

สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

การออกแบบและการประยุกต์ใช้หน่วยตรวจวัดปริมาณกรดแกลลิก
ด้วยวิธีทางเคมีไฟฟ้า

DESIGN AND APPLICATION OF DETECTION CELL FOR
ELECTROCHEMICAL DETERMINATION OF GALLIC ACID



T117197



เลขหมู่ 117197
เลขทะเบียน 117197
วันเดือนปี 19 ก.ค. 2554

b. 12341587
i.

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต
สาขา เคมีอุตสาหกรรม - เครื่องมือวิเคราะห์
คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาค้นคว้าเท่านั้น เมื่อผู้ยืมได้เห็นไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงหรือทำซ้ำของเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้
ปีการศึกษา 2553

**DESIGN AND APPLICATION OF DETECTION CELL FOR
ELECTROCHEMICAL DETERMINATION OF GALLIC ACID**



MISS KAMONCHANOK CHIMBANRAI

MISS KESARA CHAI PROM

MISS KWANTIP PONGPRAPAN

**A SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIRMENT FOR THE DEGREE OF BACHELOR OF SCIENCE
IN INDUSTRIAL CHEMISTRY – ANALYTICAL INSTRUMENTATION
FACULTY OF SCIENCE**

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับ **ACADEMIC YEAR 2010** มอนูญาติให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ

การออกแบบและการประยุกต์ใช้หน่วยตรวจวัดปริมาณกรดแกล
ลิกด้วยวิธีทางเคมีไฟฟ้า

Design and Application of Detection Cell for Electrochemical
Determination of Gallic Acid

ชื่อนักศึกษา

นางสาวกมลชนก ฉิมบ้านไร่ 50050596

นางสาวเกศรา ไชยพรม 50050601

นางสาวขวัญทิพย์ พงษ์ประพันธ์ 50050603

ปริญญา

วิทยาศาสตรบัณฑิต

สาขาวิชา

เคมีอุตสาหกรรม-เครื่องมือวิเคราะห์

อาจารย์ที่ปรึกษา

ดร.ณัฐวุฒิ เชิงชั้น

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง อนุมัติให้
โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร วิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมี
อุตสาหกรรม-เครื่องมือวิเคราะห์ ประจำปีการศึกษา 2553

คณะกรรมการสอบ	ลายมือชื่อ
ดร.ปานไพริน สีหาราช	ปานไพริน
ดร.เสาวภาคย์ ธีราทรง	เสาวภาคย์
ดร.ณัฐวุฒิ เชิงชั้น	ณัฐวุฒิ

ลิขสิทธิ์ของคณะวิทยาศาสตร์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับใช้ในการเรียนการสอนเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ	การออกแบบและการประยุกต์ใช้หน่วยตรวจวัดปริมาณกรดแกลลิกด้วยวิธีทางเคมีไฟฟ้า		
ชื่อนักศึกษา	นางสาวกมลชนก	ฉิมบ้านไร่	50050596
	นางสาวเกศรา	ไชยพรม	50050601
	นางสาวขวัญทิพย์	พงษ์ประพันธ์	50050603
ปริญญา	วิทยาศาสตร์บัณฑิต		
สาขาวิชา	เคมีอุตสาหกรรม-เครื่องมือวิเคราะห์		
ปีการศึกษา	2553		
อาจารย์ที่ปรึกษา	ดร.ณัฐวุฒิ	เชิงชัน	

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการเตรียมขั้วไฟฟ้าอ้างอิงและออกแบบหน่วยตรวจวัดทางเคมีไฟฟ้า เพื่อวิเคราะห์หากรดแกลลิก เริ่มจากการเตรียมขั้วไฟฟ้าอ้างอิงที่มีลักษณะเป็นระนาบขนาดเล็ก (Planar Reference Electrode, PRE) ขนาด 1 x 1.5 เซนติเมตร จากนั้นนำไปทดสอบคุณลักษณะโดยอาศัยเทคนิคทางเคมีไฟฟ้าและเทคนิคทางแสง ผลการทดลองพบว่า PRE ที่เตรียมขึ้นมีประสิทธิภาพทางเคมีไฟฟ้าใกล้เคียงกับขั้วไฟฟ้าอ้างอิงแบบทั่วไป และผลจาก Scanning Electron Microscope (SEM) พบว่ามีซิลเวอร์คลอไรด์เกิดขึ้นบนแผ่นซิลเวอร์ของ PRE เมื่อจุ่มแผ่นซิลเวอร์ในสารละลายโพแทสเซียมคลอไรด์นานขึ้น ปริมาณซิลเวอร์คลอไรด์ก็เกิดเพิ่มขึ้นด้วย สูดทำขั้วนำ PRE ไปประยุกต์ใช้ร่วมกับขั้วเกลสซีคาร์บอน(ขั้วไฟฟ้าทำงาน)และขั้วแพลตินัม(ขั้วตัวช่วย) เพื่อวิเคราะห์หากรดแกลลิกซึ่งเป็นสารต้านอนุมูลอิสระตัวหนึ่ง โดยใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี ผลการทดลองพบว่า ค่ากระแสสูงสุดของสารละลายกรดแกลลิกอยู่ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.9350 โวลต์ ภายใต้สภาวะที่เหมาะสมนั้นสมการเส้นตรงระหว่างค่ากระแสกับความเข้มข้นของกรดแกลลิก คือ $(กระแส = 1.22 \times 10^{-6} [\text{กรดแกลลิก}] + 4.12 \times 10^{-5}, r^2=0.996)$ PRE ที่เตรียมขึ้นสามารถใช้เป็นหน่วยตรวจวัดเพื่อการวิเคราะห์เชิงปริมาณได้

คำสำคัญ : Planar Reference Electrode, ไซคลิกโวลแทมเมตรี, สารต้านอนุมูลอิสระ, กรดแกลลิก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Title	Design and Application of Detection Cell for Electrochemical Determination of Gallic Acid		
Students	Kamonchanok	Chimbanrai	50050596
	Kesara	Chaiprom	50050601
	Kwantip	Pongprapan	50050603
Degree	Bachelor of Science		
Major Program	Industrial Chemistry - Analytical Instrumentation		
Academic Year	2010		
Advisor	Dr. Nathawut Choengchan		

ABSTRACT

This work presents an exploitation of a planar reference electrode (PRE) for electrochemical determination of gallic acid. Firstly, PREs were both electrochemical and optical characterized. Results were observed that they provided similar electrochemical characteristics to a commercial Ag/AgCl reference electrode. In addition, results from scanning electron microscope (SEM) revealed that AgCl grain was occurred on Ag thin film of PRE. Amount of AgCl was increased with duration time when the film was soaked into saturated KCl solution. Finally, the PRE was applied with glassy carbon electrode (working electrode) and platinum electrode (counter electrode) to cyclic voltammetric detection of gallic acid. It was found that highest current was obtained at 0.9350 V. Under an appropriate condition, linear correlation between current and gallic acid concentration was achieved ($\text{current} = 1.22 \times 10^{-6} [\text{Gallic acid}] + 4.12 \times 10^{-5}$, $r^2=0.996$). This implies that the developed PRE can be employed as one of a detection unit for quantitation purpose.

Keywords: Planar Reference Electrode, Cyclic voltammetric , Antioxidant, Gallic acid

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

การทำงานวิจัยนี้ได้สำเร็จลุล่วงได้ เนื่องจากได้รับความช่วยเหลือ ตลอดทั้งคำแนะนำต่างๆ ที่เป็นประโยชน์ในงานวิจัยแก่คณะผู้จัดทำ จากบุคคลและหน่วยงานหรือองค์กรต่างๆดังนี้

ขอขอบคุณ ดร.ณัฐภูมิ เชิงชั้น ที่ปรึกษางานวิจัยและกรุณาให้คำปรึกษา ชี้แนะข้อมูลหรือข้อสงสัยบางประการที่เป็นประโยชน์ต่อโครงการงานวิจัย และได้แนะแนวทางเกี่ยวกับข้อบกพร่องในการดำเนินงานวิจัย รวมถึงความช่วยเหลือต่างๆในระหว่างการทำงานวิจัยตลอดมา

ขอขอบคุณ ดร.ปานไพริน สีหาราช และ ดร.เสาวภาคย์ ชีราทรง คณะกรรมการสอบโครงการพิเศษ ที่ให้คำแนะนำ คำปรึกษาและคำอธิบายในระหว่างดำเนินงานวิจัยตลอดมา

ขอขอบคุณ สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ (สวทช.) และศูนย์เทคโนโลยีไมโครอิเล็กทรอนิกส์แห่งประเทศไทย (TMEC) ที่ให้ความช่วยเหลือสนับสนุนในงานวิจัยตลอดมา

ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ภาคเคมีทุกท่าน ที่ให้การช่วยเหลือในการติดต่อขอใช้เครื่องมือ, สารเคมี และคำแนะนำต่างๆตลอดงานวิจัย

ขอขอบคุณมหาวิทยาลัยมหิดล ที่คอยช่วยเหลือและดูแลในระหว่างทำงานวิจัย เอื้อเพื่อสถานที่ในงานวิจัย อุปกรณ์ ตลอดจนเครื่องมือต่างๆ

ขอขอบคุณ พี่สิริพร ยศบรรเทิง นักศึกษาปริญญาโท มหาวิทยาลัยมหิดล ที่คอยให้ความช่วยเหลือและให้คำปรึกษาระหว่างการดำเนินโครงการงานวิจัย

ขอขอบคุณพี่อาจณรงค์ เมธาวิสรรเสริญ สำหรับคำปรึกษาที่ดีและคอยช่วยเหลือมาโดยตลอดในงานวิจัยนี้

ขอขอบคุณคณาจารย์ภาคเคมีทุกท่าน ที่ให้ความรู้ คำปรึกษาและช่วยเหลือต่างๆในการดำเนินงานวิจัยตลอดมา

ขอขอบคุณ พ่อ แม่ พี่ น้อง และเพื่อนๆนักศึกษาทุกท่านที่ให้ความช่วยเหลือและเป็นกำลังใจในการดำเนินงานวิจัยนี้ตลอดมา

นอกจากนี้ยังมีบุคคลท่านอื่นอีกมากมาย ที่ไม่ได้กล่าวถึง ณ ที่นี้ ที่ได้ให้ความกรุณาช่วยเหลือต่างๆแก่คณะผู้จัดทำ ดังนั้นคณะผู้จัดทำจึงขอกล่าวคำขอบพระคุณเป็นอย่างสูงมา ณ โอกาสนี้ด้วย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ในการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	II
กิตติกรรมประกาศ	III
สารบัญ	IV
สารบัญตาราง	VI
สารบัญรูป	VII

บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	3
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย	3
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	4
2.1 หลักการ โวลแทมเมตรี	4
2.2 เครื่องมือ	6
2.3 เทคนิคทางเคมีไฟฟ้าในกลุ่ม โวลแทมเมตรี	9
2.4 ทับทิม	15
2.5 ชิง	19
2.6 อนุมูลอิสระ	20
2.7 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบ	21
2.8 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	24
บทที่ 3 วิธีดำเนินงานวิจัย	26
3.1 สารเคมี	26
3.2 วัสดุและอุปกรณ์	26
3.3 เครื่องมือ	27
3.4 วิธีดำเนินการทดลอง	27

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ(ต่อ)

	หน้า
บทที่ 4 ผลการวิจัยและอภิปรายผล	39
4.1 ผลการทดสอบขั้วไฟฟ้าด้วย Cyclic Voltammetry	39
4.2 ผลการศึกษาผลของจำนวนช่องแผ่นซีลิกอนเมมเบรน	42
4.3 ผลการทดสอบการส่องชิ้นงานด้วยเทคนิค SEM และ EDX	43
4.4 ผลการวิเคราะห์สารละลายมาตรฐานกรดแกลลิก	48
4.5 ผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์กรดแกลลิก	51
4.6 ผลการประยุกต์ใช้ PRE เพื่อเป็นขั้วไฟฟ้าอ้างอิงสำหรับวิเคราะห์ หาปริมาณกรดแกลลิก	52
บทที่ 5 สรุปผลวิจัยและข้อเสนอแนะ	55
5.1 สรุปผลการดำเนินงานวิจัย	55
5.2 ข้อเสนอแนะ	56
เอกสารอ้างอิง	57
ภาคผนวก	58

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 ระดับความแม่นยำของวิธีการวิเคราะห์ตัวอย่างที่ความเข้มข้นต่างๆ กัน ระดับความแม่นยำ(%RSD) ระดับความเข้มข้น	22
ตารางที่ 3.1 แสดงปริมาณสารละลาย KCl และกรดแกลลิก 1000 ppm	34
ตารางที่ 3.2 แสดงปริมาณสารละลาย KCl และกรดแกลลิก 1000 ppm	35
ตารางที่ 3.3 แสดงปริมาณสารละลาย KCl และกรดแกลลิก 1000 ppm	36
ตารางที่ 4.1 แสดงผลการวิเคราะห์ EDX ณ ตำแหน่งที่ 1	45
ตารางที่ 4.2 แสดงผลการวิเคราะห์ EDX ณ ตำแหน่งที่ 2	46
ตารางที่ 4.3 แสดงผลการวิเคราะห์ EDX ณ ตำแหน่งที่ 3	47
ตารางที่ 4.4 แสดงค่าการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์กรดแกลลิก	51
ตารางที่ 4.5 แสดงค่าปริมาณกรดแกลลิกในสารตัวอย่างน้ำทับทิมและน้ำขิง	53
ตารางที่ 4.6 แสดงค่า % Recovery ในการวิเคราะห์กรดแกลลิก	54

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 2.1 แสดงโวลแทมเมตริกเซลล์และวงจรไฟฟ้าของเครื่องโวลแทมเมตริ	6
รูปที่ 2.2 ขั้วซิลเวอร์ซิลเวอร์คลอไรด์ (Ag/AgCl) ขั้วไฟฟ้าอ้างอิงที่ใช้ในโวลแทมเมตริ	6
รูปที่ 2.3 ขั้วแพลทินัม ขั้วไฟฟ้าช่วยที่ใช้ในโวลแทมเมตริ	7
รูปที่ 2.4 ขั้วไฟฟ้าทำงานแบบดิสก์	7
รูปที่ 2.5 ขั้วไฟฟ้าทำงานแกลสซีคาร์บอน	8
รูปที่ 2.6 การให้ศักย์ไฟฟ้าไฟฟ้าที่สัมพันธ์กับเวลาของไซคลิก โวลแทมเมตริ	9
รูปที่ 2.7 ไซคลิก โวลแทมโมแกรม	10
รูปที่ 2.8 แสดงค่าศักย์ไฟฟ้าที่ให้แก่วงจรเทียบกับเวลาของเทคนิคแอมแปโรเมตริ	11
รูปที่ 2.9 กราฟที่ได้จากการวิเคราะห์โดยเทคนิคแอมแปโรเมตริ	11
รูปที่ 2.10 แสดงค่าศักย์ไฟฟ้าที่ให้แก่วงจรเทียบกับเวลาของเทคนิคพัลส์	12
รูปที่ 2.11 พัลส์โวลแทมโมแกรม	12
รูปที่ 2.12 แสดงค่าศักย์ไฟฟ้าที่ให้แก่วงจรเทียบกับเวลาของเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์	13
รูปที่ 2.13 พัลส์โวลแทมโมแกรมของเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์	13
รูปที่ 2.14 แสดงค่าศักย์ไฟฟ้าที่ให้แก่วงจรเทียบกับเวลาของเทคนิคสแควร์-เวฟ	13
รูปที่ 2.15 โวลแทมโมแกรมที่ได้ของเทคนิคสแควร์-เวฟ	14
รูปที่ 2.16 แสดงค่าศักย์ไฟฟ้าที่ให้แก่วงจรเทียบกับเวลาของเทคนิคสทริปปิง	14
รูปที่ 2.17 โวลแทมโมแกรมที่ได้ของเทคนิคสทริปปิง	14
รูปที่ 3.1 ลักษณะของ Planar reference electrode	28
รูปที่ 3.2 แสดงการหดยสารละลาย KCl ลงบนแผ่นซิลิคอน	28
รูปที่ 3.3 Planar reference electrode (ขั้วโลหะนิเกิล)	29
รูปที่ 3.4 Planar reference electrode (ขั้วสายไฟ)	29
รูปที่ 3.5 ชุดการวัดโพแทสเซียมเฮกซะไซยาโนเฟอไรต์	30
รูปที่ 3.6 สารละลายกรดแกลลิกที่ความเข้มข้นต่างๆ	32
รูปที่ 3.7 ชุดการวัดกรดแกลลิก	33
รูปที่ 4.1 Cyclic Voltammogram (Blank : 1 M KCl solution) ของ PRE (ขั้วโลหะนิเกิล) และ PREnew (ขั้วสายไฟ)	39
รูปที่ 4.2 Cyclic Voltammogram ($K_3[Fe(CN)_6]$) ของ PRE (ขั้วโลหะนิเกิล) และ PREnew (ขั้วสายไฟ)	40

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป(ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 4.3 Cyclic Voltammogram ($K_3[Fe(CN)_6]$) ของ PRE ที่ใช้ขั้วสายไฟ	41
รูปที่ 4.4 แสดงช่องเมมเบรนของ PRE	42
รูปที่ 4.5 รูปถ่าย SEM ของแผ่นซิลเวอร์แช่ในสารละลายโพแทสเซียมคลอไรด์เข้มข้น 3 โมลาร์ เป็นเวลา 3 วัน	43
รูปที่ 4.6 รูปถ่าย SEM ของแผ่นซิลเวอร์แช่ในสารละลายโพแทสเซียมคลอไรด์เข้มข้น 3 โมลาร์ เป็นเวลา 1 สัปดาห์	43
รูปที่ 4.7 รูปถ่าย SEM ของแผ่นซิลเวอร์แช่ในสารละลายโพแทสเซียมคลอไรด์เข้มข้น 3 โมลาร์ เป็นเวลา 2 สัปดาห์	44
รูปที่ 4.8 รูปถ่าย EDX แสดงตำแหน่งที่จะวิเคราะห์บนแผ่นซิลเวอร์ 3 ตำแหน่ง	44
รูปที่ 4.9 การทดสอบด้วยเทคนิค EDX แสดง Spectrum ณ ตำแหน่งที่ 1	45
รูปที่ 4.10 การทดสอบด้วยเทคนิค EDX แสดง Spectrum ณ ตำแหน่งที่ 2	46
รูปที่ 4.11 การทดสอบด้วยเทคนิค EDX แสดง Spectrum ณ ตำแหน่งที่ 3	47
รูปที่ 4.12 Cyclic Voltammogram และ Calibration curve of Gallic acid ของชุด Commercial electrode ตรวจวัดในสารละลายบัฟเฟอร์ pH 7	48
รูปที่ 4.13 Cyclic Voltammogram และ Calibration curve of Gallic acid เมื่อใช้ PRE2 เป็น Reference electrode ตรวจวัดในสารละลายบัฟเฟอร์ pH 7	48
รูปที่ 4.14 Cyclic Voltammogram และ Calibration curve of Gallic acid เมื่อใช้ PRE5 เป็น Reference electrode ตรวจวัดในสารละลายโพแทสเซียมคลอไรด์ 1 โมลาร์	49
รูปที่ 4.15 Cyclic Voltammogram และ Calibration curve of Gallic acid เมื่อใช้ PRE5 เป็น Reference electrode ตรวจวัดในสารละลายโพแทสเซียมคลอไรด์ 3 โมลาร์	50
รูปที่ 4.16 Cyclic Voltammogram และ Calibration curve of Gallic acid เมื่อใช้ PRE5 เป็น Reference electrode ตรวจวัดในน้ำปราศจากไอออน	50
รูปที่ 4.17 Cyclic Voltammogram of Gallic acid เมื่อใช้ PRE5 เป็น Reference electrode ตรวจวัดในตัวอย่างน้ำทับทิม 1	52
รูปที่ 4.18 Cyclic Voltammogram of Gallic acid เมื่อใช้ PRE5 เป็น Reference electrode ตรวจวัดในตัวอย่างน้ำทับทิม 2	52
รูปที่ 4.19 Cyclic Voltammogram of Gallic acid เมื่อใช้ PRE5 เป็น Reference electrode ตรวจวัดในตัวอย่างน้ำจิง	53

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย

ปัจจุบันผลิตภัณฑ์เสริมอาหารที่ประกอบด้วยสารต้านอนุมูลอิสระได้รับความนิยมมากขึ้น ผู้คนเริ่มให้ความสำคัญในเรื่องการบริโภคอาหารที่ดีต่อสุขภาพ เช่น คนญี่ปุ่นมีอายุยืนยาวกว่าและมีสุขภาพที่ดีกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับคนในประเทศอื่น เพราะว่าคนญี่ปุ่นจะเน้นให้ความสำคัญต่อคุณภาพประโยชน์ของอาหารมากกว่ารสชาติความอร่อย ชาวญี่ปุ่นเลือกรับประทานอาหารที่สดและมีสารต้านอนุมูลอิสระเพื่อที่จะต่อสู้กำจัดอนุมูลอิสระอันเป็นสาเหตุของการเกิดโรคและอาการแก่ก่อนวัย ความสมดุลของการดำเนินชีวิตนี้ทำให้ชาวญี่ปุ่นอายุยืนยาวที่สุดในโลก ผลิตภัณฑ์เสริมอาหารที่ประกอบด้วยสารต้านอนุมูลอิสระที่ได้รับความนิยมได้แก่น้ำสกัดจากผลไม้เช่น ทับทิม, มังคุด, จิง, ลูกยอ โนนี และอื่นๆ

ทับทิม (Pomegranate) เป็นผลไม้ที่รับประทาน มีรสหวานหรือเปรี้ยวอมหวาน ทับทิมเป็นผลไม้ที่มีประโยชน์ต่อสุขภาพ น้ำทับทิมมีสารต้านอนุมูลอิสระหลายชนิดและมีประสิทธิภาพสูงมาก สามารถลดภาวะการแข็งตัวของเลือดจากไขมันในเลือดสูง บรรเทาโรคหัวใจและความดันโลหิตสูง ช่วยเพิ่มพลังและความงาม เนื่องจากทับทิมมีสาร polyphenols ปริมาณมาก ซึ่งมีประสิทธิภาพสูงในการทำหน้าที่เป็นสารต่อต้านอนุมูลอิสระ นอกจากนั้นแล้วน้ำทับทิมยังมีผลทางยารักษาโรคและคุณค่าด้านอื่นๆอีกด้วย [1]

จิง (Ginger) เป็นทั้งพืชสมุนไพรและเครื่องเทศ มีสรรพคุณด้านการรักษาโรคได้ เช่น รักษาโรคท้องอืดเพื่อ ช่วยบำรุงผิวพรรณ เพราะในจิงมีคุณสมบัติเป็นสารต้านอนุมูลอิสระ ฆ่าแบคทีเรีย และมีคุณสมบัติต้านมะเร็ง เป็นต้น นอกจากนั้นยังมีคุณสมบัติเป็น วัตถุกันหื่น จิงนอกจากใช้เป็นสารต้านอนุมูลอิสระและการป้องกันการเสื่อมเสียของอาหารแล้วจะเป็นประโยชน์ต่ออุตสาหกรรมยา และเครื่องสำอางด้วยดังนั้นหากมีผลการศึกษาเพื่อยืนยันถึงฤทธิ์ในการต้านสารอนุมูลอิสระของน้ำทับทิม และน้ำจิง ก็น่าจะเป็นการกระตุ้นให้มีการนำผลิตภัณฑ์ธรรมชาติทั้งสองไปบริโภคและใช้ประโยชน์ได้มากยิ่งขึ้น [2]

วิธีการตรวจวัดที่นิยมใช้ในการประเมินฤทธิ์การต้านอนุมูลอิสระ คือ การวัดค่าการดูดกลืนแสง เพราะวิเคราะห์ง่าย แต่ก็มีข้อเสียคือ มีความไวในการวิเคราะห์ต่ำ ทำให้ไม่สามารถติดตาม ค่าการดูดกลืนแสงของสารตัวอย่างที่มีปริมาณสารต้านอนุมูลอิสระต่ำๆ ได้ ซึ่งอาจทำให้เกิดความผิดพลาดในการประเมินฤทธิ์การต้านอนุมูลอิสระ งานวิจัยนี้จึงศึกษาแนวโน้มการประเมินฤทธิ์การต้านอนุมูลอิสระในตัวอย่างผลิตภัณฑ์ธรรมชาติ ด้วยเทคนิคทางเคมีไฟฟ้า เมื่อให้ศักย์ไฟฟ้าไฟฟ้า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับกรใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้ทำซ้ำโดยไม่ขออนุญาตจากเจ้าของลิขสิทธิ์
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากภายนอกแก่สารละลายตัวอย่าง ก็จะเกิดปฏิกิริยาที่ขั้วไฟฟ้าขนาดเล็ก ได้กระแสไฟฟ้าซึ่งเป็นตัวแปรที่สามารถติดตามได้ วิธีนี้มีข้อดีที่สำคัญ คือ มีความไวในการวิเคราะห์สูง เพราะใช้ขั้วไฟฟ้าขนาดเล็ก มีพื้นที่ผิวมาก สามารถเกิดปฏิกิริยาที่ขั้วไฟฟ้าได้มาก เนื่องจากสารสกัดจากธรรมชาติจะมีปริมาณเล็กน้อย หากใช้ขั้วไฟฟ้าที่ใช้กันโดยทั่วไปซึ่งมีขนาดใหญ่ จะทำให้สิ้นเปลืองวัสดุคิบบในการวิเคราะห์ ในปัจจุบันขั้วไฟฟ้าทำงาน ได้มีการพัฒนาให้มีขนาดเล็กแล้ว งานวิจัยนี้จึงได้ออกแบบขั้วไฟฟ้าอ้างอิงให้มีขนาดเล็กลงและเป็นแบบระนาบ (Planar Reference Electrode (PRE)) เพื่อให้สอดคล้องกับขั้วไฟฟ้าทำงาน และประหยัคสารตัวอย่างที่ใช้ในการวิเคราะห์



