โดยเทคนิคนี้ใช้สำหรับการแยกสารผสมที่สามารถทำให้กลายเป็นไอได้ที่อุณหภูมิพอเหมาะ เครื่องมือรุ่นใหม่ๆ ได้รับการปรับปรุงและพัฒนาทั้งในส่วนของอุปกรณ์และเทคนิคเพื่อให้เหมาะสมต่อการนำไปใช้งานที่หลากหลาย ไม่ว่าจะเป็นด้านการแพทย์พลังงานและสิ่งแวดล้อม

2.6.2 หลักการ

เทคนิคโครมาโทกราฟีทุกประเภทจะมีหลักการทำงานที่คล้ายคลึงกัน นั่นคือ ทำการแยกองค์ประกอบของสารที่กระจายอยู่ระหว่างเฟสที่ไม่ผสมกัน 2 เฟส คือ เฟสอยู่กับที่ (stationary phase) และ เฟสเคลื่อนที่ (mobile phase) องค์ประกอบของสารตัวอย่างซึ่งมีคุณสมบัติทางกายภาพและเคมีที่แตกต่างจากเฟสทั้งสองจะเคลื่อนที่ผ่านด้วยอัตราเร็วที่ต่างกัน เมื่อองค์ประกอบของสารเคลื่อนที่ผ่านออกมาจากระบบจะถูกชะแล้วผ่านไปยังเครื่องตรวจจับซึ่งทำการรายงานผลออกมาในรูปแบบของโครมาโทแกรมเพื่อนำไปวิเคราะห์ต่อไป สิ่งที่ทำให้เทคนิคโครมาโทกราฟีแต่ละเทคนิคมีความแตกต่างกันคือ เฟสเคลื่อนที่ สำหรับแก๊สโครมาโทกราฟีจะมีเฟสเคลื่อนที่เป็นแก๊สนั่นเอง

2.6.3 ประเภท

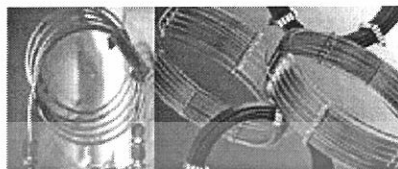
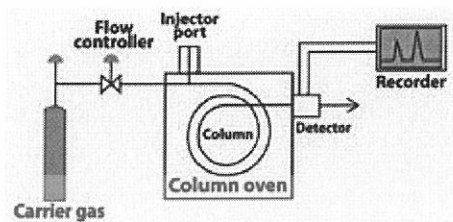
นอกจากการจำแนกประเภทของเทคนิคโครมาโทกราฟีด้วยเฟสเคลื่อนที่แล้ว เราสามารถใช้เฟสอยู่กับที่ในการแยกย่อยประเภทของแก๊สโครมาโทกราฟีได้เป็น 2 ประเภท คือ

1. แก๊สโครมาโทกราฟีแบบของแข็ง (Gas-solid chromatography, GSC) โครมาโทกราฟีประเภทนี้จะใช้ของแข็ง เช่น ซิลิกาเจลเป็นเฟสอยู่กับที่ กลไกการแยกสารที่เกิดขึ้นเป็นแบบการดูดซับ ดังนั้นการแยกสารจะดีหรือไม่ขึ้นอยู่กับคุณสมบัติการดูดซับของสารที่บรรจุในคอลัมน์ แต่โดยทั่วไปแล้วโครมาโทกราฟีชนิดนี้ไม่เป็นที่นิยมใช้กันมากนัก

2. แก๊สโครมาโทกราฟีแบบของเหลว (Gas-liquid chromatography, GLC) โครมาโทกราฟีประเภทนี้จะใช้ของเหลวเป็นเฟสอยู่กับที่ ดังนั้นจึงต้องทำการเคลือบของเหลวให้เป็นชั้นบางๆ บนของแข็งเฉื่อย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ที่เรียกว่า solid supporter กลไกการแยกสารที่เกิดขึ้น เป็นแบบพาร์ทิชันซึ่งสามารถใช้ได้ในช่วงอุณหภูมิที่กว้างมากและให้ผลการทดลองที่ดีกว่า GSC จึงทำให้ GLC เป็นที่นิยมใช้



รูปที่ 2.6 แผนผังแสดงลักษณะของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีและชนิดคอลัมน์

2.6.4 เครื่องมือ

ลักษณะของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีโดยทั่วไป จะประกอบด้วยส่วนต่างๆ 4 ส่วน ดังนี้

1. Gas supply unit แก๊สที่ใช้เป็นเฟสเคลื่อนที่จะต้องเป็นแก๊สเฉื่อย โดยปกติแล้วจะใช้ไนโตรเจน ฮีเลียม อาร์กอน หรือคาร์บอนไดออกไซด์ ซึ่งการเลือกชนิดของแก๊สจะขึ้นกับชนิดของเครื่องตรวจวัด เฟสเคลื่อนที่นี้จะถูกนำเข้าสู่เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีผ่านทางตัวควบคุมอัตราการไหลเพื่อรักษาให้มีอัตราการไหลคงที่ถ้าอัตราการไหลมีการเปลี่ยนแปลงไปเพียง 1 เปอร์เซ็นต์จะทำให้เวลาในการหมุนเวียนเปลี่ยนไป 1 เปอร์เซ็นต์ เพื่อให้ความแม่นยำมีค่าไม่เกิน 1 เปอร์เซ็นต์จะต้องทำการควบคุมอัตราการไหลให้มีการเปลี่ยนแปลงไม่เกิน ± 0.2 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งเป็นเรื่องยากในการควบคุมเพราะเมื่อมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิในการทำโปรแกรมอุณหภูมิก็จะส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงความหนืดและอัตราการไหลของแก๊ส ดังนั้นเครื่องมือในรุ่นใหม่ๆ จึงมีระบบไมโครโปรเซสเซอร์ในการควบคุมอัตราการไหลเพื่อแก้ไขปัญหา

2. Sampling unit หลังจากที่เปิดให้แก๊สพาหะผ่านเข้าสู่ส่วนต่างๆ ของเครื่องมือแล้ว สารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์จะถูกฉีดผ่านมาทางส่วนของ Sampling unit ที่ประกอบด้วยเครื่องฉีดสารและตุ้บ ซึ่งในส่วนนี้สารตัวอย่างจะถูกทำให้ระเหยกลายเป็นไอแล้วส่งผ่านเข้าสู่คอลัมน์เพื่อทำการแยกองค์ประกอบต่างๆ การใช้เครื่องฉีดสารแต่ละชนิดจะขึ้นกับสถานะของตัวอย่างและชนิดของคอลัมน์ แต่วิธีการที่ง่ายที่สุดคือการใช้เข็มฉีดสารตัวอย่างผ่านทาสีปม ไปยังส่วนที่ทำให้สารระเหยกลายเป็นไอซึ่งมีอุณหภูมิสูงกว่าจุดเดือดของสารประมาณ 50 องศาเซลเซียส สำหรับเพื่อกอลัมน์สารตัวอย่างที่ฉีดจะต้องมีปริมาณ 10-20 ไมโครลิตรในขณะที่แคปิลารีคอลัมน์จะใช้ตัวอย่างเพียง 10-3 ไมโครลิตร โดยใช้ตัว splitter สำหรับเครื่องมือในปัจจุบันจะมีระบบฉีดสารแบบอัตโนมัติ มีระบบที่คอยควบคุม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

อุณหภูมิของตู้อบเพื่อให้วิเคราะห์ได้เร็วขึ้น สามารถทำความสะอาดคอลัมน์ปรับปรุงประสิทธิภาพของการแยกสามารถเลือกการระเหยสำหรับการฉีดสารเข้าสู่คอลัมน์โดยตรงจากส่วนบนของคอลัมน์และสามารถลดปัญหาการสลายตัวของสารที่ไม่เสถียรได้

3. Column unit คอลัมน์เป็นส่วนประกอบที่สำคัญที่สุดในการแยกสาร โดยทั่วไปแล้วคอลัมน์สำหรับแก๊สโครมาโทกราฟีมี 2 ประเภทคือ แพ็คคอลัมน์ และแคปิลารีคอลัมน์ แพ็คคอลัมน์จะมี solid support ซึ่งโดยส่วนใหญ่คือ diatomaceous earth เป็นตัวยึดเฟสอยู่กับที่ มีความยาว 1.5-10 เมตร และมีเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 2-4 มิลลิเมตร ในขณะที่แคปิลารีคอลัมน์มีเส้นผ่านศูนย์กลางภายในน้อยกว่าระดับมิลลิเมตรถึง 10 เท่า และสามารถแบ่งได้เป็น 2 ชนิด คือ wall-coated open tubular (WCOT) ซึ่งผนังภายในถูกเคลือบไว้ด้วย วัยเฟสอยู่กับที่ที่เป็นของเหลว และ support-coated open tubular (SCOT) ซึ่งผนังภายในถูกเคลือบไว้ด้วยสาร เช่น diatomaceous earth เป็นชั้นบางๆ เพื่อดูดซับเฟสอยู่กับที่ โดยทั่วไปแล้ว SCOT จะมีประสิทธิภาพน้อยกว่า WCOT แต่อย่างไรก็ตามทั้งคู่ก็มี ประสิทธิภาพที่ดีกว่า แพ็คคอลัมน์ นอกจากคอลัมน์แล้วในส่วนนี้ยังต้องมีตู้อบที่ใช้ควบคุมอุณหภูมิคอลัมน์ อุณหภูมิของคอลัมน์จะต้องถูกควบคุมไม่ให้เกิดการเปลี่ยนแปลงเกินกว่า 10 องศาเซลเซียส ซึ่งโดยทั่วไปอุณหภูมิจะเพิ่มสูงขึ้นเรื่อยๆ และมีค่าสูงกว่าจุดเดือดของตัวอย่างในช่วง 2-30 นาทีในช่วงของการระเหย อุณหภูมิที่ต่ำจะทำให้การแยกที่ดีแต่จะทำให้เวลาในการระเหยเพิ่มขึ้น และถ้าตัวอย่างมีช่วงของการเดือดที่กว้าง จะต้องอาศัยการหิวโปรแกรมอุณหภูมิเข้าช่วย

4. Detector unit เครื่องตรวจวัดเป็นอุปกรณ์ชิ้นสุดท้ายของแก๊สโครมาโทกราฟี ทำหน้าที่ในการตรวจวัดสารที่ถูกชะออกมาจากคอลัมน์แล้วส่งสัญญาณไฟฟ้าไปยังระบบประมวลผล ซึ่งในปัจจุบันจะใช้ระบบการควบคุมผ่านทางคอมพิวเตอร์ ซึ่งจะให้รายละเอียดของโครมาโทแกรม ข้อมูลของพีค (พื้นที่ ความสูง ความกว้างเป็นต้น (การสอบเทียบ การคำนวณ การรายงานผล และสถิติเครื่องตรวจวัดมีหลายประเภท แต่ละประเภทมีลักษณะเฉพาะตัวแปรในการทำงาน และประสิทธิภาพที่แตกต่างกันออกไป ในตารางที่ 1 แสดงเครื่องตรวจวัดต่างๆ ไปที่ใช้ในเครื่องมือแก๊สโครมาโทกราฟีเครื่องตรวจวัดและท่อที่เชื่อมระหว่างคอลัมน์กับเครื่องตรวจวัดจะต้องรักษาอุณหภูมิให้สูงกว่าอุณหภูมิของตู้อบ ไม่นเกิน 15 องศาเซลเซียส ทั้งนี้เพื่อป้องกันไม่ให้เกิดตัวอย่างเกิดการควบแน่นตรงบริเวณท่อหรือเครื่องตรวจวัดซึ่งจะส่งผลให้เกิดสัญญาณรบกวนและลดประสิทธิภาพในการตอบสนองของเครื่องตรวจวัดได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.6.5 ข้อดี-ข้อจำกัด

ข้อดี

แก๊สโครมาโทกราฟีให้ประสิทธิภาพในการวิเคราะห์สูงความหลากหลายในการเลือกใช้เฟสอยู่กับที่ทำให้มีคุณสมบัติการหน่วงเหนี่ยวสารที่แตกต่างกันส่งผลให้สามารถนำไปประยุกต์ใช้งานได้เป็นจำนวนมาก เครื่องตรวจวัดที่ใช้ในแก๊สโครมาโทกราฟีมีความไวสูง สามารถตรวจวัดสารประกอบได้อย่างถูกต้อง แม่นยำเนื่องจากเฟสเคลื่อนที่เป็นแก๊สจึงสามารถต่อเข้ากับ mass spectrometer ทำให้แก๊สโครมาโทกราฟีกลายเป็นเครื่องมือในการวิเคราะห์ที่มีประสิทธิภาพเพิ่มสูงมากขึ้น นอกจากนี้แก๊สโครมาโทกราฟียังสามารถใช้ในการวิเคราะห์สารอินทรีย์ปนเปื้อนได้หลายชนิด

ตารางที่ 2.1 เครื่องตรวจวัดต่างๆ ไปที่ใช้ในเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี

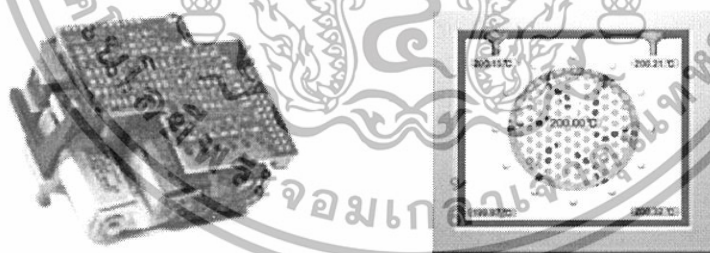
เครื่องตรวจวัด	ประเภท	Support gases	การเลือกจำเพาะ	ความสามารถในการตรวจวัด	Dynamic range
Flam Ionization (FID)	Mass flow	ไฮโดรเจนและอากาศ	สารประกอบอินทรีย์ โดยส่วนใหญ่	100 pg	10 ⁷
Thermal Conductivity (TCD)	ความเข้มข้น	สารมาตรฐาน	ใช้งานได้ทั่วไป	1 ng	10 ⁷
Electron Capture (ECD)	ความเข้มข้น	Make-up	แฮไลด์ ไนเตรต ไนไตร เปอร์ออกไซด์ แอนไฮไดรด์ โลหะอินทรีย์	50 fg	10 ⁵
Nitrogen-Phosphorus	Mass flow	ไฮโดรเจนและอากาศ	ไนโตรเจน ฟอสฟอรัส	10 pg	10 ⁶
Flame Photometric (FPD)	Mass flow	ไฮโดรเจน อากาศ ออกซิเจน	กำมะถัน ฟอสฟอรัส ดิบุก โบรอน อาร์เซนิก เจอร์มาเนียม เซเลเนียม โครเมียม	100 pg	10 ³

