รายงานการปฏิบัติงานสหกิจศึกษา

กระบวนการผลิตกลูโคสซีรัป

Glucose Syrup Process

โดย

นาย ไกรสร	พัชรเบญจกุล	รหัส B 3852781
นาย ไวพจน์	ร่างวิจิตร	รหัส B 3952078
นางสาว พันธุ์ศุภา	เดชารักษ์	รหัส B 3953259

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

รายงานนี้เป็นส่วนหนึ่งของรายวิชา Cooperative Education (305 497)

สาขาเทคโนโลยีอาหาร สำนักวิชา เทคโนโลยีการเกษตร

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

วันที่ 29 เมษายน พ.ศ. 2543

รายงานการปฏิบัติงานสหกิจศึกษา

กระบวนการผลิตกลูโคสซีรัป

Glucose Syrup Process

โดย

นาย ไกรสร	พัชรเบญจกุล	รหัส B 3852781
นาย ไวพจน์	ร่างวิจิตร	รหัส B 3952078
นางสาว พันธุ์ศุภา	เดชารักษ์	รหัส B 3953259

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ปฏิบัติงาน ณ.

บริษัท สงวนวงษ์อุตสาหกรรม จำกัด

120 หมู่ 4 ถนน ราชสีมา-โชคชัย อำเภอ เมือง จังหวัด นครราชสีมา 3000

โทร (044) 212723-6, 212420-1 แฟกซ์ (044) 212727

วันที่ 5 พฤษภาคม พ.ศ. 2543

เรื่อง ขอส่งรายงานการปฏิบัติงานสหกิจศึกษา
เรียน อาจารย์ที่ปรึกษาสหกิจศึกษา อ.ดร. ปิยวรรณ กาสลัก สาขาวิชา เทคโนโลยีอาหาร

ตามที่ข้าพเจ้า นาย ไกรสร พัชรเบญจกุล, นาย ไวพจน์ ร่างวิจิตร และ นางสาว พันธ์ศุภา เดชารักษ์ นักศึกษาสาขาวิชา เทคโนโลยีอาหาร สำนักวิชาเทคโนโลยีการเกษตร มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ได้ไปปฏิบัติงานสหกิจศึกษา ณ.สถานประกอบการจริง ซึ่งเป็นส่วนหนึ่งของรายวิชา Cooperative Education (305 497) ในระหว่างวันที่ 5 มกราคม พ.ศ. 2543 ถึง วันที่ 5 พฤษภาคม 2543 ณ. บริษัท สงวนวงษ์อุตสาหกรรม จำกัด และได้รับมอบหมายงานจาก Job Supervisor ให้ทำรายงานเรื่อง กระบวนการผลิตกลูโคสซีรัป และ มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม กลูโคสซีรัป

บัดนี้การปฏิบัติงานสหกิจศึกษา ได้สิ้นสุดลงแล้ว ข้าพเจ้าจึงขอส่งรายงานดังกล่าวมาพร้อมกันนี้ จำนวน 1 เล่ม เพื่อขอรับการปรึกษาต่อไป

จึงเรียนมาเพื่อโปรดพิจารณา

ขอแสดงความนับถือ
คณะผู้จัดทำ

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

กิตติกรรมประกาศ

ในการทำรายงานเรื่อง กระบวนการผลิตกลูโคสซีรัป (Glucose Syrup Process) สำเร็จได้ด้วยดีเนื่องจากความร่วมมือ และ สนับสนุนของหลายฝ่ายดังนี้

1. บริษัท สงวนวงษ์อุตสาหกรรม จำกัด จังหวัดนครราชสีมา ที่อนุเคราะห์ให้ผู้เขียนมาปฏิบัติงานสหกิจศึกษาในสถานประกอบการจริง
2. คุณ ชัยวัฒน์ โชคถาวร ผู้จัดการโรงงานกลูโคส ที่คอยให้คำปรึกษาและคอยสอนการทำงานร่วมกับคนจำนวนมาก ตลอดจนความห่วงใยตลอดระยะเวลาที่ปฏิบัติงานสหกิจศึกษา
3. คุณ อนันต์ นาดีด่านกลาง (เจ้าหน้าที่วางแผนการผลิต โรงงานกลูโคส) และ คุณ ศิริลักษณ์ เจริญทนัง (เจ้าหน้าที่สอบเทียบ โรงงานกลูโคส) ที่กรุณาให้คำปรึกษาและข้อมูลเท่าที่จะเอื้อเฟื้อได้
4. คุณ นพภาภรณ์ พิมพ์เชื้อ และ คุณ รัฐพร สรวลศิริ เจ้าหน้าที่แผนกแป้งเคมีดัดแปร ที่คอยดูแลห่วงใยตลอดระยะเวลาที่ปฏิบัติงานสหกิจศึกษา
5. คุณ จำลอง เจิมกลาง และ คุณ สุมาตรา จุลมานพ เจ้าหน้าที่ควบคุมเอกสาร ที่คอยให้กำลังใจคณะผู้จัดทำและคอยเป็นเพื่อนคุยเวลาเหงา
6. คุณ สุภาวิณี สุวรรณ นักศึกษาฝึกงานมหาวิทยาลัยมหาสารคาม ขอขอบคุณสำหรับขนมและอาหารตลอดระยะเวลาฝึกงานและคอยช่วยจัดพิมพ์รายงาน

คณะผู้จัดทำรู้สึกทราบซึ้งในความกรุณา และ ใคร่ขอแสดงความขอบคุณต่อสถานประกอบการ และ บุคคลดังกล่าวข้างต้นตลอดจนบุคคลอีกหลายท่านที่ไม่ได้เอ่ยถึง ที่มีส่วนทำให้รายงานฉบับนี้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

คณะผู้จัดทำ

5 พฤษภาคม 2543

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

คำนำ

กลูโคสซีรัป จัดเป็นผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการย่อยสลายแป้งที่มีการใช้กันอย่างแพร่หลายในระดับอุตสาหกรรม โดยในระดับอุตสาหกรรมกลูโคสซีรัปถือได้ว่าเริ่มเกิดขึ้นเมื่อปี พ.ศ. 2492 ปัจจุบันมีการย่อยแป้งเพื่อเป็นน้ำตาลกลูโคส และ ฟรักโทสทั่วประเทศมากกว่า 200,000 ตันต่อปี และประมาณความต้องการทั้งหมดของอุตสาหกรรมย่อยแป้งในปี พ.ศ. 2544 ว่าจะเพิ่มขึ้นเกือบถึง 300,000 ตัน

เอกสารฉบับนี้ จัดทำขึ้นเพื่อศึกษาถึง กระบวนการผลิตกลูโคสซีรัป ประวัติความเป็นมา คุณสมบัติ ประเภท และ การนำไปใช้ประโยชน์ ซึ่งทางผู้จัดทำได้มาปฏิบัติงานในสถานประกอบการจริง อย่างไรก็ตามในการจัดทำรายงานฉบับนี้อาจมีข้อผิดพลาดอันเกิดจากผู้จัดทำ จึงต้องขออภัยไว้ ณ. ที่นี้ด้วย และ หวังเป็นอย่างยิ่งว่า รายงานฉบับนี้จะเป็นประโยชน์สำหรับผู้ที่มีความสนใจทุกท่าน

คณะผู้จัดทำ

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

สารบัญ

	หน้า
จดหมายนำส่ง	ก
กิตติกรรมประกาศ	ข
คำนำ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญภาพ	จ
สารบัญตาราง	ฉ
ส่วนที่ 1	
- บทนำ	1
- การแบ่งกลุ่มเอนไซม์ตามลักษณะการใช้งาน	3
- Dextose Equivalent	6
- การผลิตน้ำเชื่อมกลูโคส	9
- การผลิตน้ำเชื่อมฟรักโทส	14
ส่วนที่ 2	
- สถานประกอบการ	19
- วัตถุประสงค์ของการเรียนรู้	21
- สรุปผลการปฏิบัติงาน	21
เอกสารอ้างอิง	
ภาคผนวก	

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

สารบัญภาพ

	หน้า
ภาพที่ 1 การแบ่งกลุ่มเอนไซม์ตามลักษณะการใช้งาน	3
ภาพที่ 2 กระบวนการผลิตน้ำเชื่อมกลูโคส	9
ภาพที่ 3 ลักษณะการเตรียมน้ำแป้งเพื่อจะย่อย (ตัวอย่างในการใช้ Kleistase T10 และ T5 ทำการย่อยครั้งแรก)	10
ภาพที่ 4 ลักษณะการเตรียมน้ำแป้งโดยมีถังผสมและถังพัก	10
ภาพที่ 5 การเกิดสารมีสี (HMF) จากกลูโคส	13
ภาพที่ 6 แนวโน้มการบริโภคน้ำเชื่อมฟรักโทสในปี ค.ศ. 1975 ถึง 2000	14
ภาพที่ 7 การผลิตน้ำเชื่อมฟรักโทส	15

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 1 คุณสมบัติที่ใช้ในอุตสาหกรรมของน้ำเชื่อมกลูโคส 8

ตารางที่ 2 ส่วนประกอบของน้ำเชื่อมฟรักโทสชนิดต่างๆ 15

ตารางที่ 3 ค่าสมดุลของกลูโคส-ฟรักโทสที่ได้จากแหล่งต่างๆ 18

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

สารให้ความหวาน และ อนุพันธ์ที่ได้จากการย่อยสลายแป้ง

บทนำ

การผลิตสารให้ความหวานที่ได้จากการย่อยแป้ง เริ่มตั้งแต่การผลิตน้ำหวานจากหัว arrowroot ในประเทศญี่ปุ่น ในทศวรรษที่ 9 รวมถึงการผลิตน้ำหวานจากการย่อยแป้งมันฝรั่งด้วยกรดของนักเคมีชาวเยอรมันชื่อ Gottlieb Sigismund Condstantin Kirchhoff (Schenck และ Hebeda, 1992) ต่อมาในปี ค.ศ. 1912 Lampedius ปรับปรุงระบบการให้ความร้อนโดยไอน้ำ สามารถสร้างโรงงานผลิตน้ำหวานจากแป้งมันฝรั่งได้ในเมือง ในระหว่างสงครามอังกฤษกับฝรั่งเศส ประเทศใน ยุโรปได้ผลิตน้ำหวานจากแป้งมาบริโภคแทนน้ำตาลทราย (Howling, 1984)

การผลิตน้ำหวานจากการย่อยแป้งโดยกรดได้พัฒนาเป็นอย่างมากในช่วงปี 1880 – 1920 ผลิตภัณฑ์ที่ได้เรียกว่า “starch sugars” หรือ “starch syrup” โดยใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวย่อย สามารถควบคุมอัตราการย่อยสลายได้ดีพอสมควร ต่อมาสามารถตกผลึกน้ำตาลกลูโคสได้เรียกว่า “solid starch sugar” น้ำที่สลัดออกเรียกว่า “hydrol” ในระยะแรกผลิตภัณฑ์ solid starch sugar ถูกเรียกว่า chip sugar และที่มีการจดลิขสิทธิ์ในรุ่นแรก เช่น US 259794 (Schench และ Hebeda, 1992) ในช่วง ค.ศ. 1940 ความต้องการ starch syrup หรือ solid starch sugar ซึ่งต่อมาเรียกว่าเดกซ์โทรสโมโนไฮเดรต (dextrose monohydrate) มีเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วมากกว่าความสามารถในการผลิตถึง 10 เท่าตัว การพัฒนากรรมวิธีผลิตเป็นไปอย่างลำบาก เพราะการย่อยโดยกรดมีปัญหาเกี่ยวกับปฏิกิริยาต่อเนื่องและเกิดปรากฏการณ์ เช่น การรวมตัวใหม่เป็นสารโมเลกุลใหญ่ๆ (condensation หรือ polymerization) และการเกิดสารให้สีพวก 5 – hydroxy methylfurfural (HMF) ทำให้การผลิต starch syrup หรือ “glucose syrup” หรือ “corn syrup” (ในอเมริกาทำจากแป้งข้าวโพด) หรือที่ในภาษาไทยเรียกว่า “น้ำเชื่อมกลูโคส” (มอก. 286 – 2521) ที่มีค่าความหวานสูงสุดทำได้ยาก จึงได้ให้ความสนใจกับการใช้เอนไซม์ย่อยแป้งมากขึ้น

การใช้เอนไซม์ย่อยแป้งเป็นที่รู้จักกันดีในแถบเอเชีย เช่น ข้าวหมาก สาเก ซึ่งถูกหมักในกระบวนการผลิตแบบพื้นบ้าน มีการย่อยแป้งเป็นน้ำตาลกลูโคส โดยใช้เอนไซม์จากเชื้อรา ซึ่งมีการศึกษากันมากในช่วงปี 1950 จนกระทั่งปี 1957 มีการสร้างโรงงานแห่งแรกที่ผลิตน้ำเชื่อมกลูโคสโดยเอนไซม์อะมิโลกลูโคสิเดสจากเชื้อรา *Aspergillus niger* (Schenck และ Hebada, 1992) ในปี 1957 R.O. Marshall และ E.R. Kooi ค้นพบเอนไซม์ไอโซเมอเรส ที่สามารถเปลี่ยนกลูโคสเป็นฟรักโทสได้ (จาก *Pseudomonas hydrophila*) และจดลิขสิทธิ์ครั้งแรกในปี 1960 ซึ่งมีการพยายามผลิตน้ำตาลผสมน้ำเชื่อมกลูโคสที่มีน้ำตาลฟรักโทส ผสมอยู่ ในปี 1965 บริษัท Clinton Corn Processing ร่วมมือกับหน่วยงานทางวิทยาศาสตร์ของประเทศญี่ปุ่นผลิตน้ำหวานน้ำเชื่อมกลูโคสชนิดที่มีน้ำตาลฟรักโทสผสมอยู่ด้วย ในปี 1967 น้ำเชื่อมกลูโคสที่มีฟรักโทสผสม (ฟรักโทสประมาณ 14 - 16%) ถูกส่งมาจาก