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

- 1.2.1 ศึกษาขั้นตอนการเตรียม Planar Reference Electrode
- 1.2.2 ทดสอบประสิทธิภาพของ Planar Reference Electrode
- 1.2.3 เพื่อประยุกต์ใช้ Planar Reference Electrode ในการวิเคราะห์หาปริมาณกรดแกลลิกของผลิตภัณฑ์ธรรมชาติ

1.3 ขอบเขตการวิจัย

- 1.3.1 ศึกษาองค์ประกอบต่างๆ แนวโน้มในการประเมินฤทธิ์การต้านอนุมูลอิสระ และการนำไปใช้ประโยชน์ของน้ำทับทิมและน้ำจิง
- 1.3.2 ศึกษาขั้นตอนการเตรียม Planar Reference Electrode
- 1.3.3 ปฏิบัติงานกระบวนการเตรียม Planar Reference Electrode
- 1.3.4 ทำการทดสอบการทำงานของ Planar Reference Electrode ที่เตรียมขึ้น
- 1.3.5 ศึกษาขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างน้ำทับทิมและน้ำจิง
- 1.3.6 ปฏิบัติการเตรียมตัวอย่างน้ำทับทิมและน้ำจิง
- 1.3.7 ปฏิบัติการการประยุกต์ใช้ Planar Reference Electrode เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณกรดแกลลิกของผลิตภัณฑ์ธรรมชาติ

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- 1.4.1 เพื่อเป็นแหล่งข้อมูล แนวทางในการศึกษาพัฒนาชีวไฟฟ้าอ้างอิงแบบระนาบ ให้มีประสิทธิภาพดีขึ้น
- 1.4.2 สามารถประยุกต์ใช้ชีวไฟฟ้าอ้างอิงแบบระนาบเพื่อใช้เป็นหน่วยตรวจวัดทางเคมีไฟฟ้า
- 1.4.3 สามารถประยุกต์ใช้ในการประเมินฤทธิ์การต้านอนุมูลอิสระในผลิตภัณฑ์ธรรมชาติ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

ทฤษฎีและการวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 หลักการโวลแทมเมทรี

โวลแทมเมทรี(voltammetry) เป็นเทคนิคการวิเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้าเทคนิคหนึ่ง โดยอาศัยความสัมพันธ์ระหว่างกระแส ณ จุดต่างๆเทียบกับศักย์ไฟฟ้าไฟฟ้าที่ให้กับวงจร ภายใต้สภาวะการทดลองที่เกิดปรากฏการณ์โพลาไรเซชัน (polarization) ขึ้นที่ขั้วชี้บอกหรือขั้วใช้งาน (indication or working electrode) เพื่อให้เกิดโพลาไรเซชันที่ขั้วไฟฟ้าใช้งานได้ดี ขั้วไฟฟ้าใช้งานต้องมีขนาดเล็กมีพื้นที่ผิวน้อยมากเพียงไม่กี่ตารางมิลลิเมตร (พื้นที่ผิวอยู่ระหว่าง 10^{-6} - 10^{-3} m^2) ดังนั้นขั้วไฟฟ้าใช้งานที่ใช้ในเทคนิคโวลแทมเมทรีจึงเรียกเป็นขั้วไฟฟ้าจุลภาคหรือไมโครอิเล็กโทรด (microelectrode)

ในทางปฏิบัติ ทำได้โดยป้อนพลังงานไฟฟ้าในรูปของศักย์ไฟฟ้าไฟฟ้าที่เหมาะสมจากแหล่งกำเนิดไฟฟ้าภายนอกให้กับขั้วไฟฟ้าทำงาน (working electrode, WE) เทียบกับขั้วไฟฟ้าอ้างอิง (reference electrode, RE) ที่จุ่มในสารละลายที่ต้องการวิเคราะห์ซึ่งมีสปีชีส์ที่ถูกออกซิไดซ์หรือถูกรีดิวซ์ได้อยู่ และมีเครื่องโพเทนทิออสแตต (potentiostat) หรือเครื่องวัดศักย์ไฟฟ้าไฟฟ้า (voltmeter) ควบคุมและวัดศักย์ไฟฟ้าไฟฟ้าระหว่างขั้วไฟฟ้าทั้งสอง และมีเครื่องวัดกระแส (currentmeter) วัดกระแสที่เกิดขึ้นเนื่องจากปฏิกิริยาออกซิเดชันหรือปฏิกิริยารีดักชันของสปีชีส์ที่ต้องการวิเคราะห์ระหว่างขั้วไฟฟ้ารวมหรือขั้วไฟฟ้าช่วย(counter electrode, CE or anaxillary electrode, AE) ซึ่งเป็นตัวช่วยนำไฟฟ้า แล้วทำการบันทึกกระแส ณ จุดศักย์ไฟฟ้าไฟฟ้าต่างๆ ที่ให้กับเซลล์ เรียกการแสดงความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้ากับศักย์ไฟฟ้าไฟฟ้า (current-voltage curve , I-E curve) นี้ว่าโพลาโรแกรม(polarogram) สำหรับเทคนิคโพลาโรกราฟี และเรียกว่าโวลแทมโมแกรม(voltammogram) สำหรับเทคนิคโวลแทมเมทรี

เทคนิคโวลแทมเมทรี เป็นเทคนิคที่พัฒนามาจากเทคนิคโพลาโรกราฟีแบบคลาสสิก ซึ่งทาง IUPAC ได้ให้ความหมายว่า เป็นเทคนิคที่รวมวิธีวิเคราะห์ทั้งหมดที่มีการตรวจวัดและบันทึกกระแสเป็นฟังก์ชันกับศักย์ไฟฟ้าไฟฟ้าที่ให้กับเซลล์

เพื่อให้เทคนิคโวลแทมเมทรีนี้มีความไวสมรรถนะในการตรวจวัดสูง และประยุกต์ใช้งานได้อย่างกว้างขวาง จึงมีการพัฒนาปรับปรุงวิธีการวัดกระแส และรูปแบบสัญญาณศักย์ไฟฟ้าไฟฟ้าที่ป้อนให้กับขั้วไฟฟ้าเป็นฟังก์ชันกับเวลา (voltage program) เพื่อใช้กระตุ้นในการตรวจวัดทำให้เกิดการตอบสนองของกระแสที่ต่างกัน จึงทำให้เกิดเทคนิควิเคราะห์ในกลุ่มโวลแทมเมทรีแบบต่างๆ ขึ้นมากมาย ซึ่งพอจะแบ่งได้ดังนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1. วิธีพัลส์ (pulse methods)
 - สแควร์เวฟ โวลแทมเมทรี (square wave voltammetry)
 - นอร์มัลพัลส์ โวลแทมเมทรี (normal pulse voltammetry)
 - ดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์ โวลแทมเมทรี (differential pulse voltammetry)
2. วิธีกระแสสลับ (alternating current methods)
3. วิธีสทริปปิง (stripping methods)
 - แอโนดิก สทริปปิง โวลแทมเมทรี (anodic stripping voltammetry)
 - แคโทดิก สทริปปิง โวลแทมเมทรี (cathodic stripping voltammetry)
 - แอดซอร์ฟทิฟ สทริปปิง โวลแทมเมทรี (adsorptive stripping voltammetry)
 - สทริปปิง โคร โน โฟเทนทีโอเมทรี (stripping chronopotentiometry)
4. วิธีสวิป (sweep methods)
 1. Linear sweep voltammetry
 2. Triangular sweep voltammetry (or cyclic voltammetry)

เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในกลุ่มการวิเคราะห์นี้ได้รับการพัฒนาขึ้นเรื่อยๆ เพื่อให้มีความจำเพาะเจาะจงต่อสารที่ต้องการวิเคราะห์มากขึ้นและสามารถตรวจวัดสารในปริมาณต่ำๆ ได้ ในปัจจุบันจึงได้มีการนำเทคนิค โวลแทมเมทรี ไปใช้ควบคู่กับเทคนิควิเคราะห์อื่นๆ เช่น การวิเคราะห์ด้วยการฉีดไหล (Flow injection analysis) และ โครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (High Performance Liquid Chromatography (HPLC)) เป็นต้น

เทคนิค โวลแทมเมทรี ในสมัยก่อนมีบทบาทสำคัญมากในการใช้ศึกษากระบวนการเกิดและจลนศาสตร์ของปฏิกิริยาออกซิเดชัน และรีดักชันของสารในตัวกลางต่างๆ รวมทั้งกระบวนการดูดซับของสาร ในปัจจุบันเน้นถึงการประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์สารต่างๆ ทั้งสารอินทรีย์และอนินทรีย์ ที่สามารถเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันที่ผิวหน้าของขั้วไฟฟ้าทำงานได้ ซึ่งได้มีการนำไปใช้ในการตรวจวัดที่ทำเป็นงานประจำ และงานวิจัย เช่น การตรวจวิเคราะห์น้ำ การควบคุมคุณภาพในอุตสาหกรรมผลิตอาหาร ยา เครื่องสำอาง กระจก และพลาสติกและโพลีเมอร์ และใช้ในการศึกษาทางการแพทย์

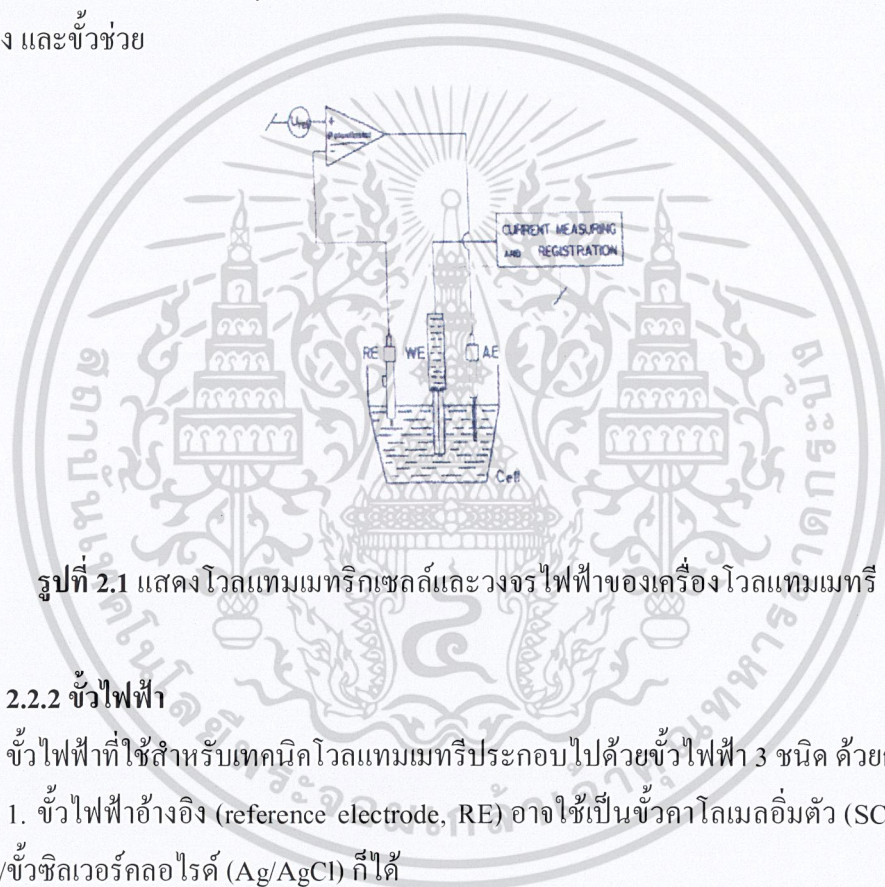
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.2 เครื่องมือ

เครื่องมือที่ใช้สำหรับวิเคราะห์ด้วยเทคนิคโวลแทมเมทรี ประกอบด้วยส่วนประกอบสำคัญ 2 ส่วน คือ ส่วนของเซลล์ของเคมีไฟฟ้า และส่วนของอุปกรณ์ควบคุมสัญญาณ นอกจากนี้ยังมีส่วนของอุปกรณ์บันทึกข้อมูล สร้างกราฟและโปรแกรมประเมินผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพและเชิงปริมาณ

2.2.1 เซลล์เคมีไฟฟ้า

เซลล์เคมีไฟฟ้า ประกอบด้วยภาชนะที่ใช้ใส่สารละลายตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ ผสมกับสารละลายอิเล็กโทรไลต์เกลือหนูน หรือ อิเล็กโทรไลต์ช่วย และมีฝาครอบที่มีช่องใส่ขั้วไฟฟ้าทำงาน ขั้วอ้างอิง และขั้วช่วย

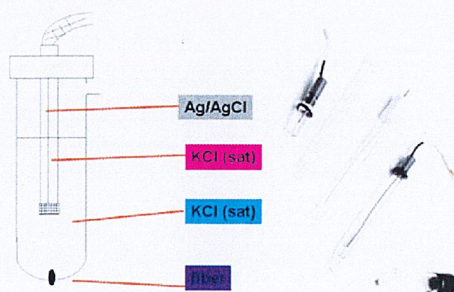


รูปที่ 2.1 แสดง โวลแทมเมทริกเซลล์และวงจรไฟฟ้าของเครื่องโวลแทมเมทรี

2.2.2 ขั้วไฟฟ้า

ขั้วไฟฟ้าที่ใช้สำหรับเทคนิคโวลแทมเมทรีประกอบไปด้วยขั้วไฟฟ้า 3 ชนิด ด้วยกันคือ

1. ขั้วไฟฟ้าอ้างอิง (reference electrode, RE) อาจใช้เป็นขั้วคลอโรเมอิลต์อิมมิตัว (SCE) หรือขั้วซิลเวอร์/ขั้วซิลเวอร์คลอไรด์ (Ag/AgCl) ก็ได้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่เผยแพร่ไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่สามารถนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
รูปที่ 2.2 ขั้วซิลเวอร์ซิลเวอร์คลอไรด์ (Ag/AgCl) ขั้วไฟฟ้าอ้างอิงที่ใช้ใน โวลแทมเมทรี
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. ขั้วไฟฟ้าช่วย (counter electrode, CE หรือ anillary electrode, AE) ทำหน้าที่เป็นตัวนำไฟฟ้าที่ดี แต่ไม่มีส่วนเกี่ยวข้องกับปฏิกิริยา จะช่วยนำกระแสจากขั้วไฟฟ้าอ้างอิงผ่านสารละลายไปยังขั้วไฟฟ้าใช้งาน เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาของสารละลายตัวอย่างระหว่างการวิเคราะห์และยังช่วยลดศักย์ไฟฟ้าโอห์มมิก (IR_{drop}) ที่เกิดเนื่องจากในสารละลายมีความต้านทาน กระแสไหลผ่านยาก หรือเกิด IR_{drop} นั้นเอง นิยมใช้สวดแพลทินัม (Pt) หรือแท่งกราไฟต์ เป็นขั้วไฟฟ้าช่วย

รูปที่ 2.3 ขั้วแพลทินัม ขั้วไฟฟ้าช่วยที่ใช้ในโวลแทมเมทรี

3. ขั้วไฟฟ้าทำงาน (working electrode, WE) เป็นขั้วจุดภาคที่ศักย์ไฟฟ้าไฟฟ้าของขั้วเปลี่ยนแปลงได้ง่าย และขึ้นกับกระแสที่ไหลผ่านซึ่งเรียกว่า ขั้วไฟฟ้าโพลาไรซ์ หรือเป็นขั้วไฟฟ้าโพลาไรซ์ในอุดมคติ (ideally polarized electrode) คือ จะไม่มีกระบวนการฟาราเดอิกเกิดขึ้น เมื่อศักย์ไฟฟ้าไฟฟ้าที่ป้อนให้ยังไม่เหมาะสม นิยมได้แก่ ขั้วไฟฟ้าแบบดิสก์ (disc electrode) ขั้วไฟฟ้าหยดปรอทแขวนตัว (hanging mercury drop electrode; HMDE) และขั้วไฟฟ้าหยดปรอท (dropping mercury electrode; DME)

- ขั้วไฟฟ้าแบบดิสก์ ขั้วไฟฟ้าชนิดนี้มีขนาดเล็กและใช้งานง่าย ซึ่งถูกสร้างไว้ในพลาสติก และถูกตรึงไว้กับแผ่นดิสก์ของวัสดุที่ต่างกันไป เช่น ทอง แพลตินัม นิกเกิล เงิน หรือ glassy carbon

รูปที่ 2.4 ขั้วไฟฟ้าทำงานแบบดิสก์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- **ขั้วไฟฟ้าแกลสซีคาร์บอน (Glassy carbon electrode)** เป็นขั้วไฟฟ้าคาร์บอน ชนิดหนึ่ง ที่พัฒนาขึ้นมีสมบัติทางกายภาพและทางไฟฟ้าเพิ่มขึ้น คือ มีความหนาแน่นสูง มีรูพรุนเล็กเพื่อป้องกันกระแสฟัดติคของสารที่ผิวหน้าอิเล็กโทรด มีช่วงศักย์ไฟฟ้าไฟฟ้าที่ใช้งานได้กว้างทนต่อสารเคมีโดยเฉพาะตัวทำละลาย ขั้วไฟฟ้าแกลสซีคาร์บอน เตรียมได้จากการให้ความร้อนโพลีเมอร์ (phenol formaldehyde) เรซินในบรรยากาศที่เฉื่อย จากนั้นนำมาผ่านกระบวนการคาร์บอนเซชัน (carbonization) ที่อุณหภูมิ 300-1200 องศาเซลเซียส เพื่อไล่ออกซิเจน ไนโตรเจนและไฮโดรเจน



รูปที่ 2.5 ขั้วไฟฟ้าทำงานแกลสซีคาร์บอน

- **ขั้วไฟฟ้าหยดปรอท** ขั้วไฟฟ้าชนิดนี้นิยมใช้กันอย่างแพร่หลาย เนื่องจากปรอทมีศักย์ไฟฟ้าเกินตัวของการเกิดรีดักชันของไฮดรอกไซด์ก่อนข้างสูง ทำให้สามารถวิเคราะห์ได้โดยไม่ถูกรบกวนด้วยการเกิดแก๊สไฮโดรเจน

ข้อดีของขั้วไฟฟ้าทำงานที่มีลักษณะเป็นขั้วไฟฟ้าจุลภาค(มีเส้นผ่าศูนย์กลาง~1 μ m) คือ

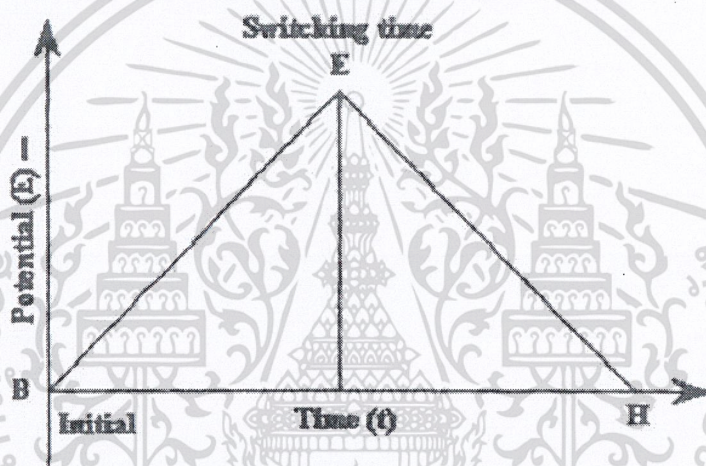
1. สามารถบรรจุในพื้นที่เล็กๆ ได้
2. จำนวนโมเลกุลที่เคลื่อนที่ไปผิวหน้าของขั้วไฟฟ้าทำงานในเวลาที่กำหนดมีน้อย กระแสเกิดขึ้นน้อยมีผลให้เกิดศักย์ไฟฟ้าไฟฟ้าโอห์มมิก (IR_{drop}) น้อยจึงใช้ขั้วไฟฟ้าจุลภาควิเคราะห์สารละลายที่มีความต้านทานมากและตัวกลางที่ไม่ใส่น้ำได้
3. สามารถสแกนศักย์ไฟฟ้าไฟฟ้าได้เร็ว (เนื่องจากเกิดตัวอัดประจุชั้นคู่ชั้นน้อย) ทำให้ใช้เวลาในการวิเคราะห์น้อย
4. ความไวในการวิเคราะห์เพิ่มขึ้น เนื่องจากมีกระแสจากการอัดประจุต่ำ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3 เทคนิคทางเคมีไฟฟ้าในกลุ่มโวลแทมเมตรี

2.3.1 ไชคลิกโวลแทมเมตรี (Cyclic Voltammetry)

ไชคลิกโวลแทมเมตรีเป็นเทคนิคที่ให้ศักย์ไฟฟ้าไฟฟ้าในลักษณะสามเหลี่ยมหน้าจั่วแก่ขั้วไฟฟ้าทำงาน ดังแสดงตามรูปที่ 2.6 ซึ่งพัฒนาโดย Nicholson และ Shain เป็นเทคนิคที่ได้รับความนิยมอย่างมาก เพื่อใช้ในการศึกษาการเกิดปฏิกิริยาทางเคมีไฟฟ้าของสารบริเวณผิวหน้าขั้วไฟฟ้าทำงานตลอดจนใช้ในการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมโดยใช้เทคนิคทางเคมีไฟฟ้าอื่น ๆ ต่อไป การบันทึกกระแสไฟฟ้าที่ได้จากการให้ศักย์ไฟฟ้าไฟฟ้าแก่ขั้วไฟฟ้าทำงาน โดยจะทำการพลอตค่ากระแสไฟฟ้ากับศักย์ไฟฟ้าไฟฟ้า ซึ่งเรียกว่า ไชคลิกโวลแทมโมแกรม (cyclic voltammogram) ดังรูปที่ 2.7



รูปที่ 2.6 การให้ศักย์ไฟฟ้าไฟฟ้าที่สัมพันธ์กับเวลาของไชคลิกโวลแทมเมตรี

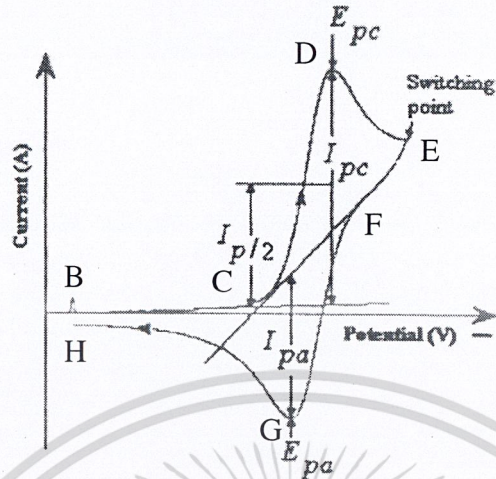
การให้ศักย์ไฟฟ้าไฟฟ้าในไชคลิกโวลแทมเมตรีจะเป็นการให้ศักย์ไฟฟ้าไฟฟ้าตามค่า scan rate เมื่อเทียบกับเวลาจนถึงจุดสูงสุดและลดศักย์ไฟฟ้าไฟฟ้าในทิศทางตรงข้ามด้วย scan rate เดียวกัน ซึ่งสามารถอธิบายสัมพันธ์ระหว่างศักย์ไฟฟ้าไฟฟ้าที่ให้แก่ขั้วไฟฟ้าทำงานกับเวลา ณ จุดต่าง ๆ ตามความสัมพันธ์ในสมการที่ (1)

$$v = \frac{dE}{dt} \quad (1)$$

การเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ในเคมีไฟฟ้า เช่น การให้ศักย์ไฟฟ้าไฟฟ้าในทิศทางที่เป็นลบแก่ขั้วไฟฟ้าทำงาน สารที่อยู่ในรูปของออกซิไดซ์ตอนเริ่มแรกของการให้ศักย์ไฟฟ้าไฟฟ้ายังไม่เกิดปฏิกิริยารีดอกซ์จนกระทั่งให้ศักย์ไฟฟ้าไฟฟ้าใกล้จะถึง E^0 จะเริ่มเกิดกระแสแคโทดิกเกิดขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ไว้เพื่อใช้ในการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้เผยแพร่โดยไม่ได้รับอนุญาต
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

(O + e⁻ → R) จนกระทั่งมีการให้ศักย์ไฟฟ้าไฟฟ้าในทิศทางย้อนกลับจะเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน (R → e⁻ + O) และให้กระแสแอโนดิก



รูปที่ 2.7 ไซคลิกโวลแทมโมแกรม

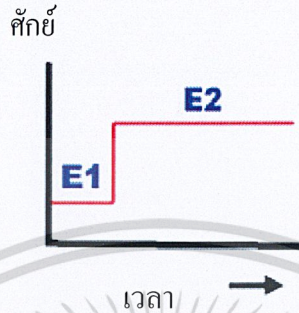
จากรูปที่ 2.7 สามารถแสดงตำแหน่งในไซคลิกโวลแทมโมแกรมของการเกิดปฏิกิริยาที่ตำแหน่งศักย์ไฟฟ้าไฟฟ้าต่างๆ

- B : เป็นจุดเริ่มการให้ศักย์ไฟฟ้าไฟฟ้า
- C : เป็นจุดที่เริ่มเกิดปฏิกิริยารีดักชัน
- D : เป็นสัญญาณแคโทดิก
- E : เป็นจุดที่เปลี่ยนศักย์ไฟฟ้าไฟฟ้าในทิศทางบวก
- F : เป็นจุดที่เริ่มเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน
- G : เป็นสัญญาณแอโนดิก
- H : เป็นจุดสิ้นสุดการให้ศักย์ไฟฟ้าไฟฟ้า
- I_{pc} : กระแสแคโทดิก
- I_{pa} : กระแสแอโนดิก