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Photo Ionization (PID)	ความ เข้มข้น	Make-up	อะลิฟาติกส์ อะโร มาติกส์ คีโตน เอสเทอร์ แอลดีไฮด์ เอมีน เฮเทอ โรไซคลิก organosulphurs และ โลหะอินทรีย์ บาง ประเภท	2 pg	107
---------------------------	-----------------	---------	---	------	-----

ข้อจำกัด

สารตัวอย่างต้องเป็นสารที่ระเหยง่ายเมื่อฉีดเข้าไปในเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีต้องมีความเสถียร ไม่เกิดการสลายตัวเมื่อถึงอุณหภูมิที่ทำการระเหย นอกจากนี้แก๊สโครมาโทกราฟียังมีข้อจำกัดในการวิเคราะห์สารโมเลกุลไม่มีขั้วหรือสารที่มีความเป็นขั้วเพียงเล็กน้อย สามารถแยกแยะโมเลกุลของสารอินทรีย์ได้เพียง 20 เปอร์เซนต์ แต่สามารถทำให้วิเคราะห์สารต่างๆ ได้ เพิ่มขึ้นด้วยการทำอนุพันธ์เทคโนโลยีในปัจจุบัน ปัจจุบันเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีได้รับการพัฒนาทุกๆ ส่วนขององค์ประกอบ รวมไปถึงการพัฒนาโปรแกรมซอฟต์แวร์ที่ใช้ในการควบคุมการทำงาน การวิเคราะห์ และการรายงานผลของเครื่องมือ ในที่นี้ผู้เขียนจะแนะนำเทคโนโลยีของเครื่องมือที่มีการใช้งานกันในปัจจุบัน โดยจะแบ่งแยกตามส่วนประกอบของเครื่องมือที่ได้กล่าวถึงในหัวข้อของเครื่องมือ



รูปที่ 2.7 อุปกรณ์ที่ใช้ควบคุมระบบความเร็วของการไหลของแก๊สใน Agilent 6890N network และอุณหภูมิภายในตู้อบคอลัมน์ของ Young Lin Instrument

2.6.6 เทคโนโลยี

1. เทคโนโลยีในส่วนของ Gas supply unit

ผู้ผลิตแต่ละรายต่างก็มีการพัฒนาในส่วนของการควบคุมแก๊สที่มีลักษณะเฉพาะตัวที่แตกต่างกันออกไป ระบบ Advance Pneumatic Control (APC) ที่มีในเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีของ Young Lin Instrument รุ่น Acme 6000 GC หรือ Electronic Pneumatic Control (EPC) ในรุ่น Agilent 6890N

network GC ของ Agilent Technologies เป็นระบบที่ควบคุมความดันและการไหลของแก๊สด้วยวาล์วและเซนเซอร์ที่มีประสิทธิภาพสูงสามารถควบคุมการไหลของสารด้วยระบบอิเล็กทรอนิกส์ซึ่งทำให้การไหลมีความเสถียรได้รวดเร็วขึ้นและส่งผลให้เครื่องตรวจวัดมีความเสถียรมากขึ้น

โปรแกรมควบคุมความดันที่ใช้ในระบบนี้จะช่วยลดการสลายตัวและการสูญเสียสารในการฉีดสารแบบ splitless ระยะเวลาของการหน่วงเหนี่ยวสารลดลงเพราะอุณหภูมิลดลง ระบบได้รับการออกแบบให้สามารถตั้งค่าต่างๆ ได้อย่างรวดเร็วและง่ายต่อการตั้งค่าเพียงครั้งเดียวก็สามารถให้ผลที่ถูกต้องแม่นยำซึ่งช่วยลดปริมาณการทดสอบซ้ำ

นอกจากนี้เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีของ Agilent Technologies ยังมีเทคโนโลยีที่เรียกว่า Automatically Pressure-mode Selection ซึ่งจะทำให้การเลือกรูปแบบของความดันให้เหมาะสำหรับการวิเคราะห์ ได้อย่างอัตโนมัติ โดยจะเลือกรูปแบบเป็น Forward-pressure control ในกรณีการฉีดสารแบบ splitless ซึ่งจะช่วยให้น้ำฉีดสารได้มากขึ้น ลดการสลายตัวและสูญเสียตัวอย่าง ส่วนการฉีดสารแบบ split ระบบจะเลือกการควบคุมความดันแบบ Back-pressure control ซึ่งจะช่วยลดการเตรียมตัวอย่างและช่วยให้ระบบมีความแม่นยำเพิ่มมากขึ้น

2. เทคโนโลยีในส่วนของ Sampling unit และ Column unit

ด้วยเทคโนโลยีใหม่ๆ ของเครื่องฉีดสาร ทำให้การฉีดสารตัวอย่างเป็นไปอย่างอัตโนมัติโดยมีความแม่นยำสูง เครื่องฉีดสารของ Young Lin Instrument ได้รับการออกแบบให้สามารถแบ่งความเร็วในการฉีดสารได้ โดยจะฉีดเร็วก็ต่อเมื่อต้องการลดผลกระทบที่เกิดขึ้นจากการสลายตัวของตัวอย่าง และจะปรับให้ฉีดช้าลงเมื่อสารตัวอย่าง ที่วิเคราะห์มีความหนืดสูง สำหรับเครื่องฉีดสารที่ใช้ในเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีของ Agilent Technologies มีการใช้โปรแกรมในการควบคุม การระเหยกลายเป็นไอของสารตัวอย่าง ซึ่งโปรแกรมนี้อาจช่วยให้สามารถฉีดสารได้เพิ่มมากขึ้นประมาณ 10 เท่า ทำให้เครื่องมีความไวต่อปริมาณเพิ่มมากขึ้น เหมาะสำหรับการนำไปตรวจวัดการแยกมวลหรือการกระจายตัวของอะตอมด้วยเทคโนโลยี Electronic Flow Control (EFC) ของ VARIAN CP-3800 GC ทำให้เครื่องฉีดสารมีประสิทธิภาพมากขึ้น โดยการควบคุมความดันและอัตราการไหลของสารด้วยระบบอิเล็กทรอนิกส์ ทำให้สามารถเพิ่มปริมาณในการฉีดสารเพื่อให้มีความไวเพิ่มมากขึ้น นอกจากนี้ยังช่วยลดปริมาณของแก๊สพาหะโดยการลดอัตราการไหลในระหว่างการฉีดสารดูบคอลัมน์เป็นส่วนที่มีความสำคัญมาก อุณหภูมิของผู้จะต้องทำการควบคุมอย่างแม่นยำและรวดเร็วเพื่อให้ได้ผล การวิเคราะห์ที่ถูกต้อง Young Lin Instrument จึงได้มีการนำพัดลมและเครื่องทำความร้อนที่มีประสิทธิภาพสูงมาติดตั้งในเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี เพื่อใช้ในการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิภายในระยะเวลาที่รวดเร็วและมีความเสถียร โดยอุณหภูมิแต่ละตำแหน่งภายในตู้มีการเปลี่ยนแปลงไม่เกิน ± 0.1 องศาเซลเซียส เพราะ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ถ้าอุณหภูมิภายในตู้อบไม่มีความเสถียรจะทำให้เวลาในการหน่วงเหนี่ยวสารมีการเปลี่ยนแปลงไป นอกจากนี้เทคโนโลยี Micro-fluidic ของ Agilent Technologies ได้ออกแบบปริมาตรภายในของตู้อบให้มีความเหมาะสม เพื่อให้เครื่องมือมีประสิทธิภาพในการแยกมากที่สุดและกำจัดทางเกิดทางของฟีกสามารถติดตั้งคอลัมน์ได้ง่าย และป้องกันรอยร้าวของตู้ซึ่งมีอุณหภูมิสูงกว่า 400 องศาเซลเซียส

3. เทคโนโลยีในส่วนของ Detector unit Micro-Electron Capture Detector

เป็นเครื่องตรวจวัดแบบใหม่ของ Agilent Technologies ที่ให้ผลการวิเคราะห์ที่ดีขึ้น ลดการทดสอบซ้ำ มีขีดจำกัดการตรวจวัดที่ดีขึ้น มีความไวสูง เมื่อเทียบกับ ECD แบบเดิมๆ โดยไม่จำเป็นต้องทำการละลายสารตัวอย่างให้มีความเข้มข้นอยู่ในช่วงการทดสอบ Pulsed Discharge Detector (PDD) ก็เป็นเครื่องตรวจวัดอีกประเภทหนึ่งที่ได้รับการพัฒนาจาก Young Lin Instrument ซึ่ง PDD สามารถแบ่งได้เป็น 2 ชนิด คือ PDECD และ PDHID โดย PDECD จะเลือกตรวจวัดสารประกอบที่มีค่าอิเล็กตรอนแอฟฟินิตี้สูงเช่น ฟรีออน สารฆ่าแมลงกลุ่ม chlorinated และสารประกอบ ฮาโลเจนชนิดต่างๆ ซึ่งจะสามารถตรวจวัดปริมาณสารเหล่านี้ได้ต่ำสุด (minimum detectable quantity, MDQ) ในระดับ femtogram (10-15 g) หรือ picogram (10-12 g) เครื่องตรวจวัดประเภทนี้จะมีคุณสมบัติความไวและการตอบสนองเช่นเดียวกับ ECD และสามารถทำงานได้ที่อุณหภูมิสูงกว่า 400 องศาเซลเซียส

สำหรับ PDHID เป็นเครื่องตรวจวัดที่มีความไวสูง ไม่ทำลายตัวอย่าง และสามารถใช้งานได้ทั่วไปตอบสนองทั้งสารประกอบอินทรีย์และอนินทรีย์ โดยมี MDQ ต่ำในระดับ ppb นอกจากการพัฒนาองค์ประกอบต่างๆ ของเครื่องมือแล้วยังมีการนำเทคโนโลยีสารสนเทศมาประยุกต์ใช้ในการควบคุมเครื่องมือ ทั้งในส่วนของการพัฒนาโปรแกรมให้สอดคล้องกับความต้องการของผู้ใช้งานอย่างครอบคลุมมีประสิทธิภาพสูง รวมถึงการนำเทคโนโลยี Ethernet ซึ่งถือว่าเป็นเทคโนโลยีที่เป็นมาตรฐานสำหรับเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีรุ่นใหม่ๆ เข้ามาช่วยในการควบคุมเครื่องมือวิเคราะห์ รายงานผล ผ่านทางคอมพิวเตอร์ที่มีการเชื่อมต่อเครือข่ายเข้าด้วยกัน ซึ่งเทคโนโลยีนี้สามารถพบในเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีของผู้ผลิตแทบทุกราย ไม่ว่าจะเป็น Young Lin Instrument, VARIAN, Agilent Technologies, SHIMADZU, PerkinElmer และผู้ผลิตรายอื่นๆ

2.6.7 สรุป

แก๊สโครมาโทกราฟีมีการนำไปใช้งานหลากหลายประเภทดังที่กล่าวมาในข้างต้น เครื่องมือจึงได้ถูกพัฒนาเพื่อให้มีความสามารถในการตรวจวัดสารต่างๆ เหล่านี้ ดังนั้น การเลือกชนิดของเครื่องมือจึงจำเป็นที่จะต้องดูถึงประสิทธิภาพและความเหมาะสมที่จะนำไปใช้งาน บทความข้างต้นเป็นหนึ่งในแนวทางที่จะทำให้ผู้อ่านเลือกเครื่องมือให้ตรงกับความต้องการใช้งานของตนเอง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าการณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.7.1 บทคัดย่อ

2.7.1.1 การตรวจหาสารประกอบฟีนอลิกในน้ำทิ้งจากโรงงานน้ำมันมะกอกโดย แก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโตรเมทรี บทความนี้นำเสนอวิธีที่เรียบง่ายและได้ผลดีสำหรับการหาสารประกอบฟีนอลิก(Polyphenolic) 21 ชนิดในน้ำทิ้งจากโรงงานผลิตน้ำมันมะกอก วิธีการทดสอบเกี่ยวข้องกับการใช้กระบวนการสกัดแบบของเหลว-ของเหลว (LLME) ด้วยเอซิลอะซีเตต (ethyl acetate) แล้วตามด้วยขั้นตอนซิลิลเลชัน (silylation) ส่วนการระบุชนิดและการหาปริมาณจะทำได้โดยแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโตรเมทรี (GC-MS) โดยทำการวัดหา MS ด้วยการทำงานในแบบ selected ion monitoring (SIM) มีการใช้แอลฟา-แนฟโทล (α -Nafitol) เป็น internal standard วิธีการทดสอบที่นำเสนอให้นำไปใช้กับการหาสารประกอบในน้ำทิ้งจากโรงงานผลิตน้ำมันมะกอกในประเทศสเปน ซึ่งมีความเข้มข้นของสารประกอบแต่ละชนิดอยู่ในช่วง $1.0 - 75.0 \mu\text{g ml}^{-1}$ นอกจากนี้ยังทำการศึกษาถึงกระบวนการเสื่อมสลายที่เกิดจากจุลินทรีย์ของสารตัวอย่างซึ่งทำการเก็บมาจากจุดต่างๆ ภายในโรงงาน 3 จุดด้วยกัน วิธีการทดสอบนี้สามารถทำได้จริงโดยการตรวจสอบจาก spiked sample