ประเทศญี่ปุ่นเพื่อจำหน่ายในสหรัฐอเมริกา ในช่วงแรกเรียกน้ำเชื่อมชนิดนี้ว่า "Isoglucose syrup" หรือ "Iso-syrup" หมายถึงน้ำเชื่อมที่มีไอโซเมอร์ที่มีกลูโคสผสมอยู่ (โดยในกระบวนการผลิตใช้ทั้งเอนไซม์อะมิเลสและไอโซอะมิเลส) จนกระทั่งปี 1968 ได้นำเอนไซม์อะมิเลสมาใช้ในระดับอุตสาหกรรม สามารถผลิตกลูโคสที่มีน้ำตาลฟรักโทสอยู่สูงสุดในเชิงการค้า ซึ่งในลักษณะสมดุลมีฟรักโทสอยู่ถึง 42% ของของแข็งทั้งหมด (ใน 100% ของของแข็งทั้งหมด น้ำตาลกลูโคส 51%) และเป็นที่มาของการเรียกน้ำเชื่อมชนิดนี้ว่า high fructose syrup เพราะมีฟรักโทสสูงกว่าที่เคยมีในระดับ 14 – 16% โดยที่ในสหรัฐอเมริกาใช้แต่แป้งข้าวโพดเป็นวัตถุดิบ จึงเรียกน้ำเชื่อมชนิดนี้ว่า high fructose syrup เพราะการผลิตในประเทศไทยไม่ได้ใช้แป้งข้าวโพดเป็นวัตถุดิบ ต่อมามีการค้นพบเอนไซม์จากแบคทีเรียกลุ่ม Bacillus เช่น *Bacillus subtilis* ทำให้ช่วงปี 1970 กระบวนการผลิตน้ำเชื่อมกลูโคสถือได้ว่าเป็นกระบวนการผลิตโดยการใช้เอนไซม์ทั้งหมด (ผสมขั้นตอนระหว่างการใช้เอนไซม์จากแบคทีเรียและเชื้อราเรียกว่า enzyme/enzyme process) และถือได้ว่าในช่วงปี ค.ศ. 1970 เป็นปีของการเจริญเติบโตในเรื่องของเทคโนโลยีการย่อยแป้งอย่างแท้จริง การใช้เอนไซม์ในกระบวนการผลิตสามารถควบคุมคุณภาพของผลิตภัณฑ์ได้ดีขึ้น การผลิตกลูโคสผง (dextrose monohydrate หรือ dextrose anhydrous) ทำได้ง่ายขึ้น เพราะน้ำเชื่อมกลูโคสมีความบริสุทธิ์สูงขึ้นกว่าระบบเดิม ในช่วงหลังของปี 1978 เริ่มมีการนำเทคโนโลยีการแยกแบบโครมาโตกราฟฟิก (chromatographic separation) มาใช้ ทำให้สามารถแยกน้ำตาลฟรักโทสส่วนใหญ่ออกจากน้ำเชื่อมได้ และผลิตน้ำเชื่อม HFCS ชนิดมีน้ำตาลฟรักโทสสูงถึง 55% ได้ บางครั้งเรียกว่า enriched fructose syrup ซึ่งในระดับที่มีน้ำตาลฟรักโทสอยู่ 42% ความหวานของ HFCS จะมีค่าเท่ากับความหวานของสารละลายซูโครส (น้ำตาลทราย) ในความเข้มข้นของสารละลายที่เท่ากัน (สารละลาย 10% ที่อุณหภูมิห้อง) ฉะนั้น HFCS ที่มีน้ำตาลฟรักโทส 55% จะมีความหวานที่สูงกว่า ในปี 1980 บริษัทโคคาโคล่าในสหรัฐอเมริกาทดแทนการใช้น้ำตาลทราย 50% โดย HFCS ชนิด 55% จะมีความหวานที่สูงกว่า ในปี 1983 ทั้งบริษัทโคคาโคล่าและเป๊ปซี่ในสหรัฐอเมริกา ใช้ทดแทนการใช้น้ำตาลทราย 50% และในปี 1984 ทั้งสองบริษัทใช้น้ำหวาน HFCS ชนิด 55% ฟรักโทสแทนน้ำตาลทรายทั้งหมด (Schenck และ Hebada} 1992) เทคโนโลยีการแยกโดยโครมาโตกราฟฟิกได้ทำการผลิตน้ำตาลฟรักโทสบริสุทธิ์หรือในรูปผงทำได้ง่ายขึ้น การพัฒนาน้ำเชื่อมจากแป้งถือได้ว่ามาถึงจุดสูงสุดของการวิวัฒนาการ

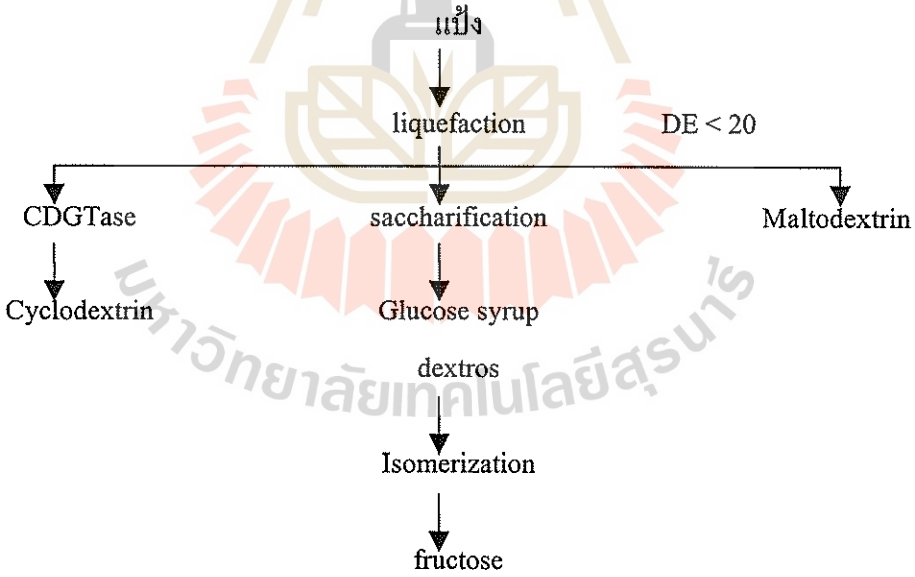
ผลิตภัณฑ์ต่อเนื่องจากกลูโคสและฟรักโทสที่รู้จักกันดี คือ ซอร์บิทอล (sorbitol) ซึ่งได้จากการเติมไฮโดรเจน (hydrogenation) ให้กับกลูโคสหรือฟรักโทส โดยใช้ตัวเร่ง สภาพความเป็นกรด-ด่าง และความดันที่แตกต่างกัน กลูโคสและฟรักโทสสามารถถูกเปลี่ยนเป็นกรดกลูโคนิก (gluconic acid) ซอร์บิทอล (sorbitol) และแมนนิทอล (mannitol) (Kieboom และ Bekkum, 1985) AVEBE-Netherland เป็นผู้ผลิตกลูโคนิก และประเทศจีนเป็นผู้ผลิตแมนนิทอลรายใหญ่ของโลก การผลิตกลูโคส ฟรักโทส หรือผลิตภัณฑ์ต่อเนื่องอื่นๆ เมื่อผลิตถึงระดับตกเป็นผลึก น้ำที่แยกออกระหว่างการเหวี่ยงแยกผลึก เช่น hydrol ซึ่งมีปริมาณน้ำตาลกลูโคสหรือฟรักโทสปะปนอยู่สูง ได้นำไปใช้เป็นวัตถุ

ดิบอุตสาหกรรมต่อเนื่อง เช่น การผลิตคาราเมล เฟอร์ฟิวรัล (furfural) นอกจากนี้ยังมีการใช้กลูโคสในรูปน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยวในการหมัก หรือแปรรูปโดยเทคโนโลยีชีวภาพ

สำหรับประเทศไทยมีการผลิตผลิตภัณฑ์จากการย่อยแป้งมานาน เช่น ข้าวหมาก หรือเหล้าโรง ซึ่งใช้เอนไซม์จากเชื้อราในลูกแป้งเป็นตัวย่อยแป้งในข้าวเหนียว ในระดับพื้นบ้านมีการผลิตแบะแซโดยใช้เอนไซม์จากต้นกล้าข้าวสาลี ซึ่งถือได้ว่าเป็นเอนไซม์อะมิเลส มาย่อยปลายข้าวเหนียว ในระดับอุตสาหกรรมน้ำเชื่อม กลูโคสถือได้ว่าเริ่มเกิดขึ้นเมื่อปี พ.ศ. 2492 โดยบริษัท ประเสริฐชัย จำกัด ปัจจุบันมีการย่อแป้งเพื่อเป็นน้ำตาลกลูโคสและฟรักโทสทั่วประเทศมากกว่า 200,000 ตันต่อปี โดยประมาณ 100,000 ตัน ใช้เป็นวัตถุดิบของอุตสาหกรรมผงชูรสและแอล-ไลซีน (L-lysine) TDRI (1992) ประมาณความต้องการทั้งหมดของอุตสาหกรรมย่อยแป้งในปี พ.ศ. 2544 ว่าจะเพิ่มขึ้นถึงเกือบ 300,000 ตัน การผลิตผลิตภัณฑ์ต่อเนื่องมีเฉพาะซอร์บิทอล ส่วนกรดกลูโคนิกและแมนนิทอลไม่มีรายงาน การย่อยแป้งเป็นน้ำตาลกลูโคสที่ใช้แป้งมากที่สุดในประเทศไทยใช้สำหรับการหมักต่อเนื่อง เช่น การผลิตผงชูรส และ แอล-ไลซีน ของบริษัท อายิโนะโมะโต๊ะ จำกัด

1. การแบ่งกลุ่มเอนไซม์ตามลักษณะการใช้งาน

เมื่อแบ่งกลุ่มเอนไซม์ตามลักษณะการใช้งานสามารถแบ่งได้เป็น 5 กลุ่มดังภาพที่1



ภาพที่ 1 การแบ่งกลุ่มเอนไซม์ตามลักษณะการใช้งาน

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

1.1 กลุ่มเอนไซม์เพื่อการย่อยครั้งแรก

ในการย่อยแป้งเพื่อจะผลิตผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการย่อยแป้งซึ่งหมายถึงกลูโคสนั้น จะต้องมีขั้นตอนที่ทำให้น้ำแป้งสุกแล้วเป็นของเหลวที่มีความหนืดต่ำก่อนที่จะนำไปทำผลผลิตต่อไป ดังนั้น เอนไซม์ที่เหมาะสมสำหรับการทำให้น้ำแป้งเป็นของเหลวที่มีความหนืดน้อย (liquefaction) ถือว่าเป็นการย่อยครั้งแรกของกระบวนการย่อยสลายแป้ง เอนไซม์ควรเป็นประเภท endo-enzyme คือทำงานหรือกิจกรรมภายในโมเลกุลของแป้ง เพื่อที่จะทำให้แป้งย่อยออกมาเป็นโมเลกุลขนาดย่อม ๆ หรือเล็ก ๆ เท่า ๆ กันในเวลาอันสั้น (สั้นกว่า exoenzyme) เป็นของเหลวที่ค่อนข้างสมบูรณ์และมีความหนืดต่ำ มีค่า DE (dextose equivalent) ต่ำกว่า 20 โอกาศที่แป้งจะจับตัวกันเป็นไปได้ต่ำ เอนไซม์กลุ่มนี้คือ แอลฟา-อมิเลส ที่ผลิตจากจุลินทรีย์ดังต่อไปนี้

1. ***Bacillus amyloliquefaciens*** หรือเรียกอีกชื่อหนึ่งว่า *Bacillus subtilis* (*Bacillus subtilis var. amyloliquefaciens*)

เอนไซม์กลุ่มนี้มีความคงทนที่อุณหภูมิ 70 ˚C ความสามารถหรือกิจกรรมลดลงเมื่ออุณหภูมิสูงกว่า 90 ˚C ต้องการแคลเซียมเป็นตัวร่วมกิจกรรม pH ที่เหมาะสม คือ 6.0-6.5 เอนไซม์กลุ่มนี้ปกติในการผลิตจะให้ทำงานในระดับ 90 ˚C เป็นเวลามากกว่า 1 ชั่วโมง (ขึ้นกับความเข้มข้นของเอนไซม์) เมื่อกิจกรรมการย่อยสลายเสร็จสิ้น ความสามารถก็หมดพร้อม ๆ กัน ไม่ต้องใช้ความร้อนทำลายเพื่อหยุดปฏิกิริยา

2. *Bacillus licheniformis*

เอนไซม์กลุ่มนี้ทนความร้อนได้ดี เหมาะสมกับการทำงานที่อุณหภูมิสูง ต้องการแคลเซียมเป็นตัวร่วมกิจกรรม ในขณะที่ทำงานอุณหภูมิ 107 ˚C น้ำแป้ง 30 % pH 6 และความเข้มข้นของแคลเซียม 230 ppm นั้น เอนไซม์มีค่าครึ่งชีวิตเท่ากับ 21 นาที (หมายความว่า ณ การทำงานปัจจุบันข้างต้นนี้ กิจกรรมของเอนไซม์จะลดลง 50 % ทุกๆ 21 นาที) ปกติการทำงานที่อุณหภูมิสูงจะทำให้น้ำแป้งที่ย่อยแล้วเปลี่ยนสีไปบ้าง การหยุดปฏิกิริยาของเอนไซม์ ทำได้โดยใช้ความร้อนสูง 120-140 ˚C

3. *Bacillus sterothermopilus*

เป็นเอนไซม์ที่ทนต่อความร้อนได้ดีที่สุด ในสภาวะ 107 ˚C น้ำแป้ง 30 % pH 6 และความเข้มข้นของแคลเซียม 230 ppm เอนไซม์มีครึ่งชีวิตเท่ากับ 53 นาที น้ำแป้งที่ย่อยแล้ว (ในอุณหภูมิสูง) จะมีสีคล้ำและต้องหยุดปฏิกิริยาของเอนไซม์โดยความร้อนสูงก่อนเริ่มกระบวนการผลิตอื่น ๆ ต่อไป

1.2 กลุ่มเอนไซม์เพื่อการ saccharification

saccharification หมายถึงระดับการย่อยแป้งที่มากขึ้น ได้ปริมาณน้ำตาลกลูโคสสูงขึ้น (DE สูงขึ้น) น้ำแป้งเกิดรสหวานเป็นน้ำเชื่อม ปกติจะพบการใช้เอนไซม์อยู่ 2 กลุ่มคือ

(ก) การย่อยเพื่อให้ได้น้ำเชื่อมชนิด 38-42 DE

น้ำเชื่อมกลูโคสขนาด 38-42 DE มีความเหนียว ความหวานพอดี เหมาะสำหรับอุตสาหกรรมอาหาร โดยทั่วไปใช้ endo-enzyme เพื่อให้แป้งถูกย่อยจากภายในโมเลกุล มีน้ำหนักโมเลกุลที่เหลืออยู่ต่ำพอที่จะไม่เกิดการรีโทรเกรเดชัน และเกิดน้ำตาลชนิดต่างๆ (กลูโคส มอลโตส ฯลฯ) ที่สร้างความหวานขึ้น เอนไซม์ที่เหมาะสมกับการผลิตน้ำเชื่อมนี้คือ แอลฟา-อะมิเลส ที่สกัดจากเชื้อรา Aspergillus หรือ Rhizopus เอนไซม์แอลฟา-อะมิเลสจากเชื้อราจะมีคุณสมบัติที่คล้ายๆ กันคือ อุณหภูมิที่เหมาะสมประมาณ 50-60 °C ความเข้มข้นของน้ำแป้งที่เหมาะสมเท่ากับ 30 % ค่า pH อยู่ที่ 3-8 (ปกติใช้ที่ 4-5) และต้องใช้ความร้อนในการหยุดกิจกรรมเอนไซม์

(ข) การย่อยเพื่อให้ได้เอนไซม์สูง (DEมากกว่า 95)

ในการผลิตน้ำตาลเพื่อที่จะทำเป็นวัตถุดิบของการผลิตผลิตภัณฑ์ต่อเนื่องไป เช่น น้ำตาลฟรักโทส ซอร์บิทอล หรือทำกลูโคสผง (เดกซ์โทรส) ชนิดต่างๆ จำเป็นต้องใช้น้ำเชื่อมขนาดที่มีความบริสุทธิ์สูง หมายถึงมีจำนวนน้ำตาลกลูโคสต่อของแข็งทั้งหมดสูง หรือ DE สูงกว่า 95 การย่อยจำเป็นต้องใช้เอนไซม์ ประเภท exo-enzyme ที่ย่อยจากข้างนอกเข้ามา และสามารถย่อยพันธะ α -1,4 และ α 1,6 ซึ่งเอนไซม์ดังกล่าว คือ กลูโคอะมิเลส หรือ อะมิโลกลูโคสิเดส ที่ได้จากเชื้อราAspergillus หรือ Rhizopus ลักษณะของเอนไซม์กลุ่มนี้คือ มีความสามารถทำงานได้ดีที่อุณหภูมิต่ำกว่า 60 °C (เหมาะสม 55 °C) ค่า pH ประมาณ 4-6 (4.5) ความเข้มข้นของน้ำแป้งประมาณ 30-35% ไม่ต้องการแคลเซียมเพื่อร่วมทำกิจกรรม จำเป็นต้องใช้ความร้อนเพื่อหยุดกิจกรรมก่อนที่จะดำเนินกระบวนการผลิตต่อไป บางกรณีมี การใช้เอนไซม์ที่ตัดพันธะ 1,6 เช่นพูลูลาเนสร่วมกับเอนไซม์ กลูโคอะมิเลส จะทำให้ความเร็วของกิจกรรมเพิ่มขึ้น