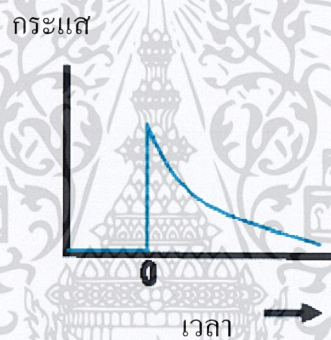
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3.2 แอมแปโรเมทรี (Amperometry)

เทคนิคแอมแปโรเมทรี เป็นเทคนิคการวิเคราะห์ที่ให้ศักย์ไฟฟ้าคงที่แก่ขั้วไฟฟ้าใช้งาน โดยค่าศักย์ไฟฟ้าที่ให้แก่วงจรนั้น ต้องมีค่าที่เพียงพอ ที่จะทำให้อาร์ตอย่างสามารถเกิดปฏิกิริยาที่ผิวหน้าของขั้วไฟฟ้าได้สำหรับค่าศักย์ไฟฟ้าที่ให้แก่วงจร แสดงได้ดังรูป 2.8



รูปที่ 2.8 แสดงค่าศักย์ไฟฟ้าที่ให้แก่วงจรเทียบกับเวลาของเทคนิคแอมแปโรเมทรี



รูปที่ 2.9 กราฟที่ได้จากการวิเคราะห์โดยเทคนิคแอมแปโรเมทรี

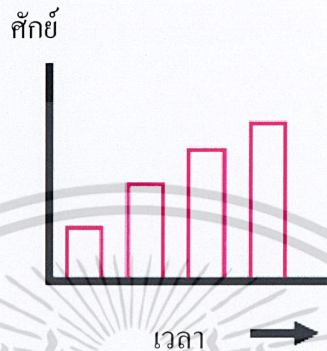
จากรูป 2.9 จะเห็นว่าเมื่อเวลาผ่านไปกระแสจะลดลง ทั้งนี้เนื่องจากความเข้มข้นของสารตั้งต้นลดลง หรืออาจไม่มีสารตั้งต้นเหลืออยู่เลยก็เป็นได้ความสัมพันธ์ของค่ากระแสที่ลดลงต่อเวลาที่เพิ่มขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

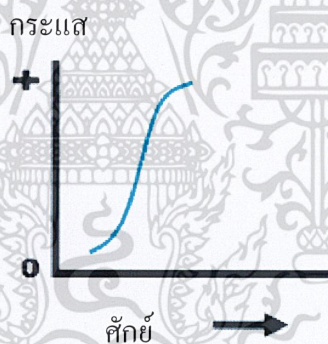
2.3.3 พัลส์โวลแทมเมตรี (Pulse Voltammetry)

1. พัลส์ปกติ (normal pulse)

เป็นการให้ศักย์ไฟฟ้ากับวงจรไฟฟ้าในช่วงเวลาสั้น ๆ ต่อทุกหยดของปรอท โดย ศักย์ไฟฟ้าที่ให้นี้มีขนาดเพิ่มขึ้นอย่างสม่ำเสมอกับเวลา สำหรับการวัดกระแสต้องวัดในช่วงเวลาที่ หยดปรอทใกล้จะหยดออกจากปลายแก้ว



รูปที่ 2.10 แสดงค่าศักย์ไฟฟ้าที่ให้แก่วงจรเทียบกับเวลาของเทคนิคพัลส์

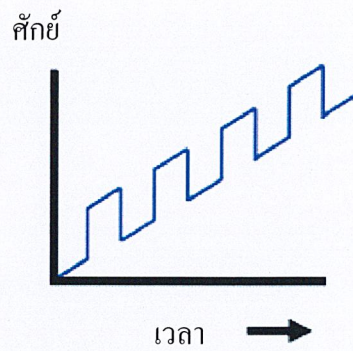


รูปที่ 2.11 พัลส์โวลแทมเมโมแกรม

2. ดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์ (differential-pulse voltammetry)

เทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โวลแทมเมตรี เป็นเทคนิคที่มีประโยชน์อย่างมากในการ ตรวจวัดสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์ที่มีปริมาณน้อย ๆ สำหรับสัญญาณกระตุ้นในลักษณะของดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์ เป็นการเพิ่มศักย์ไฟฟ้าที่คงที่ในลักษณะของพัลส์ให้กับขั้วไฟฟ้าที่รับศักย์ไฟฟ้า ปกติในรูปลิเธียร์-สแกนอยู่แล้ว ดังรูป 2.12

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



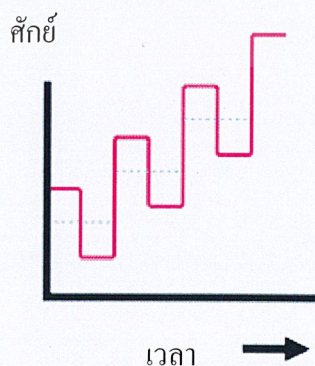
รูปที่ 2.12 แสดงค่าศักย์ไฟฟ้าที่ให้แก่วงจรเทียบกับเวลาของเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลเฟอว์



รูปที่ 2.13 พัลส์โวลแทจโมแกรมของเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลเฟอว์

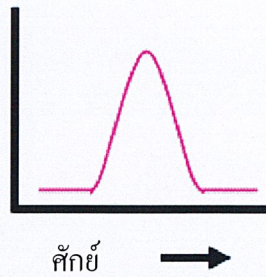
3. สแควร์-เวฟ (square-wave)

สแควร์-เวฟโวลแทจเมทรี จะให้สัญญาณกระตุ้น(ศักย์ไฟฟ้าที่ต่างจากพัลส์ทั้งสองแบบที่กล่าวมาคือให้สัญญาณกระตุ้นกับวงจรไฟฟ้าเป็นช่วง ๆ สำหรับวิธีนี้จะให้หยดปรอทแค่หนึ่งหยดเป็นขั้วไฟฟ้าใช้งาน และเวลาที่ใช้ในการวิเคราะห์เป็นช่วงเวลาสั้นๆ รูปแบบสัญญาณกระตุ้นแบบพัลส์สแควร์-เวฟ แสดงได้ดังรูป 2.14



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งรูปที่ 2.14 แสดงค่าศักย์ไฟฟ้าที่ให้แก่วงจรเทียบกับเวลาของเทคนิคสแควร์-เวฟ

ผลต่างกระแส

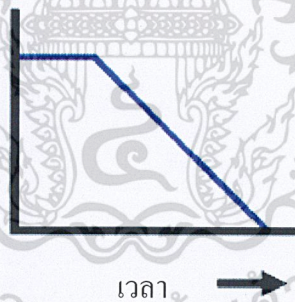


รูปที่ 2.15 โวลแทมโมแกรมที่ได้ของเทคนิคสแควร์-เวฟ

4. สทริปปิงโวลแทมเมตรี (stripping voltammetry)

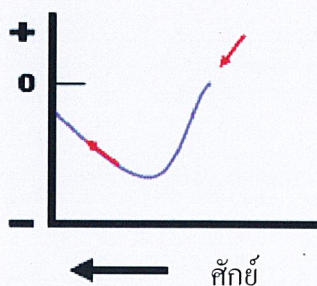
สทริปปิงโวลแทมเมตรี เป็นเทคนิคที่มีความสามารถในการวิเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้าสูงมาก นั่นคือสามารถวิเคราะห์สารตัวอย่างโลหะปริมาณน้อย ๆ ได้โดยเทคนิคนี้จะเพิ่มขั้นตอนที่ทำให้สารตัวอย่างมีความเข้มข้นเพิ่มขึ้น ก่อนที่จะทำการวิเคราะห์โดยวิธีโวลแทมเมตรีต่อไปรูปแบบสัญญาณกระตุ้นแบบสทริปปิง แสดงได้ดังรูป 2.16 เทคนิคสทริปปิงโวลแทมเมตรี ถูกนำมาประยุกต์ใช้ทั้งทางด้านคุณภาพและปริมาณวิเคราะห์ [3]

ศักย์



รูปที่ 2.16 แสดงค่าศักย์ไฟฟ้าที่ให้แก่วงจรเทียบกับเวลาของเทคนิคสทริปปิง

กระแส



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งรูปที่ 2.17 โวลแทมโมแกรมที่ได้ของเทคนิคสทริปปิง สารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.4 ทับทิม (Pomegranate)

ทับทิม มีชื่อทางพฤกษศาสตร์ว่า *Punica granatum L.* วงศ์ Punicaceae ภาษาอังกฤษเรียก Pomegranate ทับทิมเป็นไม้พุ่ม ขนาดกลาง สูงประมาณ 4-6 เมตร ดอกสีแดงหรือสีขาว ผลค่อนข้างกลม เมื่อแก่จัดเปลือกผลสีเหลืองอมแดงหรือน้ำตาลอมส้ม ผิวมักแตกออกเห็นเมล็ดใส อยู่ภายในมากมาย เมล็ดมีเนื้อใสสีแดงหรือสีชมพูอยู่แยกแต่ละเมล็ด เนื้อทับทิมมีน้ำมาก รสหวานหรือเปรี้ยวอมหวาน

ประโยชน์

น้ำคั้นจากเมล็ดทับทิมมีกลิ่นหอม ประกอบด้วยน้ำตาลและกรดที่เป็นประโยชน์ รวมถึงวิตามินเอ ซี อี ธาตุเหล็ก แคลเซียมและแมกนีเซียม ซึ่งเป็นธาตุสำคัญที่ร่างกายต้องการ

ทับทิมถูกใช้เป็นยาพื้นบ้านของชาวอิหร่านและอินเดียมาแต่โบราณ น้ำต้มเปลือกทับทิมใช้แก้เจ็บคอ ยาพอกจากใบใช้พอกหนังศีรษะลดอาการผมร่วง น้ำคั้นเมล็ดทับทิมใช้ลดความร้อนในร่างกาย ช่วยล้างระบบต่างๆ ของร่างกายและเหมาะสำหรับสตรีมีครรภ์

ชาวอาหรับใช้เปลือกรากทับทิมสดๆ ต้มน้ำ ต้มถ่ายพยาธิตัวตืด เปลือกจากลำต้นทับทิม ต้มน้ำใช้ถ่ายพยาธิชนิดต่างๆ ร่วมกับยาถ่าย ใช้เปลือกผลทับทิมผสมกานพลูและฝิ่นรักษาโรคบิดและท้องร่วงอย่างแรง

ชาวอินเดียใช้น้ำคั้นจากผลทับทิมและดอกทับทิม ประยักษารักษาฝี ใช้สมานลำไส้ และแก้ท้องเสีย เมล็ดทับทิมใช้บำรุงหัวใจ

ประเทศไทย แพทย์แผนโบราณใช้ทับทิมทั้งต้นหรือที่เรียกทับทิมทั้งห้าเป็นยาระบาย หรือถ่ายพยาธิเส้นด้ายและตัวตืด

เปลือก ราก และเปลือกต้น	มีฤทธิ์ฝาดสมาน ใช้ถ่ายพยาธิตัวตืด พยาธิไส้เดือน พยาธิเส้นด้าย
ใบ	ใช้ สมานแผล แก้ท้องร่วง น้ำต้มใบใช้อมกลั้วคอ ทำยาล้างตา
ดอก	ใช้ห้ามเลือด
เปลือกผล	ใช้สมานแผล แก้บิด แก้ท้องร่วง
ส่วนเนื้อหุ้มเมล็ด	มีวิตามินซีสูงแก้โรคโลหิตจกปิดกักเปิด และใช้แก้กระหายน้ำ

ประโยชน์ทางเภสัชวิทยาที่ค้นพบในปัจจุบัน

ระยะนี้ น้ำทับทิมได้รับความนิยมอย่างมากในต่างประเทศ เนื่องจากมีคุณค่าอย่างสูงต่อ การดูแลสุขภาพ น้ำทับทิม 1 แก้วมีวิตามินซีร้อยละ 40 ของความต้องการของผู้ใหญ่ใน 1 วัน และมีวิตามินเอ อี และกรดโพลีฟีนอลสูง น้ำทับทิมที่ผลิตในเชิงธุรกิจจะรวมน้ำคั้นเปลือกผลไว้ด้วย

ชาวบาบิโลเนียในอดีตเชื่อว่าทับทิมเป็นผลไม้ที่ช่วยให้สามารถฟื้นคืนกำลัง ปัจจุบัน

เอกสารงานวิจัยมากมายได้สนับสนุนความเชื่อโบราณนี้ การศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การดื่มน้ำคั้นจากทับทิมวันละแก้ว จะช่วยส่งเสริมการทำงานของหลอดเลือด ลดการแข็งตัวของหลอดเลือดแดง และมีสุขภาพหัวใจที่ดีขึ้น และมีผลดีอื่นๆ ต่อสุขภาพ

คุณค่าสารต้านอนุมูลอิสระ

น้ำทับทิมมีฤทธิ์ต้านอนุมูลอิสระดีมาก เกิดจากจากสารกลุ่มโพลีฟีนอลและแอนโทไซยานินปริมาณสูงที่พบในน้ำทับทิม ปริมาณเท่ากับน้ำทับทิมมีฤทธิ์ต้านอนุมูลอิสระเป็น 3 เท่าของไวน์แดง ชาเขียว สูงกว่าน้ำบลูเบอร์รี่ น้ำแครนเบอร์รี่ น้ำองุ่นสีม่วง และน้ำผลไม้ชนิดอื่น

จากการศึกษาวิจัยพบว่าเปลือก ทับทิมมีสารกลุ่มแทนนินสูงถึงร้อยละ 22-25 โดยประกอบด้วยสารกลุ่มแกลโลแทนนิน (gallotannin) และเอลลาจิทแทนนิน (ellagitannin) ปริมาณสูง เปลือกทับทิมตากแห้งใช้เป็นยาแก้ท้องเดินและโรคบิดได้ สารกลุ่มเอลลาจิทแทนนิน มีคุณสมบัติเป็นตัวต้านอนุมูลอิสระที่ดี

แทนนิน เป็นสารที่มีโมเลกุลใหญ่และโครงสร้างซับซ้อน มีสถานะเป็นกรดอ่อนรสฝาด เป็นสารให้ความฝาดในพืช พบได้ในพืชหลายชนิด แทนนิน มี 2 ชนิด คือ คอนเดนส์แทนนิน (condensed tannins) และ สารไฮโดรไลซ์แทนนิน (hydrolysable tannins) เมื่อต้นไม้ได้รับอันตราย (gall) แทนนิน มีคุณสมบัติตกตะกอนโปรตีน ทำให้หนังสือตัวไม่เน่าเปื่อย จึงมีการใช้ในอุตสาหกรรมฟอกหนังด้วย แทนนินมีฤทธิ์ฝาดสมาน จึงใช้เป็นยารักษาโรคท้องเสียได้ แทนนินมีฤทธิ์ยับยั้งการเจริญของแบคทีเรียได้ ตัวอย่างแทนนิน ได้แก่ theogallin, gallic acid, ellagic acid [4]

คุณค่าต่อระบบไหลเวียนเลือด ลดความดันเลือด ป้องกันและรักษาโรคหลอดเลือดแข็งตัว และโรคหลอดเลือดอุดตัน

เป็นที่ทราบกันดีว่าสารโพลีฟีนอลมีความสามารถยับยั้งปฏิกิริยาต้านอนุมูลอิสระ ของไขมันไม่ดี หรือแอลดีแอล-คอเลสเตอรอล (LDL-C, low density lipoprotein cholesterol) ลดการสร้างโฟมเซลล์ และลดการแข็งตัวของหลอดเลือด

กลุ่มวิจัยไลพิดของอิสราเอลทำงานวิจัยเกี่ยวกับสรรพคุณของน้ำทับทิมที่มีผลต่อโรคหลอดเลือดแข็งตัว พบว่าสารโพลีฟีนอลจากน้ำทับทิมป้องกันไขมันไม่ดีจากปฏิกิริยาต้านอนุมูลอิสระของเซลล์ได้ 2 วิธี คือ โพลีฟีนอลจากทับทิมเข้าทำปฏิกิริยากับไลพิดโปรตีนโดยตรง

อีกวิธีคือโดยการสะสมของโพลีฟีนอลในมาโครฟาจ ของหลอดเลือด พบว่าโพลีฟีนอลจากทับทิมลดความสามารถของมาโครฟาจในการออกซิไดซ์ไขมันไม่ดี โดยทำปฏิกิริยากับโมเลกุลไขมันไม่ดี เพื่อหยุดยั้งปฏิกิริยาต้านอนุมูลอิสระดังกล่าว และยังสะสมในมาโครฟาจในหลอดเลือด ทำให้หยุดยั้งปฏิกิริยาไลพิดเพอร์ออกซิเดชัน และการสร้างมาโครฟาจที่อุดมไปด้วย

เอกสารไลพิดเพอร์ออกซิเดชันไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

นอกจากนี้ สาร โพลีฟีนอลในน้ำทับทิมยังเพิ่มการทำงานของเอนไซม์พาราออกซิเนส ในพลาสมา ป้องกันไม่ให้ไขมันไม่ดีถูกออกซิไดซ์ ทำให้เกิดการแตกตัวของไลพิดเพอร์ ออกไซด์ในไลโปโปรตีนที่ถูกออกซิไดซ์ไปแล้ว และในรอยเกาะของไขมันที่ผนังหลอดเลือด เมื่อไขมันเกาะผนังหลอดเลือดได้รับสารจากน้ำทับทิม พบว่าเกิดการหยุดสร้างรอยแผลจากการ เกาะของไขมันขึ้นใหม่อีกด้วย

คุณค่าต่อการป้องกันการเกิดโรคหัวใจ น้ำทับทิมลดความข้นของเลือดจากภาวะไขมันสูง

งานวิจัยชิ้นหนึ่งกล่าวว่าน้ำทับทิมเป็นเครื่องดื่มที่ช่วยให้เลือดสลับไป ยังหัวใจได้ดีขึ้น โดยลดความหนืดของผนังหลอดเลือดคาโรติด ช่วยการทำงานของไนตริกออกไซด์ทำให้กล้ามเนื้อ เรียบผ่อนคลาย ลดภาวะการแข็งตัวของหลอดเลือดจากไขมัน ในเลือดสูง ลดความดันเลือดหยุดการ สะสมไขมันและสลายไขมันสะสมที่หลอดเลือดด้วย

อนุมูลอิสระเป็นตัวทำให้คอเลสเตอรอลมีการเปลี่ยนแปลงโดยปฏิกิริยาด้านอนุมูลอิสระ ซึ่งคอเลสเตอรอลที่เปลี่ยนแปลงนั้นจะไปเร่งการแข็งตัวของหลอดเลือด น้ำทับทิมช่วยลดปฏิกิริยา ด้านอนุมูลอิสระลงได้ครึ่งหนึ่ง สามารถลดปริมาณไขมันไม่ดีหรือคอเลสเตอรอลที่ไม่ดีด้วย นอกจากนี้ น้ำทับทิมยังลดปริมาณพลาต (plaque) ในหลอดเลือดแดงใหญ่ และเพิ่มปริมาณ คอเลสเตอรอลดีอีกด้วย

คุณค่าด้านป้องกันและรักษา มะเร็ง

น้ำทับทิมมีผลลดการเกิดมะเร็งเต้านม มะเร็งผิวหนัง งานวิจัยพบว่าน้ำทับทิมสดและน้ำ ทับทิมที่ผ่านการหมักมีฤทธิ์ยับยั้งการเจริญเติบโตของเซลล์มะเร็งเต้านมและมะเร็งผิวหนัง เชื่อว่า สารที่ออกฤทธิ์ยับยั้งการเจริญของเซลล์มะเร็งเต้านมจำนวนหนึ่งมีฤทธิ์เป็นเอสโตรเจนจากพืช

สารกลุ่มเอลลาจิแทนนินจากเปลือกผลทับทิมมี ฤทธิ์ต่อต้านการเจริญเติบโตของ เซลล์มะเร็งกว่า 13 ชนิด ได้แก่ มะเร็งผิวหนัง มะเร็งลำไส้ มะเร็งหลอดอาหาร มะเร็งตับ เป็นต้น

เอลลาจิแทนนินเป็นสารโพลีฟีนอลสำคัญที่พบอยู่ในน้ำทับทิมปริมาณมาก เมื่อผ่านเข้าสู่ ร่างกายจะถูกเปลี่ยนสภาพเป็นกรดเอลลาจิกซึ่งจะถูกแบคทีเรีย ในร่างกายมนุษย์เปลี่ยนเป็นอนุพันธ์ ของสารยูโรลิทินเอ (uroolithin A derivative) ต่อไป

นอกจากนี้ สารดังกล่าวมีคุณสมบัติทำลายเซลล์มะเร็งหลอดอาหารและลำไส้ใหญ่ พบว่า เมื่อให้กรดเอลลาจิกกับสัตว์ทดลองที่ทำให้เกิดมะเร็ง สารดังกล่าวจะทำให้เซลล์มะเร็งถูกทำลาย โดยกลไกการแตกตัวของตัวมันเองได้

คุณค่าด้านอื่นๆ

น้ำทับทิมมีคุณสมบัติทำให้ผิวหนังเต่งตึงได้ ใช้น้ำทับทิมประมาณ 1 ช้อนชาทาบนใบหน้าทิ้งไว้ 10 นาที แล้วล้างออกด้วยน้ำเย็น นอกจากนี้การดื่มน้ำทับทิมยังช่วยให้ผิวสวยจากภายใน โดยคุณสมบัติต้านอนุมูลอิสระจะป้องกันผิวจากการทำลายของรังสีอัลตราไวโอเล็ต อีกทั้งเสริมสุขภาพโครงสร้างเนื้อเยื่อใต้ผิวหนังชั้นนอกด้วย น้ำทับทิมบรรเทาอาการแพ้ท้องในสตรีมีครรภ์ ปรับฮอร์โมนวัยหมดประจำเดือน เสริมสุขภาพทางเพศให้ท่านชาย ช่วยบำบัดโรคเบาหวาน และป้องกันโรคความจำเสื่อมในผู้สูงอายุ

ประโยชน์อย่างอื่นของทับทิม เช่น ในประเทศญี่ปุ่นใช้เป็นสีย้อมสำหรับเส้นใยธรรมชาติ ถึงแม้จะไม่ได้ปลูกทับทิมอย่างแพร่หลาย แต่ก็ได้นำต้นทับทิมมาประดับตัดแต่งเป็นบอนไซ ด้วยเหตุผลที่ทับทิมให้ดอกที่สีแดงสดสวย

จากประโยชน์ต่าง ๆ ที่ได้กล่าวมาทั้งคุณค่าทางโภชนาการ คุณค่าทางการรักษาโรค และคุณค่าทางการตกแต่ง จะพบว่าต้นทับทิมเป็นพืชที่มีประวัติมาช้านานและเป็นพืชที่มีคุณค่า [5]



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.5 จิง (Ginger)

จิง เป็นทั้งพืชสมุนไพรและเครื่องเทศ มีสรรพคุณด้านการรักษาโรคได้ เช่น รักษาโรคท้องอืดเพื่อ คลื่นไส้ อาเจียน รักษาอาการไอที่มีเสมหะ รักษาอาการท้องเสีย เป็นยาอายุวัฒนะ การผลิตจิงแบ่งออกเป็น การปลูกจิงเพื่อบริโภคสด ส่งโรงงานอุตสาหกรรม และการปลูกเพื่อผลิตพันธุ์จิงเป็นพืชที่ปลูกได้ดีในเขตร้อน แหล่งที่ปลูกที่สำคัญได้แก่ อินเดีย และสาธารณรัฐประชาชนจีน รองลงมาได้แก่ ออสเตรเลีย ฟิจิ ไต้หวัน และไทย [6] ในเหง้าจิงมี

- น้ำมันหอมระเหยอยู่ประมาณ 1 - 3 % ในน้ำมันประกอบด้วยสารเคมี ที่สำคัญคือ ซิงจิเบอรีน (Zingiberene), ซิงจิเบอรอล (Zingiberol), ไบซาโบลิ (bisabolene) และแคมฟิน (camphene)

- น้ำมัน (oleo-resin) ในปริมาณสูง เป็นส่วนที่ทำให้จิงมีกลิ่นฉุน และมีรสเผ็ด ส่วนประกอบสำคัญ ในน้ำมันชั้น ได้แก่ จินเจอร์อล (gingerol), โชก้าอล (shogaol), ซิงเจอร์น (zingerine)

- คุณสมบัติเป็นยากัดขูด ก้นหิน ใช้ใส่ในน้ำมันหรือไขมัน เพื่อป้องกันการบูดหืน สารที่ทำให้จิงมีคุณสมบัติเป็นยากัดขูด ก้นหิน ได้คือ สารจำพวกฟีนอลิก

นอกจากจะนำจิงมารับประทานแล้ว จิงยังมีสรรพคุณที่ช่วยบำรุงผิวพรรณด้วย เพราะในจิงมีสารต้านอนุมูลอิสระ คือ ปกติแล้ว แสงแดด มลภาวะ อาหารการกิน และความเครียดเป็นสาเหตุสำคัญที่ทำให้เกิดปฏิกิริยาทางเคมีในร่างกายของเรา และเกิดเป็นสารอนุมูลอิสระขึ้น สารตัวนี้ก็จะทำลายเซลล์ของเราทำให้เราดูมีริ้วรอยขึ้น โดยปกติในร่างกายของคนจะมีการสร้างสารต้านอนุมูลอิสระอยู่แล้ว แต่บางครั้งมันก็จะลดลงตามกาลเวลา จึงจำเป็นที่เราต้องเติมเข้าไป ซึ่งจากการวิจัย สารจินเจอร์รอลที่มีอยู่ในจิงนั้น มีคุณสมบัติช่วยต้านอนุมูลอิสระอยู่อย่างครบถ้วนทีเดียว จิงจึงมีประโยชน์ต่อร่างกาย ไม่ว่าจะเป็นในด้านใช้กินหรือใช้ทาก็ได้ จิงจะจัดว่าไปสรรพคุณเท่านี้คงยังไม่พอ เพราะมีคนช่างคิด นำจิงมาทำเป็นเทียนหอม เพื่อช่วยในการผ่อนคลายความเครียด และบางคนนำจิงมาเป็นส่วนผสมของขนมหวานเช่นเค้กด้วย