2.7.1.2 การใช้วิธีสกัดที่ง่ายและเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโตรเมทรี แบบ SIM สำหรับตรวจวัดสารประกอบฟีนอลิกในไวน์ ความเข้มข้นของส่วนประกอบ 22 ชนิดในไวน์รวมทั้งส่วนอื่นๆ ที่แสดงคุณสมบัติทางชีวภาพที่สำคัญหาโดยตรวจหาด้วยวิธีวิเคราะห์ที่ง่ายและรวดเร็วด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโตรเมทรี แบบ SIM ใช้การสกัดแบบของเหลว-ของเหลว และการทำอนุพันธ์ของฟลาโวนอล, ฟีนอลและกรดคาร์บอกซิลิกโดยใช้ไวน์ในปริมาณน้อย ค่าการคืนกลับอยู่ในช่วง 93-107% สัมประสิทธิ์เชิงเส้นสัมพัทธ์(R^2) อยู่ในช่วง 0.981 ถึง 0.999 เทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโตรเมทรี แบบ SIM มีความจำเพาะเจาะจงและว่องไวในการตรวจวัด จึงเหมาะสมในการตรวจหาความเข้มข้นสารต้านอนุมูลอิสระจำพวกฟีนอลิกแต่ละตัวในระหว่างการผลิตและบ่มไวน์

2.7.1.3 การวิเคราะห์สารฟีนอลิกที่ไม่มีสีในไวน์แดง: ผลกระทบของ Dekkera bruxellensis yeast ส่วนประกอบฟีนอลิกที่ไม่มีสีในไวน์แดงที่ผลิตจากองุ่นพันธุ์ Tourita Nacional ที่ปลูกในเขต Dao (โปรตุเกส) ทำการตรวจวัดโดย HPLC/DAD และถูกระบุชนิดและปริมาณ ทำการประเมินผลกระทบจาก Dekkera bruxellensis yeast 9 สายพันธุ์ที่มีต่อระดับกรดฟีนิกและฟลาโวนอยด์ของไวน์ ในทุกตัวอย่างมีการเพิ่มฟีนอลิกมีปริมาณมากกว่าฟลาโวนอยด์ ในตัวอย่างที่มีการบ่มมีปริมาณกรดแกลลิกสูงขึ้น(33%) ในขณะที่ปริมาณของ t-CAFTA, t-COUTA, กรดคาเฟอิกและกรด t-coumaric มีปริมาณลดลงอย่างมาก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

3.1 สารเคมี เครื่องมือ และอุปกรณ์

3.1.1 สารเคมี

1. ไทโรซอล (Tyrosol ; $C_8H_{10}O_2$) GC grade บริษัท Fluka Chemika
2. เอทิลอะซิเตต (Ethyl acetate ; $C_4H_8O_2$) เกรดวิเคราะห์ บริษัท Merck
3. โซเดียมซัลเฟต (Sodium sulfate ; Na_2SO_4) เกรดวิเคราะห์ บริษัท Merck
4. โซเดียมคลอไรด์ (Sodium chloride ; $NaCl$) เกรดวิเคราะห์ บริษัท Fluka Chemika
5. โซเดียมเมตาไบซัลไฟต์ (Sodium metabisulfite ; $Na_2S_2O_5$) เกรดวิเคราะห์ บริษัท Fluka Chemika
6. แก๊สฮีเลียม (Helium) เกรดวิเคราะห์
7. แก๊สไนโตรเจน (Nitrogen) เกรดวิเคราะห์
8. แก๊สออกซิเจน (Oxygen) เกรดวิเคราะห์
9. ตัวอย่างไวน์แดง

3.1.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

1. เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (gas chromatograph) ยี่ห้อ Varian รุ่น CP-3800 พร้อมเครื่องตรวจวัดชนิดฟลามไอออไนเซชัน (Flam Ionization Detector)
2. คอลัมน์แก้วฟิวส์ซิลิกา fused Silica ยี่ห้อ Varian รุ่น DB-5 ขนาด (30 m. x 0.25 mm i.d.)
3. ระบบฉีดอัตโนมัติ (auto sample) ยี่ห้อ Varian รุ่น SPS-5
4. ถังบรรจุแก๊สไนโตรเจน พร้อมเครื่องวัดความดัน
5. ถังบรรจุแก๊สฮีเลียม พร้อมเครื่องวัดความดัน
6. ถังบรรจุแก๊สออกซิเจน พร้อมเครื่องวัดความดัน
7. เข็มฉีดยาขนาด 10 ไมโครลิตร
8. อุปกรณ์เครื่องแก้ว
9. เครื่องชั่งละเอียดน้ำหนัก 4 ตำแหน่ง บริษัท Denver Instrument Company รุ่น TC-254

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.2 วิธีดำเนินการทดลอง

3.2.1 การเตรียมสารละลาย

3.2.1.1 สารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 80 ppm

ชั่งสารไทโรซอลน้ำหนัก 8 มิลลิกรัม ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิตร จากนั้นปรับปริมาตรด้วยเอทิลอะซิเตต

3.2.1.2 สารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 1.25, 2.5, 5, 10, 20 และ 40 ppm

1. ปิเปตสารละลายมาตรฐานไทโรซอลในข้อ 3.2.1.1 มา 5 มิลลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 10 มิลลิตร ปรับปริมาตรด้วยเอทิลอะซิเตต จะได้สารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 40 ppm

2. ปิเปตสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 40 ppm มา 5 มิลลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 10 มิลลิตร ปรับปริมาตรด้วยเอทิลอะซิเตต จะได้สารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 20 ppm

3. ปิเปตสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 20 ppm มา 5 มิลลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 10 มิลลิตร ปรับปริมาตรด้วยเอทิลอะซิเตต จะได้สารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 10 ppm

4. ปิเปตสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 10 ppm มา 5 มิลลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 10 มิลลิตร ปรับปริมาตรด้วยเอทิลอะซิเตต จะได้สารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 5 ppm

5. ปิเปตสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 5 ppm มา 5 มิลลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 10 มิลลิตร ปรับปริมาตรด้วยเอทิลอะซิเตต จะได้สารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 2.5 ppm

6. ปิเปตสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 2.5 ppm มา 5 มิลลิตร ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 10 มิลลิตร ปรับปริมาตรด้วยเอทิลอะซิเตต จะได้สารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 1.25 ppm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.2.1.3 สารละลายตัวอย่าง

1. การสกัดไทโรซอลจากตัวอย่างไวน์แดง

เติมโซเดียมคลอไรด์ 200 มิลลิกรัม และโซเดียมเมตาไบซัลไฟท์ 200 มิลลิกรัม ลงในไวน์ 10 มิลลิลิตร คนให้เข้ากันและเทลงในกรวยแยกและสกัดด้วยเอทิลอะซิเตต 30 มิลลิลิตร เป็นจำนวน 4 ครั้ง สารสกัดที่ได้ออกมา 4 ครั้งมารวมกัน แล้วนำมาเติมโซเดียมซัลเฟตเพื่อคือน้ำออก และระเหยแห้งโดยใช้ไอของไนโตรเจน

2. นำตัวอย่างที่สกัดได้มาเจือจางด้วยเอทิลอะซิเตตจนมีปริมาตร 10

มิลลิลิตร ในขวดวัดปริมาตร

ในที่นี้ใช้ตัวอย่างไวน์แดง 3 ตัวอย่างคือ 1. ไวน์จิตรดา 2. ไวน์มะเม่า 3. ไวน์กระเจียบ

3.2.2 สภาพเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ

คอลัมน์	: แคปิลลารี DB-5 ขนาด 30m x 0.25 mm i.d.
เฟสเคลื่อนที่	: แก๊สฮีเลียม
อัตราการไหล	: 0.8 มิลลิลิตรต่อนาที
เครื่องตรวจจับ	: เฟลมไอออไนซ์เซชัน ดีเทกเตอร์ (Flame ionize detector , FID)
อุณหภูมิ	: ตั้งอุณหภูมิที่ 120 องศาเซลเซียส คงที่ 3 นาที แล้วเพิ่มเป็น 300 องศาเซลเซียส ด้วยอัตรา 20 องศาเซลเซียสต่อนาที คงที่ 3 นาที
ปริมาณสารที่ฉีดเข้าเครื่อง	: ปริมาณ 1 ไมโครลิตร โดยใช้ระบบฉีดอัตโนมัติ ยี่ห้อ Varian รุ่น SPS-5
ความดันเฟสเคลื่อนที่	: 50 psi

3.2.3 การเตรียมกราฟมาตรฐานไทโรซอล

1. นำสารละลายมาตรฐานไทโรซอลทั้ง 4 ความเข้มข้น 2.5, 5, 10 และ 20 ppm ในข้อ 3.2.1.2 ใส่ขวดสำหรับฉีดเข้าเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ แล้วฉีดเข้าเครื่องในปริมาตร 1 ไมโครลิตรด้วยระบบฉีดอัตโนมัติ ฉีดซ้ำ 2 ครั้ง

2. นำพื้นที่ใต้พีคเฉลี่ยจากการฉีดซ้ำมาพลอตกราฟกับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานไทโรซอล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.2.4 การตรวจวัดปริมาณไทโรซอลในสารละลายตัวอย่างไวน์แดง

1. ปิเปตสารละลายตัวอย่างในข้อ 3.2.1.3 มา 1 มิลลิลิตร ใส่ขวดสำหรับฉีดเข้าเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟขนาด 2 มิลลิลิตร
2. ฉีดสารละลายตัวอย่างเข้าเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟปริมาตร 1 ไมโครลิตร ด้วยระบบฉีดอัตโนมัติ ฉีดซ้ำ 2 ครั้ง

3.2.5 การตรวจวัดปริมาณไทโรซอลในสารละลาย spiked sample

1. ปิเปตสารละลายตัวอย่างในข้อ 3.2.1.3 มา 5 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 10 มิลลิตร เติมสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 10 ppm ลงไปในปริมาตรที่กล่าวมาเพื่อความเข้มข้นของไทโรซอลใกล้เคียงกับที่มีในตัวอย่างไวน์แดงแต่ละชนิด ปรับปริมาตรให้ถึงขีดบอกริมาตรด้วยเอทิลอะซิเตต
2. ฉีดสารละลาย Spiked samples ของตัวอย่างไวน์แต่ละชนิดปริมาตร 1 ไมโครลิตรเข้าเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ ด้วยระบบฉีดอัตโนมัติ โดยแต่ละตัวอย่างฉีดซ้ำ 2 ครั้ง

3.3 ประเมินผล ทดสอบความใช้ได้ของวิธี

ใช้หลักทางสถิติประเมินผลดังนี้

3.3.1 การศึกษาความเที่ยง (Precision) ของการฉีดสาร

ศึกษาโดยการนำสารละลายมาตรฐานไทโรซอลในข้อ 3.2.1.2 หนึ่งความเข้มข้นมาทำการวัดซ้ำ 7 ครั้ง โดยเรียงลำดับความเข้มข้น คำนวณหาค่าเฉลี่ย (Mean; $\bar{x}$) ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานมาตรฐาน (Standard Deviation; SD) และร้อยละของการเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%Relative Standard Deviation; %RSD) ของแต่ละความเข้มข้น

3.3.2 การศึกษาความถูกต้อง (Accuracy) ของวิธีการวิเคราะห์

ศึกษาโดยนำข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์ในข้อ 3.2.4 และ 3.2.5 มาคำนวณหาค่าร้อยละของการกลับได้คืน (%Recovery) ของสารละลายตัวอย่าง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.3 การศึกษาค่าต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้ (Limit of Detection; LOD) และค่าต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้และรายงานได้ อย่างมีความถูกต้องและแม่นยำ (Limit of Quantitation; LOQ)

นำสารละลายมาตรฐานไทโรซอลในข้อ 3.2.1.2 มา 4 ระดับความเข้มข้น แต่ละความเข้มข้น ตรวจวัดซ้ำ 3 ครั้ง นำผลการวิเคราะห์ที่ได้มาพลอตกราฟระหว่างค่าความเข้มข้นกับค่าความเข้มที่ตรวจวัดได้ (detector response) คำนวณค่า LOD และ LOQ จากกราฟ

3.3.4 การศึกษาการตอบสนองความเป็นเส้นตรง (Linearity)

นำสารละลายมาตรฐานไทโรซอลในข้อ 3.2.1.2 แต่ละความเข้มข้นมาฉีดเข้าเครื่องโดยเรียงลำดับจากความเข้มข้นน้อยไปมาก แล้วสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่ใต้พีค กับความเข้มข้น แล้วคำนวณหาค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (Coefficient of determination; R^2)



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

ผลการทดลองและอภิปรายผล

จากการทดลองเพื่อตรวจสอบความเหมาะสมและความสะดวกใช้ได้ของวิธีตรวจวัดปริมาณไทโรซอลในไวน์แดง ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี โดยใช้ตัววัดชนิดเฟลมไอออไนซ์เซชันและคอลัมน์แคปิลลารีขนาด (30mx0.25mm i.d.) ที่มีเฟสอยู่กับที่เป็นซิลิกา สภาวะของอุณหภูมิคอลัมน์เป็นแบบโปรแกรมอุณหภูมิ (temperature programme) ได้ผลการทดลองและใช้หลักทางสถิติในการประเมินผลได้ดังต่อไปนี้

4.1 กราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานไทโรซอล

กราฟมาตรฐานไทโรซอลเตรียมได้จากการนำสารละลายมาตรฐานไทโรซอลที่ระดับความเข้มข้นต่างๆ (2.5 5, 10 และ 20 ppm) มาฉีดเข้าเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีได้โครมาโทแกรมมีลักษณะดังแสดงในรูปที่ 4.1 นำพื้นที่ใต้พีคที่ได้มาพลอตกราฟกับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลถูกแยกออกที่เวลา 11.3 นาที (Retention time) จะได้กราฟเส้นตรงดังแสดงในรูปที่ 4.2



Faculty of Science
King mongkut's Institute of Technology Ladkrabang

ta File:	Std. 5 ppm	Operator (Calc):	NEE	27
annel:	Middle = FID RESULTS	Calc Date:	03/01/2007 08:55:15	
mple ID:	Std. 5 ppm	Times Calculated:	3	
erator (Inj):	NEE	Calculation Method:	Std. 5 ppm 08;38;05 -middle.mth	
ection Date:	03/01/2007 08:38:05 AM	Instrument (Calc):	Varian Star #1	
ection Method:	c:\star\demo-test\method tiw(tyrosol)	Run Mode:	Analysis	
n Time (min):	14.985	Peak Measurement:	Peak Area	
rkstation:		Calculation Type:	Percent	
trument (Inj):	Varian Star #1	Calibration Level:	N/A	
		Verification Tolerance:	N/A	