1.3 กลุ่มที่ใช้ให้ผลิตภัณฑ์พิเศษ

ในกรณีที่ต้องการให้ผลิตภัณฑ์ที่ย่อยได้มีจำนวนน้ำตาลมอลโตสอยู่จำนวนสูงจำเป็นที่ต้องใช้ β-amylaseโดยต้องใช้ควบคู่กันกับ α-amylase เนื่องจาก β-amylase เป็น exo-enzyme เมื่อย่อยถึงพันธะ α-1,6 แล้วจะไม่ย่อยต่อ ถ้าสามารถย่อยได้หมดก็จะได้ค่า DE สูงสุดเพียง 50 เท่านั้น ฉะนั้นเพื่อช่วยในเรื่องของเวลาและการจัดการเกี่ยวกับระบบการผลิต จึงต้องใช้เอนไซม์ β-amylase ควบคู่กันไปกับ α-amylase ลักษณะของ β-amylase โดยทั่วๆไปคือ มีอุณหภูมิที่เหมาะสมต่ำ (ต่ำกว่า 55 °C) pH ประมาณ 5.0 ต้องใช้ความร้อนในการหยุดกิจกรรม

1.4 กลุ่มที่ใช้ในการผลิตน้ำตาลฟรักโทส

van tilburg (1985) สรุปวิวัฒนาการของเอนไซม์กลุ่มนี้ไว้ ดังนี้

1. ระยะที่ 1 เมื่อ Marshall และ Kooi ในปี 1957 พบว่าเอนไซม์ xylose isomerase จากกลุ่ม Pseudomonas สามารถทำกิจกรรมกับน้ำตาลกลูโคส สามารถผลิตน้ำตาลฟรักโทสได้ แต่ในการเลือกใช้จำเป็นต้องมีน้ำตาลไซโลส (xylose) เป็นแหล่งคาร์บอน

2. ระยะที่ 2 เมื่อ Natahe และ Yoshimura พบ xylose isomerase ในปี 1963 ที่ผลิตโดยกลุ่ม Arobacter โดยไม่ต้องใช้ xylose เป็นตัวกระตุ้น แต่ยังจำเป็นต้องใช้ arsenate ในปฏิกิริยา isomerization

3. ระยะที่ 3 เมื่อ Yamanaka พบ glucose isomerase จากกลุ่ม Lactobacillus ในปี 1963 ที่ไม่ต้องใช้ xylose ไม่ต้องใช้ arsenate แต่จำเป็นต้องใช้แมงกานีส (Mn) และ โคบอลต์ (Co) เป็นตัวช่วยปฏิกิริยา

4. ระยะที่ 4 เป็นระยะสุดท้ายที่พบกลุ่ม Streptomyces สามารถผลิต glucose isomerase ที่ทำกิจกรรมได้เร็ว ทนอุณหภูมิสูง มีความต้องการแมกนีเซียม (Mg) และ โคบอลต์ (Co) มีการพัฒนาระบบการทำงานของ pH จากที่เคยอยู่ในช่วงของเบส (pH 9.0-9.5) มาอยู่ระดับ 6.0-8.5 อุณหภูมิตั้งแต่ 50-90 °C ปัจจุบันมีผู้ผลิตรายใหญ่ๆ เช่น NOVO และ Gist-brocades ซึ่งการจำหน่ายและการใช้จะเป็นในรูปของเอนไซม์ที่ถูกตรึง (immobilized enzyme)

งานวิจัยในปัจจุบันส่วนใหญ่จะไม่ใช้ Co เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเนื่องจากมีความเป็นพิษจะใช้ Mg อย่างเดียว

1.5 กลุ่ม transferase

ในกลุ่มนี้มี cyclodextrin glycosyltransferase (CDGTase) เท่านั้นที่นำมาใช้ในอุตสาหกรรม ซึ่งมีความสามารถในการจับตัดต่อให้น้ำตาลกลูโคส 6, 7 และ 8 หน่วย จับกันเป็นวงกลม (α, β และ γ cycodextin)

2 Dextose Equivalent

2.1 ความหมาย

คำว่า DE ย่อมาจาก Dextrose Equivalent หมายถึง ร้อยละโดยน้ำหนักของน้ำตาลกลูโคสที่มีอยู่ในตัวอย่าง เมื่อใช้วิธีตรวจวัดโดยวิธีรีดักชัน(Reduction) ในการบัญญัติศัพท์ภาษาไทย กำหนดให้เรียก DE ว่าสมมูลเดกซ์โทรส (มอก. 268-2521) ในอุตสาหกรรมน้ำเชื่อมกลูโคสนิยมใช้วิธีรีดักชันเป็นตัวตรวจวัดความสามารถในการย่อย เนื่องจากน้ำตาลกลูโคสมีความสามารถในการทำปฏิกิริยารีดักชันได้ที่คาร์บอนตัวที่ 1 ซึ่งเป็นหมู่แอลดีไฮด์ ในทางเคมีเรียกน้ำตาลพวกนี้ว่า น้ำตาลรีดิวซิง และ

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

สารที่เปลี่ยนแปลงอย่างเห็นได้ชัดที่สุดคือ สารละลายเกลือ copper (Cu) โดยเฉพาะเกลือ $CuSO_4$ ซึ่งจะเปลี่ยนสีจากสีน้ำเงิน (Cu^{++}) เป็นสีแดง (Cu^{+}) เมื่อถูกน้ำตาลกลูโคสรีดิวซ์ (การที่ประจุ Cu^{++} (สองบวก) กลายเป็น Cu^{+} (หนึ่งบวก) คือ การถูกลดประจุหรือการถูกรีดิวซ์ตามกระบวนการรีดักชันหรือเกิดกิจกรรมรีดักชัน)

2.2 ข้อกำหนด DE

สามารถกำหนดความหมายที่สำคัญๆ ของ DE หรือข้อกำหนดเกี่ยวกับ DE ได้ดังนี้

- DE ถึงแม้ว่าจะหมายความว่า dextrose equivalent แต่ก็เป็นเพียง equivalent เท่านั้น เช่น น้ำเชื่อมวัดค่า DE ได้ 50 อาจจะไม่มีน้ำตาล dextrose (หรือกลูโคส) อยู่ในน้ำเชื่อมเลย
- น้ำเชื่อมที่มี DE เท่ากันไม่สามารถกล่าวได้ว่าจะมีลักษณะทางฟิสิกส์และเคมีเหมือนกันเพียงแต่มีกิจกรรมของการรีดักชันอยู่เท่ากันเท่านั้น คุณสมบัติทางฟิสิกส์ เช่น ความหนืด ไม่จำเป็นต้องเท่ากันขึ้นอยู่กับลักษณะทางเคมีว่าส่วนที่ถูกย่อยนั้นเป็นผลิตภัณฑ์เช่นไร
- แป้งปกติมีหน่วยของน้ำตาลกลูโคสเกาะกันอยู่เป็นสายยาว กล่าวคือ 200-2,000 หน่วยสำหรับอะมิโลส หรือ 10,000 หน่วยขึ้นไปสำหรับอะมิโลเพกทิน จึงจะมีหน่วยหรือโมเลกุลที่แสดงกิจกรรมได้ 1 หน่วย ดังนั้นเมื่อนำแป้งขนาด 100 หน่วยของกลูโคสมาวิเคราะห์หาค่า จึงอาจกล่าวได้ว่า DE มีค่าเป็นศูนย์ ทั้งนี้หมายความว่าโอกาสที่จะหาหน่วยที่มีกิจกรรมรีดักชันพบมีน้อยมาก
- ถ้านำแป้งย่อยโดยเอนไซม์ที่ดีที่สุด ปรับปัจจัยต่างๆ ให้ดีที่สุด แป้งถูกย่อยเป็นน้ำตาลกลูโคสได้หมด เราจะตรวจ DE ได้ 100 (ในทางปฏิบัติถือว่าได้สูงกว่า 96 ก็เพียงพอ ทั้งนี้เนื่องจากมีปฏิกิริยาต่อเนื่อง)
- ถ้านำแป้งย่อยโดยเอนไซม์ที่ดีที่สุด ปรับปัจจัยต่างๆ ให้ดีที่สุด แต่เอนไซม์นั้นเป็นเอนไซม์ประเภทที่ย่อยแป้งเป็นน้ำตาลโมเลกุลคู่ เช่น β-amylase จะตรวจวัด DEได้สูงใกล้เคียง 50

2.3 การตรวจวัด DE

สำหรับการตรวจหาค่า DE สามารถอ้างถึงมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมน้ำเชื่อมกลูโคส มอก. 268-2521 ได้ โดยนำตัวอย่างน้ำเชื่อมกลูโคสมาตรวจวัดปริมาณของแข็งทั้งหมดก่อนเพราะตัวอย่างเป็นของเหลว จากนั้นก็นำตัวอย่างไปตรวจหาจำนวนหน่วยที่มีกิจกรรมรีดักชัน แล้วคำนวณน้ำหนักโดยใช้น้ำหนักโมเลกุลของน้ำตาลกลูโคสได้น้ำหนักเท่าไร จึงมาเปรียบเทียบเป็นร้อยละกับน้ำหนักแห้ง (ซึ่งก็คือปริมาณของแข็งทั้งหมดของตัวอย่าง) จะได้คำตอบคือค่า DE แต่ในทางปฏิบัติหรือการควบคุมคุณภาพระหว่างการผลิตนั้น อาจใช้รีแฟรกโตมิเตอร์ (refractometer)เป็นตัววัดหาร้อยละของแข็งทั้งหมดได้

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ปัจจุบันการย่อยสลายให้ได้ DE สูงๆ มีน้ำตาล DP ต่างๆ สามารถใช้ High Performance Liquid Chromatography (HPLC) ในการคำนวณค่า DE ได้ (Delheye และ Moreels, 1988) คุณสมบัติและการนำน้ำเชื่อมกลูโคสที่มีขนาดหรือระดับของ DE แตกต่างกัน มีสรุปไว้ในตารางที่ 1

ตารางที่ 1 คุณสมบัติที่ใช้ในอุตสาหกรรมของน้ำเชื่อมกลูโคส

คุณสมบัติ	DE	
	ต่ำ	สูง
ลักษณะการจับตัว (body)	←	
Thickening agents	←	
การให้สีน้ำตาล		→
คุณสมบัติเป็นตัวจับ (binding)	←	
ความคงตัวของสีที่ผสม		→
Doctoring agent*	←	
Stability และ emulsion	←	
คุณสมบัติที่ใช้ในการหมัก		→
รส**		→
กลิ่น**		→
ความคงตัวของฟอง	←	
จุดเยือกแข็ง		→
การดูดความชื้น		→
ความดันไอ	←	
คุณค่าทางสารอาหาร	←	
แรงดัน osmotic		→
คุณสมบัติในการถนอมอาหาร		→
การป้องกันการตกผลึกน้ำแข็ง	←	
ความมัน (glance)	←	
ความหวาน		→
ความหนืด	←	

(ที่มา : กล้าณรงค์, 2541)

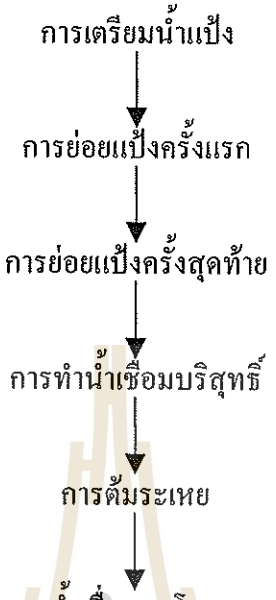
หมายเหตุ : * ตัวป้องกันการตกผลึกของน้ำตาลกลูโคสใน Confectionary

**รส, กลิ่น หมายถึง ความคงตัวของรสกลิ่นที่แต่งเติม

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

3. การผลิตน้ำเชื่อมกลูโคส

กระบวนการผลิตน้ำเชื่อมกลูโคสนั้นสามารถแบ่งออกเป็นขั้นตอนได้ดังภาพที่ 2

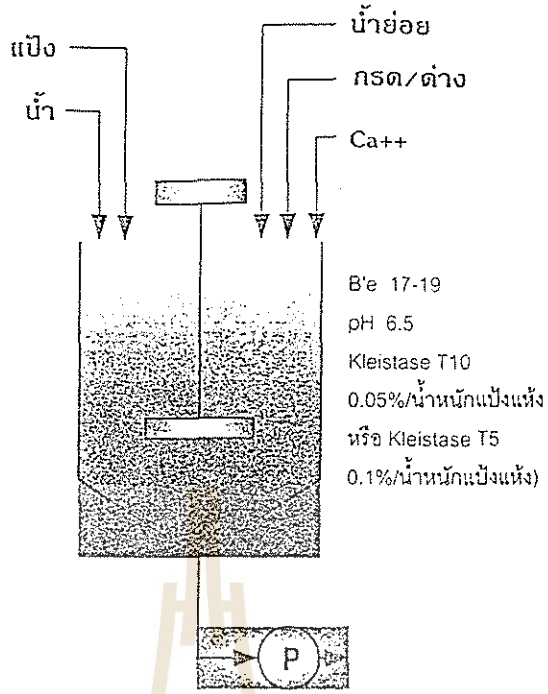


ภาพที่ 2 กระบวนการผลิตน้ำเชื่อมกลูโคส

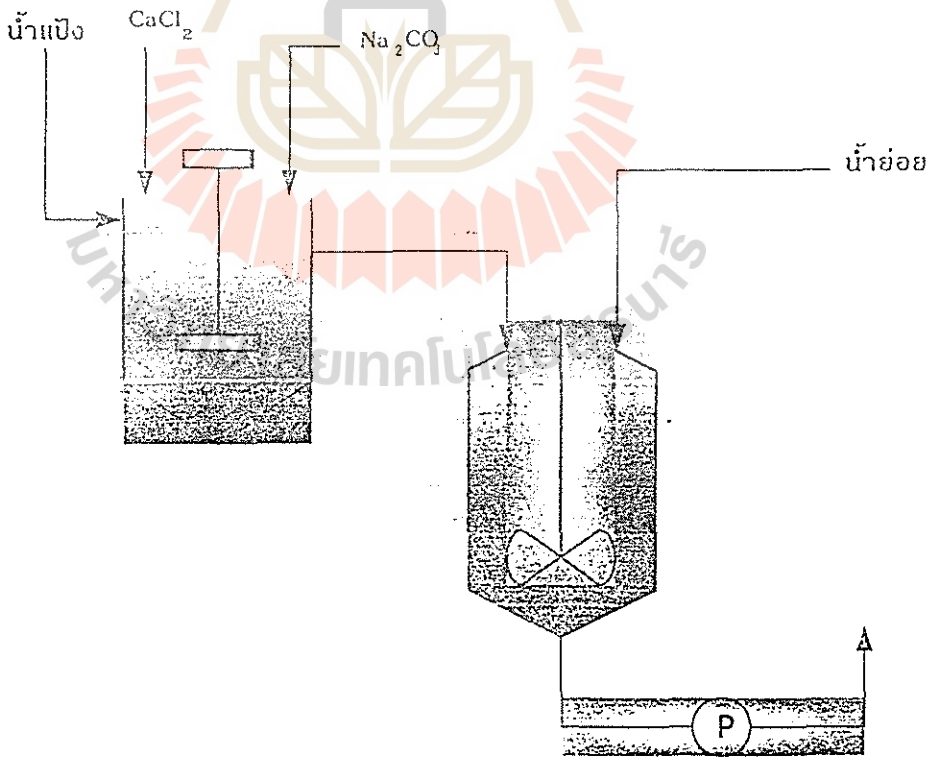
3.1 การเตรียมน้ำแป้ง

การเตรียมน้ำแป้งเป็นตัวกำหนดผลิตภัณฑ์ที่ได้และกำลังการผลิต ถ้าเตรียมน้ำแป้งที่มีความเข้มข้นของแป้งสูง จะได้ผลผลิตสูง ใช้พลังงานในการต้มระเหยน้ำน้อย การผสมแป้งกับน้ำมีข้อกำหนดเนื่องจากความยืดหยุ่นของแป้งเมื่อถูกความร้อนถึงอุณหภูมิของการ"สุก"(gelatinization) ฉะนั้นถ้าต้องการให้มีเนื้อแป้งในน้ำแป้งมากๆ ต้องทำการย่อยแป้งขณะที่แป้งกำลังจะสุก เพื่อที่จะได้น้ำแป้งที่มีความหนืดต่ำ โดยทั่วไปจะเตรียมน้ำแป้งประมาณ 35-40% โดยน้ำหนัก ในกรณีที่ใช้น้ำแป้งโดยตรงหรือผสมแป้งโดยประมาณ อาจใช้ Buame' Hydrometer วัดความเข้มข้นของน้ำแป้ง ซึ่งจะเทียบเท่ากับน้ำแป้งที่มีความเข้มข้นประมาณ 17-19 Be' ลักษณะของค่า Be' ที่มีสัดส่วนเปรียบเทียบกับจำนวนแป้งต่อน้ำแป้ง