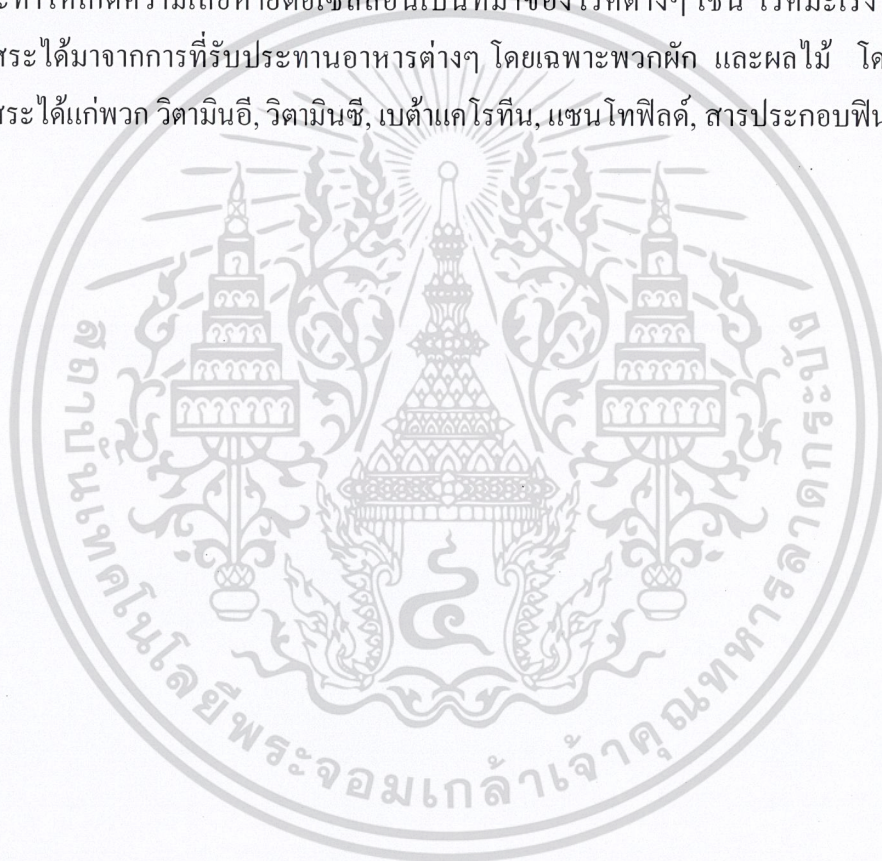
สุขภาพประโยชน์ของจิงมีดังต่อไปนี้

- รักษาปัญหากระเพาะอาหาร, อาหารเป็นพิษ
- ลดความเสี่ยงของโรคหัวใจ
- ลดปัญหาระบบทางเดินหายใจ
- ลดการอักเสบและปวด
- บรรเทาอาการคลื่นไส้และอาเจียน
- ความดันโลหิตสูง Alleviates
- ลด **LDL** (bad) คอเลสเตอรอล

เอกสารนี้เป็นเอกสารไม่ถาวร, ลดความเครียด
 • บรรเทาอาการไม่ถาวร, ลดความเครียด
 • ไม่ว่าการใดรักษาจะเร่งรัดไป มิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.6 อนุมูลอิสระ

อนุมูลอิสระ คือ อะตอม โมเลกุล หรือสารประกอบใดๆก็ตาม ที่มีจำนวนอิเล็กตรอนไม่ครบคู่ จึงว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน เมื่อเกิดอนุมูลอิสระในร่างกาย เซลล์ต่างๆ จะถูกทำลาย โดยอนุมูลอิสระเกิดจาก 2 แหล่ง คือ (1) ภายในร่างกาย เช่น เกิดจากกระบวนการเมตาบอลิซึมของออกซิเจนภายในเซลล์ และ (2) ภายนอกร่างกาย จากสิ่งแวดล้อม เช่น รังสีอัลตราไวโอเล็ต หรือจากมลพิษ เช่น คาร์บอนหรือ ก๊าซจากท่อไอเสียรถยนต์ โดยปกติร่างกายจะรักษาสมดุลของอนุมูลอิสระให้อยู่ในปริมาณที่เหมาะสมโดยการสร้างสารต้านอนุมูลอิสระขึ้นภายในร่างกาย แต่ถ้าเสียสมดุลโดยมีปริมาณของอนุมูลอิสระมากกว่าปริมาณของสารต้านอนุมูลอิสระ จะทำให้เกิดความเสียหายต่อเซลล์อันเป็นที่มาของโรคต่างๆ เช่น โรคมะเร็ง สารต้านอนุมูลอิสระได้มาจากการรับประทานอาหารต่างๆ โดยเฉพาะพวกผัก และผลไม้ โดยสารต้านอนุมูลอิสระได้แก่พวก วิตามินอี, วิตามินซี, เบต้าแคโรทีน, แซนโทฟิลล์, สารประกอบฟีนอลิก



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.7 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีทดสอบ (Method validation)

Method validation เป็นกระบวนการยืนยันความถูกต้อง ความเหมาะสมของวิธีการวิเคราะห์ที่ศึกษา เพื่อนำมาใช้วิเคราะห์ตัวอย่างในห้องปฏิบัติการ ช่วยให้ทราบถึงคุณสมบัติเงื่อนไขหรือข้อจำกัดของวิธีการวิเคราะห์นั้นๆ

วิธีการทดสอบที่ใช้สำหรับ method validation ดังนี้

1. ความถูกต้อง (accuracy)

accuracy หมายถึง ความถูกต้องของวิธีการวิเคราะห์ที่วัดได้ค่าใกล้เคียงกับค่าที่แท้จริงมากที่สุด แสดงว่าการวิเคราะห์นั้นมีความถูกต้องสูง (High accuracy) แต่ถ้าค่าที่วัดได้ห่างไกลจากค่าจริง แสดงว่าการทดสอบนั้นมีความถูกต้องน้อย (Low accuracy) การหา accuracy ทำได้โดย

1.1) วิเคราะห์ CRM (Certified Reference Material) อย่างน้อย 7 ซ้ำ และนำมาคำนวณหาระดับความถูกต้องในรูปของความผิดพลาดสัมพัทธ์ (relative error) หรือความถูกต้องสัมพัทธ์ (relative accuracy)

1.2) ในกรณีที่ไม่สามารถหา CRM ที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ได้ สามารถหา estimated accuracy ได้โดยการหาค่าเปอร์เซ็นต์การคืนกลับ (%recovery) โดยใช้ตัวอย่างที่เติมสารมาตรฐาน (spiked sample) ซึ่งจะมีข้อจำกัดว่า accuracy ที่ได้นั้นครอบคลุมเฉพาะขั้นตอนที่วิเคราะห์ spiked sample เท่านั้น การทำ recovery จะทำ 3 ระดับความเข้มข้น และอย่างน้อยความเข้มข้นละ 7 ซ้ำ

$$\% \text{ recovery} = \frac{(\text{ค่าจากตัวอย่างที่เติมสารมาตรฐาน}) - (\text{ค่าจากตัวอย่างที่ไม่เติม}) \times 100}{(\text{ค่าความเข้มข้นของสารมาตรฐานที่เติม})}$$

เกณฑ์การยอมรับของ % recovery ขึ้นกับวิธีทดสอบตามมาตรฐานที่ระบุไว้ เช่น เกณฑ์การยอมรับได้สำหรับโลหะหนักในน้ำเท่ากับ 85 ถึง 115% recovery ถ้าไม่ระบุไว้ให้ พิจารณาจากค่าที่ทำได้ทั้งหมดจำนวนมาก แล้วตั้งเกณฑ์ขึ้นมาจากค่าที่ดีที่สุด แล้วพิสูจน์ด้วย CRM

2. การทำซ้ำอย่างแม่นยำ (precision)

precision หมายถึง ความแม่นยำของการวิเคราะห์ซ้ำๆ กัน หลายๆ ครั้ง ความแตกต่างของผลการวิเคราะห์ที่ได้จากการวิเคราะห์ซ้ำๆ นี้มักจะแสดงเป็นค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (Standard Deviation, SD) หรือสัมประสิทธิ์ความแปรปรวน (Coefficient of Variation, CV) ซึ่ง precision ของวิธีการวิเคราะห์มี 2 ลักษณะคือ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่ (1) repeatability หมายถึง ความแม่นยำที่เกิดจากการวิเคราะห์ซ้ำๆ ในสภาวะเดียวกัน (ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น) อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2) reproducibility หมายถึง ความแม่นยำที่เกิดจากการวิเคราะห์ซ้ำ ๆ โดยใช้วิธีเดียวกัน ผู้วิเคราะห์ต่างกัน เครื่องมือคนละเครื่องกัน และทำในห้องปฏิบัติการคนละแห่งกัน ระดับของความแม่นยำขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของสารตัวอย่างที่วิเคราะห์ตาม ตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 ระดับความแม่นยำของวิธีการวิเคราะห์ตัวอย่างที่ความเข้มข้นต่างๆ กัน
ระดับความแม่นยำ(%RSD) ระดับความเข้มข้น

ระดับความเข้มข้น	ระดับความแม่นยำ(%RSD)		
	สูง	ปานกลาง	ต่ำ
trace analysis (ระดับ ppm)	0.1 – 1	1 – 10	10 – 35
Ultra - trace analysis (ppb, ppt)	1 – 10	10 – 35	>35
มากกว่า ppm	0.01 – 0.1	0.1 – 1	1 – 10

การหาระดับความแม่นยำโดยหาค่า%RSD อาจหาจากการวิเคราะห์ CRM หรือการทำ recovery ก็ได้

$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100$$

RSD = ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์

SD = ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน

\bar{X} = ค่าเฉลี่ยของข้อมูลทั้งหมด

3. การหาค่า LOD และ LOQ (limit of detection and limit of quantitation)

LOD (limit of detection) หมายถึงค่าความเข้มข้นต่ำสุดที่วิเคราะห์ได้ในตัวอย่างที่สามารถตรวจวัดได้ และ LOQ (limit of quantitation) หมายถึง ค่าความเข้มข้นต่ำสุดที่วิเคราะห์ได้ในตัวอย่างที่สามารถหาปริมาณ หรือรายงานผล โดยมี accuracy และ precision ที่ยอมรับได้

LOD และ LOQ หาได้โดยการวัด blank ของตัวอย่าง (sample blank) อย่างน้อย 7 ซ้ำ และนำมาคำนวณหาค่าเฉลี่ย และค่า SD

$$LOD = \text{ค่าเฉลี่ยของ sample blank} + 3 SD$$

$$LOQ = \text{ค่าเฉลี่ยของ sample blank} + 10 SD$$

กรณี sample blank หาค่าไม่ได้ ให้เติมสารมาตรฐานที่ค่าความเข้มข้นต่ำๆ ลงใน sample blank ทำอย่างน้อย 7 ซ้ำ หาค่า SD

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่จัดทำขึ้นไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด LOQ คือ 10 SD ห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กรณีไม่สามารถหา sample blank ได้ ให้นำตัวอย่างที่มีความเข้มข้นต่ำๆ มาวิเคราะห์ ทำอย่างน้อย 7 ซ้ำ หาค่า SD

$$LOD = 3.14 SD \text{ (กรณีทำ 7 ซ้ำ)}$$

$$LOQ = 10 SD$$

4. linearity and range

linearity หมายถึง ความสามารถของวิธีการวิเคราะห์ที่จะทำให้วิเคราะห์แล้วได้ผลการวิเคราะห์ที่เป็นสัดส่วนกับความเข้มข้นของสารที่วิเคราะห์ในช่วงความเข้มข้นที่กำหนด

ส่วน range หมายถึงช่วงความเข้มข้นของสารที่จะวัดตั้งแต่ความเข้มข้นต่ำสุดถึงความเข้มข้นสูงสุดที่วัดแล้วมี accuracy precision และ linearity อยู่ในระดับที่มีความถูกต้องยอมรับได้ตามข้อกำหนด

linearity ทำโดยการวิเคราะห์ CRM หรือ sample blank ที่เติมสารมาตรฐานให้มีความเข้มข้นอย่างน้อย 5 ระดับความเข้มข้นตั้งแต่ต่ำไปจนมากที่สุด วิเคราะห์หาค่าการดูดกลืนแสงเทียบเป็นความเข้มข้นหน่วยมิลลิกรัมต่อลิตร ทำ 3 ซ้ำแต่ละระดับความเข้มข้น นำค่าที่ได้มาเขียนกราฟเส้นระหว่างค่าการดูดกลืนแสงกับค่าความเข้มข้นหน่วยมิลลิกรัมต่อลิตร และคำนวณหาค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (correlation coefficient, r) เกณฑ์การยอมรับได้โดยทั่วไปค่า r จะต้องมีความอยู่ระหว่าง 0.995 - 1.000 range ทำโดยการวิเคราะห์ตัวอย่างที่ต้องการหาปริมาณสารในช่วงความเข้มข้นต่างๆ กัน และ คำนวณค่าความเข้มข้นในช่วงที่ให้ accuracy และ precision ที่ยอมรับได้ หรือทำการวัด CRM ที่มีความเข้มข้นต่างๆ

5. สภาพไว (sensitivity, S)

sensitivity หมายถึง ความสามารถในการวัดความเข้มข้นที่แตกต่างกันน้อยที่สุดวิธีการวิเคราะห์ที่มีความไวสูงจะสามารถตรวจวิเคราะห์สารในปริมาณน้อยมากหรือเป็นวิธีที่สามารถแยกความเข้มข้นของสารที่แตกต่างกันน้อยมากได้ถูกต้อง

sensitivity ของวิธีทดสอบหรือของเครื่องมือเป็นอัตราส่วนของการเปลี่ยนแปลงของสัญญาณ (response) R ต่อการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้น (Concentration) C ถ้าเขียนกราฟระหว่าง R กับ C จะได้กราฟเส้นตรง นั่นคือ

$$R = kc$$

แสดงว่าสภาพไวจะมีค่าคงที่ตลอดช่วงความเข้มข้นถ้า slope (k) ชัน แสดงว่ามีสภาพไวสูง (high sensitivity)

Sensitivity ของการวิเคราะห์หาได้จากค่า slope ของ calibration function ใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

6. ความจำเพาะ (selectivity หรือ specificity)

Selectivity หมายถึง ความสามารถของวิธีวิเคราะห์ที่จะวิเคราะห์เฉพาะสารที่ต้องการจะวิเคราะห์ โดยที่สารนั้นเป็นเพียงส่วนประกอบหนึ่งในสารละลายนั้น ๆ หรือวิธีการวิเคราะห์ที่มีความสามารถในการเลือกวัดเฉพาะสารที่ต้องการจะวัด จึงกล่าวได้ว่าวิธีวิเคราะห์นั้นมีความจำเพาะ (specific) การศึกษา specificity ของวิธีการวิเคราะห์ทำได้โดยการวิเคราะห์ตัวอย่างที่มีหรือเติมสารรบกวนอื่น แล้วตรวจสอบดูว่าสารรบกวนเหล่านั้นมีผลกระทบต่อผลการวิเคราะห์หรือไม่ และสารรบกวนเหล่านั้นทำให้การตรวจวัด หรือการหาปริมาณสารที่ต้องการทราบผิดไป (มากขึ้น หรือน้อยลง) หรือไม่

2.8 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

สารต้านอนุมูลอิสระในธรรมชาติได้รับความสนใจเป็นอย่างมากในด้านต่างๆ เช่น ทางเภสัชศาสตร์ โภชนาการ และทางสัตวศาสตร์ สารอนุมูลอิสระประกอบด้วย 2 กลุ่มได้แก่ กลุ่ม reactive oxygen species (ROS) เช่น superoxide anion (O_2^-), hydroxyl radical ($\cdot OH$) และ hydrogen peroxide (H_2O_2) เป็นต้น และกลุ่ม reactive nitrogen species (RNS) คือ nitric oxide ($NO\cdot$) และ peroxynitrite ($ONOO\cdot$) [7] วิธีทั่วไปในการวิเคราะห์สารต้านอนุมูลอิสระมีหลากหลายวิธี อาทิ

(1) การใช้สารประกอบ ABTS [2,2-azino-bis(3-ethyl-benzthiazoline-6-sulphonic acid)] ทำให้เกิดอนุมูลอิสระ $ABTS^{+}$ ในการวิเคราะห์จะวัดค่าดูดกลืนแสงที่ลดลง เช่น ในกลุ่มงานของ M. Tamawski และคณะ ได้ศึกษาการแยกกรดฟีนอลิกชนิดต่างๆ ในสารสกัดถ่านหินจากพืชโดยใช้เทคนิค HPLC และตรวจวัดความสามารถในการต้านอนุมูลอิสระ [8] E. Verzelloni และคณะ ได้ศึกษาคุณสมบัติในการต้านอนุมูลอิสระของกรดฟีนอลิก และ flavonoid ในไวน์แดง และน้ำส้มบัลซามิก [9] ซึ่งวิธีนี้ทำได้ง่าย การวิเคราะห์ทำได้ทั้งในน้ำและตัวทำละลายอินทรีย์ แต่ ABTS ต้องมีการทำปฏิกิริยากับสารอื่นก่อนถึงจะเกิดเป็นอนุมูล $ABTS^{+}$ ซึ่งทำให้การวิเคราะห์มีความยุ่งยาก

(2) การใช้สารประกอบ DPPH (1,1-diphenyl-2-picrylhydrazyl) ซึ่ง DPPH เป็น อนุมูลอิสระที่สามารถรับอิเล็กตรอนได้อีก เพื่อเปลี่ยนเป็นโมเลกุลที่ไม่เป็นอนุมูลอิสระ โดยมีนักวิจัยได้ใช้ DPPH เพื่อศึกษาฤทธิ์การต้านอนุมูลอิสระ เช่น H. Kelebek และคณะ ได้ศึกษาสารต้านอนุมูลอิสระในน้ำส้มและไวน์ส้ม [10] J. Salta และคณะ ได้เปรียบเทียบหาสารประกอบฟีนอลิกในสาส์ตาสายพันธุ์ต่างๆ และประเมินความสามารถในการต้านอนุมูลอิสระ [11] การวิเคราะห์จะคล้ายกับ $ABTS^{+}$ แต่อนุมูลอิสระ DPPH ไม่ไวต่อปฏิกิริยา เกิดปฏิกิริยาได้ช้า ทำให้การประเมิน

เอกสารความสามารถในการต้านอนุมูลอิสระได้น้อยกว่าความเป็นจริง [12,13] ดึงหน้าไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

(3) การใช้ Ferric Reducing Antioxidant Power (FRAP) เป็นการวิเคราะห์หาความสามารถในการรีดิวซ์ของสารต้านอนุมูลอิสระ โดยใช้สารประกอบเชิงซ้อนของเหล็ก Fe(III)-TPTZ (ferric tripyridyltriazine) เป็นสารทดสอบ อะตอมของเหล็กในสารนี้จะถูกรีดิวซ์โดยสารต้านออกซิเดชัน ได้สารประกอบเชิงซ้อนของเหล็กเฟอร์รัส Fe(II)-TPTZ ซึ่งมีสีน้ำเงิน A. Y. Loo และคณะ ได้ศึกษาความสามารถในการต้านอนุมูลอิสระองค์ประกอบต่างๆ ในน้ำส้มคั้นผลไม้ โดยใช้วิธี DPPH และ FRAP ซึ่งให้ผลที่คล้ายกัน

นอกจากนี้ยังมีการใช้เทคนิคทางเคมีไฟฟ้าในการประเมินความสามารถในการต้านอนุมูลอิสระ เช่น Z. Chen และคณะ ได้พัฒนาวิธีการวิเคราะห์โดยใช้ Capillary electrophoresis ร่วมกับ Amperometric detector ในการแยกและตรวจวัด flavones และกรดฟีนอลิก ในใบชะงู ซึ่งเป็นวิธีที่ไม่ยุ่งยาก ไม่ต้องทำให้สารเกิดอนุพันธ์ อีกทั้งยังใช้ตัวทำละลายและสารเคมีน้อย[14] O. Makhotkina และ P. A. Kilmartin ได้ใช้เทคนิค Cyclic voltammetry ในการตรวจวัดสารต้านอนุมูลอิสระกลุ่มฟอลิฟีนอลในไวน์ โดยใช้ขั้วไฟฟ้าเกลสซีคาร์บอน ซึ่งเป็นวิธีที่ง่าย ให้ผลที่ดี มีความเป็นเส้นตรงสูง [15] J. Piljac-Zegarac และคณะ ทำการเปรียบเทียบการใช้เทคนิค Cyclic voltammetry กับเทคนิคแบบเดิม (ABTS, DPPH, FRAP) ในการตรวจวัดฤทธิ์การต้านอนุมูลอิสระในชาผลไม้ ซึ่งเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี่สามารถตรวจวัดได้เร็วและให้ผลที่ดี[16]

ในน้ำทับทิมและน้ำจิงซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์ที่ได้จากธรรมชาติ มีสารประกอบทางเคมีหลากหลาย และสารประกอบบางชนิดมีคุณสมบัติเป็นสารต้านอนุมูลอิสระ เช่น กรดแกลลิก ซึ่งเป็นสารต้านอนุมูลอิสระชนิดหนึ่งในน้ำทับทิมและน้ำจิง ในการวิเคราะห์หาฤทธิ์การต้านอนุมูลอิสระจะนิยมใช้กรดแกลลิกเป็นสารมาตรฐานในการวิเคราะห์ งานวิจัยนี้จึงสนใจที่จะวิเคราะห์สารต้านอนุมูลอิสระ ซึ่งจะทำการวิเคราะห์เชิงปริมาณของกรดแกลลิก โดยใช้ Planar reference electrode กับขั้วไฟฟ้าเกลสซีคาร์บอน เป็นหน่วยตรวจวัดทางเคมีไฟฟ้า เพราะการวิเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้านี้เป็นวิธีที่ง่าย ให้ความไวในการวิเคราะห์สูง ใช้ปริมาณตัวอย่างน้อย จากนั้นแล้วจึงนำไปประยุกต์ใช้กับการวิเคราะห์หาฤทธิ์การต้านอนุมูลอิสระในน้ำทับทิมและน้ำจิงต่อไป

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 สารเคมี

1. โพแทสเซียมคลอไรด์ (Potassium chloride, KCl)
2. โพแทสเซียมเฮกซะไซยาโนเฟอเรต (Potassium hexacyanoferrate, $K_3[Fe(CN)_6]$)
3. กรดซิตริก (Citric acid)
4. ไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟต (Disodium hydrogen phosphate)
5. กรดแกลลิก (Gallic acid, $C_6H_2(OH)_3COOH$)
6. น้ำปราศจากไอออน (Deionized water)
7. จิงผง (Ginger)
8. น้ำทับทิม (Pomegranate juice)
9. เอทานอล (Ethanol)
10. พงซิลิกา (Silica)
11. Epoxy resin ยี่ห้อ Pattex เบอร์ Duro N24

3.2 วัสดุและอุปกรณ์

1. ขวดวัดปริมาตร
2. ปีกเกอร์
3. บีเปต
4. ลูกยาง
5. กระจกตวง
6. ซ้อนตักสาร
7. หลอดหยด
8. แท่งแก้วคน
9. กระจกน้ำกลั่น
10. เข็มฉีดยา (syringe)
11. แผ่นซิลิกอน (Silicon wafer)
12. แผ่นเงิน (Silver wafer)
13. สายไฟขนาดเล็ก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

14. ตะกั่ว
15. กระจกอลูมิเนียมฟลอยด์

3.3 เครื่องมือ

1. เครื่องAUTOLAB
2. เครื่องชั่งน้ำหนัก
3. เครื่องกวนและให้ความร้อน
4. เครื่องกรองสุญญากาศ
5. เครื่อง pH meter
6. หัวแร้งบัดกรี (Soldering Copper)
7. เครื่องมัลติมิเตอร์
8. ขั้วไฟฟ้าแกสซีคาร์บอน
9. ขั้วไฟฟ้าซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์
10. ขั้วแพลทินัม

3.4 วิธีการดำเนินการทดลอง

3.4.1 การสร้าง Planar reference electrode (PRE)

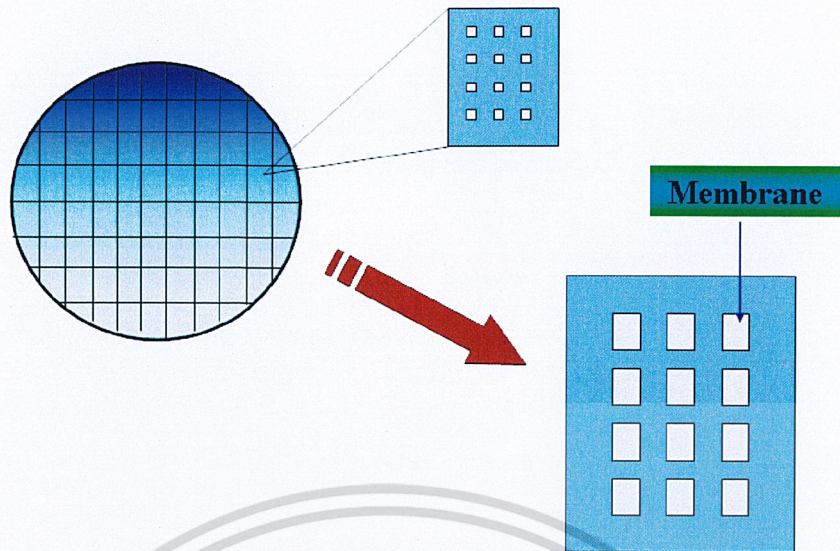
ปัจจุบันนี้ทางศูนย์เทคโนโลยีไมโครอิเล็กทรอนิกส์ (TMEC) กำลังพัฒนา Reference electrode เพื่อใช้เป็นขั้วไฟฟ้าอ้างอิงขนาดเล็กสำหรับหัววัดแบบ Ion Sensitive Field Effect Transistor (ISFET) โดยสร้างชั้นฟิล์มซิลิกอนไดออกไซด์ขึ้นบนแผ่นซิลิกอนแล้วใช้เทคนิคการกัดด้วยพลาสมาอย่างลึก เพื่อสร้างช่องบนแผ่นซิลิกอนซึ่งจะใช้บรรจุสารละลายที่เป็นสะพานเกลือ แล้วจึงนำแผ่นเงิน ที่ต่อขั้วโลหะมาปิดทับ Reference electrode ที่พัฒนา นอกจากจะใช้กับ ISFET แล้ว ยังประยุกต์ใช้กับขั้วไฟฟ้า Glassy carbon ได้