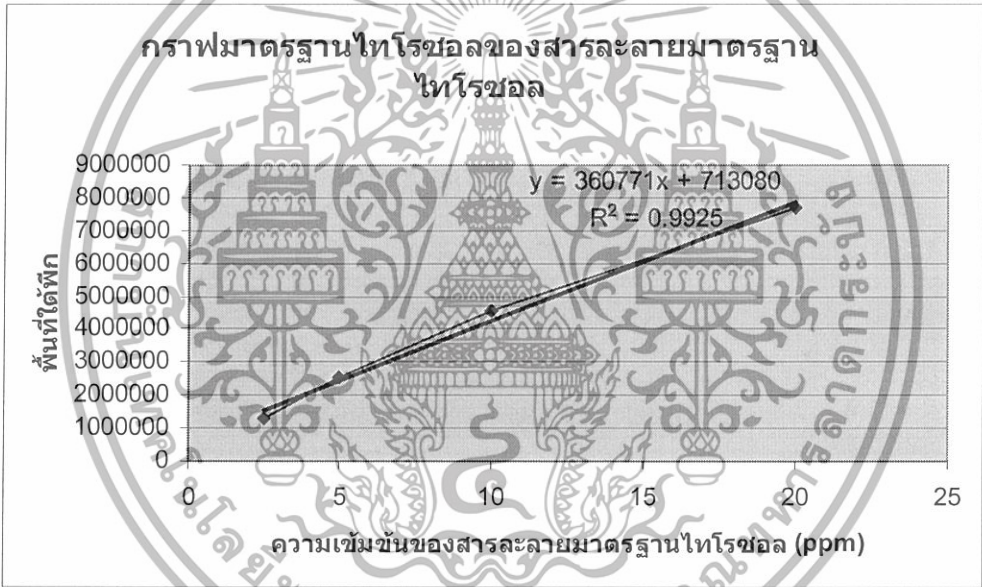
ak o	Peak Name	Results ()	Ret. Time (min)	Time Offset (min)	Area (counts)	Rel Ret Time	Sep. Code	Width 1/2 (sec)	Status Codes	Group
		97.2179	0.809	0.000	91562281	0.00	BB	7.3		0
		0.0214	3.102	0.000	20114	0.00	TF	0.0		0
		2.7607	11.317	0.000	2600137	0.00	VP	3.1		0
Totals		100.0000		0.000	94182532					

รูปที่ 4.1 รูปโครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 5 ppm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.1 แสดงผลการทดลองค่าพื้นที่ใต้พีคและ Retention time ของสารละลายมาตรฐานไทโรซอล ในเอทิลอะซิเตตที่ระดับความเข้มข้นต่างๆ

ความเข้มข้นของสารละลาย มาตรฐานไทโรซอล (ppm)	พื้นที่ใต้พีค		ค่าเฉลี่ยพื้นที่ใต้พีค	Retention time
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2		
2.5	1278322	1309125	1293724	11.272
5	2523544	2600137	2561841	11.298
10	4612257	5019081	4815669	11.270
20	7524386	7895584	7709985	11.380



รูปที่ 4.2 กราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานไทโรซอล

สมการเส้นตรงของกราฟมาตรฐานไทโรซอลคือ $y = 360771x + 713080$ และมีค่า $R^2 = 0.9925$ ซึ่งจัดเป็นค่า R^2 ที่อยู่ในเกณฑ์ยอมรับได้ จากนั้นนำสมการเส้นตรงที่ได้นี้ไปใช้ในการหาปริมาณไทโรซอลในขั้นตอนอื่นๆต่อไป

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2 การศึกษาความเที่ยงของการฉีดสาร

ความเที่ยงของการฉีดสารศึกษาได้โดยการนำสารละลายมาตรฐานไทโรซอลมาหนึ่งความเข้มข้นแล้วทำการตรวจวัดซ้ำ 7 ครั้งนำผลที่ได้มาคำนวณหาค่าเฉลี่ย (Mean; $\bar{x}$) ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (Standard Deviation; SD) และร้อยละของการเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%Relative Standard Deviation; %RSD)

ครั้งที่	พื้นที่ใต้พีค	Retention time
1	5131423	11.413
2	5006019	11.425
3	5100237	11.411
4	5487014	11.411
5	5128344	11.411
6	5118965	11.413
7	5116012	11.413
ค่าเฉลี่ย	5155431	11.414
ค่าเบี่ยงเบน	58405.51	±0.005
%RSD	1.133	±0.044

ตารางที่ 4.2 แสดงค่าความเที่ยงของการฉีดสาร

สารละลายมาตรฐานไทโรซอลที่นำมาศึกษาหาความเที่ยง คือ สารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 10 ppm ผลที่ได้จากการวัดซ้ำ 7 ครั้ง แสดงไว้ในภาคผนวก ก 2.ซึ่งค่าเฉลี่ยของพื้นที่ใต้พีคไทโรซอลเท่ากับ 5155431 ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานเท่ากับ 58405.51 และค่าร้อยละของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เท่ากับ 1.133

4.3 การศึกษาความแม่นยำ (Accuracy) ของวิธีวิเคราะห์

ความแม่นยำของวิธีแก๊สโครมาโทกราฟี ศึกษาได้โดยการตรวจวัดปริมาณไทโรซอลใน spiked sample และตัวอย่างที่ไม่มีการเติมสารมาตรฐานลงไป แต่ละตัวอย่างทำการตรวจวัดซ้ำ 2 ครั้ง ได้ร้อยละการคืนกลับ (%) recovery) ดังแสดงในตารางที่ 4.3

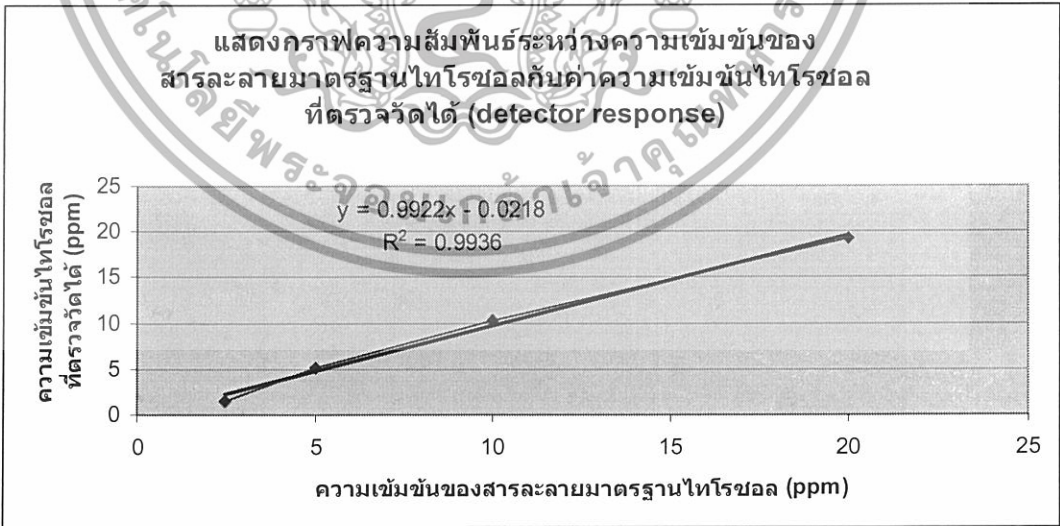
ตารางที่ 4.3 แสดงค่าร้อยละการคืนกลับของปริมาณไทโรซอลในตัวอย่างไวน์

ตัวอย่างไวน์	ร้อยละการคืนกลับ
ไวน์จิตรดา	103.8767
ไวน์มะเม่า	98.1400
ไวน์กระเจียบ	93.4600

จากตารางที่ 4.3 จะเห็นว่าการใช้วิธีแก๊สโครมาโทกราฟีตรวจวัดปริมาณไทโรซอลในไวน์ได้ค่า %recovery อยู่ในช่วง 93–103 %

4.4 การศึกษาค่าต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้ (Limit of Detection; LOD) และค่าต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้และรายงานได้ อย่างมีความถูกต้องและแม่นยำ (Limit of Quantitation; LOQ)

ค่า LOD และค่า LOQ ศึกษาได้โดยการตรวจวัดปริมาณไทโรซอลในสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 2.5, 5, 10 และ 20 ppm โดยแต่ละตัวอย่างทำการวัดซ้ำ 3 ครั้ง นำค่าเฉลี่ยของความเข้มข้นไทโรซอลที่ตรวจวัดได้มาพลอตกราฟเทียบกับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลได้กราฟดังแสดงในรูปที่ 4.3 สมการเส้นตรง คือ $y = 0.9922x + 0.0218$ นำค่าที่ได้จากกราฟ)ค่าจุดตัดบนแกนตั้ง และค่าความชัน (มาคำนวณ LOD และ LOQ ได้ดังแสดงไว้ในภาคผนวก ก 4.ซึ่งได้ค่า LOD เท่ากับ 0.0659 ppm และ LOQ เท่ากับ 0.2197 ppm

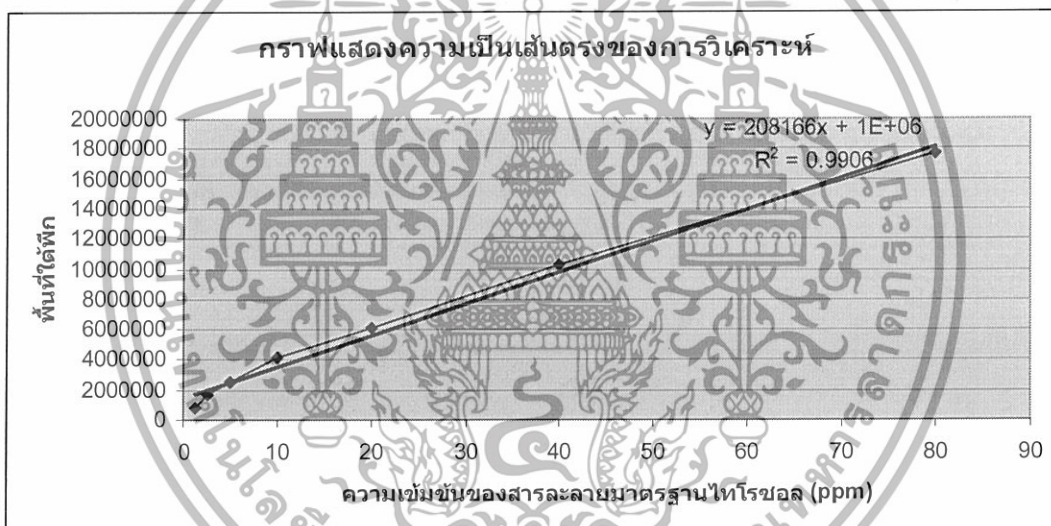


รูปที่ 4.3 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลกับความเข้มข้นไทโรซอลที่ตรวจวัดได้ (detector response)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.5 การศึกษาการตอบสนองความเป็นเส้นตรง (Linearity)

ศึกษาได้โดยการนำสารละลายมาตรฐานไทโรซอลที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ ในช่วง 1.25 ถึง 80 ppm มาทำการวัดหาปริมาณไทโรซอล นำผลที่ได้จากการวิเคราะห์มาสร้างกราฟระหว่างค่าความเข้มข้น ณ ที่ตรวจวัดได้กับพื้นที่ฟลัก ได้กราฟดังแสดงในรูปที่ 4.4 สมการเส้นตรง คือ $y = 208166x + (1 \times 10^6)$ และได้ค่า R^2 เท่ากับ 0.9906 ซึ่งเป็นค่าที่ยอมรับได้ (R^2 ไม่น้อยกว่า 0.990 แต่จะเห็นได้ว่า ในช่วงความเข้มข้นต่ำ ๆ คือที่ 1.25 ppm ค่าที่ตรวจวัดมีการเบี่ยงเบนไปจากเส้นตรง และที่ความเข้มข้นมากกว่า 20 ppm กราฟเริ่มเกิดการเบี่ยงเบน หรือมีลักษณะเป็นเส้นโค้ง ซึ่งพอจะสรุปได้ว่า การตอบสนองความเป็นเส้นตรงของวิธีแก๊สโครมาโทกราฟี ในการตรวจวัดปริมาณไทโรซอลอยู่ในช่วงความเข้มข้นของไทโรซอล 2.5 ถึง 20 ppm



รูปที่ 4.4 แสดงกราฟความเป็นเส้นตรงของการวิเคราะห์ (Linearity)

4.6 การตรวจวัดปริมาณไทโรซอลในไวน์แดง

นำสารละลายตัวอย่างไวน์แดงที่ได้จากขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างดังแสดงในหัวข้อที่ 3.2.1.3 มาตรวจวัดหาปริมาณไทโรซอลด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี โดยแต่ละตัวอย่างทำการวิเคราะห์ซ้ำ 2 ครั้ง ได้ผลดังแสดงในตารางที่ 4.4

ตารางที่ 4.4 แสดงผลการวิเคราะห์หาปริมาณไทโรซอลในไวน์แดง

ตัวอย่างไวน์	$\bar{x} \pm SD$ (ppm)
ไวน์จิตรดา	5.0911 $\pm$ 1.6596
ไวน์มะเม่า	2.2621 $\pm$ 1.7943
ไวน์กระเจี๊ยบ	3.0625 $\pm$ 0.3461

$\bar{x} \pm SD$ คือ ปริมาณไทโรซอลเฉลี่ย $\pm$ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน

จากตารางที่ 4.4 จะเห็นได้ว่าปริมาณไทโรซอลที่มีอยู่ในไวน์แดงนั้นมีในปริมาณมาก โดยไวน์แดงที่มีปริมาณไทโรซอลมากที่สุดในตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์ คือ ไวน์จิตรดา รองมาคือ ไวน์กระเจี๊ยบ และไวน์มะเม่า ตามลำดับ ซึ่งมีปริมาณไทโรซอลอยู่เท่ากับ 5.0911 $\pm$ 1.6596, 2.2621 $\pm$ 1.7943 และ 3.0625 $\pm$ 0.3461 ppm ตามลำดับ