การปรับ pH ของน้ำแป้งให้ได้ช่วงที่เหมาะสมสำหรับเอนไซม์ (ในกรณีที่ใช้กรดเป็นตัวย่อยครั้งแรกต้องปรับ pH เป็นกรณีพิเศษโดยไม่ใช้เอนไซม์) ควรใช้กรดไฮโดรคลอริก และ Na_2CO_3 เป็นตัวปรับความเป็นกรด-ด่าง เพื่อช่วยในการย่อยครั้งต่อไป ในกรณีที่ต้องใช้เอนไซม์ ต้องให้น้ำแป้งมีแคลเซียม (Ca) เนื่องจาก Ca^{++} เป็น Co-enzyme ที่ช่วยในการดำเนินกิจกรรมของการย่อย ปริมาณของ Ca^{++} ขึ้นอยู่กับชนิดของเอนไซม์ที่ใช้ ปกติจะใช้ Ca^{++} ปริมาณ 100-300 ppm ซึ่งในบางครั้งน้ำที่ใช้ในโรงงานมีปริมาณ Ca^{++} (ในรูปของความเป็นด่างต่างๆ) มากเพียงพอ ลักษณะการเตรียมน้ำแป้งแสดงได้ดังภาพที่ 3 และ4



ภาพที่ 3 ลักษณะการเตรียมน้ำแป้งเพื่อจะย่อย (ตัวอย่างในการใช้ Kleistase T10 และ T5 ทำการย่อยครั้งแรก)



ภาพที่ 4 ลักษณะการเตรียมน้ำแป้งโดยมีถังผสมและถังพัก

3.2 การย่อยแป้งครั้งแรก

การย่อยครั้งแรกของน้ำแป้งเพื่อลดความหนืดของน้ำแป้งเริ่มต้น เมื่อใช้กรดในการย่อยครั้งแรกเรียกว่า "thinning" หรือ "dextrination" การย่อยครั้งแรกเป็นการทำให้น้ำแป้งที่สุกแล้วมีความหนืดน้อย และแป้งบางส่วนถูกย่อย ทำให้น้ำแป้งมีโมเลกุลเล็กลง ถ้าเป็นการย่อยด้วยเอนไซม์แล้วเอนไซม์ต้องเป็นกลุ่มพวก endo-enzyme เพื่อทำหน้าที่ตัดหรือย่อยพันธะของน้ำตาลกลูโคสที่จับตัวกันเป็นแป้งแบบภายใน จนได้แป้งที่มีโมเลกุลเล็กลง เป็นกลุ่มๆ ที่เท่าๆ กันถ้าวัดค่า DE จะได้ประมาณ 5-20 ในทางปฏิบัติควรรักษาไว้ที่ 10-15 เพื่อป้องกันการเกิดการรวมตัวกันหรือจับตัวกันใหม่ของแป้งที่มีโมเลกุลใหญ่ๆ และเกิดตะกอนแขวนลอยที่กรองยาก ลักษณะการเกิดตะกอนเช่นนี้เรียกว่า การเกิดรีโทเกรเดชัน

(ก) การย่อยครั้งแรกด้วยกรด

แม้ว่าตอนเริ่มต้นการพัฒนาอุตสาหกรรมนั้น การย่อยแป้งเป็นน้ำตาลน้ำเชื่อมกลูโคสใช้กรดเป็นตัวย่อย ปัจจุบันนี้หลังจากวิวัฒนาการของเอนไซม์ได้เข้ามาสู่การผลิตมากขึ้น การใช้กรดก็ลดลงไป เนื่องจากการทำงานกับกรดต้องระมัดระวังและใช้วัสดุอุปกรณ์เป็นพิเศษ แต่อย่างไรก็ตามยังมีโรงงานที่ผลิตน้ำเชื่อมกลูโคส โดยใช้กรดเป็นตัวย่อยล้วนๆ (acid-process) หรือการย่อยครั้งแรกและใช้เอนไซม์ย่อยครั้งสุดท้าย (acid-enzyme process) สำหรับการใช้กรดเป็นตัวย่อยนิยมใช้กรดไฮโดรคลอริก (HCl) มากกว่ากรดซัลฟูริก ทั้งนี้เนื่องจากในกรณีที่น้ำมี Ca^{++} อยู่ เกลือยิปซัม ($CaSO_4$) จะตกตะกอนและจะเป็นตะกอนไปจนถึงผลิตภัณฑ์ ค่า pH จะปรับไว้ประมาณ 1.8 จากนั้นก็จะให้ความร้อนสูงประมาณ 130-140 °C จากการให้ไอน้ำโดยตรง (หรือทางอ้อม) ความดันจะอยู่ประมาณ 5 bar ปกติจะปฏิบัติในท่อปฏิกิริยา (pipe-reaction หรือ jet cooker) ซึ่งใช้เวลาประมาณ 10 นาที ค่า DE จะได้ประมาณ 15-20 หลังจากปฏิกิริยาสิ้นสุดแล้ว น้ำแป้งที่ถูกย่อยจะปล่อยออกที่ถังความดันบรรยากาศ (flash tank) แล้วจะถูกปรับ pH เป็น 4.5-5.0 โดย Na_2CO_3 เมื่อ pH ถูกปรับได้ในช่วงนี้เกลือ Na_2CO_3 จะทำให้เกิด CO_2 ขึ้นบางส่วน บางส่วนตกตะกอนลงมาและทำให้โปรตีนและไขมันตกตะกอนลงมาด้วย สำหรับการย่อยครั้งแรกด้วยกรดต้องปรับเวลาให้เหมาะสม โดยให้ค่า DE ของน้ำแป้งหลังจากย่อยแล้วอยู่ไม่น้อยกว่า 18 เพื่อป้องกันการคืนตัว

(ข) **การย่อยครั้งแรกด้วยเอนไซม์**

สำหรับการออกแบบการย่อยนั้น ทำได้ทั้งแบบถังเดี่ยวหรือแบบต่อเนื่อง หลักเกณฑ์ในการย่อยโดยเอนไซม์ เมื่อเตรียมน้ำแป้งได้ความเข้มข้นพอดี คำนวณเอนไซม์และเติมถูกต้อง เติม Ca^{++} (ในรูป $CaCl_2$) และปรับ pH ให้ถูกต้องแล้ว การให้ความร้อนส่วนใหญ่ใช้ในรูปของไอน้ำอัดเข้าไปในท่อส่งของน้ำแป้งโดยตรง อุณหภูมิประมาณ 100-105 °C ช่วงนี้ถือว่าสำคัญมาก เพราะเป็นการทำลายหรือลดเชื้อจุลินทรีย์ที่ปนเปื้อนอยู่กับน้ำแป้ง เอนไซม์ที่ใช้ในช่วงนี้สามารถทนอุณหภูมิสูงและ

ทำการย่อยสลายแป้งในขณะที่อุณหภูมิเพิ่มขึ้นได้ หลังจากที่ลดความดันลงไปเท่ากับบรรยากาศ (flash) น้ำแป้งจะถูกส่งลงไปในถังย่อย ซึ่งอาจจะเป็นถังเดี่ยว (bath) หรือต่อเนื่อง ในการให้ความร้อนเพื่อหยุดกิจกรรมเอนไซม์หลังจากการย่อยครั้งแรกขึ้นกับชนิดของเอนไซม์ที่ใช้ เพราะในบางกรณีหลังจากปฏิกิริยาเสร็จสิ้น ความสามารถของเอนไซม์ก็หมดลง (เช่น เอนไซม์ของ *Bacillus subtilis*) จึงไม่ต้องให้ความร้อนเพื่อหยุดกิจกรรมของเอนไซม์อีก

น้ำแป้งที่ย่อยแล้วในช่วงนี้ ควรมีค่า DE อยู่ที่ 10-15 หรือต่ำกว่า 20 เรียกผลิตภัณฑ์นี้ว่า "MALTODEXTRIN" ซึ่งถ้าต้องการผลิตเป็น MALTODEXTRIN ก็เพียงนำแป้งที่ย่อยระดับนี้แล้วไปผ่านการทำบริสุทธิ์ คือการกรองด้วยผงถ่านจนใส และนำไประเหยน้ำโดยเครื่องระเหย ให้ได้ความเข้มข้นจากเดิม 35-40% แล้วนำมาพ่นเป็นผงในเครื่องพ่นผง (spray dryer) จะได้ผลิตภัณฑ์ MALTODEXTRIN

3.3 การย่อยน้ำแป้งครั้งสุดท้าย (saccharification)

น้ำแป้งหลังจากย่อยครั้งแรกแล้ว จะเป็นน้ำค่อนข้างใส (สีคล้ำมากน้อยขึ้นอยู่กับความร้อนที่ใช้ควบคู่กับการใช้เอนไซม์) ไม่มีความหนืด มีลักษณะคล้ายน้ำ ในการย่อยครั้งสุดท้ายจะต้องระมัดระวังมาก เพราะจะเป็นการย่อยเพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่ต้องการ และเป็นการย่อยที่ใช้เวลานานมากคือตั้งแต่ 8 ชั่วโมงถึง 72 ชั่วโมง แล้วแต่ผลิตภัณฑ์ที่ต้องการ

(ก) **การผลิตน้ำเชื่อมชนิด 38-42 DE**

การผลิตน้ำเชื่อมกลูโคสชนิด 38-42 DE หรือต่ำกว่า 42 DE ถือว่าเป็นผลิตภัณฑ์ที่เหมาะสมที่สุดในอุตสาหกรรมอาหาร เช่น ขนมหวาน ลูกกวาดและยา ลักษณะของผลิตภัณฑ์ต้องเหนียวใสและมีความหวานเล็กน้อย ไม่เกิดการคืนตัว เอนไซม์ที่นิยมใช้ส่วนใหญ่คือเอนไซม์แอลฟา-อะมิเลสจากเชื้อรามากกว่าการใช้เอนไซม์กลูโคอะมิเลส ซึ่งสามารถใช้กลูโคอะมิเลสได้แต่ต้องมีการควบคุมที่ดี เนื่องจากกลูโคอะมิเลสเป็นเอนไซม์ย่อยภายนอกทำงานได้ช้ากว่าในตอนเริ่มต้น แต่เมื่อแป้งถูกย่อยเป็นโมเลกุลเล็กลง ความเร็วของการย่อยจะยิ่งเร็วขึ้นและสามารถย่อยแป้งได้ค่า DE สูงมาก ปกติจึงใช้แอลฟา-อะมิเลส อาจใช้เบต้า-อะมิเลส ผสมไปด้วยเนื่องจากแอลฟา-อะมิเลส มีอุณหภูมิที่เหมาะสมอยู่ที่ 55-60 °C pH 4.5-5.0

(ข) **การผลิตน้ำเชื่อมชนิดค่า DE สูง**

สำหรับการผลิตกลูโคส DE > 95 เพื่อเป็นวัตถุดิบในการผลิตน้ำตาลฟรักโทส หรือซอร์บิทอลหรือเดกซ์โทรสนั้น ต้องใช้เอนไซม์กลูโคอะมิเลสเท่านั้น ซึ่งเอนไซม์นี้ทำงานช้า ใช้เวลาในการย่อยอย่างสมบูรณ์ระหว่าง 60-72 ชั่วโมง ที่ 60°C ต้องควบคุมไม่ให้เกิดการปนเปื้อนของเชื้อในระหว่างการย่อย เมื่อย่อยเสร็จแล้วบางครั้งไม่ต้องใช้ความร้อนทำลายเอนไซม์ เนื่องจากกิจกรรมของ

เอนไซม์สิ้นสุดพอดี แต่การใช้ความร้อนเพื่อหยุดกิจกรรมเอนไซม์นั้นเหมาะสม เพื่อทำให้มั่นใจว่ากิจกรรมหยุดและเป็นการทำลายเชื้อ (pasteurization) ครั้งที่สอง

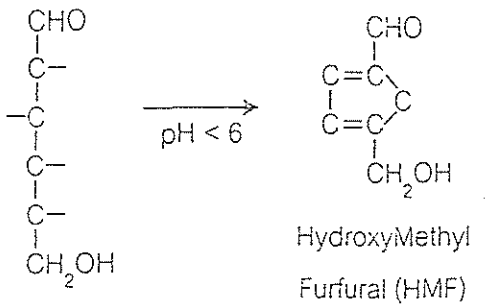
3.4 การทำบริสุทธิ์

การทำบริสุทธิ์หรือ refining นั้นสะดวกสำหรับแป้งมันสำปะหลัง เพราะมีสารประกอบ เช่น โปรตีน ไขมัน ฯลฯ น้อยมาก สามารถกรองโดยใช้สารช่วยกรองและผงถ่านพร้อมกันได้ ปกติสามารถใช้เครื่องกรองเช่น filter press, filter หรือ vacuum drum filter ได้ (หรือจะใช้ร่วมกันหลาย ๆ ชนิดก็ได้) หลังจากกรองแล้วควรจะได้สารละลายใส ซึ่งขั้นตอนต่อไปคือการจับประจุด้วยการผ่าน ion exchange resin แต่ต้องควบคุมอุณหภูมิให้ถูกต้องก่อนปฏิบัติการและตรวจ pH ของผลิตภัณฑ์ที่ผ่าน anion exchange resin ออกมา

ในการทำบริสุทธิ์น้ำเชื่อมชนิด 38-42 DE จะยากกว่าชนิด DE สูงๆ (> 95 DE) เพราะในช่วง 38-42 DE นั้น มีส่วนที่ไม่ถูกย่อยอีกมาก การกรองบางครั้งจึงอาจจะต้องมีการแยกส่วนบน/ล่างของน้ำแป้งออกและกรองโดยเครื่องกรองต่างชนิดกัน