การเตรียม Planar reference electrode (PRE)

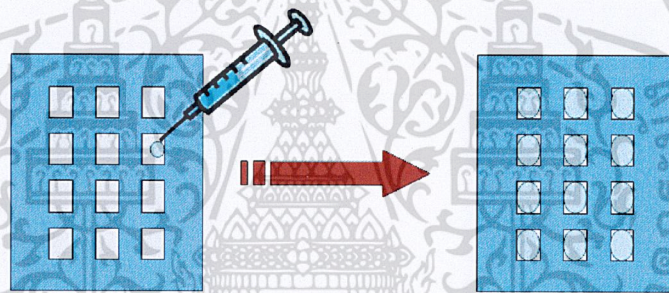
หลังจากได้แผ่นซิลิกอนที่ผ่านกระบวนการสร้างชั้นฟิล์มซิลิกอนไดออกไซด์และการกัดด้วยพลาสมาอย่างลึกแล้ว ต่อไปจะเป็นการบรรจุสารละลายที่ใช้เป็นสะพานเกลือ และปิดทับด้วยแผ่นเงินที่ต่อขั้วไฟฟ้าแล้ว สุดท้ายจะเป็นการเคลือบ Epoxy resin บน Planar reference electrode เหลือไว้เฉพาะบริเวณที่เป็นเมมเบรนให้สัมผัสกับสารละลายได้ ซึ่งมีขั้นตอนการทำดังนี้

1. แผ่นซิลิกอนที่ผ่านกระบวนการสร้างชั้นฟิล์มซิลิกอนไดออกไซด์และการกัดด้วยพลาสมาอย่างลึกแล้ว มาบรรจุสารละลายโพแทสเซียมคลอไรด์ เข้มข้น 3 โมลาร์ โดยใช้ syringe นิด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



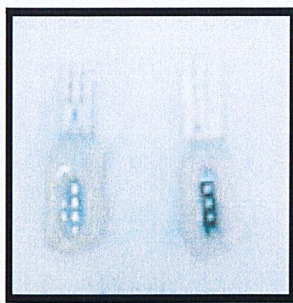
รูปที่ 3.1 ลักษณะของ Planar reference electrode



รูปที่ 3.2 แสดงการหยดสารละลาย KCl ลงบนแผ่นซีลิกอน

2. นำแผ่นซีลิกอนที่ฉาบด้วยฟิล์มเงินบาง มาต่อกับขั้วโลหะนิกเกิลหรือสายไฟด้วยวิธีการบัดกรี
3. นำแผ่นเงินที่บัดกรีติดขั้วโลหะนิกเกิลหรือสายไฟเรียบร้อยแล้ว มาปิดทับช่องบนแผ่นซีลิกอน
4. ทา Epoxy resin ให้ทั่ว ขั้วไฟฟ้าอ้างอิง ทั้งด้านหน้า และด้านหลัง ยกเว้นบริเวณเมมเบรนที่จะให้สัมผัสกับสารละลาย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.3 Planar reference electrode (ขั้วโลหะนิกเกิล)



รูปที่ 3.4 Planar reference electrode (ขั้วสายไฟ)

3.4.2 ศึกษาการใช้ได้ของขั้วไฟฟ้าอ้างอิงแบบระนาบที่สร้างขึ้นด้วย Cyclic Voltammetry

เป็นการทดสอบการใช้งานของ PRE ที่เตรียมขึ้น ซึ่งทดสอบร่วมกับ Glassy Carbon Electrode (Working Electrode) และทำการเปรียบเทียบกับ Commercial Reference Electrode โดยใช้เทคนิค Cyclic Voltammetry

3.4.2.1. การเตรียมสารละลาย

1. สารละลายโพแทสเซียมคลอไรด์ 1 โมลาร์

ชั่งโพแทสเซียมคลอไรด์ 18.640 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน ถ่ายใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร และปรับปริมาตรจนถึงขีดบอกระดับ

2. สารละลายโพแทสเซียมเฮกซะไซยาโนเฟอไรต์เข้มข้น 10 มิลลิโมลาร์ ในสารละลายโพแทสเซียมคลอไรด์เข้มข้น 1 โมลาร์

ชั่งสารโพแทสเซียมเฮกซะไซยาโนเฟอไรต์ 0.0830 กรัม ละลายด้วยสารละลายโพแทสเซียมคลอไรด์เข้มข้น 1 โมลาร์ ถ่ายใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร และปรับปริมาตรจนถึงขีดบอกระดับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4.2.2. ขั้นตอนการทดลอง

1. เปิดเครื่อง Potentiostat , Computer และเข้าโปรแกรม GPES ตั้งค่า Method เป็น CV Normal และ CV condition คือ

Potential : +1.0 V to -1.0 V

Step potential : 0.01V

Scan rate : 0.1 V/s

2. ปิเปตสารละลายโพแทสเซียมคลอไรด์เข้มข้น 1 โมลาร์ 10 มิลลิลิตร ที่เตรียมไว้ใส่ลงในเซลล์ จากนั้นต่อขั้วไฟฟ้าโดยใช้ขั้วไฟฟ้าทำงาน คือ Glassy carbon electrode ขั้วไฟฟ้าอ้างอิง คือ ขั้วไฟฟ้าซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์แบบทั่วไป และขั้วช่วย คือแพลทินัม ทำการตรวจวัด แล้วบันทึกค่ากระแสที่ได้

3. ทำซ้ำตามขั้นตอนข้อ 2 แต่เปลี่ยนเป็นสารละลายโพแทสเซียมเฮกซะไซยาโนเฟอไรต์เข้มข้น 10 มิลลิโมลาร์ ในสารละลายโพแทสเซียมคลอไรด์เข้มข้น 1 โมลาร์ ($K_3[Fe(CN)_6]$)

4. ปิเปตสารละลายโพแทสเซียมคลอไรด์เข้มข้น 1 โมลาร์ 10 มิลลิลิตร ที่เตรียมไว้ใส่ลงในเซลล์ จากนั้นต่อขั้วไฟฟ้าโดยใช้ขั้วไฟฟ้าทำงาน คือ Glassy carbon electrode ขั้วไฟฟ้าอ้างอิง คือ Planar Reference Electrode และขั้วช่วย คือ แพลทินัม ทำการตรวจวัด แล้วบันทึกค่ากระแสที่ได้

5. ทำซ้ำตามขั้นตอนข้อ 4 แต่เปลี่ยนเป็นสารละลายโพแทสเซียมเฮกซะไซยาโนเฟอไรต์เข้มข้น 10 มิลลิโมลาร์ ในสารละลายโพแทสเซียมคลอไรด์เข้มข้น 1 โมลาร์ ($K_3[Fe(CN)_6]$)

1. Working electrode : Glassy carbon
2. Counter electrode : Pt
3. Reference electrode : Ag/AgCl
Commercial or PREs



รูปที่ 3.5 ชุดการวัดโพแทสเซียมเฮกซะไซยาโนเฟอไรต์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4.3 ศึกษาการเกิดซิลเวอร์คลอไรด์บนแผ่นซิลเวอร์ โดยเทคนิค Scanning Electron Microscope (SEM) และ Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDX)

ทำการแช่เก็บแผ่นซิลเวอร์ในสารละลายโพแทสเซียมคลอไรด์เข้มข้น 3 โมลาร์ โดยแบ่งการแช่เก็บออกเป็น 3 condition ดังนี้

1. แช่ในสารละลายโพแทสเซียมคลอไรด์เข้มข้น 3 โมลาร์ เป็นเวลา 3 วัน
 2. แช่ในสารละลายโพแทสเซียมคลอไรด์เข้มข้น 3 โมลาร์ เป็นเวลา 1 สัปดาห์
 3. แช่ในสารละลายโพแทสเซียมคลอไรด์เข้มข้น 3 โมลาร์ เป็นเวลา 2 สัปดาห์
- จากนั้นนำไปทดสอบการส่อง SEM และวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDX

3.4.4 ผลการประยุกต์ใช้ PRE เพื่อเป็นขั้วอ้างอิงสำหรับวิเคราะห์หาปริมาณกรดแกลลิก

นำ Planar Reference Electrode ร่วมกับ Glassy Carbon Electrode (Working Electrode) เพื่อทำการวิเคราะห์หาปริมาณของกรดแกลลิกซึ่งเป็นสารประกอบตัวหนึ่งในผลิตภัณฑ์ธรรมชาติ โดยทำการวัดสารละลายกรดแกลลิกที่ความเข้มข้นต่างๆ ด้วยเทคนิค Cyclic Voltammetry แล้วสร้างกราฟมาตรฐาน

3.4.4.1 การวิเคราะห์สารละลายมาตรฐานกรดแกลลิก

ตอนที่ 1 วิเคราะห์สารละลายกรดแกลลิกในสารละลายบัฟเฟอร์ pH 7
การเตรียมสารละลาย

1. เตรียมสารละลายบัฟเฟอร์ pH 7

1.1 กรดซิตริก เข้มข้น 0.1 โมลาร์

ชั่งกรดซิตริก 2.1014 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน ถ่ายใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร และปรับปริมาตรจนถึงขีดบอกปริมาตร

1.2 ไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟต เข้มข้น 0.2 โมลาร์

ชั่งไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟต 7.0980 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน ถ่ายใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร และปรับปริมาตรจนถึงขีดบอกปริมาตร

1.3 โซเดียมไฮดรอกไซด์ เข้มข้น 1 โมลาร์

ชั่งโซเดียมไฮดรอกไซด์ 4.0000 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน ถ่ายใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร และปรับปริมาตรจนถึงขีดบอกปริมาตร

นำสารละลายกรดซิตริก เข้มข้น 0.1 โมลาร์ที่เตรียมไว้ ปริมาตร 44.50 มิลลิลิตร และได

โซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟต เข้มข้น 0.2 โมลาร์ ปริมาตร 205.50 มิลลิลิตร ถ่ายใส่ขวดวัดปริมาตร
ไม่ว่าการณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

250 มิลลิลิตร จากนั้นนำไปวัดค่า pH ด้วย pH meter ปรับค่า pH ให้ได้ 7 ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 1 โมลาร์ ได้เป็นสารละลายบัฟเฟอร์ pH 7

2. เตรียมสารละลายมาตรฐานกรดแกลลิกที่ความเข้มข้น 1000 ppm, 500 ppm, 250 ppm, 100 ppm, 50 ppm

2.1 กรดแกลลิกเข้มข้น 1000 ppm

ชั่งกรดแกลลิก 0.0500 กรัม ละลายด้วยสารละลายบัฟเฟอร์ pH 7 ถ่ายใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร และปรับปริมาตรจนถึงขีดบอกปริมาตร

2.2 กรดแกลลิกเข้มข้น 500 ppm

ปิเปตกรดแกลลิกเข้มข้น 1000 ppm มา 25 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยสารละลายบัฟเฟอร์ pH 7 จนถึงขีดบอกปริมาตร

2.3 กรดแกลลิกเข้มข้น 250 ppm

ปิเปตกรดแกลลิกเข้มข้น 500 ppm มา 25 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยสารละลายบัฟเฟอร์ pH 7 จนถึงขีดบอกปริมาตร

2.4 กรดแกลลิกเข้มข้น 100 ppm

ปิเปตกรดแกลลิกเข้มข้น 250 ppm มา 20 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยสารละลายบัฟเฟอร์ pH 7 จนถึงขีดบอกปริมาตร

2.5 กรดแกลลิกเข้มข้น 50 ppm

ปิเปตกรดแกลลิกเข้มข้น 100 ppm มา 25 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยสารละลายบัฟเฟอร์ pH 7 จนถึงขีดบอกปริมาตร



รูปที่ 3.6 สารละลายกรดแกลลิกที่ความเข้มข้นต่างๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ขั้นตอนการทดลอง

1. เปิดเครื่อง Potentiostat , Computer และเข้าโปรแกรม GPES ตั้งค่า Method เป็น CV Normal และ CV condition คือ

Potential : +1.2 V to -1.2 V

Step potential : 0.01V

Scan rate : 0.1 V/s

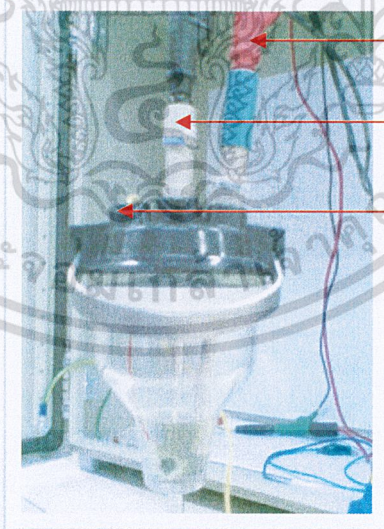
2. เปิดสารละลายบัฟเฟอร์ pH 7 10 มิลลิลิตร ที่เตรียมไว้ใส่ลงในเซลล์ จากนั้นต่อขั้วไฟฟ้า โดยขั้วไฟฟ้าทำงาน คือ Glassy carbon electrode ขั้วไฟฟ้าอ้างอิง คือ ขั้วไฟฟ้าซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์แบบท่วมไป และขั้วช่วย คือ แพลทินัม ทำการตรวจวัด แล้วบันทึกค่ากระแสที่ได้

3. เมื่อบันทึกค่าเสร็จ เปลี่ยนขั้วไฟฟ้าอ้างอิงซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์แบบท่วมไป เป็น Planar Reference Electrode ทำการตรวจวัด แล้วบันทึกค่ากระแสที่ได้

4. ทำตามขั้นตอนข้อ 2, 3 แต่เปลี่ยนสารละลายเป็นกรดแกลลิกที่ความเข้มข้นตั้งแต่ 50 ppm ถึง 1000 ppm ตามลำดับ

5. นำข้อมูลที่ได้ไปสร้างกราฟมาตรฐานระหว่างค่าความเข้มข้นกับค่าศักย์ไฟฟ้า

1. Working electrode : Gassy carbon
2. Counter electrode : Pt
3. Reference electrode : Ag/AgCl
Commercial or PRE



รูปที่ 3.7 ชุดการวัดกรดแกลลิก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตอนที่ 2 วิเคราะห์สารละลายกรดเกลือในสารละลายโพแทสเซียมคลอไรด์

2.1 เตรียมจากสารละลายโพแทสเซียมคลอไรด์ 1 โมลาร์

การเตรียมสารละลาย

1. เตรียมสารละลาย KCl 1 โมลาร์ ปริมาตร 250 มิลลิลิตร
ชั่งโพแทสเซียมคลอไรด์ 18.640 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน ถ้ายใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร และปรับปริมาตรจนถึงขีดบอกปริมาตร
2. เตรียมสารละลายเกลือ 1000 ppm
ชั่งเกลือมา 0.1000 กรัม ละลายด้วยสารละลาย KCl 1 โมลาร์ ปรับปริมาตรจนครบ 100 มิลลิลิตร
3. เตรียมสารละลายเกลือ 800 ppm, 500 ppm, 250 ppm, 200 ppm, 100 ppm, 50 ppm ปริมาตร 25 มิลลิลิตร

ตารางที่ 3.1 แสดงปริมาตรสารละลายเกลือ 1000 ppm และ KCl ที่ใช้เตรียมสารละลายเกลือ

ความเข้มข้นเกลือ (ppm)	ปริมาตรเกลือ 1000 ppm (ml)	ปริมาตร KCl (ml)
50	1.25	6.25
100	2.50	6.25
200	5.00	6.25
250	6.25	6.25
500	12.50	6.25
800	20.00	6.25

ปรับปริมาตรจนครบ 25 มิลลิลิตร ด้วยน้ำปราศจากไอออน

2.2 เตรียมจากสารละลายโพแทสเซียมคลอไรด์ 3 โมลาร์

การเตรียมสารละลาย

1. เตรียมสารละลายเกลือ 1000 ppm
ชั่งเกลือมา 0.1000 กรัม ละลายด้วยสารละลาย KCl 3 โมลาร์ 33.3 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรจนครบ 100 มิลลิลิตร ด้วยน้ำปราศจากไอออน
2. เตรียมสารละลายเกลือ 500 ppm, 250 ppm, 100 ppm, 50 ppm ปริมาตร 25 มิลลิลิตร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 3.2 แสดงปริมาณสารละลาย KCl และแกลลิก 1000 ppm ที่ใช้เตรียมสารละลายแกลลิก

ความเข้มข้นแกลลิก (ppm)	ปริมาตรแกลลิก 1000 ppm (ml)	ปริมาตร 3M KCl (ml)
50	1.25	8.3
100	2.50	8.3
250	6.25	8.3
500	12.50	8.3

ปรับปริมาตรจนครบ 25 มิลลิลิตร ด้วยน้ำปราศจากไอออน

ขั้นตอนการทดลอง

- เปิดเครื่อง Potentiostat , Computer และเข้าโปรแกรม GPES ตั้งค่า Method เป็น CV Normal และ CV condition คือ
 - Potential : +1.2 V to -1.2 V
 - Step potential : 0.01V
 - Scan rate : 0.1 V/s
- เปิดสารละลาย KCl 1 โมลาร์ ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ที่เตรียมไว้ใส่ลงในเซลล์ จากนั้นต่อขั้วไฟฟ้า โดยขั้วไฟฟ้าทำงาน คือ Glassy carbon electrode ขั้วไฟฟ้าอ้างอิง คือ ขั้วไฟฟ้าซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์แบบทั่วไป และขั้วช่วย คือ แพลทินัม ทำการตรวจวัดแล้วบันทึกค่ากระแสที่ได้
- เมื่อบันทึกค่าเสร็จ เปลี่ยนขั้วไฟฟ้าอ้างอิงซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์แบบทั่วไป เป็น Planar Reference Electrode ทำการตรวจวัด แล้วบันทึกค่ากระแสที่ได้
- ทำตามขั้นตอนข้อ 2, 3 แต่เปลี่ยนสารละลายเป็นกรดแกลลิกที่มีความเข้มข้นตั้งแต่ 50 ppm ถึง 1000 ppm ตามลำดับ
- นำข้อมูลที่ได้ออกไปสร้างกราฟมาตรฐานระหว่างค่าความเข้มข้นกับความศักย์ไฟฟ้าไฟฟ้า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตอนที่ 3 วิเคราะห์สารละลายกรดแกลติกในน้ำปราศจากไอออน

การเตรียมสารละลาย

1. เตรียมสารละลาย KCl 1 โมลาร์ ปริมาตร 250 มิลลิลิตร
ชั่งโพแทสเซียมคลอไรด์ 18.640 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน ถ่ายใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร และปรับปริมาตรจนถึงขีดบอกปริมาตร
2. เตรียมสารละลายแกลติก 1000 ppm
ชั่งแกลติกมา 0.1000 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออน จนครบปริมาตร 100 มิลลิลิตร
3. เตรียมสารละลายแกลติก 800 ppm, 500 ppm, 250 ppm, 200 ppm, 100 ppm, 50 ppm ปริมาตร 25 มิลลิลิตร

ตารางที่ 3.3 แสดงปริมาตรสารละลาย KCl และแกลติก 1000 ppm ที่ใช้เตรียมสารละลายแกลติก

ความเข้มข้นแกลติก (ppm)	ปริมาตรแกลติก 1000 ppm (ml)
50	1.25
100	2.50
200	5.00
250	6.25
500	12.50

ปรับปริมาตรจนครบ 25 มิลลิลิตร ด้วยน้ำปราศจากไอออน

ขั้นตอนการทดลอง

1. เปิดเครื่อง Potentiostat , Computer และเข้าโปรแกรม GPES ตั้งค่า Method เป็น CV Normal และ CV condition คือ

Potential : +1.2 V to -1.2 V

Step potential : 0.01V

Scan rate : 0.1 V/s

2. เปิดสารละลาย KCl 1 โมลาร์ ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ที่เตรียมไว้ใส่ลงใน จากนั้นต่อขั้วไฟฟ้า โดยขั้วไฟฟ้าทำงาน คือ Glassy carbon electrode ขั้วไฟฟ้าอ้างอิง คือ ขั้วไฟฟ้าซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์แบบทั่วไป และขั้วช่วย คือ แพลทินัม ทำการตรวจวัดแล้วบันทึกค่ากระแสที่ได้
3. เมื่อบันทึกค่าเสร็จ เปลี่ยนขั้วไฟฟ้าอ้างอิงซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์แบบทั่วไป เป็น Planar Reference Electrode ทำการตรวจวัด แล้วบันทึกค่ากระแสที่ได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4. ทำตามขั้นตอนข้อ 2, 3 แต่เปลี่ยนสารละลายเป็นกรดแกลลิกที่ความเข้มข้นตั้งแต่ 50 ppm ถึง 1000 ppm ตามลำดับ โดยแต่ละความเข้มข้นให้เติม 10 มิลลิลิตร ของสารละลาย KCl 1 โมลาร์ ใส่ลงในเซลล์ด้วย
5. นำข้อมูลที่ได้อ่านไปสร้างกราฟมาตรฐานระหว่างค่าความเข้มข้นกับค่าศักย์ไฟฟ้าไฟฟ้า

3.4.4.2 การวิเคราะห์หาปริมาณกรดแกลลิกในสารตัวอย่างผลิตภัณฑ์ธรรมชาติ

การเตรียมสารละลาย

ตัวอย่างน้ำทับทิม

เตรียมสารตัวอย่าง (Sample)

ปิเปตน้ำทับทิม 18.75 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตร 25 มิลลิลิตร ปิเปตน้ำปราศจากไอออน ปริมาตร 6.25 ml ใส่ลงในขวดวัดปริมาตร

เตรียมสารตัวอย่างที่เติมสารละลายมาตรฐานกรดแกลลิก (Spiked sample)

ปิเปตน้ำทับทิม 18.75 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตร 25 มิลลิลิตร ปิเปตสารละลายแกลลิกเข้มข้น 1000 ppm ปริมาตร 6.25 ml ใส่ลงในขวดวัดปริมาตร

ตัวอย่างน้ำขิง

เตรียมสารตัวอย่าง (Sample)

1. เตรียมสารละลายน้ำขิง ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ชั่งขิงผง 5.0000 กรัม นำไปละลายด้วยสารละลาย KCl 1 โมลาร์ ที่ผ่านการให้ความร้อนเป็นเวลา 5 นาที ปริมาตร 100 มิลลิลิตร แล้วถ่ายใส่ขวดวัดปริมาตร
2. ปิเปตน้ำขิงที่เตรียมไว้ 10 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตร 25 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยสารละลาย KCl 1 โมลาร์

เตรียมสารตัวอย่างที่เติมสารละลายมาตรฐานกรดแกลลิก (Spiked sample)

ปิเปตน้ำขิง 10 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตร 25 มิลลิลิตร ปิเปตสารละลายแกลลิกเข้มข้น 1000 ppm ปริมาตร 6.25 ml ปรับปริมาตรด้วยสารละลาย KCl 1 โมลาร์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ขั้นตอนการทดลอง

1. เปิดเครื่อง Potentiostat , Computer และเข้าโปรแกรม GPES ตั้งค่า Method เป็น CV Normal และ CV condition คือ

Potential : +1.2 V to -1.2 V

Step potential : 0.01V

Scan rate : 0.1 V/s

2. ปิเปตสารละลายตัวอย่าง(Sample) ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ที่เตรียมไว้ใส่ลงในเซลล์ และปิเปต KCl 1 โมลาร์ใส่ลงในเซลล์ด้วย (สำหรับตัวอย่างน้ำทับทิม) จากนั้นต่อขั้วไฟฟ้า โดยขั้วไฟฟ้าทำงาน คือ Glassy carbon electrode ขั้วไฟฟ้าอ้างอิง คือ ขั้วไฟฟ้าซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์แบบทั่วไป และขั้วช่วย คือ แพลทินัม ทำการตรวจวัด แล้วบันทึกค่ากระแสที่ได้
3. เมื่อบันทึกค่าเสร็จ เปลี่ยนขั้วไฟฟ้าอ้างอิงซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์แบบทั่วไป เป็น Planar Reference Electrode ทำการตรวจวัด แล้วบันทึกค่ากระแสที่ได้
4. ทำตามขั้นตอนข้อ 2, 3 แต่เปลี่ยนเป็นตัวอย่างที่เติมสารละลายมาตรฐานกรดแกลลิก(Spiked sample) และปิเปต KCl 1 โมลาร์ใส่ลงในเซลล์ด้วย (สำหรับตัวอย่างน้ำทับทิม) นำข้อมูลที่ได้ไปสร้างกราฟมาตรฐานระหว่างค่าความเข้มข้นกับค่าศักย์ไฟฟ้าไฟฟ้า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