บทที่ 5

สรุป และข้อเสนอแนะ

งานวิจัยได้ทำการศึกษาความเหมาะสมและความใช้ได้ของวิธีตรวจวัดปริมาณไทโรซอลใน
ไวน์แดงของประเทศไทย ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี ด้วยสภาวะเครื่องดังต่อไปนี้ คอลัมน์กาฟิ
ลาริขนาด (30 m. x 0.25 mm. i.d.) มีเฟสอยู่กับที่เป็นซิลิกา ตั้งอุณหภูมิเป็นแบบโปรแกรมอุณหภูมิ
(temperature program) คือเริ่มต้นที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส คงที่ไว้ 3 นาที จากนั้นให้อุณหภูมิ
เพิ่มขึ้นด้วยอัตราเร่ง 20 องศาเซลเซียสต่อนาที จนถึงอุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส และคงที่ไว้ที่อุณหภูมิ
300 องศาเซลเซียส 3 นาที ให้แก๊สฮีเลียมเป็นเฟสเคลื่อนที่ อัตราการไหล 0.8 มิลลิลิตรต่อนาที และมีตัว
ตรวจวัดเป็นฟเลมไอออไนเซชัน (flame ionization) ตั้งอุณหภูมิไว้ที่ 250 องศาเซลเซียส สภาวะที่
เหมาะสมนี้ถูกทดสอบความใช้ได้โดยใช้หลักทางสถิติ ประเมินได้ผลดังนี้

ความเที่ยงของวิธี ซึ่งบ่งบอกได้ด้วยค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน ซึ่งมีค่าเท่ากับ 0.4227 และ ร้อยละ
ของค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ มีค่าเท่ากับ 3.4328 %

ความแม่นยำของวิธี ซึ่งบ่งบอกได้ด้วยร้อยละการคืนกลับ อยู่ในช่วง 93-102

ความเป็นเส้นตรง มีค่าเท่ากับ 0.9906

การศึกษาค่าต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้มีค่า (LOD) เท่ากับ 0.0659 ppm และ ค่าต่ำสุดที่
สามารถตรวจวัดได้และรายงานได้อย่างมีความถูกต้องและแม่นยำ (LOQ) มีค่าเท่ากับ 0.2197 ppm

จะเห็นได้ว่าจากค่าทางสถิติทั้งหมดที่รายงานข้างต้นอยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้ แสดงว่าการ
ตรวจวัดไทโรซอลในตัวอย่างไวน์แดงด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี เป็นวิธีวิเคราะห์ที่ให้ผลถูกต้อง
เที่ยงตรง และน่าเชื่อถือ โดยไม่ต้องการทำปฏิกิริยาอนุพันธ์ของไทโรซอลก่อนเหมือนกับงานวิจัยที่ผ่าน
มา นอกจากนี้ข้อมูลที่ได้ ยังสามารถใช้เป็นข้อมูลในการพิจารณาเพื่อเลือกซื้อเครื่องคั้นไวน์แดงที่ผลิต
ในประเทศไทย

ข้อเสนอแนะ

1. การวิเคราะห์ของคอลัมน์ด้วยวิธีแก๊สโครมาโทกราฟี ต้องวิเคราะห์ให้จบโปรแกรมที่ตั้งไว้ทุก
ครั้งก่อนที่จะทำการฉีดตัวอย่างต่อไป
2. เนื่องจากระบบฉีดสารตัวอย่างเป็นแบบระบบฉีดอัตโนมัติ ต้องใช้ขวดไวแอล (vial) ใส่สาร
ตัวอย่าง ดังนั้นก่อนนำมาใช้ต้องล้างขวดไวแอลให้สะอาดด้วยกรดอะซิติกเจือจาง เพื่อป้องกัน
การปนเปื้อนที่มาจากภาชนะ
3. ควรเก็บตัวอย่างไวน์แดงให้หลายยี่ห้อกว่านี้ เพื่อเป็นข้อมูลสำหรับผู้บริโภค

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

1. คณิตา ตั้งคณานุรักษ์ แบบเรียนการวิเคราะห์ทางเคมี และควบคุมคุณภาพผลิตภัณฑ์
2. คณิตา ตั้งคณานุรักษ์ แบบเรียนเทคนิคการแยก
3. ทวีทอง หงษ์วิวัฒน์ สารานุกรมผัก. สำนักพิมพ์แสงแดดจำกัด, กรุงเทพมหานคร. พิมพ์ครั้งที่ 1;2545.
4. อรุณี คงศักดิ์ไพศาล แบบเรียนการประกันคุณภาพ และมาตรฐานห้องปฏิบัติการเคมี
5. กิตติพงษ์ ห่วงรักษ์. 2535. ปฏิบัติการกระบวนการแปรรูปอาหาร 2. ภาควิชาอุตสาหกรรมเกษตร คณะเทคโนโลยีการเกษตร สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง หน้า 75
6. Larry R. Taylor, Richard B. Papp, Bruce D. Pollard, **Instrumental Methods for Determining Elements** ,
7. VCH Publishers, Inc., 1994, pp.163-164, 176.
8. Lucio Minuti และ Roberto Maria Pellegrino และ Ilaria Tesci **Dipartimento di Chimica, Università**
9. degli Studi di Perugia, Via Elce di Sotto 8, 06123 Perugia, Italy
A. Betti, C. Bigli, F. Dondi and G. Blo, **J. Chromatogr.**, 1983, v. 257, p.69
10. C.C. Ruchhoff and M.B. Ettinger, **Anal. Chem.**, 1948, v.20, p.1191
11. C.D. Chriswell, J.S. Fritz and R.C. Chang, **Anal. Chem.**, 1975, v.47, p.1325
12. D.E. Ott, F.A. Gunther and H.O. Fristad, **Anal. Chem.**, 1969, v.41, p.1750
13. D.N. Armentrout, J.D. Mclean, and M.W. Long, **Anal. Chem.**, 1979, v.51, p.1039
14. J.J. Comor, M.M Kopechni, M.V Tarana and S.P. Cupic , **J. Chromatogr**, 1989, v.462, p.392
15. C.T. Ho, in: M.T. Huang, C.Y. Lee (Eds.), **Phenolic Compounds in Food and their Effect in Health II** (ACS Symposium Series, No. 507), American Chemical Society, Washington, DC, 1992, p. 2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก

แสดงผลการวิเคราะห์

ก. การตรวจสอบความเหมาะสมของวิธีวิเคราะห์

ก.1 กราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานไทโรซอล

ตารางที่ ก.1 แสดงความเข้มข้น (ppm) และพื้นที่ใต้พีคของสารละลายมาตรฐานไทโรซอล

ความเข้มข้นของสารละลาย มาตรฐานไทโรซอล (ppm)	พื้นที่ใต้พีค		ค่าเฉลี่ยพื้นที่ใต้พีค	Retention time
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2		
2.5	1278322	1309125	1293724	11.272
5	2523544	2600137	2561841	11.298
10	4612257	5019081	4815669	11.270
20	7524386	7895584	7709985	11.380

ก.2 การศึกษาความเที่ยง (precision) ของการฉีดสาร

ตารางที่ ก.2 แสดงค่าความเที่ยงของการฉีดสาร

ครั้งที่	พื้นที่ใต้พีค	Retention time
1	5131423	11.413
2	5006019	11.425
3	5100237	11.411
4	5487014	11.411
5	5128344	11.411
6	5118965	11.413
7	5116012	11.413
ค่าเฉลี่ย	5155431	11.414
ค่าเบี่ยงเบน	58405.51	±0.005
%RSD	1.133	±0.044

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

คำนวณค่าความเข้มข้นเฉลี่ย

จาก
$$\bar{x} = \sum_{i=1}^n \frac{x_i}{n}$$
$$\bar{x} = 5155431$$

คำนวณค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน

จาก
$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$
$$SD = 58405.51$$

คำนวณร้อยละของการเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์

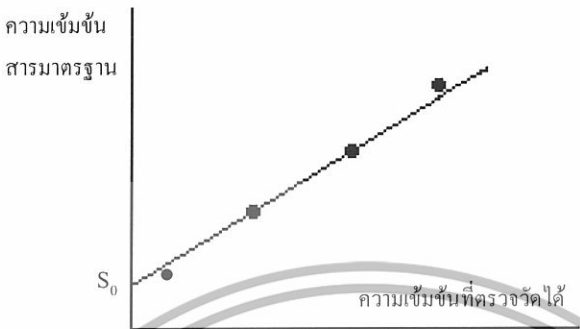
จาก
$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100$$
$$\%RSD = \frac{58405.51}{5155431} \times 100$$
$$\%RSD = 1.133$$

ก.3 การศึกษาความถูกต้อง (Accuracy) ของวิธีวิเคราะห์
ตารางที่ ก 3.แสดงผลการวัดหาปริมาณไทโรซอลในสารละลายตัวอย่างกับ *spiked sample* และค่า *%Recovery*

ตัวอย่างไวน์	ความเข้มข้นเฉลี่ย สารละลายมาตรฐาน	ความเข้มข้นเฉลี่ย สารละลายตัวอย่าง	ความเข้มข้นเฉลี่ย spikes sample	% Recovery
ไวน์จิตรดา	6	5.0911	11.3237	103.8767
ไวน์มะเม่า	6	2.2621	8.1505	98.1400
ไวน์กระเจียบ	3	3.0625	5.8663	93.4600

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

คำนวณค่าความเข้มข้นเฉลี่ย ทำเช่นเดียวกับข้อ ก2.
คำนวณหาค่าร้อยละของการกลับได้คืน (%Recovery) ตัวอย่างไวน์จิตรดา
จาก



รูปที่ ก.1 แสดงรูปกราฟการหาค่า S₀

$$\begin{aligned} \% \text{Recovery} &= \frac{(C_{\text{Spike,Sample}} - C_{\text{Sample}})}{C_{\text{Standard}}} \times 100 \\ \% \text{Recovery} &= \frac{11.3237 - 5.0911}{6} \times 100 \\ \% \text{Recovery} &= 103.8767 \end{aligned}$$

ตัวอย่างอื่น ๆ ทำเช่นเดียวกัน

ก.4 การศึกษาค่าต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้ (Limit of Detection; LOD) และค่าต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้โดยมีความถูกต้อง และความเที่ยงที่ยอมรับได้ (Limit of Quantitation; LOQ)
ตารางที่ ก 4.แสดงผลการวัดความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานเพื่อหาค่า LOD และ LOQ

ความเข้มข้นสารละลายมาตรฐานแคลเซียม (ppm)	ความเข้มข้นที่วัดได้ (ppm)			ความเข้มข้นเฉลี่ย (ppm)
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	
2.5	1.5668	1.6521	1.5024	1.5738
5	5.0183	5.2306	5.1866	5.1452
10	10.8079	11.9356	11.2346	11.3260
20	18.8799	19.9088	18.9650	19.2512

คำนวณค่าความเข้มข้นเฉลี่ย ทำเช่นเดียวกับข้อ ก2.

คำนวณ LOD และ LOQ

นำค่าเฉลี่ยมาสร้างกราฟ ได้กราฟดังรูปที่ 4.2ที่มีสมการเส้นตรงเท่ากับ $y = 0.9922x + 0.0218$
ดังนั้น slope คือ ความชัน เท่ากับ 0.9922 และ So คือ จุดตัดแกน y เท่ากับ 0.0218

จาก
$$LOD = \frac{3S_0}{slope}$$

$$LOD = 0.0659$$

จาก
$$LOQ = \frac{10S_0}{slope}$$

$$LOQ = 0.2197$$

ก.5 การศึกษาการตอบสนองความเป็นเส้นตรง (Linearity)
ตารางที่ ก 5.แสดงผลการวัดหาปริมาณไทโรซอล และพื้นที่ใต้พีคของสารละลายมาตรฐานไทโรซอล

ความเข้มข้นของสารละลาย มาตรฐานไทโรซอล (ppm)	พื้นที่ใต้พีค
1.25	794267
2.5	1293724
5	2561841
10	4815669
20	7709985
40	11447442
80	18115301

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ก.6 การวิเคราะห์หาปริมาณไทโรซอลในไวน์แดง
ตารางที่ ก 6.แสดงผลการวิเคราะห์หาปริมาณไทโรซอลในไวน์แดง

ตัวอย่างไวน์	ค่าเฉลี่ยของความเข้มข้น ของสารละลายมาตรฐาน ไทโรซอล	ค่าความเบี่ยงเบน	$\bar{x} \pm SD$
ไวน์จิตรดา	5.0911	1.6596	5.0911 $\pm$ 1.6596
ไวน์มะเม่า	2.2621	1.7943	2.2621 $\pm$ 1.7943
ไวน์กระเจียบ	3.0625	0.3461	3.0625 $\pm$ 0.3461

ตัวอย่างการคำนวณหาปริมาณไทโรซอลในไวน์แดง ตัวอย่างไวน์จิตรดา
จากผลการวิเคราะห์ที่ได้จากเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ โดยฉีดตัวอย่างไวน์แดง 1 ไมโครลิตร
ตรวจวัดได้ปริมาณไทโรซอลดังนี้
- ไวน์จิตรดา 5.0911 ppm
- ไวน์มะเม่า 2.2621 ppm
- ไวน์กระเจียบ 3.0625 ppm



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ta File:	Std. 1.25 ppm	Operator (Calc):	NEE
annel:	Middle = FID RESULTS	Calc Date:	03/01/2007 09:55:21
mple ID:	Std. 1.25 ppm	Times Calculated:	3
erator (Inj):	NEE	Calculation Method:	Std. 1.25 ppm 09:37:18 -middle.mth
ection Date:	03/01/2007 09:37:18 AM	Instrument (Calc):	Varian Star #1
ection Method:	c:\star\demo-test\method tiw(tyrosol)	Run Mode:	Analysis
n Time (min):	14.985	Peak Measurement:	Peak Area
rkstation:		Calculation Type:	Percent
strument (Inj):	Varian Star #1	Calibration Level:	N/A
		Verification Tolerance:	N/A



Peak No	Peak Name	Results ()	Ret. Time (min)	Time Offset (min)	Area (counts)	Rel Ret Time	Sep. Code	Width 1/2 (sec)	Status Codes	Group
1		98.9880	0.788	0.000	96821639	0.00	BB	6.3		0
2		0.0422	3.201	0.000	41341	0.00	VV	0.0		0
3		0.9698	11.279	0.000	948561	0.00	VB	3.2		0
Totals		100.0000		0.000	97811541					