3.5 การต้มระเหย

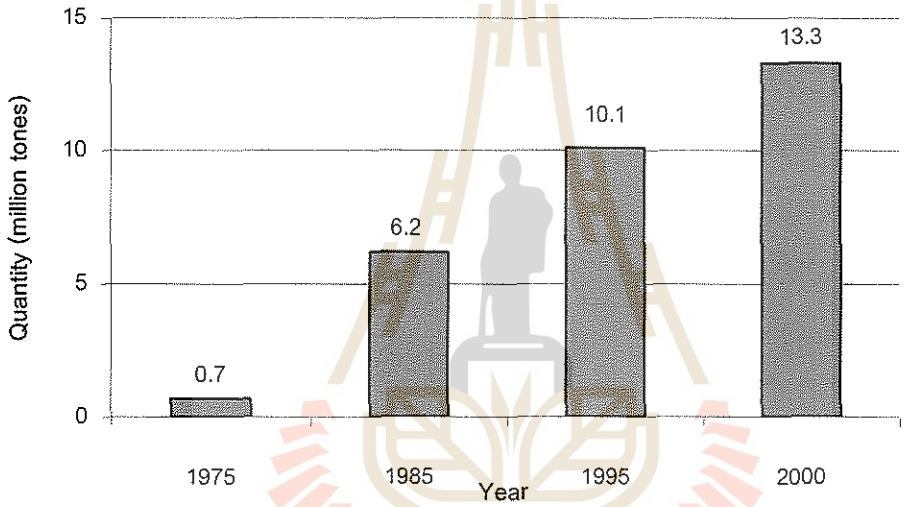
กระบวนการสุดท้ายของการผลิต คือ การต้มระเหยน้ำออกไป ทั้งนี้เพราะน้ำเชื่อมที่กรองและผ่านการทำบริสุทธิ์แล้ว จะมีความเข้มข้นของของแข็งประมาณ 40% ซึ่งจำเป็นต้องระเหยน้ำออกไปจนกระทั่งได้ความเข้มข้นของของแข็งเป็น 80% จึงจะเป็นผลิตภัณฑ์ที่ต้องการ ในการต้มระเหยจะต้องทำในที่อุณหภูมิต่ำที่สุด คือต้มระเหยภายใต้สุญญากาศ เพื่อเป็นการป้องกันการแตกตัวของน้ำตาลกลูโคสเนื่องจากความร้อน ซึ่งจะทำให้ค่า DE ที่ถูกกำหนดมาจากการย่อยแล้วเพิ่มขึ้น และเพื่อป้องกันการเกิดสารมีสี



ภาพที่ 5 การเกิดสารมีสี (HMF) จากกลูโคส

4. การผลิตน้ำเชื่อมฟรักโทส

น้ำตาลฟรักโทสเป็นน้ำตาลธรรมชาติที่มีความหวานมากที่สุด การผลิตน้ำเชื่อมฟรักโทสทางการค้าในปัจจุบันใช้เทคโนโลยีการย่อยแป้ง ภาพที่ 6 แสดงปริมาณน้ำเชื่อมฟรักโทสที่บริโภคในปี ค.ศ. 1975-1995 และประมาณการใช้น้ำเชื่อมฟรักโทสในปี ค.ศ. 2000 จากภาพจะเห็นว่าการบริโภคน้ำเชื่อมฟรักโทสได้เพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว จากเดิม 700,000 ตันในปี 1975 เพิ่มเป็น 10.1 ล้านตันในปี 1995 และปริมาณการบริโภคในปี 2000 เท่ากับ 13.3 ล้านตัน (Vuilleumier, 1996) ประเทศผู้ผลิตน้ำเชื่อมรายใหญ่ที่สุด (ประมาณ 70% ของการผลิตทั้งหมดในโลก) คือ สหรัฐอเมริกา ซึ่งใช้แป้งข้าวโพดเป็นวัตถุดิบ รองลงมาคือประเทศญี่ปุ่น (10% ของการผลิตทั่วโลก) ที่เหลือ 20% เป็นของประเทศอื่นๆ ได้แก่ จีน, เกาหลี เป็นต้น



ภาพที่ 6 แนวโน้มการบริโภคน้ำเชื่อมฟรักโทสในปี ค.ศ. 1975 ถึง 2000
(ที่มา : Vuilleumier, 1996)

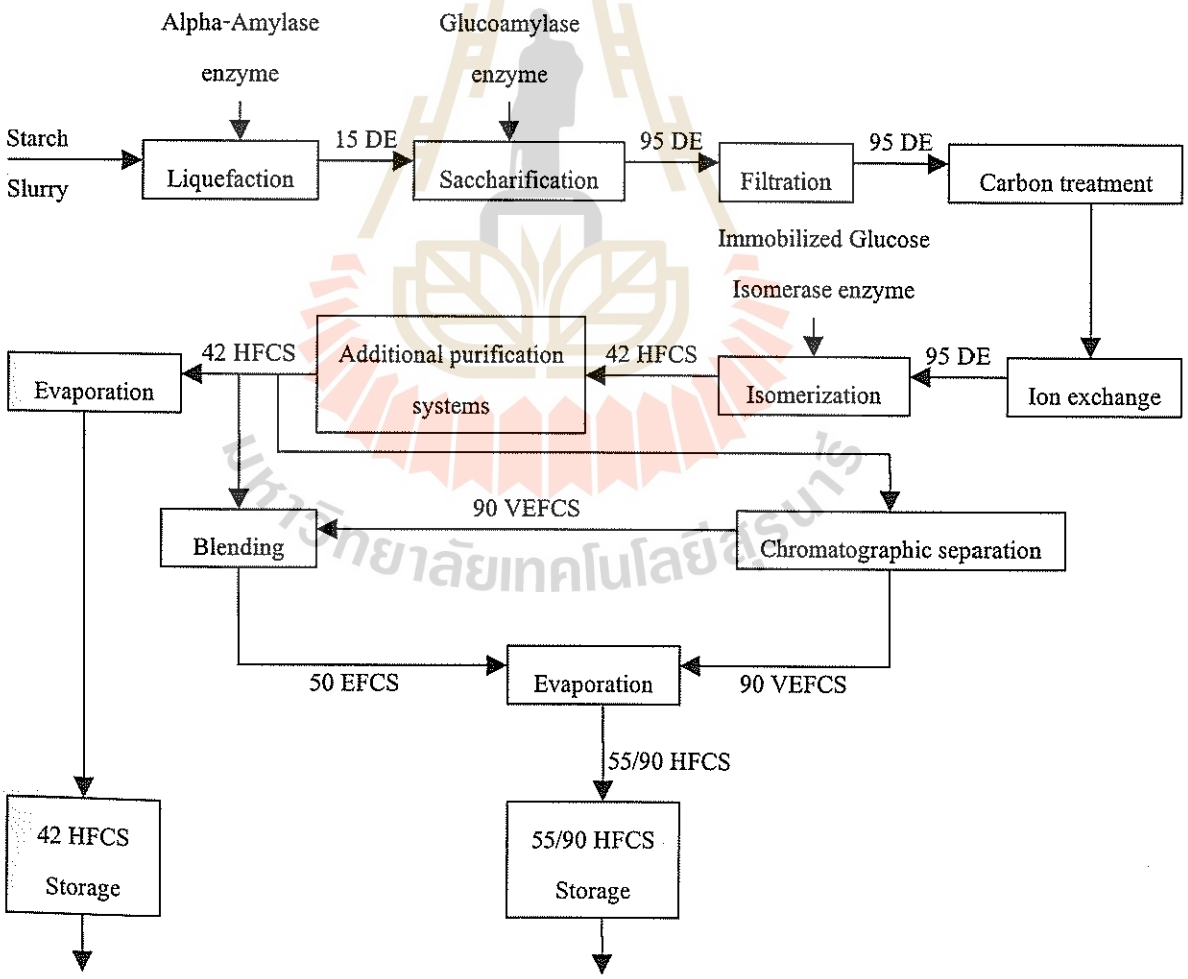
การผลิตในระดับอุตสาหกรรมจะทำการไอโซเมอไรเซชันกลูโคสโดย glucose isomerase จะได้น้ำเชื่อมฟรักโทส 42% และเนื่องจากตลาดน้ำเชื่อมฟรักโทส 55% มีขนาดใหญ่กว่า (ใช้ในอุตสาหกรรมเครื่องดื่มอัดลม) แต่ไม่สามารถผลิตได้จากน้ำเชื่อมกลูโคสโดยตรง นักวิจัยจึงได้พยายามหาวิธีผลิตน้ำเชื่อมฟรักโทส 55% (enriched fructose corn syrup : EFCS) ซึ่งจะผลิตได้โดยใช้เทคนิคโคมาโตกราฟฟีแยกฟรักโทสออกจากกลูโคสโดย ion–exchange resin นอกจากนี้ยังสามารถผลิตน้ำเชื่อมฟรักโทส 90% (vary enriched fructose corn syrub : VEFCS) ได้ด้วย ส่วนประกอบของน้ำเชื่อมทั้ง 3 ชนิดแสดงในตารางที่ 2 แผนภาพแสดงการผลิตน้ำเชื่อมฟรักโทสจากสารละลายน้ำแป้งแสดงได้ดังภาพที่ 7

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ตารางที่ 2 ส่วนประกอบของน้ำเชื่อมฟรักโทสชนิดต่างๆ

	HFCS	EFCS	VEFCS
ปริมาณของแข็ง (%)	71	77	80
ความชื้น (%)	29	23	20
PH	4.0	4.0	4.0
ค่าความเข้มของสี (RBU)	5	5	5
เถ้า (%)	0.03	0.03	0.03
คาร์โบไฮเดรต			
น้ำตาลฟรักโทส (%)	42	55	90
น้ำตาลกลูโคส (%)	52	42	9
เหล็ก (ppm)	< 1	< 1	< 1
ทองแดง (ppm)	< 0.05	< 0.05	< 0.05

(ที่มา : Van Tilburg, 1985)



ภาพที่ 7 การผลิตน้ำเชื่อมฟรักโทส

(ที่มา : Van Tilburg, 1985)

ข้อสำคัญในกระบวนการผลิต มีดังนี้ (Van Tilburg, 1985)

1. ความเข้มข้นของของแข็ง ตั้งแต่เริ่มเตรียมน้ำแป้ง ดังเช่นการผลิตน้ำเชื่อมกลูโคสจะใช้อัตราส่วนประมาณ 30-40% ถ้าหลังจากการย่อยครั้งสุดท้ายและผ่านการทำบริสุทธิ์ (active carbon, ion exchange resin และ deaeration) แล้ว มีความเข้มข้นของของแข็งต่ำ ต้องผ่านการต้มระเหยเพื่อให้ได้ของแข็งที่ละลายได้มีอยู่ประมาณ 45% จึงเหมาะสมในการป้อนเข้าสู่ระบบไอโซเมอไรเซชันที่จะเปลี่ยนน้ำตาลกลูโคสเป็นน้ำตาลฟรักโทส

2. ตัวเร่งปฏิกิริยา ปกติแมกนีเซียม (Mg^{++}) จะเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาของเอนไซม์ และโคบอลต์ (Co^{++}) จะเป็นตัวช่วยให้เอนไซม์คงตัวดี แต่เนื่องจากโคบอลต์ (Co^{++}) เป็นสารที่ไม่อนุญาตให้มีปนเปื้อนได้ในผลิตภัณฑ์น้ำเชื่อมฟรักโทส ฉะนั้นจึงไม่แนะนำให้ใช้โคบอลต์เข้าร่วมในการผลิต ส่วนแคลเซียม (Ca^{++}) ที่ใช้ในระบบการย่อยครั้งแรก / ครั้งสุดท้ายโดยอะมิเลสต้องกำจัดให้หมดเนื่องจากแคลเซียมเป็น inhibitor ของเอนไซม์ isoamylase

3. อุณหภูมิและ pH ที่เหมาะสม ปฏิกิริยาของเอนไซม์เป็นไปตาม Arrhenius equation เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นปฏิกิริยาก็เร็วขึ้น ปกติเอนไซม์สามารถทำงานได้ถึง 90°C แต่ในอุณหภูมิสูงๆนั้นความคงตัวของเอนไซม์จะลดลง การทำงานควรอยู่ในระดับ 60-65°C ถ้าต่ำเกินไปจะมีปัญหาในเรื่องการปนเปื้อนของเชื้อ ช่วง pH อยู่ระหว่าง 7.5-8.2 แล้วแต่ชนิดของเอนไซม์

4. การไอโซเมอไรเซชัน การเปลี่ยนน้ำตาลกลูโคสไปเป็นน้ำตาลฟรักโทสเป็นไปตามสมการต่อไปนี้

$$K^{*} = C_F / C_s$$

C_F = ความเข้มข้นของฟรักโทสที่จุดสมมูล (mol/m^3)

C_s = ความเข้มข้นของกลูโคสที่จุดสมมูล (mol/m^3)

ค่า Equilibrium constant (K^{*}) สามารถหาได้จากสมการ Arrhenius

$$K^{*} = Ae^{(-\Delta_H / RT)}$$

โดยที่ A = ค่าคงที่

ΔH=ค่าเอนทาลปีที่เปลี่ยนแปลงในการเปลี่ยนน้ำตาลกลูโคสเป็นน้ำตาลฟรักโทส (หรือค่า activated energy)

R = gas constant

T = °K

มีผู้รายงานการพบความเร็ว equilibrium constant และค่าที่เกี่ยวข้องมากมาย ดังตารางที่ 3 ที่อุณหภูมิ 70°C K มีค่าประมาณ 1.00 แต่อย่างไรก็ตาม ถ้ารอให้เกิดสมดุลจะใช้เวลานานมาก ในอุตสาหกรรมจะใช้ที่จุดเร็วที่สุดของการเปลี่ยนแปลงเป็นการสิ้นสุดปฏิกิริยา ซึ่งจะได้ความเข้มข้นของน้ำตาลฟรักโทสประมาณ 42%

น้ำเชื่อมฟรักโทส 42% ถือได้ว่าเป็น high fructose syrup เนื่องจากในทางอุตสาหกรรมไม่สามารถผลิตน้ำเชื่อมโดยใช้เอนไซม์ให้มีฟรักโทสสูงกว่านี้ได้ แต่สามารถนำน้ำเชื่อมนี้มาแยกลำดับส่วนโดยเทคนิคโครมาโตกราฟฟี ได้น้ำตาลฟรักโทสที่มีความเข้มข้นสูงถึง 99% ปัจจุบันในทางการค้ามีการผลิตน้ำเชื่อมฟรักโทส 55% ถึงร้อยละ 60 ของน้ำเชื่อมฟรักโทสทั้งหมด ที่เหลือเป็นชนิด 42% และ 90% อีกเล็กน้อย น้ำเชื่อมฟรักโทส 55% ได้กำหนดให้เป็นสารให้ความหวานมาตรฐานในอุตสาหกรรมเครื่องดื่ม มีคุณสมบัติการละลายและการดูดความชื้นสูงทำให้มีการนำไปใช้เป็นสารดูดความชื้น นอกจากนี้ยังแสดง synergy effect เมื่อใช้ร่วมกับน้ำตาลชนิดอื่นๆ ทั้งที่ได้จากธรรมชาติหรือการสังเคราะห์

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ตารางที่ 3 ค่าสมดุลของกลูโคส-ฟรักโทสที่ได้จากแหล่งต่างๆ

°C	K*	A	ΔH/R	G+F (M)	PH	Co^{2-} (mM)	Mg^{2-} (mM)	Assay	Catalyst	Time (hr)
30 45 60 70	0.87 0.93 1.00 1.10	5.89	583	2	7.3	0	5	Polarimeter + HPLC	*Streptomyces Gl*	2
70 80 90	1.04 1.09 1.16	6.91	650	2.5	7.0	0.3	3	-	*A. missouriensis Gl*	-
25 40 60 70	0.74 0.92 1.15 1.30	51.0	1260	0.01	7.0	0	91	Polarimeter	*Streptomyces Gl*	3
30 45 60 70 80	0.83 0.96 1.14 1.28 1.38	33.8	1128	0.2	-	1	10	Glu : GOX Fru : Thiobarbituric acid	*B. coagulans*	-
60 70	≅ 1 ≅ 1			0.012	6.5	1	-	Fru : cystein carbazol	Purified *B. Coagulans*	20