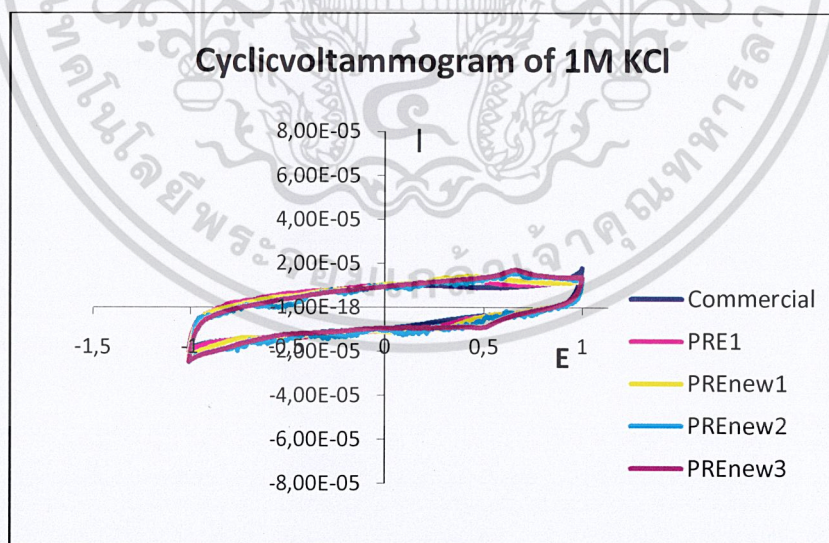
ผลการวิจัยและอภิปรายผล

4.1 ผลการทดสอบขั้วไฟฟ้าอ้างอิงแบบระนาบที่สร้างขึ้นด้วย Cyclic Voltammetry

ทดสอบการใช้งานของ Planar Reference Electrode (PRE) ที่เตรียมขึ้นในสารละลายโพแทสเซียมเฮกซะไซยาโนเฟอเรต ($K_3[Fe(CN)_6]$) ซึ่งทดสอบร่วมกับ Glassy Carbon Electrode (Working Electrode) และทำการเปรียบเทียบกับ Commercial Reference Electrode (Ag/AgCl) โดยใช้เทคนิค Cyclic Voltammetry เนื่องจากสารละลาย $K_3[Fe(CN)_6]$ นี้เป็นสารที่สามารถเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์และมีความคงตัว เมื่อทดสอบด้วยเทคนิค Cyclic Voltammetry จะทำให้เห็นพีกและได้ Cyclic Voltammogram ที่สวยงาม

ในการทดสอบ เราจะให้ศักย์ไฟฟ้าไฟฟ้าในช่วง -1.0 ถึง 1.0 (ซึ่งเป็นช่วงที่เหมาะสมกับการใช้งานของ Glassy Carbon Electrode) โดยมี step potential เท่ากับ 0.01V และ scan rate เท่ากับ 0.1V/s

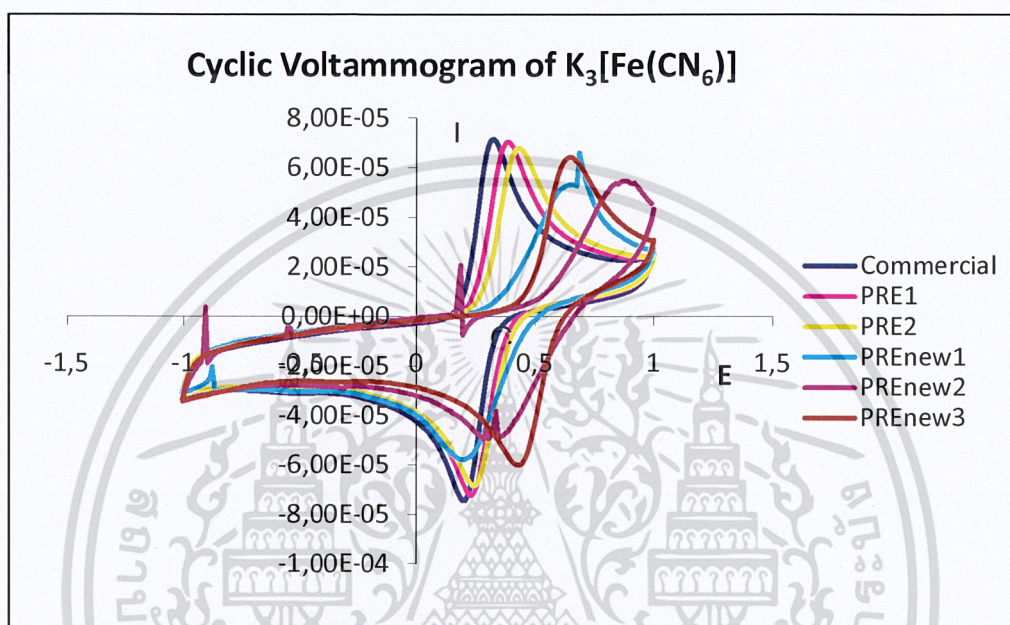
การเตรียม PRE โดยใช้ขั้วโลหะนิกเกิลและขั้วสายไฟ



รูปที่ 4.1 Cyclic Voltammogram (Blank : 1 M KCl solution) ของ PRE(ขั้วโลหะนิกเกิล) และ PREnew (ขั้วสายไฟ)

เอกสารนี้เป็นเอกสารรูปที่ 4.1 แสดง Cyclic Voltammogram ของสารละลายโพแทสเซียมคลอไรด์ เข้มข้น 1M ค่าไม่ว่าโมลาร์พบว่าไม่เกิดสัญญาณให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- หมายเหตุ: PRE1 คือ Planar Reference Electrode ที่มีเมมเบรน 2 ช่อง
 PRE2 คือ Planar Reference Electrode ที่มีเมมเบรน 3 ช่อง
 PREnew1 คือ Planar Reference Electrode ที่มีเมมเบรน 2 ช่อง
 PREnew2 คือ Planar Reference Electrode ที่มีเมมเบรน 3 ช่อง
 PREnew3 คือ Planar Reference Electrode ที่มีเมมเบรน 4 ช่อง



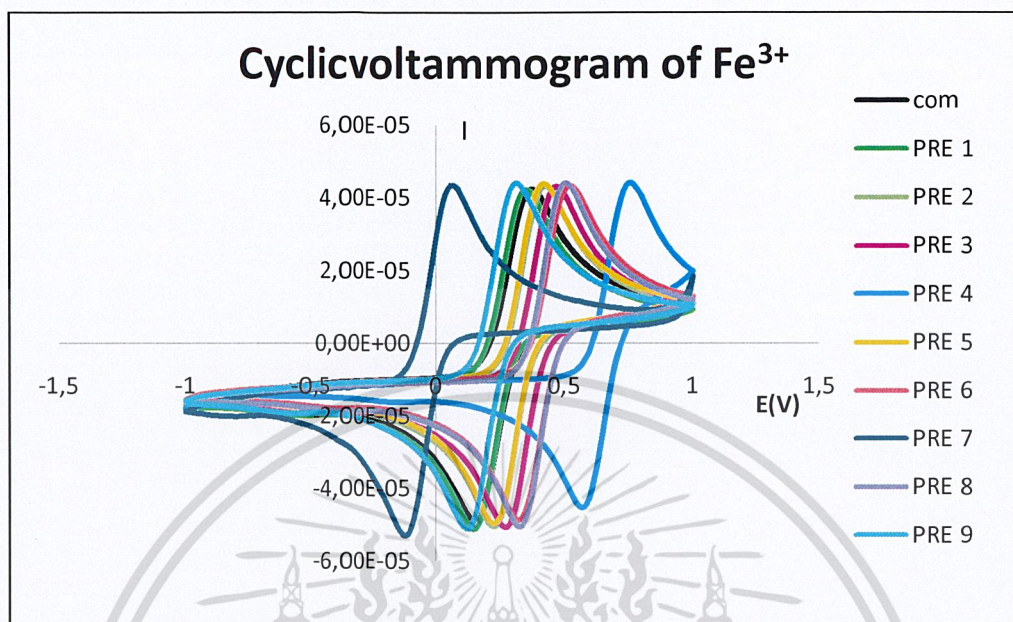
รูปที่ 4.2 Cyclic Voltammogram ($K_3[Fe(CN)_6]$) ของ PRE (ขั้วโลหะนิกเกิล) และPREnew (ขั้วสายไฟ)

จากรูปที่ 4.2 Cyclic Voltammogram ของสารละลาย $K_3[Fe(CN)_6]$ เมื่อใช้ขั้วอ้างอิงเป็น Commercial reference electrode และ PRE ที่เตรียมขึ้น จะพบว่า PRE1 และ PRE2 ให้ผลที่ดี Cyclic Voltammogram ของ PRE นั้นเหมือนและซ้อนทับกับของ Commercial reference electrode เพราะฉะนั้นจึงนำ PRE1 และ PRE2 ไปทดสอบและใช้งานต่อไป ส่วน PREnew ให้ผลที่ไม่ดีเกิดการ shift และให้สัญญาณที่ต่ำ จึงไม่นำไปใช้งานต่อไป

PRE ที่ใช้ขั้วสายไฟในการเตรียม (PREnew) ประสิทธิภาพไม่ใกล้เคียงกับ Commercial Reference Electrode เนื่องจากการเตรียมขั้วของผู้ทดลองไม่ดี ขาดความชำนาญในการเตรียมขั้ว ทำให้ประสิทธิภาพขั้วลดลง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การเตรียม PRE โดยใช้ขั้วสายไฟทั้งหมด

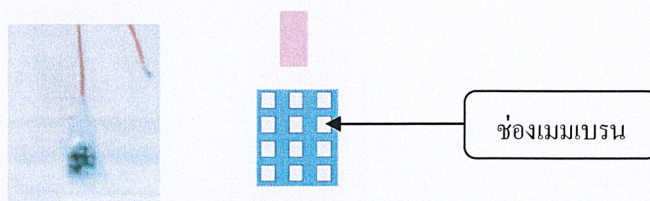


รูปที่ 4.3 Cyclic Voltammogram ($K_3[Fe(CN)_6]$) ของ PRE ที่ใช้ขั้วสายไฟ

จากรูปที่ 4.3 แสดง Cyclic Voltammogram ของสารละลาย $K_3[Fe(CN)_6]$ โดยใช้ขั้วที่เตรียมจากสายไฟ ซึ่งเตรียมขึ้นมาใหม่ พบว่า PRE 1 PRE 5 และ PRE 9 ให้สัญญาณใกล้เคียงกับ Commercial Reference Electrode มากที่สุด และเลือก PRE 5 ไปใช้ในการทดสอบและใช้งานต่อไป

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2 ผลการศึกษาผลของจำนวนช่องแผ่นซีลิกอนเมมเบรน



รูปที่ 4.4 แสดงช่องเมมเบรนของ PRE

จากการทดสอบ PRE ขั้วสายไฟที่เตรียมขึ้นในสารละลายโพแทสเซียมเฮกซะไซยาโนเฟอร์รต์ ($K_3[Fe(CN)_6]$) ด้วย Cyclic Voltammetry โดย

- PRE1 คือ Planar Reference Electrode ที่มีเมมเบรน 3 ช่อง
- PRE2 คือ Planar Reference Electrode ที่มีเมมเบรน 5 ช่อง
- PRE3 คือ Planar Reference Electrode ที่มีเมมเบรน 6 ช่อง
- PRE4 คือ Planar Reference Electrode ที่มีเมมเบรน 3 ช่อง
- PRE5 คือ Planar Reference Electrode ที่มีเมมเบรน 3 ช่อง
- PRE6 คือ Planar Reference Electrode ที่มีเมมเบรน 4 ช่อง
- PRE7 คือ Planar Reference Electrode ที่มีเมมเบรน 4 ช่อง
- PRE8 คือ Planar Reference Electrode ที่มีเมมเบรน 3 ช่อง
- PRE9 คือ Planar Reference Electrode ที่มีเมมเบรน 5 ช่อง

ได้ผล Cyclic Voltammogram ดังรูปที่ 4.3 ซึ่งจะเห็นว่า PRE แต่ละตัวให้สัญญาณที่เท่ากัน แต่บาง PRE ก็เกิดการ shift เนื่องมาจากการเตรียมที่ไม่ดี และระหว่างเก็บเมมเบรนอาจแตก ซึ่งสามารถสรุปได้ว่าจำนวนช่องเมมเบรนของ PRE ซึ่งแตกต่างกันของ PRE แต่ละตัว นั้นไม่มีผลต่อการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Cyclic voltammetry

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3 ผลการศึกษาการเกิดซิลเวอร์คลอไรด์บนแผ่นซิลเวอร์ โดยเทคนิค Scanning Electron Microscope (SEM) และ Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDX)



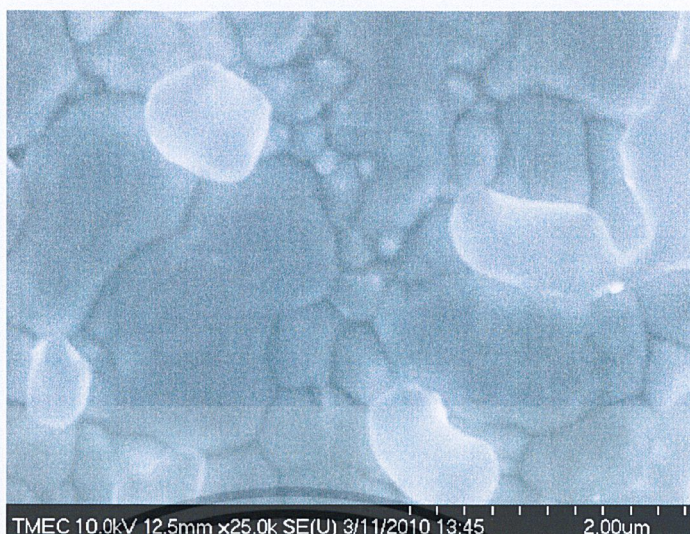
รูปที่ 4.5 แผ่นซิลเวอร์แช่ในสารละลายโพแทสเซียมคลอไรด์เข้มข้น 3 โมลาร์ เป็นเวลา 3 วัน

จากรูปถ่าย SEM พบว่าเมื่อแช่แผ่นซิลเวอร์ในสารละลายโพแทสเซียมคลอไรด์เข้มข้น 3 โมลาร์ เป็นเวลา 3 วัน จะเห็นผลึกสีขาวเกิดขึ้น และคาดว่าผลึกสีขาวนั้นคือ ซิลเวอร์คลอไรด์



รูปที่ 4.6 แผ่นซิลเวอร์แช่ในสารละลายโพแทสเซียมคลอไรด์เข้มข้น 3 โมลาร์ เป็นเวลา 1 สัปดาห์

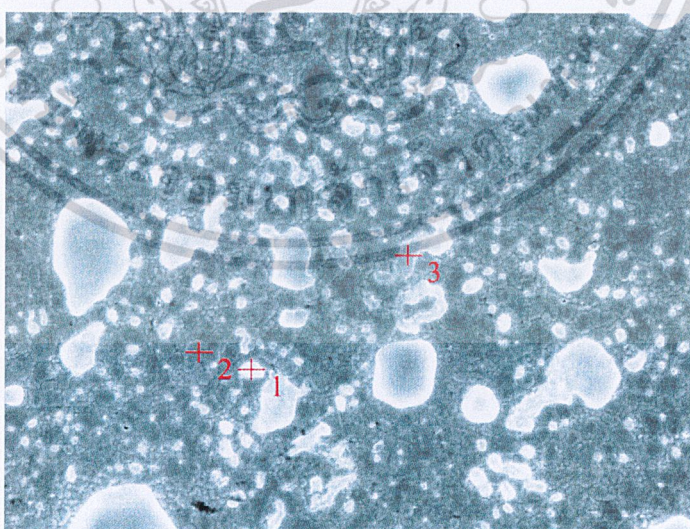
จากรูปถ่าย SEM พบว่าเมื่อแช่แผ่นซิลเวอร์ในสารละลายโพแทสเซียมคลอไรด์เข้มข้น 3 โมลาร์ เป็นเวลา 1 สัปดาห์ จะเห็นว่าผลึกสีขาวนั้นมีขนาดใหญ่ขึ้นเล็กน้อย
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.7 แผ่นซิทินเวร์แช่ในสารละลายโพแทสเซียมคลอไรด์เข้มข้น 3 โมลาร์ เป็นเวลา 2 สัปดาห์

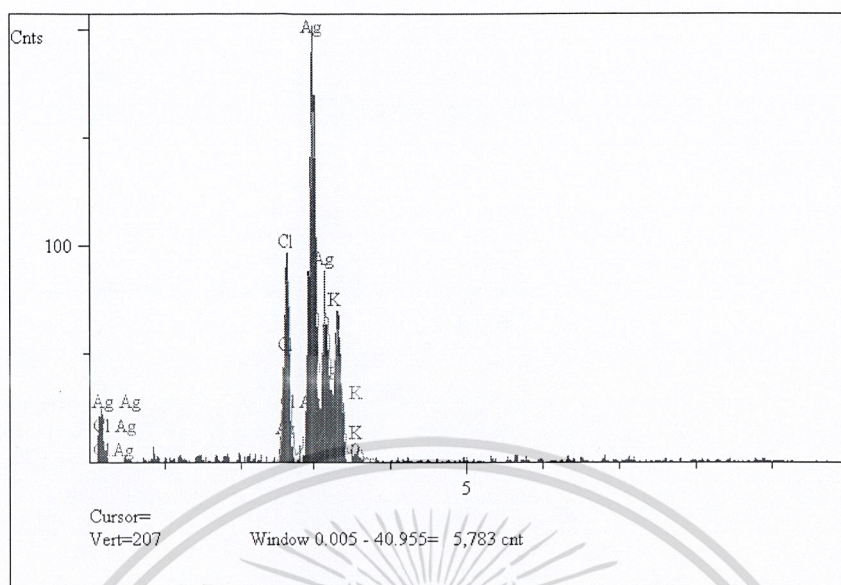
จากรูปถ่าย SEM พบว่าเมื่อแช่แผ่นซิทินเวร์ในสารละลายโพแทสเซียมคลอไรด์เข้มข้น 3 โมลาร์ เป็นเวลา 2 สัปดาห์ จะเห็นว่าผลึกสีขาวนั้นมีขนาดใหญ่ขึ้นมาก

จากรูปที่ 4.5-4.7 เป็นผลการส่อง SEM พบว่าเมื่อแช่เก็บแผ่นซิทินเวร์เป็นเวลา 3 วัน จะยังไม่เป็นซิทินเวร์คลอไรด์เกิดขึ้น เมื่อแช่เก็บเป็นเวลา 1 สัปดาห์ มีผลึกสีขาว ซึ่งน่าจะเป็นซิทินเวร์คลอไรด์จะเกิดขึ้นเล็กน้อย และเมื่อแช่เก็บเป็นเวลา 2 สัปดาห์ มีซิทินเวร์คลอไรด์เกิดมากขึ้น (ปริมาณซิทินเวร์คลอไรด์เพิ่มขึ้นตามเวลาในการแช่) จากนั้นทำการยืนยันผลโดยการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDX) ได้ผลดังนี้



รูปที่ 4.8 รูปถ่าย EDX แสดงตำแหน่งที่จะวิเคราะห์บนแผ่นซิทินเวร์ 3 ตำแหน่ง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.9 แสดง Spectrum ณ ตำแหน่งที่ 1

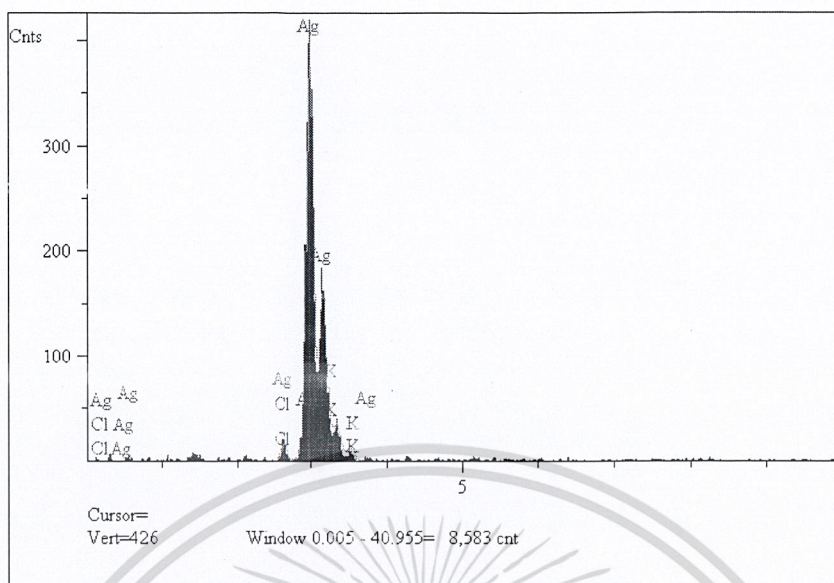
จากรูปที่ 4.9 แสดง Spectrum ที่ได้จากการทดสอบด้วย EDX พบว่า มีฟีกของธาตุต่างๆ และมีฟีกคลอไรด์เกิดขึ้น

ตารางที่ 4.1 แสดงผลการวิเคราะห์ EDX ณ ตำแหน่งที่ 1

Elt.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	Units
Cl	Ka	82.27	5.473	10.314	wt.%
K	Ka	52.29	4.363	6.151	wt.%
Ag	La	178.07	8.052	83.535	wt.%
Total				100.000	wt.%

จากตารางที่ 4.1 แสดงผลการวิเคราะห์ EDX ณ ตำแหน่งที่ 1 พบว่ามีปริมาณคลอไรด์มากกว่าปริมาณโพแทสเซียม แสดงว่ามีซิลเวอร์คลอไรด์เกิดขึ้น ถ้าคลอไรด์ไม่เกิดปริมาณคลอไรด์จะต้องเท่ากับปริมาณโพแทสเซียม เพราะมีสัดส่วน 1:1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.10 แสดง Spectrum ณ ตำแหน่งที่ 2

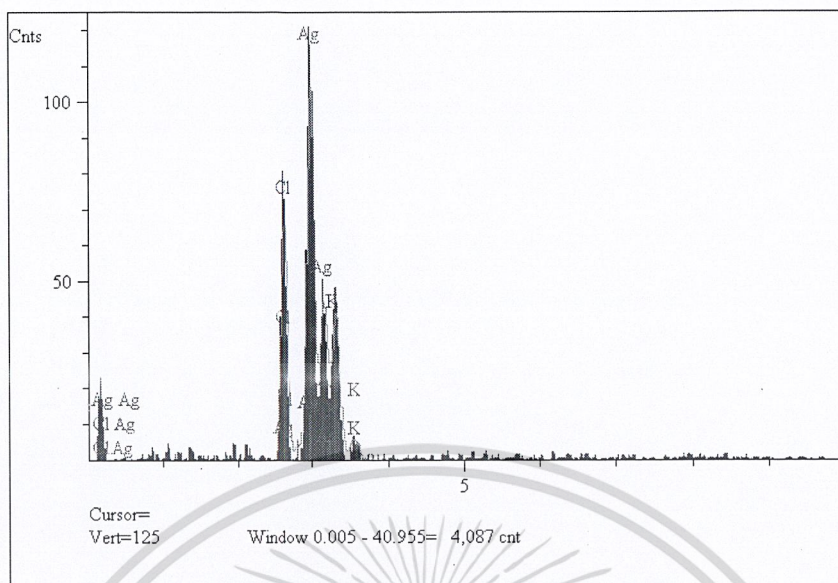
จากรูปที่ 4.10 แสดง Spectrum ที่ได้จากการทดสอบด้วย EDX พบว่า มีพีกของธาตุต่างๆ เกิดขึ้น มีพีกคลอไรด์ที่ต่ำมากและมีพีกซิลเวอร์สูงมาก

ตารางที่ 4.2 แสดงผลการวิเคราะห์ EDX ณ ตำแหน่งที่ 2

Elt.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	Units
Cl	Ka	0.00	0.000	0.000	wt.%
K	Ka	0.00	0.000	0.000	wt.%
Ag	La	284.40	8.440	100.000	wt.%
Total				100.000	wt.%

จากตารางที่ 4.2 แสดงผลการวิเคราะห์ EDX ณ ตำแหน่งที่ 2 พบว่าไม่มีปริมาณคลอไรด์ และมีปริมาณซิลเวอร์มากที่สุด ณ ตำแหน่งนี้ไม่เกิดซิลเวอร์คลอไรด์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.11 แสดง Spectrum ณ ตำแหน่งที่ 3

จากรูปที่ 4.11 แสดง Spectrum ที่ได้จากการทดสอบด้วย EDX พบว่า มีพีคของธาตุต่างๆ เกิดขึ้นและมีพีคคลอไรด์ที่สูง

ตารางที่ 4.3 แสดงผลการวิเคราะห์ EDX ณ ตำแหน่งที่ 3

Elt.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	Units
Cl	Ka	96.22	7.205	12.058	wt.%
K	Ka	52.80	5.338	6.346	wt.%
Ag	La	169.81	9.572	81.596	wt.%
Total				100.000	wt.%

จากตารางที่ 4.3 แสดงผลการวิเคราะห์ EDX ณ ตำแหน่งที่ 3 พบว่ามีปริมาณคลอไรด์อยู่มาก ณ ตำแหน่งนี้มีซิลเวอร์คลอไรด์เกิดขึ้นมาก

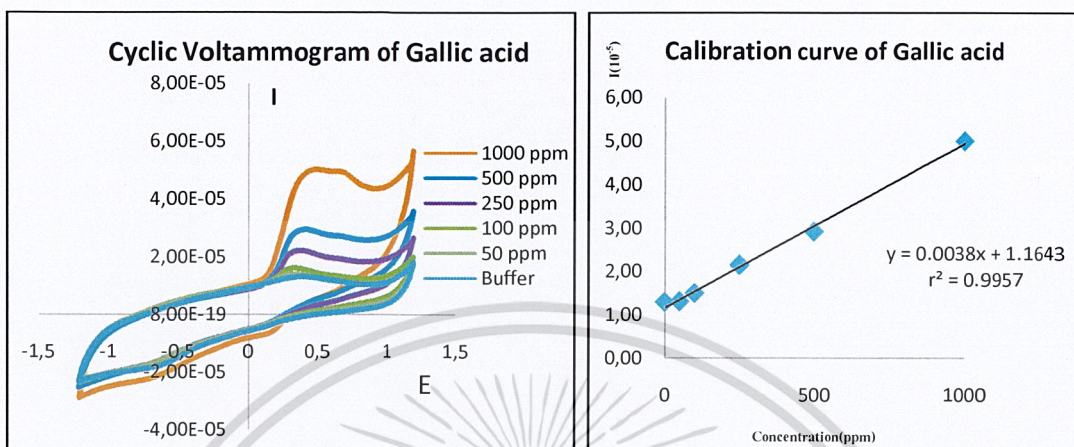
จากผลการวิเคราะห์ด้วย EDX พบว่ามีซิลเวอร์คลอไรด์เกิดขึ้นจริงที่แผ่นโลหะซิลเวอร์ระหว่างกระบวนการเตรียม PRE ซึ่งดูได้จากปริมาณคลอไรด์ ที่เกิดขึ้น ถ้าไม่มีคลอไรด์เกิดขึ้น