รูปที่ ข.1 แสดงโครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 1.25 ppm ครั้งที่ 1
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Data File:Std. 1.25 ppm
Channel:Middle = FID RESULTS
Sample ID:Std. 1.25 ppm
Operator (Inj):NEE
Injection Date:03/01/2007 09:57:08 AM
Injection Method:c:\star\demo-test\method tiw(tyrosol)
Run Time (min):14.985
Workstation:
Instrument (Inj):Varian Star #1

Operator (Calc):NEE
Calc Date:03/01/2007 10:14:56
Times Calculated:3
Calculation Method:Std. 1.25 ppm 09:57:08 -middle.mth
Instrument (Calc):Varian Star #1
Run Mode:Analysis
Peak Measurement:Peak Area
Calculation Type:Percent
Calibration Level:N/A
Verification Tolerance:N/A



Peak No	Peak Name	Results ()	Ret. Time (min)	Time Offset (min)	Area (counts)	Rel Ret Time	Sep. Code	Width 1/2 (sec)	Status Codes	Group
1		99.2867	0.781	0.000	95860047	0.00	BB	6.4		0
2		0.0505	3.592	0.000	48712	0.00	VV	0.0		0
3		0.6628	11.302	0.000	639972	0.00	VB	3.1		0
Totals		100.0000		0.000	96548731					

รูปที่ ข. 2 แสดงโคร โทมาแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 1.25 ppm ครั้งที่ 2
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ta File:
annel:
mple ID:
erator (Inj):
ection Date:
ection Method:
n Time (min):
orkstation:
strument (Inj):

Std. 2.5 ppm
Middle = FID RESULTS
Std. 2.5 ppm
NEE
03/01/2007 08:57:24 AM
c:\star\demo-test\method tiw(tyrosol)
14.985
Varian Star #1

Operator (Calc):
Calc Date:
Times Calculated:
Calculation Method:
Instrument (Calc):
Run Mode:
Peak Measurement:
Calculation Type:
Calibration Level:
Verification Tolerance:

NEE
03/01/2007 09:15:19
3
Std. 2.5 ppm 08;57;24 -middle.mth
Varian Star #1
Analysis
Peak Area
Percent
N/A
N/A



Peak No	Peak Name	Results ()	Ret. Time (min)	Time Offset (min)	Area (counts)	Rel Ret Time	Sep. Code	Width 1/2 (sec)	Status Codes	Group
1		98.6673	0.791	0.000	96509648	0.00	BB	6.5		0
2		0.0258	2.128	0.000	25271	0.00	TF	0.0		0
3		1.3069	11.262	0.000	1278322	0.00	VV	0.0		0
Totals		100.0000		0.000	97813241					

รูปที่ ข. 3 แสดงโครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 2.5 ppm ครั้งที่ 1
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ta File:	Std. 2.5 ppm	Operator (Calc):	NEE
annel:	Middle = FID RESULTS	Calc Date:	03/01/2007 09:35:04
nple ID:	Std. 2.5 ppm	Times Calculated:	3
erator (Inj):	NEE	Calculation Method:	Std. 2.5 ppm 09;16;46 -middle.mth
ection Date:	03/01/2007 09:16:46 AM	Instrument (Calc):	Varian Star #1
ection Method:	c:\star\demo-test\method tiw(tyrosol)	Run Mode:	Analysis
n Time (min):	14.985	Peak Measurement:	Peak Area
rkstation:		Calculation Type:	Percent
trument (Inj):	Varian Star #1	Calibration Level:	N/A
		Verification Tolerance:	N/A



Peak No	Peak Name	Results ()	Ret. Time (min)	Time Offset (min)	Area (counts)	Rel Ret Time	Sep. Code	Width 1/2 (sec)	Status Codes	Group
1		98.6391	0.785	0.000	97074431	0.00	BB	7.1		0
2		0.0309	2.334	0.000	30218	0.00	TF	0.0		0
3		1.3300	11.282	0.000	1309125	0.00	VB	3.2		0
Totals		100.0000		0.000	98413774					

รูปที่ ข.4 แสดงโครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 2.5 ppm ครั้งที่ 2
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ata File:	Std. 5 ppm	Operator (Calc):	NEE
annel:	Middle = FID RESULTS	Calc Date:	03/01/2007 08:36:24
ample ID:	Std. 5 ppm	Times Calculated:	3
perator (Inj):	NEE	Calculation Method:	Std. 5 ppm 08;16;12 -middle.mth
ection Date:	03/01/2007 08:16:12 AM	Instrument (Calc):	Varian Star #1
ection Method:	c:\star\demo-test\method tiw(tyrosol)	Run Mode:	Analysis
n Time (min):	14.985	Peak Measurement:	Peak Area
orkstation:		Calculation Type:	Percent
strument (Inj):	Varian Star #1	Calibration Level:	N/A
		Verification Tolerance:	N/A



Peak No	Peak Name	Results ()	Ret. Time (min)	Time Offset (min)	Area (counts)	Rel Ret Time	Sep. Code	Width 1/2 (sec)	Status Codes	Group
1		97.2800	0.772	0.000	90771844	0.00	BB	7.5		0
2		0.0155	1.923	0.000	14468	0.00	TF	0.0		0
3		2.7045	11.278	0.000	2523544	0.00	VP	3.6		0
Totals		100.0000		0.000	93309856					

รูปที่ ข.5 แสดงโครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 5 ppm ครั้งที่ 1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ata File:	Std. 5 ppm	Operator (Calc):	NEE
annel:	Middle = FID RESULTS	Calc Date:	03/01/2007 08:55:15
mple ID:	Std. 5 ppm	Times Calculated:	3
erator (Inj):	NEE	Calculation Method:	Std. 5 ppm 08;38;05 -middle.mth
ection Date:	03/01/2007 08:38:05 AM	Instrument (Calc):	Varian Star #1
ection Method:	c:\star\demo-test\method tiw(tyrosol)	Run Mode:	Analysis
n Time (min):	14.985	Peak Measurement:	Peak Area
orkstation:		Calculation Type:	Percent
trument (Inj):	Varian Star #1	Calibration Level:	N/A
		Verification Tolerance:	N/A



Peak No	Peak Name	Results ()	Ret. Time (min)	Time Offset (min)	Area (counts)	Rel Ret Time	Sep. Code	Width 1/2 (sec)	Status Codes	Group
1		97.2179	0.809	0.000	91562281	0.00	BB	7.3		0
2		0.0214	3.102	0.000	20114	0.00	TF	0.0		0
3		2.7607	11.317	0.000	2600137	0.00	VP	3.1		0
Totals		100.0000		0.000	94182532					

รูปที่ ข.6 แสดงโครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 5 ppm ครั้งที่ 2
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

a File:	Std. 10 ppm	Operator (Calc):	NEE
nnel:	Middle = FID RESULTS	Calc Date:	03/01/2007 12:37:14
ple ID:	Std. 10 ppm	Times Calculated:	3
rator (Inj):	NEE	Calculation Method:	Std. 10 ppm 12;18;51 -middle.mth
ction Date:	03/01/2007 12:18:51 AM	Instrument (Calc):	Varian Star #1
ction Method:	c:\star\demo-test\method tiw(tyrosol)	Run Mode:	Analysis
Time (min):	14.985	Peak Measurement:	Peak Area
rkstation:		Calculation Type:	Percent
ument (Inj):	Varian Star #1	Calibration Level:	N/A
		Verification Tolerance:	N/A



Peak No	Peak Name	Results ()	Ret. Time (min)	Time Offset (min)	Area (counts)	Rel Ret Time	Sep. Code	Width 1/2 (sec)	Status Codes	Group
1		94.0268	0.760	0.000	88314268	0.00	BB	7.2		0
2		1.0626	1.699	0.000	998077	0.00	VV	0.8		0
3		4.9106	11.302	0.000	4612257	0.00	VP	2.8		0
Totals		100.0000		0.000	93924602					

รูปที่ ข.7 แสดงโครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 10 ppm ครั้งที่ 1
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ata File:Std. 10 ppm
annel:Middle = FID RESULTS
mple ID:Std. 10 ppm
erator (Inj):NEE
ection Date:03/01/2007 11:58:20 AM
ection Method:c:\star\demo-test\method tiw(tyrosol)
n Time (min):14.985
orkstation:
strument (Inj):Varian Star #1

Operator (Calc):NEE
Calc Date:03/01/2007 12:17:03
Times Calculated:3
Calculation Method:Std. 10 ppm 11;58;20 -middle.mth
Instrument (Calc):Varian Star #1
Run Mode:Analysis
Peak Measurement:Peak Area
Calculation Type:Percent
Calibration Level:N/A
Verification Tolerance:N/A



Peak No	Peak Name	Results ()	Ret. Time (min)	Time Offset (min)	Area (counts)	Rel Ret Time	Sep. Code	Width 1/2 (sec)	Status Codes	Group
1		93.9032	0.772	0.000	88440413	0.00	BB	7.3		0
2		0.5426	1.923	0.000	511052	0.00	VV	2.0		0
3		0.2251	5.044	0.000	211986	0.00	VV	2.3		0
4		5.3291	11.238	0.000	5019081	0.00	VB	3.0		0
Totals		100.0000		0.000	94182532					

รูปที่ ข.8 แสดงโครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 10 ppm ครั้งที่ 2
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

File: Std. 10 ppm
Inlet: Middle = FID RESULTS
Sample ID: Std. 10 ppm
Injection Volume (Inj): NEE
Injection Date: 03/01/2007 04:52:25 PM
Injection Method: c:\star\demo-test\method tiw(tyrosol)
Injection Time (min): 14.985
Injection Station:
Injection Volume (Inj): Varian Star #1

Operator (Calc): NEE
Calc Date: 03/01/2007 17:10:31
Times Calculated: 3
Calculation Method: Std. 10 ppm 16;52;25 -middle.mth
Instrument (Calc): Varian Star #1
Run Mode: Analysis
Peak Measurement: Peak Area
Calculation Type: Percent
Calibration Level: N/A
Verification Tolerance: N/A



Peak No	Peak Name	Results ()	Ref. Time (min)	Time Offset (min)	Area (counts)	Rel Ret Time	Sep. Code	Width 1/2 (sec)	Status Codes	Group
1		92.6993	0.756	0.000	91370663	0.00	BB	6.1		0
2		1.5841	1.344	0.000	1561395	0.00	VV	1.3		0
3		0.5422	2.567	0.000	534428	0.00	TF	0.0		0
4		5.1744	11.411	0.000	5100237	0.00	VP	5.0		0
Totals		100.0000		0.000	98566723					

รูปที่ ข.9 แสดงโครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 10 ppm ครั้งที่ 3
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Data File:Std. 10 ppm
Channel:Middle = FID RESULTS
Sample ID:Std. 10 ppm
Operator (Inj):NEE
Injection Date:03/01/2007 04:12:35 PM
Injection Method:c:\star\demo-test\method tiw(tyrosol)
Run Time (min):14.985
Workstation:
Instrument (Inj):Varian Star #1

Operator (Calc):NEE
Calc Date:03/01/2007 16:30:16
Times Calculated:3
Calculation Method:Std. 10 ppm 16;12;35 -middle.mth
Instrument (Calc):Varian Star #1
Run Mode:Analysis
Peak Measurement:Peak Area
Calculation Type:Percent
Calibration Level:N/A
Verification Tolerance:N/A



Peak No	Peak Name	Results ()	Ret. Time (min)	Time Offset (min)	Area (counts)	Rel Ret Time	Sep. Code	Width 1/2 (sec)	Status Codes	Group
		92.8911	0.765	0.000	91425185	0.00	BB	6.5		0
		1.8952	1.003	0.000	1865292	0.00	VV	0.0		0
		5.2137	11.413	0.000	5131423	0.00	VP	5.1		0
Totals		100.0000		0.000	98421900					

รูปที่ ข.10 แสดงโครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 10 ppm ครั้งที่ 4
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

File: Std. 10 ppm
Inel: Middle = FID RESULTS
Sample ID: Std. 10 ppm
Operator (Inj): NEE
Injection Date: 03/01/2007 04:33:12 PM
Injection Method: c:\star\demo-test\method tiw(tyrosol)
Time (min): 14.985
Injection Station:
Instrument (Inj): Varian Star #1

Operator (Calc): NEE
Calc Date: 03/01/2007 16:52:25
Times Calculated: 3
Calculation Method: Std. 10 ppm 16;33;12 -middle.mth
Instrument (Calc): Varian Star #1
Run Mode: Analysis
Peak Measurement: Peak Area
Calculation Type: Percent
Calibration Level: N/A
Verification Tolerance: N/A



Peak No	Peak Name	Results ()	Ret. Time (min)	Time Offset (min)	Area (counts)	Rel Ret Time	Sep. Code	Width 1/2 (sec)	Status Codes	Group
1		93.3958	0.755	0.000	93284334	0.00	BB	6.6		0
2		1.5922	1.800	0.000	1590299	0.00	VV	1.8		0
3		5.0120	11.425	0.000	5006019	0.00	VP	5.2		0
Totals		100.0000		0.000	99880652					

รูปที่ ข.11 แสดงโครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 10 ppm ครั้งที่ 5
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ta File:	Std. 10 ppm	Operator (Calc):	NEE
annel:	Middle = FID RESULTS	Calc Date:	03/01/2007 17:30:08
mple ID:	Std. 10 ppm	Times Calculated:	3
erator (Inj):	NEE	Calculation Method:	Std. 10 ppm 17;12;14 -middle.mth
ection Date:	03/01/2007 05:12:14 PM	Instrument (Calc):	Varian Star #1
ection Method:	c:\star\demo-test\method tiw(tyrosol)	Run Mode:	Analysis
n Time (min):	14.985	Peak Measurement:	Peak Area
rkstation:		Calculation Type:	Percent
trument (Inj):	Varian Star #1	Calibration Level:	N/A
		Verification Tolerance:	N/A



ak o	Peak Name	Results ()	Ret. Time (min)	Time Offset (min)	Area (counts)	Rel Ret Time	Sep. Code	Width 1/2 (sec)	Status Codes	Group
		92.3586	0.771	0.000	95800098	0.00	BB	6.3		0
		1.6273	1.215	0.000	1687937	0.00	VV	1.3		0
		0.7242	2.596	0.000	751185	0.00	TF	0.0		0
		5.2899	11.411	0.000	5487014	0.00	VP	5.1		0
Totals		100.0000		0.000	103726234					