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ส่วนที่ 2

1. สถานประกอบการ

1.1 ลักษณะการประกอบการของสถานประกอบการ

บริษัท สงวนวงษ์อุตสาหกรรม จำกัด

สถานที่ตั้ง

120 หมู่ 4 ถนน ราชสีมา-โชคชัย ตำบล หนองบัวศาลา อำเภอ เมือง จังหวัด นครราชสีมา 30000

โทร. 212420-1, 212723–6 แฟกซ์ 212727

ประวัติบริษัท

ก่อตั้งเมื่อ 18 กรกฎาคม พ.ศ. 2517 โดยคุณ ทศพล ตันติวงษ์ และ ครอบครัว ด้วยเงินทุนจดทะเบียน 31 ล้านบาท กำลังการผลิต 30 ตันต่อวัน

ปัจจุบัน พ.ศ. 2543 มีกำลังการผลิต 500 ตันต่อวัน มีคนงานประมาณ 540 คน

1.2 ลักษณะการประกอบการของบริษัท

บริษัทผลิตผลิตภัณฑ์ดังต่อไปนี้ แป้งมันสำปะหลัง, แป้งมันสำปะหลังดัดแปร และ แป้งมันสำปะหลังแปรรูป (กลูโคส) เพื่อนำไปใช้ในอุตสาหกรรมอาหาร อุตสาหกรรมกระดาษ และ อุตสาหกรรมอื่นๆ

1.3 ลักษณะงานที่ได้รับมอบหมาย

นาย ไกรสร พัชรเบญจกุล

พนักงานที่ปรึกษา (Job Supervisor)

คุณอนันต์ นาดีด่านกลาง

ตำแหน่งงานที่ได้รับมอบหมาย (Job Position)

1. Planing Control
2. System Coordinating (ISO-9002)

ลักษณะงานที่ปฏิบัติ (Job Description)

- จัดทำระบบเอกสารคุณภาพ ISO-9002
- ช่วยในกิจกรรมต่างๆ ในการสนับสนุนระบบ ISO-9002
- ช่วยรายงานผลการผลิต & ประสิทธิภาพการผลิต (ประจำวัน & ประจำเดือน)
- ช่วยรายงาน Supplies Usage & Efficiency ในการวางแผนการผลิต

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

- งานอื่นๆ ตามแต่มอบหมาย เช่น การตรวจสอบคุณภาพ (QC); ซ่อมบำรุง (PM) เป็นต้น

นาย ไวพจน์ ร่างวิจิตร

พนักงานที่ปรึกษา (Job Supervisor)

คุณจำลอง เจิมกลาง

ตำแหน่งงานที่ได้รับมอบหมาย (Job Position)

1. System Coordinating (ISO-9002)
2. เจ้าหน้าที่ควบคุมคุณภาพ (QC.)

ลักษณะงานที่ปฏิบัติ (Job Description)

- จัดทำระบบเอกสารคุณภาพ ISO-9002
- ช่วยในกิจกรรมต่างๆ ในการสนับสนุนระบบ ISO-9002
- สำรวจและแนะนำการจัดเก็บสารเคมีที่ใช้ในโรงงาน
- ตรวจสอบคุณภาพในระหว่างกระบวนการผลิตกลูโคส
- งานอื่นๆ ตามแต่มอบหมาย

นางสาว พันธุ์ศุภา เดชารักษ์

พนักงานที่ปรึกษา (Job Supervisor)

คุณ นพภาภรณ์ พิมพ์เชื้อ

ตำแหน่งงานที่ได้รับมอบหมาย (Job Position)

1. เจ้าหน้าที่ควบคุมคุณภาพ (QC.)

ลักษณะงานที่ปฏิบัติ (Job Description)

- ตรวจสอบคุณภาพในระหว่างกระบวนการผลิตแป้งมันสำปะหลัง
- วิจัย และ พัฒนาผลิตภัณฑ์แป้งเคมีดัดแปลง
- งานอื่นๆ ตามแต่มอบหมาย

1.4 ระยะเวลาที่ปฏิบัติงานในสถานประกอบการ

เริ่มปฏิบัติงานตั้งแต่ วันที่ 5 มกราคม 2543 ถึง วันที่ 5 พฤษภาคม 2543 รวมระยะเวลา 4 เดือน

2 วัตถุประสงค์ของการเรียนรู้

1. เพื่อฝึกฝนด้านทักษะ ความรู้ ความสามารถของตน
2. เพื่อฝึกการปรับตัวให้เข้ากับสภาพแวดล้อมในการทำงาน
3. เพื่อฝึกฝนด้านการติดต่อประสานงานกับผู้อื่น ในระดับสถานประกอบการ
4. เพื่อฝึกฝนการเรียนรู้สิ่งใหม่ๆ
5. เพื่อฝึกฝนทักษะการทำงานร่วมกับผู้อื่น
6. เพื่อฝึกฝนด้านความคิดริเริ่มสร้างสรรค์
7. เพื่อฝึกความกระตือรือร้นสนใจในงานที่รับผิดชอบ
8. เพื่อฝึกความรับผิดชอบต่อตนเอง และ งานที่ได้รับมอบหมาย
9. เพื่อฝึกความมีระเบียบวินัยของตนเอง ตลอดจนการรักษาระเบียบวินัยของสังคม
10. เพื่อฝึกการแก้ไขปัญหาที่เกิดขึ้นโดยใช้พื้นฐานความรู้ที่ได้ศึกษามา
11. เพื่อให้มีประสบการณ์เกี่ยวกับการทำงานในสถานประกอบการ

3. สรุปผลการปฏิบัติงาน

จากการปฏิบัติงานตลอดระยะเวลา 17 สัปดาห์ (4 เดือน) ได้บรรลุวัตถุประสงค์การเรียนรู้ตามที่ได้ตั้งเป้าหมายไว้ กล่าวคือ การปฏิบัติงานดังกล่าว ได้เสริมทักษะในด้านการฝึกฝนความรู้ความสามารถ ฝึกการทำงานร่วมกับผู้อื่น ฝึกการแก้ไขปัญหาที่เกิดขึ้นเป็นต้น ฝึกการแก้ไขปัญหาที่เกิดขึ้นเป็นต้น โดยได้รับคำแนะนำที่เป็นประโยชน์และเอื้อต่อการทำงานจาก Co-op Supervisor ตลอดจนพนักงานของโรงงานทุกท่าน

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

เอกสารอ้างอิง

กล้าณรงค์ ศรีรอต. 2541. สารให้ความหวาน : คุณสมบัติและการใช้ประโยชน์. บริษัท จาร์พา เท็ค เซ็นเตอร์ จำกัด.

กระทรวงอุตสาหกรรม. 2521. มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมน้ำเชื่อมกลูโคส. เอกสาร มอก. ที่ 268-2521. สำนักงานมาตรฐานอุตสาหกรรม, กรุงเทพฯ.

Delheye, G. and E. Moreels. 1988. Dextrose equivalent measurements on commercial syrups. *Starch/Starke*. 40(11) : 430-432

Hedges, A.R. 1992. Cyclodextrin : Production, properties and applications. pp. 319-333. *In* F.W. Schenck and R.E. Hebeda. (eds.). Starch Hydrolysis Products : Worldwide Technology, Production and Application. VCH Publisher. New York.

Howling, D. 1984. Introduction : Glucose syrups-past, present and future. pp. 1-7. *In* S.Z. Dziedzie and M.W. Kearsley. (eds.). Glucose Syrups : Science and Technology. Elsevier Applied Science Publisher. New York.

Lineback, D.R. and G.E. Inglett. 1982. Food Carbohydrates. The AVI Publishing Co., Inc., Connecticut. 494 p.

Scheinin, A. 1980. Sweeteners and dental caries. *In* P. Koivistoinen and L. Hyvonen (eds.). Carbohydrate Sweeteners in Foods and Nutritiuon. Academic Press, New York.

Vuilleumier, S. 1996. World outlook for high fructose syrups to the year 2000. *Int. Sugar Jnl.* 98 (1773) : 467-478.

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ภาคผนวก

มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม
กลูโคสซีรัป

1. ขอบข่าย

1.1 มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุสาหกรรมนี้กำหนด คุณลักษณะที่ต้องการ วัตถุเจือปนในอาหาร สารปนเปื้อน สุขลักษณะ ภาชนะบรรจุ การชั่งตวงวัด การทำเครื่องหมายและฉลาก การชักตัวอย่างและเกณฑ์ตัดสิน และการวิเคราะห์กลูโคสซีรัป

2. บทนิยาม

ความหมายของคำที่ใช้ในมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมนี้ มีดังต่อไปนี้

2.1 กลูโคสซีรัป (glucose syrup) หมายถึง สารละลายซัคคาไรด์ (saccharides) ที่ได้จากการย่อยแป้งและได้ผ่านกรรมวิธีการทำให้บริสุทธิ์และทำให้เข้มข้นแล้ว

2.2 สมมูลเดกซโตรส (dextrose equivalent) หมายถึง ปริมาณร้อยละของน้ำหนักน้ำตาลรีดิวซิงคิดเป็นเดกซโตรสที่มีอยู่ในกลูโคสซีรัปที่แห้ง

3. คุณลักษณะที่ต้องการ

3.1 คุณลักษณะทั่วไป

กลูโคสซีรัปต้องมีลักษณะเป็นของเหลวข้น มีรสหวาน ไม่มีสีหรือมีสีเหลืองอ่อน ไม่มีกลิ่นหมัก ปราศจากราที่มองเห็นได้ ไม่มีตะกอนหรือสิ่งสกปรกอื่นใด ปราศจากสารที่ให้ความหวานแทนน้ำตาล รวมทั้งกลิ่นและรสเทียม

3.2 คุณลักษณะทางเคมี

ให้เป็นไปตามที่กำหนดในตารางที่ 1

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ตารางที่ 1 คุณลักษณะทางเคมี (ข้อ 3.2)

รายการ	ปริมาณที่กำหนด	วิธีทดสอบตามข้อ
ปริมาณของแข็งทั้งหมด(total solid content) ต่ำสุด ร้อยละของน้ำหนัก	70	11.2
สมมูลเดกซโตรส ต่ำสุด ร้อยละของน้ำหนัก	20	11.3
เถ้าซัลเฟต (sulphated ash) สูงสุด ร้อยละของน้ำหนักกลูโคสซีรัปที่แห้ง	1.0	11.4
ความเป็นกรด-ด่าง (pH)	4.8 ถึง 5.5	11.5

4. วัตถุเจือปนในอาหาร

ห้ามใช้วัตถุเจือปนในอาหารอื่นใด นอกจากที่กำหนดในตารางที่ 2

ตารางที่ 2 วัตถุเจือปนในอาหาร (ข้อ 4.1)

	ปริมาณสูงสุดที่ยอมให้มีได้ (มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม)	วิธีทดสอบตามข้อ
ซัลเฟอร์ไดออกไซด์	40	11.6
ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ที่ใช้ในทางเภสัชกรรมโดยเฉพาะ	20	11.6
ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ที่ใช้ในอุตสาหกรรมขนมหวาน (confectionery) โดยเฉพาะ	400	11.6

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

5. สารปนเปื้อน

5.1 สารปนเปื้อนที่ยอมให้มีได้ ต้องมีปริมาณสูงสุดไม่เกินที่กำหนดในตารางที่ 3

ตารางที่ 3 สารปนเปื้อน (ข้อ 5.1)

	ปริมาณสูงสุดที่ยอมให้มีได้ (มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม)	วิธีทดสอบตามข้อ
อาร์เซนิก (As)	1	11.7
ทองแดง (Cu)	5	11.8
ตะกั่ว (Pb)	2	11.9

6. สุขลักษณะ

6.1 สุขลักษณะในการผลิตกลูโคสซีรัปให้เป็นไปตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม กำหนดสุขลักษณะของอาหาร มาตรฐานเลขที่ มอก.34

7. ภาชนะบรรจุ

7.1 กลูโคสซีรัปต้องบรรจุในภาชนะที่สะอาด ปิดสนิท ไม่เป็นสนิม ความจุไม่ต่ำกว่า 200 ลูกบาศก์เดซิเมตร ถ้าเป็นภาชนะทำด้วยเหล็ก ภายในต้องเคลือบด้วยสีหรือแลกเกอร์ที่ปราศจากสารที่เป็นพิษ และเมื่อเทกลูโคสซีรัปออกจากภาชนะนั้นแล้วต้องมีคุณลักษณะตามที่กำหนดไว้ในข้อ3. ข้อ4. และข้อ 5.

8. การชั่งตวงวัด

8.1 น้ำหนักสุทธิหรือปริมาตรที่บรรจุในแต่ละภาชนะบรรจุต้องไม่น้อยกว่าที่ระบุไว้ที่ฉลาก

9. การทำเครื่องหมายและฉลาก

9.1 ฉลากให้เป็นไปตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมคำแนะนำทั่วไปเกี่ยวกับฉลากสำหรับผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม มาตรฐานเลขที่ มอก.31

9.2 ที่ภาชนะบรรจุกลูโคสซีรัปทุกหน่วยอย่างน้อยต้องมีเลข อักษรหรือเครื่องหมายแสดงข้อความต่อไปนี้ให้เห็นง่ายและชัดเจน

(1) ชื่อผลิตภัณฑ์คำว่า "กลูโคสซีรัป"

(2) ปริมาณสุทธิ เป็นหน่วยน้ำหนักหรือปริมาตรในระบบเมตริก

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

(3) รหัสของรุ่นที่ทำ

(4) วันเดือนปีที่ทำ

(5) ชื่อผู้ทำหรือชื่อโรงงานที่ทำ หรือเครื่องหมายการค้า หรือชื่อผู้บรรจุ หรือผู้จัดจำหน่าย

(6) ปริมาณซัลเฟอร์ไดออกไซด์

(7) ชื่อประเทศที่ทำ

ในกรณีที่ใช้ภาษาต่างประเทศ ต้องมีความหมายตรงกับภาษาไทยที่กำหนดไว้

9.3 ผู้ทำผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมที่เป็นไปตามมาตรฐานนี้ จะแสดงเครื่องหมายมาตรฐานกับผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมนั้นได้ ต่อเมื่อได้รับใบอนุญาตจากคณะกรรมการมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมแล้ว