ปริมาณคลอไรด์จะเท่ากับปริมาณโพแทสเซียม เมื่อดูจากตารางที่ 4.3 จะเห็นว่ามีปริมาณคลอไรด์

เพิ่มขึ้น แสดงว่ามีคลอไรด์เกิดขึ้นจริงที่แผ่น โลหะซิลเวอร์ เป็นซิลเวอร์คลอไรด์
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

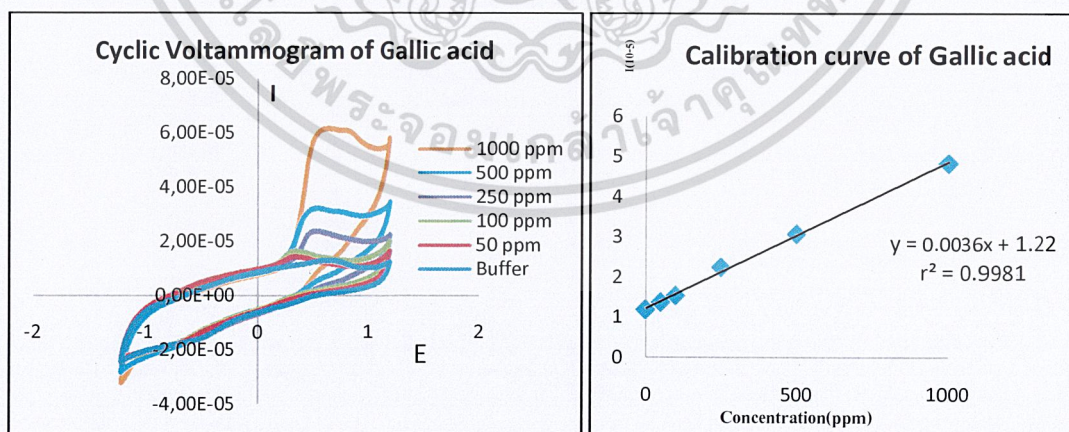
4.4 ผลการวิเคราะห์สารละลายมาตรฐานกรดแกลลิก

ตอนที่ 1 วิเคราะห์สารละลายกรดแกลลิกที่เตรียมในสารละลายบัฟเฟอร์ pH 7



รูปที่ 4.12 Cyclic Voltammogram และ Calibration curve of Gallic acid ของชุด Commercial electrode ตรวจสอบวัดในสารละลายบัฟเฟอร์ pH 7

จากรูปที่ 4.12 แสดง Cyclic Voltammogram ของกรดแกลลิกโดยใช้ชุด Commercial electrode พบว่ากระแสเพิ่มขึ้นเมื่อความเข้มข้นของแกลลิกเพิ่มขึ้น (กระแสเพิ่มตามความเข้มข้น) และที่ศักย์ไฟฟ้าไฟฟ้าเท่ากับ 0.4547 V. เมื่อนำไปสร้าง Calibration curve พบว่าค่า r^2 เท่ากับ 0.9957



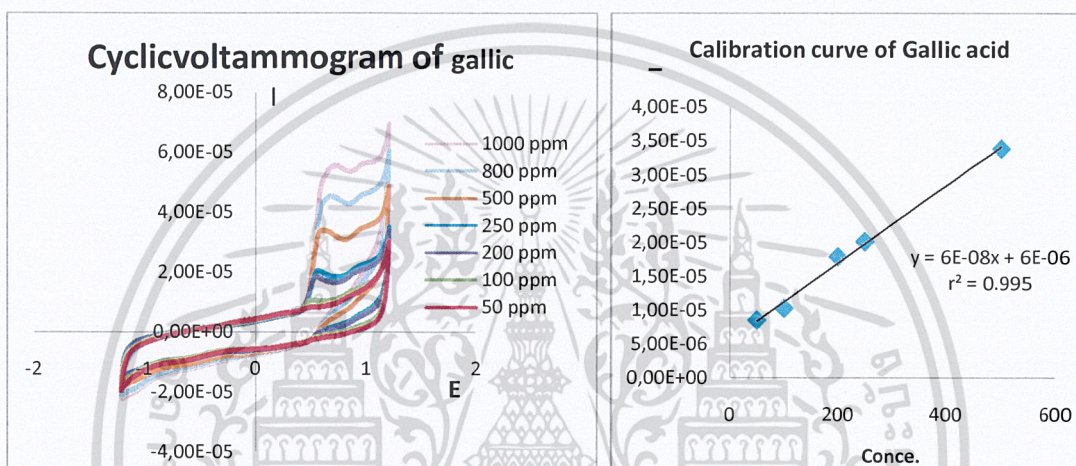
รูปที่ 4.13 Cyclic Voltammogram และ Calibration curve of Gallic acid เมื่อใช้ PRE2 เป็น Reference electrode ตรวจสอบวัดในสารละลายบัฟเฟอร์ pH 7

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.13 แสดง Cyclic Voltammogram ของกรดแกลลิก เมื่อใช้ PRE2 เป็น Reference electrode พบว่ากระแสเพิ่มขึ้นเมื่อความเข้มข้นของแกลลิกเพิ่มขึ้น (กระแสเพิ่มตามความเข้มข้น) และที่ศักย์ไฟฟ้าไฟฟ้าเท่ากับ 0.4547 V. เมื่อนำไปสร้าง Calibration curve พบว่า ค่า r^2 เท่ากับ 0.9981 ซึ่งอยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้

ตอนที่ 2 วิเคราะห์สารละลายกรดแกลลิกที่เตรียมในสารละลายโพแทสเซียมคลอไรด์

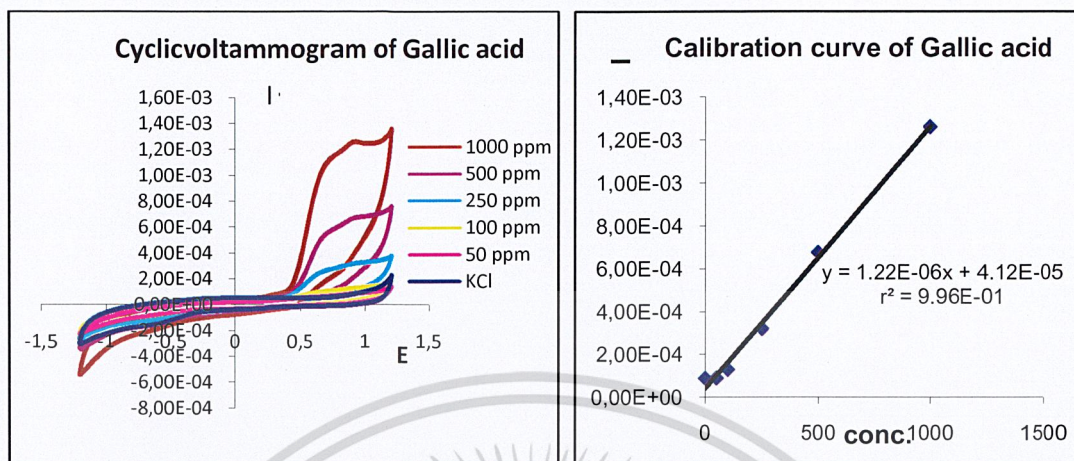
2.1 เตรียมจากสารละลายโพแทสเซียมคลอไรด์ 1 โมลาร์



รูปที่ 4.14 Cyclic Voltammogram และ Calibration curve of Gallic acid เมื่อใช้ PRE5 เป็น Reference electrode ตรวจวัดในสารละลายโพแทสเซียมคลอไรด์ 1 โมลาร์

จากรูป 4.14 แสดง Cyclic Voltammogram ของแกลลิก เมื่อใช้ PRE5 เป็น Reference electrode พบว่ากระแสเพิ่มขึ้นเมื่อความเข้มข้นของแกลลิกเพิ่มขึ้น (กระแสเพิ่มตามความเข้มข้น) และที่ศักย์ไฟฟ้าไฟฟ้าเท่ากับ 0.5926 V. เมื่อนำไปสร้าง Calibration curve พบว่า ค่า r^2 เท่ากับ 0.9950 อยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้

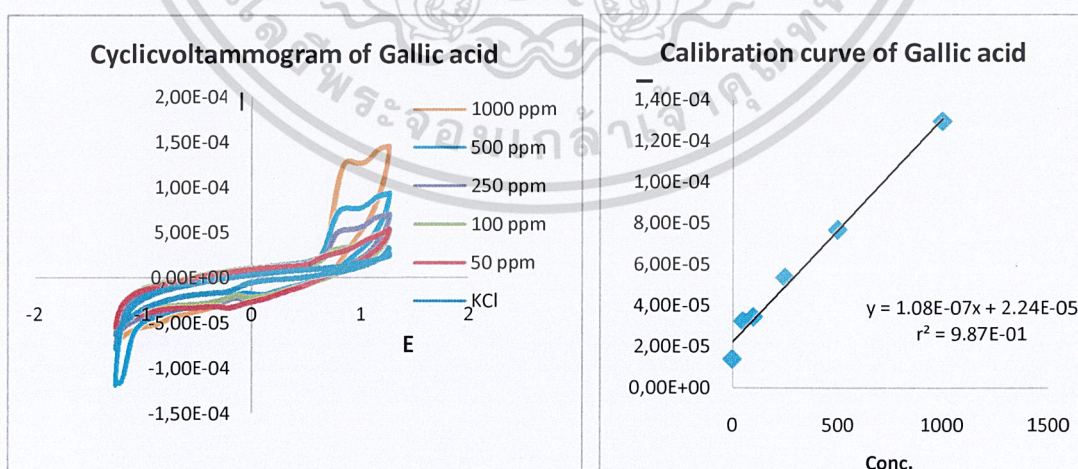
2.2 เตรียมจากสารละลายโพแทสเซียมคลอไรด์ 3 โมลาร์



รูปที่ 4.15 Cyclic Voltammogram และ Calibration curve of Gallic acid เมื่อใช้ PRE5 เป็น Reference electrode ตรวจวัดในสารละลายโพแทสเซียมคลอไรด์ 3 โมลาร์

จากรูปที่ 4.15 แสดง Cyclic Voltammogram ของกรดแกลลิกโดยใช้ WE = Glassy carbon plate, RE=PRE5 พบว่ากระแสเพิ่มขึ้นเมื่อความเข้มข้นของแกลลิกเพิ่มขึ้น (กระแสเพิ่มตามความเข้มข้น) และที่ศักย์ไฟฟ้าไฟฟ้าเท่ากับ 0.9350 V. เมื่อนำไปสร้าง Calibration curve พบว่าค่า r^2 เท่ากับ 0.9960 ซึ่งอยู่ในเกณฑ์ที่สามารถยอมรับได้

ตอนที่ 3 วิเคราะห์สารละลายกรดแกลลิกในน้ำปราศจากไอออน



รูปที่ 4.16 Cyclic Voltammogram และ Calibration curve of Gallic acid เมื่อใช้ PRE5 เป็น Reference electrode ตรวจวัดในน้ำปราศจากไอออน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.16 แสดง Cyclic Voltammogram ของกรดแกลลิก โดยใช้ WE= Glassy carbon plate, RE=PRE5 พบว่ากระแสเพิ่มขึ้นเมื่อความเข้มข้นของแกลลิกเพิ่มขึ้น (กระแสเพิ่มตามความเข้มข้น) และที่ศักย์ไฟฟ้าไฟฟ้าเท่ากับ 0.9350 V. เมื่อนำไปสร้าง Calibration curve พบว่า ค่า r^2 เท่ากับ 0.9870 ซึ่งอยู่ในช่วงที่ยอมรับได้

จากการวิเคราะห์กรดแกลลิก เพื่อสร้างกราฟมาตรฐานสำหรับหาความเข้มข้น พบว่าเมื่อความเข้มข้นเพิ่มขึ้น ค่ากระแสที่ได้ก็เพิ่มขึ้นด้วยอย่างเป็นเส้นตรง ค่า r^2 อยู่ในช่วง 0.9870-0.9981 ซึ่งอยู่ในช่วงที่สามารถยอมรับได้ PRE ที่เตรียมขึ้นให้ค่า Slope และ r^2 ที่สูงใกล้เคียงกับเมื่อใช้ Commercial reference electrode เพราะฉะนั้นสามารถนำ PRE ไปใช้เป็นขั้วไฟฟ้าอ้างอิงแทน Commercial reference electrode ได้

4.5 ผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์กรดแกลลิก

การวิเคราะห์กรดแกลลิกด้วยเทคนิค Cyclic voltammetry โดยใช้ขั้วไฟฟ้าอ้างอิงเป็น PRE ที่เตรียมขึ้น ให้คุณลักษณะของวิธี ดังตารางที่ 4.4

ตารางที่ 4.4 แสดงค่าการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์กรดแกลลิก

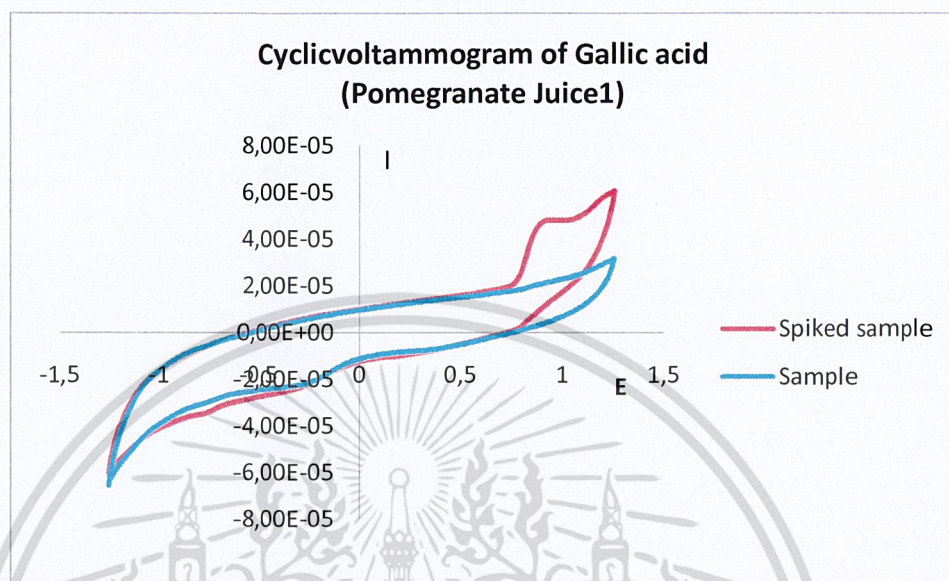
Method Validation	ค่าที่ได้
ช่วงความเป็นเส้นตรง (Linear rang)	50 – 1000 ppm
ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (Relative Standard deviation; RSD)	1.90 % มีความเที่ยง
ความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้ (LOD)	30.80 ppm
ความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถหาปริมาณได้ (LOQ)	98.10 ppm

การวิเคราะห์กรดแกลลิกด้วยเทคนิค Cyclic voltammetry โดยใช้ขั้วไฟฟ้าอ้างอิงเป็น PRE นั้นมีช่วงความเป็นเส้นตรงที่กว้าง ทำให้การวิเคราะห์ปริมาณมีความถูกต้องมากขึ้น ให้ความเที่ยงในการวิเคราะห์อยู่ในระดับปานกลาง เพราะทำการวิเคราะห์คนละวันเป็น reproducibility อาจเกิดการคลาดเคลื่อนจากสภาวะในแต่ละวันเข้ามาเกี่ยวข้อง และให้ค่าความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถตรวจวัดได้คือ 30.80 ppm ค่าความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถหาปริมาณได้ คือ 98.10 ppm

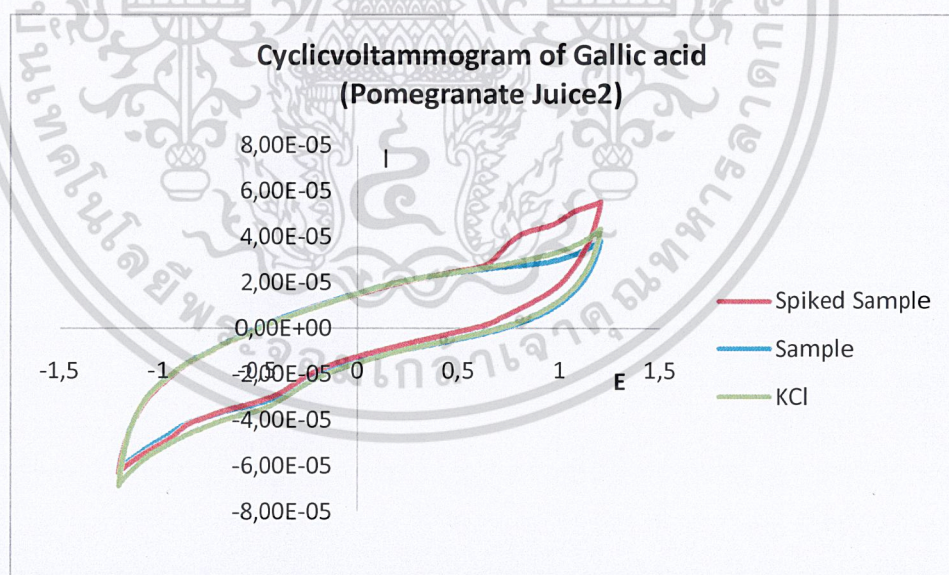
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.6 ผลการประยุกต์ใช้ PRE เพื่อเป็นขั้วไฟฟ้าอ้างอิงสำหรับวิเคราะห์หาปริมาณกรดแกลลิก

4.6.1 ผลการวิเคราะห์หากรดแกลลิกในน้ำทับทิม



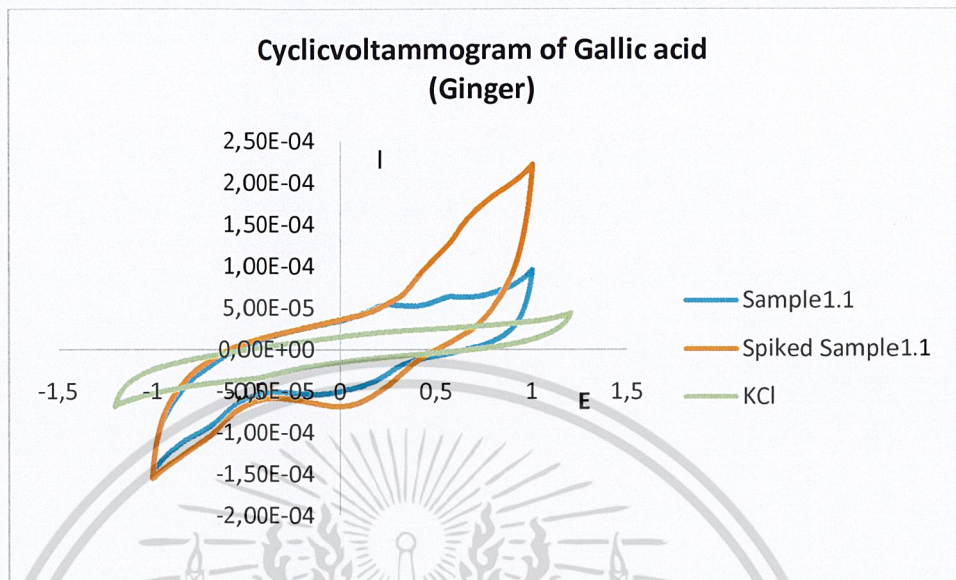
รูปที่ 4.17 Cyclic Voltammogram of Gallic acid เมื่อใช้ PRE5 เป็น Reference electrode ตรวจวัดในตัวอย่างน้ำทับทิม 1



รูปที่ 4.18 Cyclic Voltammogram of Gallic acid เมื่อใช้ PRE5 เป็น Reference electrode ตรวจวัดในตัวอย่างน้ำทับทิม 2

จากรูปที่ 4.17-4.18 แสดง Cyclic Voltammogram ของกรดแกลลิกในตัวอย่างน้ำทับทิม พบว่า ณ ศักย์ไฟฟ้าของกรดแกลลิกเกิดพีคขึ้นต่ำ ส่วนพีคของ Spiked sample สูงกว่า ฉะนั้นในเอกสารตัวอย่างน้ำทับทิมมีกรดแกลลิกอยู่แต่มีปริมาณน้อยยกเว้นเท่านั้น ไม่นอนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใด หมายถึงเหตุนี้ น้ำทับทิม 1 กับน้ำทับทิม 2 เตรียมสารละลายให้เหมือนกันแต่ทำการวัดคลื่นสัปดาห์ไปใช้

4.6.2 ผลการวิเคราะห์หาคกรดแกลลิกในน้ำขิง



รูปที่ 4.19 Cyclic Voltammogram of Gallic acid เมื่อใช้ PRE5 เป็น Reference electrode ตรวจวัดในตัวอย่างน้ำขิง

จากรูปที่ 4.19 แสดง Cyclic Voltammogram ของกรดแกลลิกในตัวอย่างน้ำขิง พบว่า ศักย์ไฟฟ้าของกรดแกลลิกเกิดพิกขึ้นเล็กน้อย ฉะนั้นในตัวอย่างน้ำขิงมีกรดแกลลิกอยู่จริง

หมายเหตุ : Cyclic Voltammogram ของ KCl (Blank) เป็นของน้ำทับทิม 2 ซึ่งทำคนละวันกับน้ำขิง ทำให้รูปร่างของ Cyclic Voltammogram ไม่ค่อยเหมือนกัน

ตารางที่ 4.5 แสดงค่าปริมาณกรดแกลลิกในสารตัวอย่างน้ำทับทิมและน้ำขิง

Sample (RE=PRE5)	ความเข้มข้นกรดแกลลิก (ppm)	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน,SD	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์, %RSD
น้ำทับทิม1	Non detect	6.556	Non detect
น้ำทับทิม2	Non detect	-	Non detect
น้ำขิง	97.93	13.22	13.50

จากตารางที่ 4.5 แสดงถึงปริมาณกรดแกลลิกในสารตัวอย่าง ซึ่งตรวจวัดโดยใช้เทคนิค Cyclic voltammetry และขั้วไฟฟ้าอ้างอิงเป็น PRE พบว่าในตัวอย่างน้ำทับทิมนั้นมีกรดแกลลิก แต่มีเอกสารเป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ปริมาณน้อยมาก ต้องเติมสารมาตรฐานแกลลิกลงไปถึงจะเห็นพิกเกิดชัดเจน ส่วนในตัวอย่างน้ำขิงไม่ว่่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จึงนั้นมีปริมาณกรดแกลลิกอยู่ 97.93 ppm มีความเที่ยงในการวิเคราะห์ต่ำเนื่องจากการวัดแต่ละครั้ง สัมฤทธิ์เริ่มลดลง เพราะผิวหนังข้าวไฟฟ้าสกปรก ต้องนำข้าวไฟฟ้าออกมาล้างและขัดผิวหนังข้าวให้ สะอาด

ตารางที่ 4.6 แสดงค่า % Recovery ในการวิเคราะห์กรดแกลลิก

Sample (RE=PRE5)	%Recovery	ค่าเบี่ยงเบน มาตรฐาน,SD	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน สัมพัทธ์, %RSD
น้ำทับทิม1	84.91	2.23	2.63
น้ำทับทิม2	95.41	17.27	18.10
น้ำจิง	22.76	0.27	1.21

จากตารางที่ 4.6 แสดงค่า Recovery ของการตรวจวัดกรดแกลลิกในสารตัวอย่างต่างๆ ซึ่ง พบว่าในตัวอย่างน้ำทับทิมจะให้ค่า Recovery สูง ให้ค่า SD, %RSD ที่ต่ำ แสดงว่าการวิเคราะห์ดีไม่ ถูกรบกวน และการวิเคราะห์มีความเที่ยงปานกลาง ส่วนตัวอย่างน้ำจิงนั้นให้ค่า Recovery ที่ต่ำ เนื่องมาจากตัวอย่างถูกรบกวน เพราะสารละลายตัวอย่างน้ำจิงนั้นขุ่นและมีตะกอน อาจรบกวนการ วิเคราะห์ได้ แต่ในตัวอย่างน้ำจิงมีความเที่ยงในการวิเคราะห์

เพราะฉะนั้น PRE ที่เตรียมขึ้นนั้นสามารถตรวจวัดกรดแกลลิกได้ แต่ก็ยังมีความจำเพาะ เจาะจงน้อยอยู่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5

สรุปผลวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการดำเนินงานวิจัย

จากกระบวนการผลิตแผ่นขีลิกอนเวเฟอร์ที่ TMEC แล้วใช้เทคโนโลยีการกัดด้วยพลาสมาอย่างลึก เพื่อสร้างช่องบนแผ่นขีลิกอนซึ่งจะใช้บรรจุสารละลายที่เป็นสะพานเกลือ และสร้างชั้นฟิล์มขีลิกอนไดออกไซด์ขึ้นบนแผ่นขีลิกอน เพื่อใช้เป็นชั้นเมมเบรนในการแลกเปลี่ยนไอออน จากนั้นบรรจุสารที่ใช้เป็นสะพานเกลือ (สารละลายโพแทสเซียมคลอไรด์เข้มข้น 3 โมลาร์) และปิดทับด้วยแผ่นเงิน (แผ่นขีลิกอนเวเฟอร์ ที่ทำการฉาบชั้นเงินบางไว้) ที่ต่อขั้วไฟฟ้าแล้ว สุดท้ายจะเป็นการเคลือบ Epoxy บน Planar reference electrode (PRE) เหลือไว้เฉพาะบริเวณที่เป็นเมมเบรนให้สัมผัสกับสารละลายได้