รูปที่ ข.12 แสดงโครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 10 ppm ครั้งที่ 6
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ata File:	Std. 10 ppm	Operator (Calc):	NEE
hannel:	Middle = FID RESULTS	Calc Date:	03/01/2007 17:49:35
ample ID:	Std. 10 ppm	Times Calculated:	3
perator (Inj):	NEE	Calculation Method:	Std. 10 ppm 17;31;54 -middle.mth
jection Date:	03/01/2007 05:31:54 PM	Instrument (Calc):	Varian Star #1
jection Method:	c:\star\demo-test\method tiw(tyrosol)	Run Mode:	Analysis
un Time (min):	14.985	Peak Measurement:	Peak Area
orkstation:		Calculation Type:	Percent
strument (Inj):	Varian Star #1	Calibration Level:	N/A
		Verification Tolerance:	N/A



Peak No	Peak Name	Results ()	Ret. Time (min)	Time Offset (min)	Area (counts)	Rel Ret Time	Sep. Code	Width 1/2 (sec)	Status Codes	Group
		94.4086	0.769	0.000	93474362	0.00	BB	6.2		0
		0.4118	1.346	0.000	407725	0.00	TF	0.0		0
		5.1796	11.411	0.000	5128344	0.00	VP	5.0		0
Totals		100.0000		0.000	99010431					

รูปที่ ข.13 แสดงโครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 10 ppm ครั้งที่ 7
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ata File:	Std. 10 ppm	Operator (Calc):	NEE
hannel:	Middle = FID RESULTS	Calc Date:	03/01/2007 18:11:42
ample ID:	Std. 10 ppm	Times Calculated:	3
perator (Inj):	NEE	Calculation Method:	Std. 10 ppm 17;52;18 -middle.mth
jection Date:	03/01/2007 05:52:18 PM	Instrument (Calc):	Varian Star #1
jection Method:	c:\star\demo-test\method tiw(tyrosol)	Run Mode:	Analysis
un Time (min):	14.985	Peak Measurement:	Peak Area
orkstation:		Calculation Type:	Percent
strument (Inj):	Varian Star #1	Calibration Level:	N/A
		Verification Tolerance:	N/A



ak lo	Peak Name	Results ()	Ret. Time (min)	Time Offset (min)	Area (counts)	Rel Ret Time	Sep. Code	Width 1/2 (sec)	Status Codes	Group
		94.3282	0.767	0.000	93297799	0.00	BB	6.2		0
		0.4963	1.351	0.000	490879	0.00	TF	0.0		0
		5.1755	11.413	0.000	5118965	0.00	VP	4.9		0
Totals		100.0000		0.000	98907643					

รูปที่ ข.14 แสดงโครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 10 ppm ครั้งที่ 8
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ata File:	Std. 10 ppm	Operator (Calc):	NEE
hannel:	Middle = FID RESULTS	Calc Date:	03/01/2007 18:32:23
ample ID:	Std. 10 ppm	Times Calculated:	3
perator (Inj):	NEE	Calculation Method:	Std. 10 ppm 18;12;58 -middle.mth
jection Date:	03/01/2007 06:12:58 PM	Instrument (Calc):	Varian Star #1
jection Method:	c:\star\demo-test\method tiw(tyrosol)	Run Mode:	Analysis
un Time (min):	14.985	Peak Measurement:	Peak Area
orkstation:		Calculation Type:	Percent
strument (Inj):	Varian Star #1	Calibration Level:	N/A
		Verification Tolerance:	N/A



Peak No	Peak Name	Results ()	Ret. Time (min)	Time Offset (min)	Area (counts)	Rel Ret Time	Sep. Code	Width 1/2 (sec)	Status Codes	Group
		94.3187	0.759	0.000	93230991	0.00	BB	6.3		0
		0.5056	1.359	0.000	499769	0.00	TF	0.0		0
		5.1757	11.413	0.000	5116012	0.00	VP	4.8		0
Totals		100.0000		0.000	98846772					

รูปที่ ข.15 แสดงโครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 10 ppm ครั้งที่ 9 เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ita File:	Std. 20 ppm	Operator (Calc):	NEE
annel:	Middle = FID RESULTS	Calc Date:	03/01/2007 10:54:33
mple ID:	Std. 20 ppm	Times Calculated:	3
erator (Inj):	NEE	Calculation Method:	Std. 20 ppm 10;36;47 -middle.mth
ection Date:	03/01/2007 10:36:47 AM	Instrument (Calc):	Varian Star #1
ection Method:	c:\star\demo-test\method tiw(tyrosol)	Run Mode:	Analysis
n Time (min):	14.985	Peak Measurement:	Peak Area
orkstation:		Calculation Type:	Percent
strument (Inj):	Varian Star #1	Calibration Level:	N/A
		Verification Tolerance:	N/A



Peak No	Peak Name	Results ()	Ret. Time (min)	Time Offset (min)	Area (counts)	Rel Ret Time	Sep. Code	Width 1/2 (sec)	Status Codes	Group
1		87.2453	0.721	0.000	78528589	0.00	BB	6.2		0
2		2.0213	1.400	0.000	1819345	0.00	VV	1.5		0
3		2.3738	1.782	0.000	2136667	0.00	VV	1.4		0
4		8.3596	11.459	0.000	7524386	0.00	VP	2.8		0
Totals		100.0000		0.000	90008987					

รูปที่ ข.16 แสดงโครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 20 ppm ครั้งที่ 1 เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

a File:

nnel:

ple ID:

rator (Inj):

ction Date:

ction Method:

Time (min):

rkstation:

ument (Inj):

Std. 20 ppm

Middle = FID RESULTS

Std. 20 ppm

NEE

03/01/2007 10:16:35 AM

c:\star\demo-test\method tiw(tyrosol)

14.985

Varian Star #1

Operator (Calc):

Calc Date:

Times Calculated:

Calculation Method:

Instrument (Calc):

Run Mode:

Peak Measurement:

Calculation Type:

Calibration Level:

Verification Tolerance:

NEE

03/01/2007 10:34:23

3

Std. 20 ppm 10;16;35 -middle.mth

Varian Star #1

Analysis

Peak Area

Percent

N/A

N/A



Peak No	Peak Name	Results ()	Ret. Time (min)	Time Offset (min)	Area (counts)	Rel Ret Time	Sep. Code	Width 1/2 (sec)	Status Codes	Group
1		90.9443	0.754	0.000	82324219	0.00	BB	6.2		0
2		0.3334	5.228	0.000	301876	0.00	TF	1.2		0
3		8.7223	11.300	0.000	7895584	0.00	VP	2.8		0
Totals		100.0000		0.000	90521679					

รูปที่ ข.17 แสดงโครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 20 ppm ครั้งที่ 2 เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ita File:
annel:
mple ID:
erator (Inj):
ection Date:
ection Method:
in Time (min):
rkstation:
strument (Inj):

Std. 40 ppm
Middle = FID RESULTS
Std. 40 ppm
NEE
03/01/2007 11:37:51 AM
c:\star\demo-test\method tiw(tyrosol)
14.985
Varian Star #1

Operator (Calc):
Calc Date:
Times Calculated:
Calculation Method:
Instrument (Calc):
Run Mode:
Peak Measurement:
Calculation Type:
Calibration Level:
Verification Tolerance:

NEE
03/01/2007 11:56:29
3
Std. 40 ppm 11;37;51 -middle.mth
Varian Star #1
Analysis
Peak Area
Percent
N/A
N/A



Peak No	Peak Name	Results ()	Ret. Time (min)	Time Offset (min)	Area (counts)	Rel Ret Time	Sep. Code	Width 1/2 (sec)	Status Codes	Group
1		78.8185	0.751	0.000	74490440	0.00	BB	6.2		0
2		3.0648	2.001	0.000	2896544	0.00	VV	1.8		0
3		5.3003	5.218	0.000	5009214	0.00	VV	1.7		0
4		12.8164	11.679	0.000	12112673	0.00	VP	3.0		0
Totals		100.0000		0.000	94508871					

รูปที่ ข.18 แสดงโครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 40 ppm ครั้งที่ 1 เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ita File:
annel:
mple ID:
perator (Inj):
ection Date:
ection Method:
in Time (min):
orkstation:
strument (Inj):

Std. 40 ppm
Middle = FID RESULTS
Std. 40 ppm
NEE
03/01/2007 11:17:17 AM
c:\star\demo-test\method tiw(tyrosol)
14.985
Varian Star #1

Operator (Calc):
Calc Date:
Times Calculated:
Calculation Method:
Instrument (Calc):
Run Mode:
Peak Measurement:
Calculation Type:
Calibration Level:
Verification Tolerance:

NEE
03/01/2007 11:36:02
3
Std. 40 ppm 11;17;17 -middle.mth
Varian Star #1
Analysis
Peak Area
Percent
N/A
N/A



Peak No	Peak Name	Results ()	Ret. Time (min)	Time Offset (min)	Area (counts)	Rel Ret Time	Sep. Code	Width 1/2 (sec)	Status Codes	Group
1		84.1667	0.767	0.000	76263004	0.00	BB	6.5		0
2		3.9336	2.004	0.000	3564221	0.00	VV	1.5		0
3		11.8997	11.446	0.000	10782210	0.00	VP	3.1		0
Totals		100.0000		0.000	90609435					

รูปที่ ข.19 แสดงโครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 40 ppm ครั้งที่ 2 เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Data File:	Std. 80 ppm	Operator (Calc):	NEE
Channel:	Middle = FID RESULTS	Calc Date:	03/01/2007 18:51:57
Sample ID:	Std. 80 ppm	Times Calculated:	3
Operator (Inj):	NEE	Calculation Method:	Std. 80 ppm 18;34;19 -middle.mth
Injection Date:	03/01/2007 06:34:19 AM	Instrument (Calc):	Varian Star #1
Injection Method:	c:\star\demo-test\method tiw(tyrosol)	Run Mode:	Analysis
Run Time (min):	14.985	Peak Measurement:	Peak Area
Workstation:		Calculation Type:	Percent
Instrument (Inj):	Varian Star #1	Calibration Level:	N/A
		Verification Tolerance:	N/A



Peak No	Peak Name	Results ()	Ret. Time (min)	Time Offset (min)	Area (counts)	Rel Ret Time	Sep. Code	Width 1/2 (sec)	Status Codes	Group
		81.9548	0.752	0.000	82300665	0.00	BB	7.1		0
		0.0219	1.280	0.000	21966	0.00	TF	0.0		0
		0.0249	1.360	0.000	24965	0.00	TF	0.0		0
		17.9984	11.452	0.000	18074380	0.00	VB	5.1		0
Totals		100.0000		0.000	100421976					

รูปที่ ข.20 แสดงโครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 80 ppm ครั้งที่ 1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Data File:

Channel:

Sample ID:

Operator (Inj):

Injection Date:

Injection Method:

Run Time (min):

Workstation:

Instrument (Inj):

Std. 80 ppm

Middle = FID RESULTS

Std. 80 ppm

NEE

03/01/2007 06:54:06 AM

c:\star\demo-test\method tiw(tyrosol)

14.985

Varian Star #1

Operator (Calc):

Calc Date:

Times Calculated:

Calculation Method:

Instrument (Calc):

Run Mode:

Peak Measurement:

Calculation Type:

Calibration Level:

Verification Tolerance:

NEE

03/01/2007 19:13:24

3

Std. 80 ppm 18;54;06 -middle.mth

Varian Star #1

Analysis

Peak Area

Percent

N/A

N/A



Peak No	Peak Name	Results ()	Ret. Time (min)	Time Offset (min)	Area (counts)	Rel Ret Time	Sep. Code	Width 1/2 (sec)	Status Codes	Group
		82.2538	0.750	0.000	84528800	0.00	BB	7.1		0
		0.0371	1.285	0.000	38113	0.00	TF	0.0		0
		0.0415	1.365	0.000	42677	0.00	TF	0.0		0
		17.6676	11.450	0.000	18156221	0.00	VB	5.0		0
Totals		100.0000		0.000	102765811					

รูปที่ ข.21 แสดงโครมาโทแกรมของสารละลายมาตรฐานไทโรซอลเข้มข้น 80 ppm ครั้งที่ 2 เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ata File:
hannel:
ample ID:
perator (Inj):
jection Date:
jection Method:
un Time (min):
orkstation:
strument (Inj):

sample a/1
Middle = FID RESULTS
sample a/1
NEE
02/28/2007
c:\star\demo-test\method tiw(tyrosol)
14.987
Varian Star #1

Operator (Calc):
Calc Date:
Times Calculated:
Calculation Method:
Instrument (Calc):
Run Mode:
Peak Measurement:
Calculation Type:
Calibration Level:
Verification Tolerance:

NEE
02/28/2007
4
sample a/1 middle.mth
Varian Star #1
Analysis
Peak Area
Percent
N/A
N/A



Peak No	Peak Name	Result ()	Ret. Time (min)	Time Offset (min)	Area (counts)	Rel Ret Time	Sep. Code	Width 1/2 (sec)	Status Codes	Group
1		78.4566	0.783	0.000	76988512	0.00	BB	6.4		0
2		4.2122	1.353	0.000	4133349	0.00	TF	0.0		0
3		10.8721	1.738	0.000	10668624	0.00	TF	0.0		0
4		3.1992	11.348	0.000	3139359	0.00	VV	0.0		0
5		3.2599	11.380	0.000	3198926	0.00	VP	3.2		0
Totals		100.0000		0.000	98128776					

รูปที่ ข.22 แสดงโครมาโทแกรมของตัวอย่างไวน์จิตรดา ครั้งที่ 1
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ata File: sample a/2
hannel: Middle = FID RESULTS
ample ID: sample a/2
perator (Inj): NEE
ection Date: 02/28/2007
ection Method: c:\star\demo-test\method tiw(tyrosol)
un Time (min): 14.985
orkstation:
strument (Inj): Varian Star #1

Operator (Calc): NEE
Calc Date: 02/28/2007
Times Calculated: 3
Calculation Method: sample a/2 -middle.mth
Instrument (Calc): Varian Star #1
Run Mode: Analysis
Peak Measurement: Peak Area
Calculation Type: Percent
Calibration Level: N/A
Verification Tolerance: N/A