10. การชักตัวอย่างและเกณฑ์ตัดสิน

หากมิได้ตกลงกันไว้เป็นอย่างอื่น ให้ทำการชักตัวอย่างดังนี้

10.1 รุ่น (lot) หมายถึง กลูโคสซีรัปที่ผลิตในคราวเดียวกัน

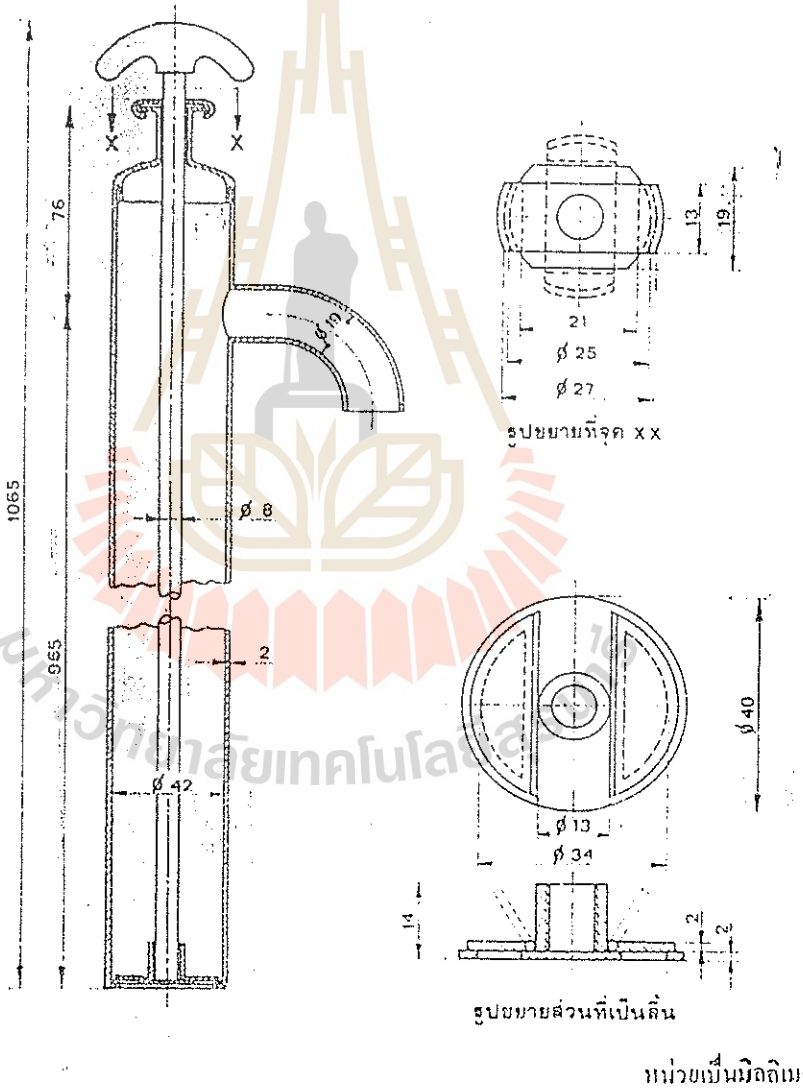
10.2 การชักตัวอย่างเพื่อตรวจสอบคุณลักษณะทั่วไป และการวิเคราะห์ทางเคมี ให้ชักตัวอย่างโดยวิธีสุ่มจากแต่ละรุ่น ขนาดตัวอย่างให้เป็นไปตามที่กำหนดในตารางที่ 4

ตารางที่ 4 การชักตัวอย่าง (ข้อ 10.2)

ขนาดรุ่น ภาชนะบรรจุ	ขนาดตัวอย่าง ภาชนะบรรจุ
2 ถึง 8	2
9 ถึง 15	3
16 ถึง 25	5
26 ถึง 50	8
51 ถึง 90	13
91 ถึง 150	20
151 ถึง 280	32
281 ถึง 500	50
501 ถึง 1200	80
1201 ขึ้นไป	125

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

10.3 การชักตัวอย่างจากภาชนะบรรจุขนาด 200 ลูกบาศก์เดซิเมตร วิธีชักตัวอย่างให้ใช้เครื่องมือชักตัวอย่างที่มีลักษณะเป็นกระบอกยาวดังรูปที่ 1 ก่อนทำการชักตัวอย่างต้องทำให้สะอาดและแห้งโดยทั่วก่อน ตักผิวหน้าของตัวอย่างทิ้งก่อนแล้วจึงหย่อนกระบอกลงในภาชนะบรรจุตัวอย่างในขณะที่ลูกสูบยึดแน่นอยู่กับที่ที่ก้นกระบอก ค่อยๆ กดกระบอกลงไปให้ได้ความลึกประมาณหนึ่งในสามของภาชนะบรรจุ ทิ้งไว้ 5 นาทีแล้วค่อยๆ กดกระบอกลงไปอีกจนถึงกึ่งกลางภาชนะบรรจุ ทิ้งไว้ 5 นาที ค่อย ๆ กดกระบอกลงไปอีกจนกระทั่งถึงก้นภาชนะบรรจุ แล้วยกกระบอกขึ้นเหนือก้นภาชนะบรรจุเล็กน้อย ทิ้งไว้อีก 5 นาที ตัวอย่างจะไหลเข้ากระบอกจนเต็ม นำกระบอกออกจากภาชนะบรรจุ เช็ดด้านนอกให้สะอาด ดึงลูกสูบขึ้น ตัวอย่างจะค่อยๆ ไหลออกทางพวยลงสู่ภาชนะบรรจุที่แห้งและสะอาด ให้ทำเช่นนี้จนได้ตัวอย่างจากทุกๆ ภาชนะบรรจุ ภาชนะละประมาณ 2 กิโลกรัม



รูปที่ 1 เครื่องมือชักตัวอย่างกลูโคสซีรัปจากภาชนะขนาด 200 ลูกบาศก์เดซิเมตร (ข้อ 10.3)
(ที่มา : มอก. 268, 2521)

10.4 การเตรียมตัวอย่างสำหรับทดสอบ

ให้รวมตัวอย่างที่ได้จากข้อ 10.3 เข้าด้วยกัน แล้วแบ่งออกเป็น 3 ส่วนเท่าๆ กัน โดยที่แต่ละส่วนมีน้ำหนักไม่น้อยกว่า 0.6 กิโลกรัม นำแต่ละส่วนใส่ภาชนะบรรจุที่แห้ง สะอาดและปิดสนิท บันทึกวันเดือนปีและรุ่นที่ชักตัวอย่าง นำตัวอย่างส่วนหนึ่งไปใช้ในการวิเคราะห์

10.5 เกณฑ์ตัดสิน

ถ้ากลูโคสซีรัปแต่ละตัวอย่างที่นำมาทดสอบนี้ไม่เป็นไปตามเกณฑ์ที่กำหนดไว้ในข้อ 3. ข้อ 4. และข้อ 5. ข้อใดข้อหนึ่ง ให้ถือว่าผลิตภัณฑ์รุ่นนั้นไม่เป็นไปตามมาตรฐาน

11. การวิเคราะห์

11.1 การตรวจคุณลักษณะทั่วไป

ก่อนการวิเคราะห์ให้ตรวจคุณลักษณะทั่วไปอย่างละเอียดก่อนโดยการพินิจ

11.2 ปริมาณของแข็งทั้งหมด

11.2.1 เครื่องมือ

11.2.1.1 บีกเกอร์ (beaker) ขนาด 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

11.2.1.2 ถ้วยโลหะหรือแก้วลึก 75 มิลลิเมตร และมีเส้นผ่านศูนย์กลาง 90 มิลลิเมตรพร้อมฝาปิด

11.2.1.3 แท่งแก้วสำหรับคน (glass stirring rod) ยาวประมาณ 55 มิลลิเมตร

11.2.1.4 ตู้อบไฟฟ้าสูญญากาศที่ปรับและควบคุมอุณหภูมิให้ได้ระหว่าง 99 ถึง 101 องศาเซลเซียส (electrically heated vacuum drying oven)

11.2.1.5 ตู้อบ (oven)

11.2.1.6 เครื่องสูบสูญญากาศ (vacuum pump)

11.2.1.7 เครื่องทำให้อากาศแห้ง (drying train) ประกอบด้วยกระบอกสูง 2 ใบ กระบอกแรกบรรจุซิลิกาเจล (silica gel) แห้ง กระบอกที่สองบรรจุกรดซัลฟูริกเข้มข้น จัดตั้งเครื่องมือดังรูปที่ 2

11.2.1.8 เดสิกเคเตอร์ (dessiccator) บรรจุสารดูดความชื้น

11.2.1.9 เครื่องชั่งอย่างละเอียด (analytical balance)

11.2.2 สารเคมี

11.2.2.1 กีเซลกัว (kieselguhr)ให้ล้างด้วยกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้นร้อยละ 0.1 ของปริมาตรโดยใช้กรวยบุคเนอร์ ล้างจนกระทั่งเมื่อทดสอบน้ำที่ออก

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

มาด้วยกระดาษลิตมัสแล้วมีปฏิกิริยาเป็นกรด ใช้น้ำกลั่นล้างต่อไปจนกระทั่งวัดค่าความเป็นกรด-ด่างของน้ำที่ผ่านออกมาได้ 4 หรือมากกว่า ทิ้งไว้ให้แห้ง ก่อนใช้ให้นำมาอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียสนาน 1 คืนอล้วเก็บในภาชนะที่ปิดสนิท

11.2.3 วิธีวิเคราะห์

ชั่งกีเซลกัว 30 กรัมใส่ ในถ้วย นำถ้วยพร้อมฝาปิดและแท่งแก้วสำหรับคนใส่ในตู้อบสุญญากาศที่อุณหภูมิ 100 ± 1 องศาเซลเซียส ความดันไม่เกิน 25 มิลลิเมตรของปรอทเป็นเวลา 5 ชั่วโมง หลังจากนั้นให้ปิดเครื่องสุญญากาศแล้วค่อยๆ ปล่อยอากาศแห้งจากเครื่องทำให้อากาศแห้งเข้าในตู้อบสุญญากาศ จนกระทั่งถึงระดับความดันบรรยากาศ ก่อนที่จะนำถ้วยออกจากตู้อบสุญญากาศให้วางแท่งแก้วสำหรับคนไว้ในถ้วยและปิดฝาด้วย นำไปใส่ในเดสิกเคเตอร์ทิ้งไว้ให้เย็นเป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วชั่งให้ทราบน้ำหนักแน่นอน (m_1)

ชั่งตัวอย่างประมาณ 8 ถึง 10 กรัมให้ทราบน้ำหนักแน่นอนโดยให้ละเอียดถึง 0.001 กรัม (m_0) เติมน้ำอุ่น 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใช้แท่งแก้วคนให้เข้ากัน แล้วถ่ายตัวอย่างทั้งหมดลงในถ้วยที่บรรจุกีเซลกัวโดยใช้น้ำกลั่นอุ่นครั้งละ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ล้าง 3 ครั้ง คนจนกระทั่งตัวอย่างและกีเซลกัวเป็นเนื้อเดียวกัน นำถ้วยบรรจุตัวอย่าง ฝาปิดและแท่งแก้วอบในตู้อบสุญญากาศเป็นเวลา 5 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ 100 ± 1องศาเซลเซียส ความดันไม่เกิน 25 มิลลิเมตรของปรอท ในระหว่างนี้ค่อย ๆ ปล่อยอากาศผ่านเครื่องทำให้อากาศแห้งเข้าในตู้อบสุญญากาศ หลังจากอบครบ 5 ชั่วโมงแล้วให้ปิดเครื่องสูบสุญญากาศและปล่อยให้อากาศผ่านเครื่องทำให้อากาศแห้งเข้าในตู้อบสุญญากาศจนกระทั่งถึงระดับความดันบรรยากาศ นำถ้วยออกจากตู้อบสุญญากาศ ใช้แท่งแก้วบดกีเซลกัวแล้วอบเช่นเดียวกับครั้งแรกเป็นเวลา 10 ชั่วโมง ก่อนนำจานออกจากตู้อบให้ปิดฝาก่อน นำไปใส่เดสิกเคเตอร์ทิ้งไว้ให้เย็นเป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วชั่งน้ำหนักนำไปอบในตู้อบสุญญากาศอีกครั้งเป็นเวลา 5 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นในเดสิกเคเตอร์ แล้วชั่งน้ำหนัก ทำซ้ำจนกระทั่งได้น้ำหนักที่คงที่ (m_2)

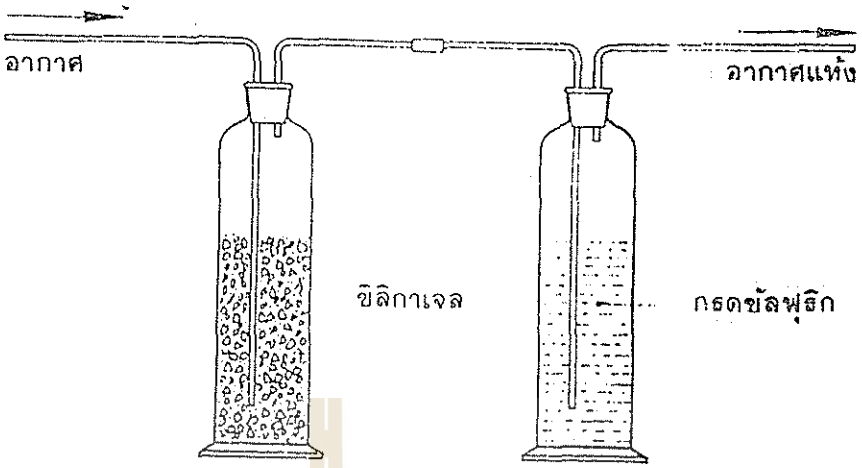
11.2.4 วิธีคำนวณ

ปริมาณของแข็งทั้งหมดร้อยละของน้ำหนัก = $(m_2 - m_1)\ 100/m_0$

เมื่อ m_0 คือ น้ำหนักตัวอย่าง เป็นกรัม

m_1 คือ น้ำหนักถ้วย ฝาปิด แท่งแก้วสำหรับคนและกีเซลกัว เป็นกรัม

m_2 คือ น้ำหนักถ้วย ฝาปิด แท่งแก้วสำหรับคน กีเซลกัว และตัวอย่างหลังจากทำให้แห้ง แล้วเป็นกรัม



รูปที่ 2 เครื่องทำให้อากาศแห้ง

(ที่มา : มอก. 268, 2521)

11.3 สมมูลเดกซโตรส ตามวิธีของ เลนและอีย์นอน (Lane and Eynon's volumetric method)

11.3.1 สารละลายที่ใช้และวิธีเตรียม

11.3.1.1 สารละลายเฟห์ลิง (Fehling's solution)

(1) สารละลาย ก

ละลายคอปเปอร์ซัลเฟตเพนตะไฮเดรต ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) 34.64 กรัมในน้ำกลั่น แล้วเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตรครบ 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร

(2) สารละลาย ข

ละลายโปแตสเซียมโซเดียมเตรตตระไฮเดรต($Na\ C_4H_4O_6 \cdot 4H_2O$) 173 กรัม และโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) 50 กรัมในน้ำกลั่น แล้วเติมน้ำกลั่นจนได้ปริมาตรครบ 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร

ผสมสารละลาย ก และ ข เข้าด้วยกัน ตั้งทิ้งไว้ 1 วันที่อุณหภูมิห้องแล้วกรอง

11.3.1.2 เมทิลีนบลูอินดิเคเตอร์ (methylene blue indicator) ละลายเมทิลีนบลู 1 กรัมในน้ำกลั่น 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

11.3.2 การหาค่ามาตรฐานของสารละลายเฟห์ลิง (standardization of Fehling's solution) เมื่อเตรียมสารละลายเฟห์ลิงแล้วให้นำมาหาค่ามาตรฐานโดยการไตเตรตกับสารละลายมาตรฐานน้ำตาลเดกซโตรส ดังนี้

อบเดกซโตรสบริสุทธิ์จำนวนหนึ่งให้แห้งในตู้อบสุญญากาศเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ชั่งเดกซโตรสนี้มา 5.00 กรัมละลายในน้ำกลั่น แล้วถ่ายใส่ขวดตวงมาตรฐานขนาด 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน ใช้ปิเปตดูดสารละลายเฟห์ลิง 25.0 ลูกบาศก์เซนติเมตรใส่ในขวดแก้วชนิดทนความร้อน ต้มให้เดือดแล้วไตเตรตกับสารละลายมาตรฐานน้ำตาลเดกซโตรสตามวิธีในข้อ 11.3.4 จดปริมาตรสารละลายมาตรฐานน้ำตาลเดกซโตรสที่ใช้ในข้อ 11.3.4.2 (A)