จากการทดสอบการคุณลักษณะของ PRE ในขั้นตอนการทดสอบโดยใช้เทคนิค Cyclic Voltammetry วัดในสารละลายโพแทสเซียมเฮกซะไซยาโนเฟอไรต์ $K_3[Fe(CN)_6]$ ผล Cyclic Voltammogram ที่ได้ของ PRE จะมีลักษณะที่คล้ายกับ Cyclic Voltammogram ของ Commercial Reference Electrode (Ag/AgCl) จะมีบาง PRE ที่อาจมี shift ไปบ้างเล็กน้อย สามารถที่จะนำไปทดสอบด้วยเทคนิคอื่นต่อไป จากขั้นตอนนี้เราจะทำการเลือก PRE ตัวที่ให้ Cyclic Voltammogram ใกล้เคียงกับ Commercial Reference Electrode (Ag/AgCl) มากที่สุด ผลที่ได้คือ PRE5 และนำไปใช้ในการวิเคราะห์หากรดแกลลิกต่อไป

จากนั้นได้ทดสอบการส่องแผ่นขีลเวอร์ด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM) และ Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDX) เพื่อเป็นการยืนยันว่ามีขีลเวอร์คลอไรด์เกิดขึ้นจริงในระหว่างกระบวนการเตรียม PRE และเพื่อทดสอบดูว่าใช้ระยะเวลาเท่าใดในการเกิดขีลเวอร์คลอไรด์ ผลที่ได้ปรากฏว่าเมื่อแช่เก็บเป็นเวลา 2 สัปดาห์จะเกิดขีลเวอร์คลอไรด์ปริมาณมากที่สุด และเมื่อเตรียม PRE เสร็จจะแช่ไว้ใน KCl นาน 1 และ 2 สัปดาห์แล้วนำไปทดลองวัดกับสารละลาย $K_3[Fe(CN)_6]$ ด้วย Cyclic Voltammetry PRE ให้ผลที่ดีเหมือน Commercial Reference Electrode ทั้งคู่ ฉะนั้นเมื่อเตรียม PRE เสร็จจะเลือกเวลาในการแช่ 1 สัปดาห์เป็นเวลาที่เหมาะสมที่สุด

ในส่วนของการวิเคราะห์หากรดแกลลิกมาตรฐาน เพื่อสร้างเป็นกราฟมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์เชิงปริมาณด้วยเทคนิค Cyclic Voltammetry ทำการทดสอบสารละลายมาตรฐานกรดแกลลิก ซึ่งเตรียมในสารละลายบัฟเฟอร์ pH7, ในสารละลายโพแทสเซียมคลอไรด์ และเตรียมในน้ำปราศจากไอออน ผลการทดสอบพบว่าการเตรียมสารละลายมาตรฐานกรดแกลลิกในสารละลายทั้ง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้ทำซ้ำโดยไม่ได้รับอนุญาตจากเจ้าของเอกสาร
ไม่ว่าการณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สาม ผล Cyclic Voltammogram ของชุด Commercial และชุด PRE เป็นขั้วอ้างอิงนั้นให้ผลการทดสอบที่ใกล้เคียงกัน แต่อาจมีการ shift หรือค่ากระแสลดลงไปบ้างเล็กน้อย และจาก Cyclic Voltammogram ของกรดแกลลิกที่ความเข้มข้นตั้งแต่ 0 ถึง 1000 ppm เมื่อใช้ PRE เป็นขั้วอ้างอิงจะพบค่ากระแสไฟฟ้าสูงสุดอยู่ที่ศักย์ไฟฟ้าประมาณ 0.5000 โวลต์ และเมื่อความเข้มข้นของสารละลายกรดแกลลิกเพิ่มขึ้น ค่ากระแสที่ได้ก็เพิ่มขึ้นด้วยอย่างเป็นเส้นตรง โดยสมการเส้นตรงระหว่างค่ากระแสกับความเข้มข้นคือ (กระแส = 1.22×10^{-6} [กรดแกลลิก] + 4.12×10^{-5} , $r^2=0.996$) ค่า r^2 อยู่ในช่วง 0.9870-0.9981 เพราะฉะนั้น PRE ที่เตรียมขึ้นนั้นมีประสิทธิภาพ และสามารถนำไปประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์หากรดแกลลิก เพื่อบอกแนวโน้มฤทธิ์การต้านอนุมูลอิสระในสารตัวอย่างจากผลิตภัณฑ์ธรรมชาติได้

เมื่อนำ PRE ไปประยุกต์ใช้เป็นขั้วอ้างอิงสำหรับการวิเคราะห์หากรดแกลลิกในตัวอย่างน้ำทับทิมและน้ำจิง ทำการทดสอบด้วยเทคนิค Cyclic Voltammetry โดยใช้ขั้วไฟฟ้าอ้างอิงเป็น PRE ร่วมกับขั้วไฟฟ้าทำงานแกดสซีคาร์บอน ผลการทดสอบพบว่าตัวอย่างน้ำทับทิมและน้ำจิง จะให้ค่ากระแสไม่ค่อนสูง ปริมาณความเข้มข้นของกรดแกลลิกต่ำในตัวอย่างน้ำทับทิม และเมื่อทำการวิเคราะห์การคืนกลับ (% Recovery) น้ำทับทิมให้ค่าที่สูงถึง 95 % ส่วนน้ำจิงให้ค่า Recovery ที่ต่ำ อาจเนื่องมาจากผลของตัวรบกวนในตัวอย่างน้ำจิงซึ่งมีมาก ตัวอย่างยังไม่บริสุทธิ์เท่าที่ควร

จากการทดสอบทั้งหมดจึงอาจสรุปได้ว่า ขั้วไฟฟ้าอ้างอิงแบบระนาบที่เตรียมขึ้น (PRE) สามารถที่จะนำไปใช้เป็นขั้วไฟฟ้าอ้างอิงในการวิเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้าได้

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. จากการทดสอบ ผลที่ได้ยังมีการ shift ของค่าทางไฟฟ้าอยู่ จึงควรที่จะควบคุมปัจจัยต่างๆ ตั้งแต่กระบวนการเตรียม การเก็บ และการทดสอบ เช่น ความสะอาดของเครื่องมือ ความบริสุทธิ์ ความใหม่ของสารละลาย และน้ำปราศจากไอออนที่ใช้
2. การวิเคราะห์กรดแกลลิกในตัวอย่างน้ำจิง ให้ค่า Recovery ต่ำ เนื่องมาจากมีตัวรบกวนสูง ฉะนั้นต้องเตรียมตัวอย่างให้บริสุทธิ์ก่อนการวิเคราะห์
3. ในการพัฒนาขั้วไฟฟ้าอ้างอิงแบบระนาบแบบนี้ยังเป็นสิ่งที่ใหม่ จึงยังคงต้องศึกษาและทดสอบด้วยเทคนิคอื่นต่อไป

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

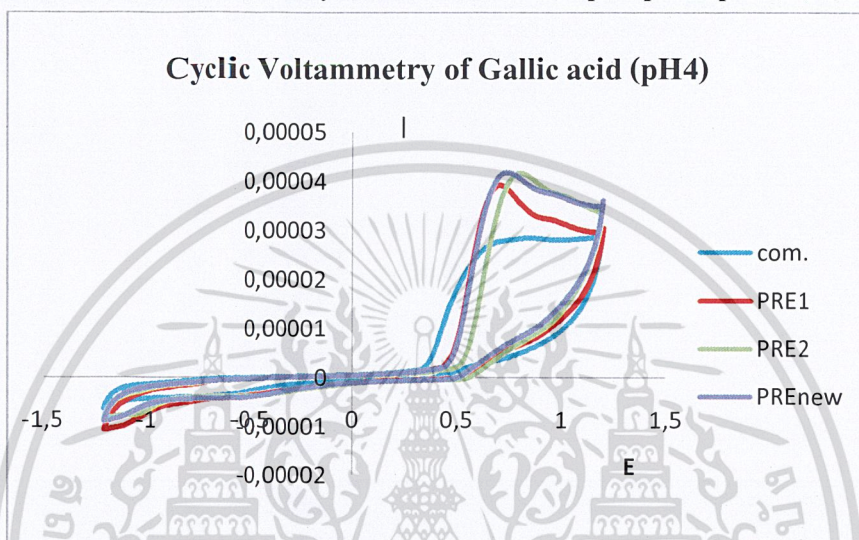
- [1] <http://www.chabaamalee.com>
- [2] <http://kingkong99.freeforums.org>
- [3] <http://www.sopon.ac.th>
- [4] <http://wikipedia.org/wiki/แทนนิน>
- [5] www.bungkan.com (มหัศจรรย์แห่งทับทิม ประโยชน์มากมาย)
- [6] <http://www.panyathai.or.th/wiki/index.php>
- [7] L. M. Magalhaes, M. Santos, et al. *Talanta*. 77 (2009): 1559-1566
- [8] M. Tarnawski, K. Depta, et al. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*. 41 (2006): 182-188
- [9] E. Verzelloni, D. Tagliacruzchi and Angela Conte. *Food Chemistry*. 150 (2007): 564-571
- [10] H. Kelebek, S. Selli, A. Canbas and T. Cabaroglu. *Microchemical Journal*. 91 (2009): 187-192
- [11] J. Salta, A. Martins, et al. *Journal of functional food*. 2 (2010): 153-157
- [12] A.Y. Loo, K. Jain and I. Darah. *Food Chemistry*. 104 (2007): 300-307
- [13] A.Y. Loo, K. Jain and I. Darah. *Food Chemistry*. 107 (2008): 1151-1160
- [14] Z. Chen, J. Zhang and G. Chen. *Journal of Chromatography B*. 863 (2008): 101-106
- [15] O. Makhotkina and P. A. Kilmartin. *Analytica Chimica Acta*. 668 (2010) 155-165
- [16] J. piljac-Zegarac, L. Valek, et al. *Food Chemistry*. 121 (2010): 820-825

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก

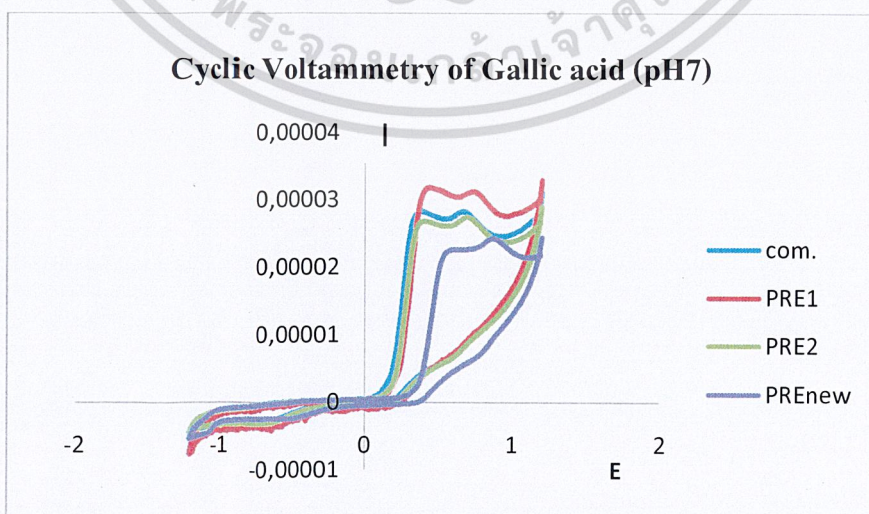
ศึกษาผลของ pH

การวิเคราะห์ Gallic acid โดยใช้ PREs ที่เตรียมขึ้น ร่วมกับ Glassy carbon electrode ตรวจสอบด้วยเทคนิค Cyclic voltammetry ในสารละลาย **Buffer phosphate pH 4, 6, 7, 8**



รูปที่ 1 Cyclic Voltammogram of Gallic acid (phosphate buffer pH4)

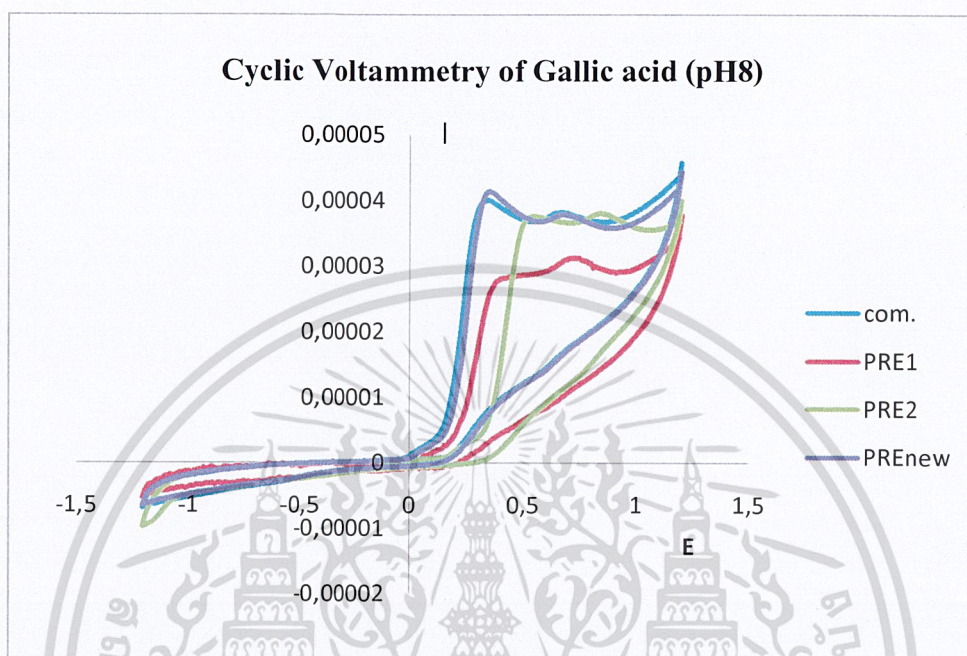
จากรูปที่ 1 แสดง Cyclic Voltammogram of Gallic acid ในสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ pH 4 (กรด) เมื่อเปรียบเทียบระหว่าง Cyclic Voltammogram ของ commercial reference electrode กับ PRE พบว่าค่ากระแสของ PRE สูงกว่า commercial reference electrode แต่ก็ไม่มาก



รูปที่ 2 Cyclic Voltammogram of Gallic acid (phosphate buffer pH7)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมีเหตุดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 2 แสดง Cyclic Voltammogram of Gallic acid ในสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ pH 7 (กลาง) เมื่อเปรียบเทียบระหว่าง Cyclic Voltammogram ของ commercial reference electrode กับ PRE พบว่าค่ากระแสของ PRE ใกล้เคียงกับกระแสของ commercial reference electrodes



รูปที่ 3 Cyclic Voltammogram of Gallic acid (phosphate buffer pH8)

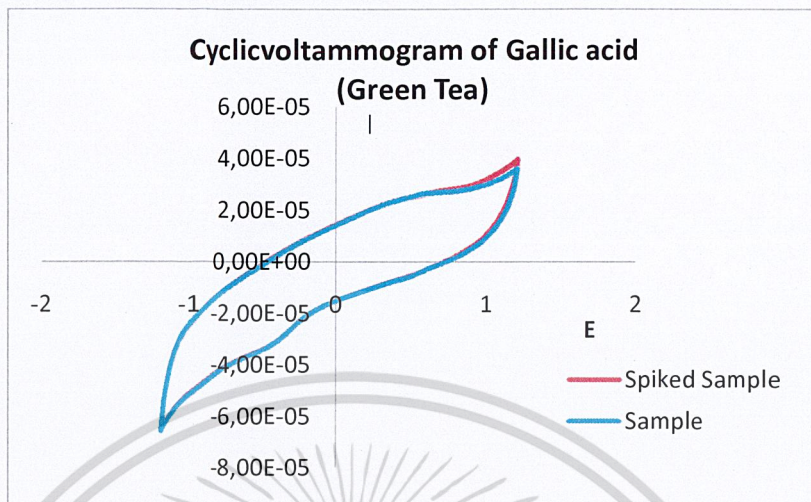
จากรูปที่ 3 แสดง Cyclic Voltammogram of Gallic acid ในสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ pH 8 (เบส) เมื่อเปรียบเทียบระหว่าง Cyclic Voltammogram ของ commercial reference electrode กับ PRE พบว่าค่ากระแสของ PREnew ใกล้เคียงกับกระแสของ commercial reference electrode

จากรูปที่ 1-3 เป็น Cyclic Voltammogram ของกรดแกลลิกในการศึกษาผลของ pH ในสารละลาย จะเห็นว่า ค่า pH 7 ที่เป็นกลาง PRE ที่เตรียมขึ้นให้ผลที่เหมือนกับ commercial reference electrode มากที่สุด และเป็นสถานะที่เหมาะสมที่สุดที่ใช้ตรวจวัด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ผลการวิเคราะห์หาครดแกดลิกในน้ำตัวอย่างอื่น

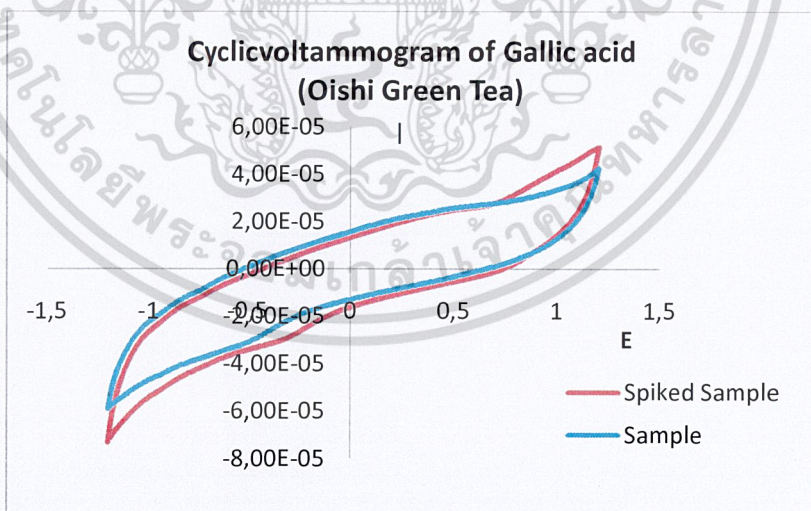
- น้ำชาเขียวขง



รูปที่ 4 Cyclic Voltammogram of Gallic acid in Sample (Green Tea)

จากรูปที่ 4 แสดง Cyclic Voltammogram of Gallic acid เมื่อตรวจวัดในตัวอย่างน้ำชาเขียว จะเห็นว่าเมื่อ Spiked สารมาตรฐานกรดแกดลิกไปแล้ว ยังไม่มีพิกเกิดขึ้น อาจเนื่องจากในตัวอย่าง ไม่มีกรดแกดลิก และมีตัวรบกวนในสารตัวอย่างด้วย

- น้ำชาเขียวโออิชิ



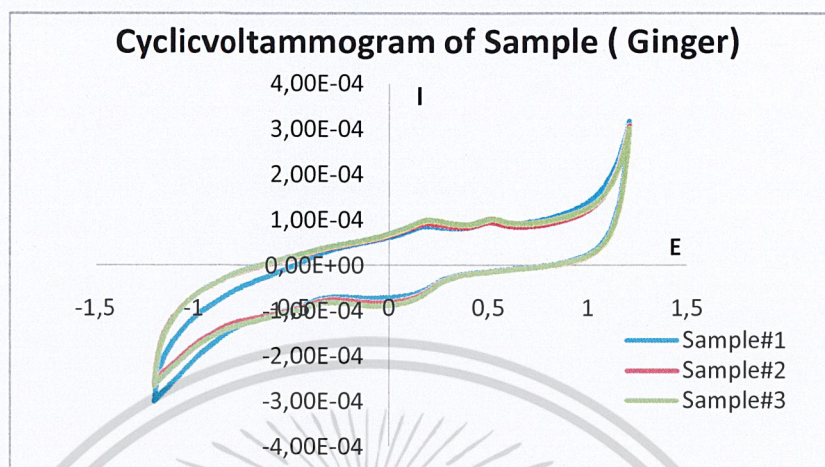
รูปที่ 5 Cyclic Voltammogram of Gallic acid in Sample (Oishi Green Tea)

จากรูปที่ 5 แสดง Cyclic Voltammogram of Gallic acid เมื่อตรวจวัดในตัวอย่างน้ำชาเขียว ยี่ห้อ โออิชิ จะเห็นว่าเมื่อ Spiked สารมาตรฐานกรดแกดลิกไปแล้ว พิกให้สัญญาณสูงเล็กน้อย อาจ เนื่องจากในตัวอย่าง ไม่มีกรดแกดลิก และมีตัวรบกวนในสารตัวอย่างด้วย

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมีเหตุดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

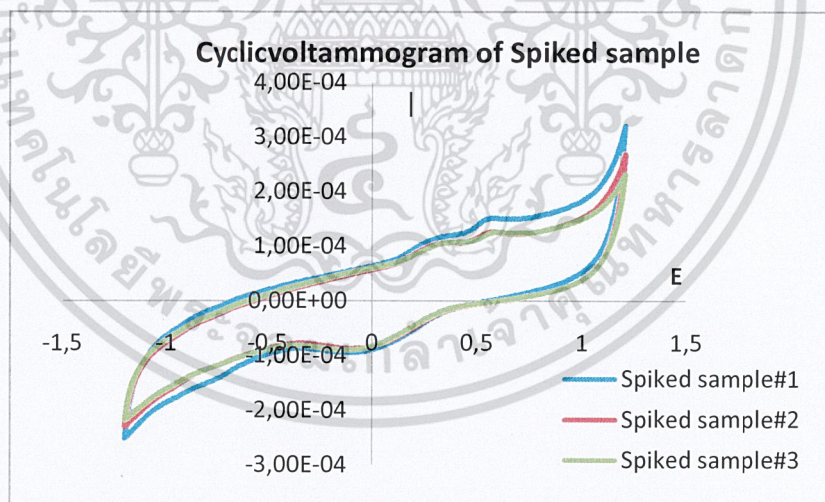
- ตัวอย่างน้ำจิง

เมื่อใช้ WE=Glassy carbon , RE=Ag/AgCl (wire), CE=Pt (wire)



รูปที่ 6 Cyclic Voltammogram of Ginger sample

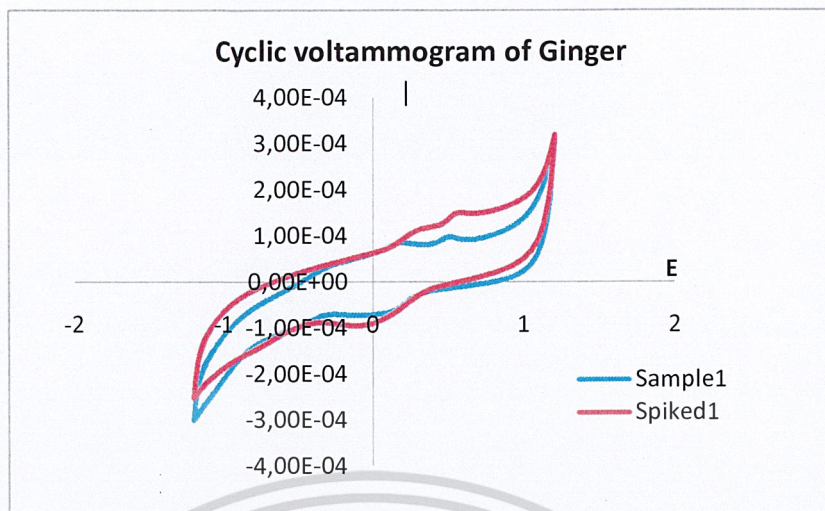
จากรูปที่ 6 แสดง Cyclic Voltammogram of Gallic acid เมื่อตรวจวัดในตัวอย่างน้ำจิง โดยทำการวัด 3 ครั้ง จะเกิดพีกที่ศักย์ไฟฟ้าประมาณ 0.5000 โวลต์ ขึ้นเล็กน้อย



รูปที่ 7 Cyclic Voltammogram of Ginger Spiked sample

จากรูปที่ 7 แสดง Cyclic Voltammogram of Gallic acid เมื่อตรวจวัดในตัวอย่างน้ำจิงที่ถูก Spiked ด้วยสารมาตรฐานกรดแกลลิก โดยทำการวัด 3 ครั้ง จะเกิดพีกที่ศักย์ไฟฟ้าไฟฟ้าเดียวกับตัวอย่างแต่จะสูงกว่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 8 Cyclic Voltammogram of Ginger

จากรูปที่ 8 แสดง Cyclic Voltammogram of Gallic acid เมื่อตรวจวัดในตัวอย่างน้ำจึงจะเห็นว่าเมื่อ Spiked สารมาตรฐานกรดแกลลิกไปแล้ว พิกให้สัญญาณสูงขึ้นจากสัญญาณของสารละลายตัวอย่าง แต่เกิดการ Shift ของสัญญาณเล็กน้อย อาจเนื่องมาจากการเตรียมสารละลาย การต่อขั้วไฟฟ้า และกระแสไฟฟ้าที่ไม่คงที่

การใช้ขั้วไฟฟ้าอ้างอิงและขั้วช่วยที่มีลักษณะเป็นเส้นลวด นั้นให้ผลดีเห็นพิกเกิดขึ้น แต่ข้อเสียคือ มีการ Shift ของสัญญาณทำให้ศักย์ไฟฟ้าไม่ตรงกัน พังเสียหายง่ายถูกกัดกร่อน เมื่อใช้งานบ่อยๆ และทำการเตรียมขั้วก่อนวิเคราะห์ถ้าหากกว่า PRE

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้