Peak No	Peak Name	Result ()	Ret. Time (min)	Time Offset (min)	Area (counts)	Rel Ret Time	Sep. Code	Width 1/2 (sec)	Status Codes	Group
1		79.8636	0.782	0.000	74928808	0.00	BB	6.3		0
2		10.4649	1.703	0.000	9818310	0.00	TF	0.0		0
3		6.5025	1.727	0.000	6100725	0.00	TF	0.0		0
4		3.1690	11.297	0.000	2973153	0.00	VP	6.5		0
Totals		100.0000		0.000	93821000					

รูปที่ ข.23 แสดงโครมาโทแกรมของตัวอย่างไวน์จิตรดา ครั้งที่ 2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ata File:

hannel:

ample ID:

perator (Inj):

jection Date:

jection Method:

un Time (min):

orkstation:

strument (Inj):

sample b/1

Middle = FID RESULTS

sample b/1

NEE

02/28/2007

c:\star\demo-test\method tiw(tyrosol)

14.987

Varian Star #1

Operator (Calc):

Calc Date:

Times Calculated:

Calculation Method:

Instrument (Calc):

Run Mode:

Peak Measurement:

Calculation Type:

Calibration Level:

Verification Tolerance:

NEE

02/28/2007

2

sample b/1-middle.mth

Varian Star #1

Analysis

Peak Area

Percent

N/A

N/A



Peak No	Peak Name	Result ()	Ret. Time (min)	Time Offset (min)	Area (counts)	Rel Ret Time	Sep. Code	Width 1/2 (sec)	Status Codes	Group
1		81.4611	0.782	0.000	82509144	0.00	BB	6.7		0
2		14.6079	1.730	0.000	14795818	0.00	TF	0.0		0
3		2.8732	11.325	0.000	2910137	0.00	VV	0.0		0
4		1.0578	11.402	0.000	1071426	0.00	VV	2.5		0
Totals		100.0000		0.000	101286520					

รูปที่ ข.24 แสดงโครมาโทแกรมของตัวอย่างไวน์กระเจียบ ครั้งที่ 1
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Data File: sample b/2
Channel: Middle = FID RESULTS
Sample ID: sample b/2
Operator (Inj): NEE
Injection Date: 02/28/2007
Injection Method: c:\star\demo-test\method tiw(tyrosol)
Run Time (min): 14.985
Workstation:
Instrument (Inj): Varian Star #1

Operator (Calc): NEE
Calc Date: 02/28/2007
Times Calculated: 2
Calculation Method: sample b/2-middle.mth
Instrument (Calc): Varian Star #1
Run Mode: Analysis
Peak Measurement: Peak Area
Calculation Type: Percent
Calibration Level: N/A
Verification Tolerance: N/A



Peak No	Peak Name	Result (%)	Ret. Time (min)	Time Offset (min)	Area (counts)	Rel Ret Time	Sep. Code	Width 1/2 (sec)	Status Codes	Group
1		79.5108	0.785	0.000	78914632	0.00	BB	6.5		0
2		9.7683	1.697	0.000	9695011	0.00	TF	0.0		0
3		6.0875	1.721	0.000	6041900	0.00	TF	0.0		0
4		2.6315	11.307	0.000	2611738	0.00	VV	12.0		0
5		2.0019	11.323	0.000	1986916	0.00	VP	2.2		0
Totals		100.0000		0.000	99250192					

รูปที่ ข.25 แสดงโครมาโทแกรมของตัวอย่างไวน์กระเจียบ ครั้งที่ 2
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

File: Middle = FID RESULTS
Channel: Sample C 28-02-50
Sample ID: NEE
Operator (Inj):
Injection Date: 02/28/2007 06:36:04 PM
Injection Method: c:\star\demo-test\method tiw(tyrosol)
Injection Time (min): 14.987
Workstation:
Instrument (Inj): Varian Star #1

Operator (Calc): NEE
Calc Date: 02/28/2007 06:54:19
Times Calculated: 2
Calculation Method: sample c 28-02-50 18;36;04
Instrument (Calc): Varian Star #1
Run Mode: Analysis
Peak Measurement: Peak Area
Calculation Type: Percent
Calibration Level: N/A
Verification Tolerance: N/A



Peak No	Peak Name	Result ()	Ret. Time (min)	Time Offset (min)	Area (counts)	Rel Ret Time	Sep. Code	Width 1/2 (sec)	Status Codes	Group
1		81.4010	0.784	0.000	75954656	0.00	BB	6.5		0
2		14.6979	1.744	0.000	13714468	0.00	TF	0.0		0
3		3.9011	11.308	0.000	3640064	0.00	VP	6.4		0
Totals		100.0000		0.000	93309184					

รูปที่ ข.26 แสดงโครมาโทแกรมของตัวอย่างไวน์มะเม่า ครั้งที่ 1
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ta File:
annel:
mple ID:
erator (Inj):
ection Date:
ection Method:
n Time (min):
orkstation:
trument (Inj):

Middle = FID RESULTS
add sample C
NEE
02/28/2007 06:56:20 PM
c:\star\demo-test\method tiw(tyrosol)
14.987
Varian Star #1

Operator (Calc):
Calc Date:
Times Calculated:
Calculation Method:
Instrument (Calc):
Run Mode:
Peak Measurement:
Calculation Type:
Calibration Level:
Verification Tolerance:

NEE
02/28/2007 07:14:15
2
add sample c 18;56;20 -middle.mth
Varian Star #1
Analysis
Peak Area
Percent
N/A
N/A



Peak No	Peak Name	Result ()	Ret. Time (min)	Time Offset (min)	Area (counts)	Rel Ret Time	Sep. Code	Width 1/2 (sec)	Status Codes	Group
1		80.6873	0.783	0.000	76547456	0.00	BB	6.5		0
2		17.1847	1.717	0.000	16302993	0.00	TS	0.0		0
3		2.1280	11.240	0.000	2018838	0.00	VP	5.2		0
Totals		100.0000		0.000	94869288					

รูปที่ ข.27 แสดงโครมาโทแกรมของตัวอย่างไวน์มะเม่า ครั้งที่ 2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ata File: sample a add /1
hannel: Middle = FID RESULTS
ample ID: sample a add/1
perator (Inj): NEE
ection Date: 02/28/2007
ection Method: c:\star\demo-test\method tiw(tyrosol)
un Time (min): 14.987
orkstation:
strument (Inj): Varian Star #1

Operator (Calc): NEE
Calc Date: 02/28/2007
Times Calculated: 2
Calculation Method: sample a add /1-middle.mth
Instrument (Calc): Varian Star #1
Run Mode: Analysis
Peak Measurement: Peak Area
Calculation Type: Percent
Calibration Level: N/A
Verification Tolerance: N/A



Peak No	Peak Name	Result ()	Ret. Time (min)	Time Offset (min)	Area (counts)	Rel Ret Time	Sep. Code	Width 1/2 (sec)	Status Codes	Group
1		78.9811	0.783	0.000	75769176	0.00	BB	6.5		0
2		4.1397	1.352	0.000	3971342	0.00	TF	0.0		0
3		10.2102	1.737	0.000	9795006	0.00	TF	0.0		0
4		6.6690	11.363	0.000	6397751	0.00	VP	7.4		0
Totals		100.0000		0.000	95933280					

รูปที่ ข.28 แสดงโครมาโทแกรมของ spiked sample ของตัวอย่างไวน์จิตรดา ครั้งที่ 1
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ata File: sample a add/2
hannel: Middle = FID RESULTS
ample ID: sample a add/2
perator (Inj): NEE
jection Date: 02/28/2007
jection Method: c:\star\demo-test\method tiw(tyrosol)
un Time (min): 14.985
orkstation:
strument (Inj): Varian Star #1

Operator (Calc): NEE
Calc Date: 02/28/2007
Times Calculated: 2
Calculation Method: sample a add/2-middle.mth
Instrument (Calc): Varian Star #1
Run Mode: Analysis
Peak Measurement: Peak Area
Calculation Type: Percent
Calibration Level: N/A
Verification Tolerance: N/A



Peak No	Peak Name	Result ()	Ret. Time (min)	Time Offset (min)	Area (counts)	Rel Ret Time	Sep. Code	Width 1/2 (sec)	Status Codes	Group
1		82.2351	0.785	0.000	82270872	0.00	BB	6.9		0
2		9.4391	1.689	0.000	9443229	0.00	TF	0.0		0
3		6.2003	1.715	0.000	6203050	0.00	TF	0.0		0
4		2.1255	11.252	0.000	2126409	0.00	PB	5.6		0
Totals		100.0000		0.000	100043560					

รูปที่ ข.29 แสดงโครมาโทแกรมของ spiked sample ของตัวอย่างไวน์จิตรดา ครั้งที่ 2
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ata File:
annel:
mple ID:
perator (Inj):
ection Date:
ection Method:
in Time (min):
orkstation:
strument (Inj):

sample b add/1
Middle = FID RESULTS
sample b add/1
NEE
02/28/2007
c:\star\demo-test\method tiw(tyrosol)
14.985
Varian Star #1

Operator (Calc):
Calc Date:
Times Calculated:
Calculation Method:
Instrument (Calc):
Run Mode:
Peak Measurement:
Calculation Type:
Calibration Level:
Verification Tolerance:

NEE
02/28/2007
2
sample b add/1-middle.mth
Varian Star #1
Analysis
Peak Area
Percent
N/A
N/A



Peak No	Peak Name	Result ()	Ret. Time (min)	Time Offset (min)	Area (counts)	Rel Ret Time	Sep. Code	Width 1/2 (sec)	Status Codes	Group
1		79.8743	0.785	0.000	77559680	0.00	PB	6.4		0
2		14.7915	1.734	0.000	14362858	0.00	TF	0.0		0
3		2.8325	11.337	0.000	2750414	0.00	VV	0.0		0
4		2.5017	11.417	0.000	2429237	0.00	VV	0.0		0
Totals		100.0000		0.000	97102192					

รูปที่ ข.30 แสดง โครมาโทแกรมของ spiked sample ของตัวอย่างไวน์กระเจียบ ครั้งที่ 1
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ata File:

sample b add/2

Channel:

Middle = FID RESULTS

Sample ID:

sample b add/2

Operator (Inj):

NEE

Injection Date:

02/28/2007

Injection Method:

c:\star\demo-test\method tiw(tyrosol)

Run Time (min):

14.987

Workstation:

Instrument (Inj):

Varian Star #1

Operator (Calc):

NEE

Calc Date:

02/28/2007

Times Calculated:

2

Calculation Method:

sample b add/2-middle.mth

Instrument (Calc):

Varian Star #1

Run Mode:

Analysis

Peak Measurement:

Peak Area

Calculation Type:

Percent

Calibration Level:

N/A

Verification Tolerance:

N/A



Peak No	Peak Name	Result ()	Ret. Time (min)	Time Offset (min)	Area (counts)	Rel Ret Time	Sep. Code	Width 1/2 (sec)	Status Codes	Group
1		80.0505	0.785	0.000	78609752	0.00	BB	6.5		0
2		9.3651	1.697	0.000	9196551	0.00	TF	0.0		0
3		5.6171	1.723	0.000	5516016	0.00	TF	0.0		0
4		4.9673	11.339	0.000	4877852	0.00	VB	7.1		0
Totals		100.0000		0.000	98200176					

รูปที่ ข.31 แสดงโครมาโทแกรมของ spiked sample ของตัวอย่างไวน์กระเจียบ ครั้งที่ 2 เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Data File:
Channel: Middle = FID RESULTS
Sample ID: sample C
Operator (Inj): NEE
Injection Date: 03/01/2007 05:31:45 PM
Injection Method: c:\star\demo-test\method tiw(tyrosol)
Run Time (min): 14.985
Workstation:
Instrument (Inj): Varian Star #1

Operator (Calc): NEE
Calc Date: 03/01/2007 05:47:55
Times Calculated: 2
Calculation Method: sample c-middle.mth
Instrument (Calc): Varian Star #1
Run Mode: Analysis
Peak Measurement: Peak Area
Calculation Type: Percent
Calibration Level: N/A
Verification Tolerance: N/A



Peak No	Peak Name	Result ()	Ret. Time (min)	Time Offset (min)	Area (counts)	Rel Ret Time	Sep. Code	Width 1/2 (sec)	Status Codes	Group
1		81.4863	0.788	0.000	78185704	0.00	BB	6.4		0
2		15.5376	1.739	0.000	14908285	0.00	TS	0.0		0
3		1.1453	11.229	0.000	1098905	0.00	VV	7.7		0
4		1.8307	11.285	0.000	1756590	0.00	VP	3.1		0
Totals		99.9999		0.000	95949488					

รูปที่ ข.32 แสดงโครมาโทแกรมของ spiked sample ของตัวอย่างไวน์มะเม่า ครั้งที่ 1
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ata File:
hannel: Middle = FID RESULTS
ample ID: add sample C
perator (Inj): NEE
jection Date: 03/01/2007 05:50:19 PM
jection Method: c:\star\demo-test\method tiw(tyrosol)
un Time (min): 14.985
orkstation:
strument (Inj): Varian Star #1

Operator (Calc): NEE
Calc Date: 03/01/2007 06:07:39
Times Calculated: 2
Calculation Method: add sample c-middle.mth
Instrument (Calc): Varian Star #1
Run Mode: Analysis
Peak Measurement: Peak Area
Calculation Type: Percent
Calibration Level: N/A
Verification Tolerance: N/A



Peak No	Peak Name	Result ()	Ret. Time (min)	Time Offset (min)	Area (counts)	Rel Ret Time	Sep. Code	Width 1/2 (sec)	Status Codes	Group
1		81.0169	0.787	0.000	78604696	0.00	BB	6.6		0
2		11.0196	1.712	0.000	10691537	0.00	TF	0.0		0
3		6.0042	1.735	0.000	5825400	0.00	TF	0.0		0
4		1.9593	11.226	0.000	1900988	0.00	VP	5.2		0
Totals		100.0000		0.000	97022624					

รูปที่ ข.33 แสดงโครมาโทแกรมของ spiked sample ของตัวอย่างไวน์มะเม่า ครั้งที่ 2
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้