11.3.3 วิธีเตรียมตัวอย่าง

ให้ใช้ตัวอย่างในปริมาณที่เมื่อนำมาละลายแล้วจะได้สารละลายที่มีปริมาณน้ำตาลรีดิวซิงประมาณร้อยละ 1

ชั่งตัวอย่างให้ทราบน้ำหนักอย่างแน่นอน (m_0) ถ่ายใส่ขวดตวงมาตรฐานขนาด 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร โดยใช้น้ำร้อนเป็นตัวทำละลาย ทิ้งไว้ให้เย็นจนถึงอุณหภูมิห้อง แล้วเติมน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน

11.3.4 วิธีไตเตรต

11.3.4.1 วิธีไตเตรตแบบอินครีเมนตัล (incremental method of titration) การวิเคราะห์แบบนี้เป็นการวิเคราะห์เพื่อต้องการทราบว่าควรใช้สารละลายตัวอย่างกลูโคสซีรัปประมาณกี่ลูกบาศก์เซนติเมตรในการไตเตรตกับสารละลายเฟห์ลิงเพื่อจะได้ใช้เป็นแนวทางสำหรับหาปริมาตรที่แน่นอนของสารละลายตัวอย่างที่จะใช้ในวิธีวิเคราะห์แบบมาตรฐานต่อไป

ใช้ปิเปตดูดสารละลายเฟห์ลิง 25.0 ลูกบาศก์เซนติเมตรใส่ลงในขวดแก้วก้นแบนชนิดทนความร้อนขนาด 300 ถึง 400 ลูกบาศก์เซนติเมตร บรรจุสารละลายตัวอย่างในบิวเร็ตชนิดที่มีก้านยาวยื่นต่อออกมาเพื่อความสะดวกในการไตเตรต ไขสารละลายตัวอย่างประมาณ 15 ลูกบาศก์เซนติเมตรจากบิวเร็ตลงในขวดแก้วก้นแบนชนิดทนความร้อนซึ่งมีสารละลายเฟห์ลิงอยู่ เขย่าให้เข้ากันและต้มให้เดือดโดยใช้ตะเกียงบุนเส็น เมื่อเดือดได้ 10 ถึง 15 วินาทีแล้ว หากสารละลายเฟห์ลิงยังคงมีสีน้ำเงินอยู่ให้ไขสารละลายตัวอย่างไปอีกครั้งละ 5 ถึง 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร เขย่าและปล่อยให้เดือดต่อ 2 ถึง 3 วินาที ถ้าสารละลายเฟห์ลิงยังคงมีสีน้ำเงินอยู่ก็ให้ทำเช่นนี้เรื่อย ๆ ไปจนกระทั่งสีน้ำเงินของสารละลายเฟห์ลิงจางลง เติมสารละลายเมทิลีนบลูลงไป 3 ถึง 4 หยด ไตเตรตต่อไปแต่ให้ใช้สารละลายตัวอย่างครั้งละ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตรหรือน้อยกว่านั้นจนกระทั่งสีน้ำเงินของเมทิลีนบลู

หายไป ในระหว่างไตเตรตจะต้องให้สารในขวดแก้วเดือดและควรเขย่าให้เข้ากันตลอดเวลา จดจำนวนลูกบาศก์เซนติเมตรของสารละลายตัวอย่างที่ใช้ไป

11.3.4.2 วิธีไตเตรตแบบมาตรฐาน (standard method of titration) ใช้วิธีเช่นเดียวกับวิธีไตเตรตแบบอินครีเมนตัล แต่เนื่องจากทราบจำนวนลูกบาศก์เซนติเมตรของสารละลายตัวอย่างที่จะวิเคราะห์อยู่แล้ว ในตอนแรกสารละลายตัวอย่างที่ไขลงไปในขวดแก้วจะต้องให้มีปริมาตรน้อยกว่าจำนวนจำนวนที่ทราบค่าแล้วตามวิธีไตเตรตแบบอินครีเมนตัลประมาณ 0.5 ถึง 1.0 ลูกบาศก์เซนติเมตร และหลังจากต้มให้เดือด 2 นาทีพอดีแล้วจึงเติมสารละลายเมทิลีนบลูลงไป 3 ถึง 4 หยด ไตเตรตต่อไปโดยใช้สารละลายตัวอย่างครั้งละ 2 ถึง 3 หยดจนกระทั่งสีน้ำเงินของเมทิลีนบลูหายไป การเติมแต่ละครั้งให้ห่างกันประมาณ 10 วินาที การไตเตรตนี้ต้องให้เสร็จภายใน 1 นาที นับตั้งแต่เติมสารละลายเมทิลีนบลู ในระหว่างไตเตรตจะต้องให้สารในขวดแก้วเดือดและควรเขย่าให้เข้ากันตลอดเวลา จดจำนวนลูกบาศก์เซนติเมตรของสารละลายตัวอย่างที่ใช้ (V)

11.3.5 วิธีคำนวณ

11.3.5.1 ปริมาณน้ำตาลรีดิวซิง (คิดเป็นเดกซโตรส) ร้อยละ

$$= (500 \times A) / (V + m_0)$$

เมื่อ A คือ ปริมาตรสารละลายมาตรฐานน้ำตาลเดกซโตรสที่ใช้ในการไตเตรต ตามข้อ 11.3.4.2 เป็นลูกบาศก์เซนติเมตร

V คือ ปริมาตรสารละลายตัวอย่างที่ใช้ในการไตเตรต ตามข้อ 11.3.4.2 เป็นลูกบาศก์เซนติเมตร

m_0 คือ น้ำหนักตัวอย่าง เป็นกรัม

11.3.5.2 สมมูลเดกซโตรส = $\frac{\text{ปริมาณน้ำตาลรีดิวซิง เป็นร้อยละ} \times 100}{\text{ปริมาณของแข็งทั้งหมดเป็นร้อยละ}}$

11.4 เถ้าซัลเฟต

11.4.1 เครื่องมือ

11.4.1.1 เตาเผาไฟฟ้าที่ปรับและควบคุมอุณหภูมิได้ (muffle furnace) พร้อมด้วยเครื่องวัดอุณหภูมิ (pyrometer)

11.4.1.2 ถ้วยทำด้วยปลาตินัมหรือซิลิกา ซึ่งมีความจุ 100 ถึง 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

11.4.2 สารละลายที่ใช้และวิธีเตรียม

11.4.2.1 กรดซัลฟูริก 1:3

เตรียมโดยค่อย ๆ เทกรดซัลฟูริกเข้มข้น (ความถ่วงจำเพาะ 1.84 ความเข้มข้นร้อยละ 96) จำนวน 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงในน้ำกลั่น 300 ลูกบาศก์เซนติเมตร ผสมให้เข้ากัน

11.4.3 วิธีวิเคราะห์

ชั่งตัวอย่างประมาณ 5 กรัมให้ทราบน้ำหนักที่แน่นอน (m_0) ในถ้วยที่ได้เผาที่อุณหภูมิ 525 ± 25 องศาเซลเซียส และชั่งทราบน้ำหนักแน่นอนแล้ว (m_1) เติมกรดซัลฟูริก 5 ลูกบาศก์เซนติเมตรลงไป นำไปเผาด้วยไฟอ่อนๆ จนหมดควัน แล้วนำมาเผาที่เตาไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 525 ± 25 องศาเซลเซียส นานประมาณ 2 ถึง 3 ชั่วโมงจนกระทั่งได้เถ้าสีขาวหรือสีเทา นำออกมาใส่เดสิกเคเตอร์ ทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้องแล้วนำไปชั่ง เผาตัวอย่างซ้ำนานครั้งละ 30 นาทีจนได้น้ำหนักต่างกันไม่เกิน 1 มิลลิกรัม จดน้ำหนักที่น้อยที่สุดถือเป็นน้ำหนักของถ้วยและเถ้า (m_2)

11.4.4 วิธีคำนวณ

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

เมื่อ m_0 คือน้ำหนักตัวอย่างก่อนเผาไหม้ เป็นกรัม

m_1 คือน้ำหนักถ้วยเปล่า เป็นกรัม

m_2 คือ น้ำหนักถ้วยและเถ้าทั้งหมด เป็นกรัม

M คือ ปริมาณของแข็งทั้งหมด เป็นร้อยละ (ข้อ 11.2.4)

11.5 ความเป็นกรด-ด่าง

11.5.1 เครื่องมือ

11.5.1.1 เครื่องมือวัดความเป็นกรด-ด่าง (pH-meter) ที่สามารถวัดความเป็นกรด-ด่างได้ในช่วง 1 ถึง 10

11.5.2 สารเคมี

11.5.2.1 สารละลายมาตรฐานบัฟเฟอร์ 2 สารละลาย ที่มีค่าความเป็นกรด-ด่าง 4 และ 7

11.5.3 วิธีเตรียมตัวอย่าง

ละลายตัวอย่างจำนวน 100 ± 2 กรัม ในน้ำกลั่นที่ร้อนและเพิ่งต้มเดือดใหม่ ๆ จำนวน 100 ± 2 กรัมเช่นเดียวกัน ผสมให้เข้ากันโดยทั่ว ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

11.5.4 วิธีวิเคราะห์

11.5.4.1 การตรวจสอบเครื่องมือวัดความเป็นกรด - ด่าง

ให้ตรวจสอบโดยใช้สารละลายมาตรฐานบัฟเฟอร์ที่มีค่าความเป็นกรด-ด่าง 4 และ 7

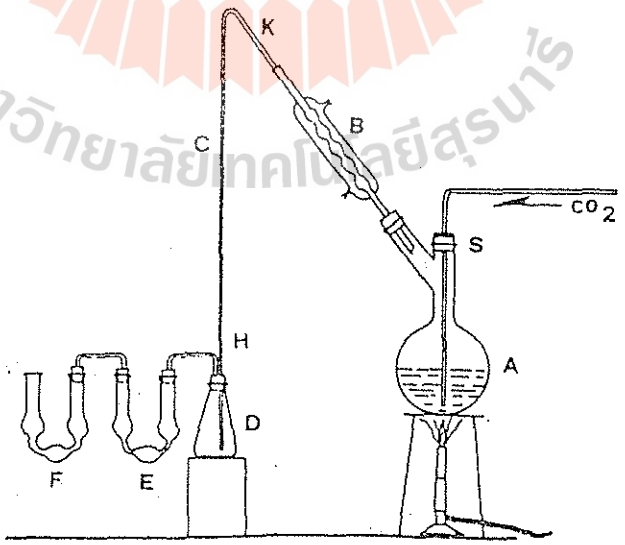
11.5.4.2 วิธีวัด

ให้วัดค่าความเป็นกรด-ด่าง ของตัวอย่างโดยใช้เครื่องมือวัดความเป็นกรด-ด่างที่อุณหภูมิห้อง

11.6 ซัลเฟอร์ไดออกไซด์

11.6.1 เครื่องมือ

ใช้เครื่องมือพิเศษของโมเนียร์-วิลเลียมส์ (Monier-Williams) ดังรูปที่ 3 ซึ่งประกอบด้วยขวดแก้วก้นกลมขนาด 1500 ลูกบาศก์เซนติเมตร (A) ที่มีคอขวด 2 คอ คอหนึ่งต่อกับบีฟลักซ์คอนเดนเซอร์ (B) ปลายบนของคอนเดนเซอร์นี้ต่ออยู่กับหลอดแก้วยาวซึ่งตั้งอยู่ในแนวดิ่ง (C) และต่อไปยังขวดแก้วรูปกรวยขนาด 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร (D) โดยที่ปลายของหลอดแก้วรับก๊าซนี้ยาวเกือบถึงก้นขวดรูปกรวย จากขวดแก้วรูปกรวยมีหลอดแก้วต่อไปยังหลอดพีลิกอต (Peligot) 2 หลอด (E และ F) ทุก ๆ จุดที่มีการต่อเชื่อมเครื่องมือต้องต่ออย่างสนิทโดยใช้จุกยางหรือสิ่งอื่น ๆ ที่เหมาะสม



รูปที่ 3 เครื่องมือทดสอบหาซัลเฟอร์ไดออกไซด์

(ที่มา : มอก. 268, 2521)

11.6.2 สารเคมี สารละลายที่ใช้และวิธีเตรียม

11.6.2.1 กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นบริสุทธิ์ที่ปราศจากคลอรีน

11.6.2.2 ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์บริสุทธิ์ที่ปราศจากคลอรีน

11.6.2.3 ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ความเข้มข้นร้อยละ 3 ที่ปราศจากกรดซัลฟูริก เตรียมโดยเติมน้ำกลั่นลงในไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่เป็นกลางความเข้มข้นร้อยละ30 จำนวน 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร จนได้ปริมาตรเป็น 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

11.6.2.4 สารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้นร้อยละ 0.1 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

11.6.2.5 สารละลายโบรโมฟีนอล บลู อินดิเคเตอร์ ความเข้มข้นร้อย 0.1 ในน้ำกลั่น

11.6.3 การเตรียมตัวอย่าง

ใช้ตัวอย่างอย่างน้อย 100 กรัม (m_0)

11.6.4 วิธีวิเคราะห์

เทไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ลงในขวดแก้วรูปกรวย (D) และหลอดแก้วพีลิกอตหลอดแรก (E) อย่างละ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร หลอดแก้วพีลิกอตหลอดที่สอง (F) บรรจุของผสมระหว่างไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์และสารละลายแบเรียมคลอไรด์ความเข้มข้นร้อยละ 10 จำนวน 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ซึ่งทำให้มีฤทธิ์เป็นกรดโดยเติมกรดไฮโดรคลอริก 2 ถึง 3 หยดลงไป จัดตั้งเครื่องมือดังรูปที่ 3 เติมน้ำกลั่น 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงในขวดแก้วก้นกลม (A) พร้อมด้วยกรดไฮโดรคลอริก 20 ลูกบาศก์เซนติเมตร ต้มสารละลายให้เดือด ในขณะที่มีก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ไหลผ่านตลอดเวลาจนกระทั่งไม่มีอากาศเหลืออยู่ในขวดแก้ว หลังจากนั้นทำขวดแก้วให้เย็นลงโดยจุ่มลงในภาชนะบรรจุน้ำในขณะที่ยังมีก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ไหลผ่านอยู่ เปิดจุก (S) เติมตัวอย่างลงในขวดแก้วอย่างรวดเร็วแล้วปิดจุก ต้มสารละลายให้เดือดนาน 1 ชั่วโมง โดยยังมีก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ไหลผ่านขวดแก้วอย่างช้าๆ หลังจากนั้น ปิดน้ำที่หล่อคอนเดนเซอร์ ซึ่งทำให้คอนเดนเซอร์และหลอดแก้วรับก๊าซร้อนขึ้น ก๊าซซัลเฟอร์ไดออกไซด์ที่ยังค้างอยู่ในหลอดแก้วจะไหลลงสู่ขวดแก้วรูปกรวย (D) ที่จุ่มอยู่ในภาชนะบรรจุน้ำเย็น เมื่อปลายหลอดแก้วรับก๊าซด้านที่ต่ออยู่กับขวดแก้วรูปกรวยที่จุด H ร้อนขึ้น ให้ถอดหลอดแก้วที่รับก๊าซที่จุด K ออก ล้างหลอดแก้วรับก๊าซและหลอดแก้วพีลิกอตหลอดแรกด้วยน้ำกลั่นจำนวนเล็กน้อยลงในขวดรูปกรวย (D) ไตเตรตของเหลวที่ได้ทั้งหมดประมาณ 40 ถึง 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร ด้วยสาร

ละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ โดยมีโบรโมฟีนอลบลูเป็นอินดิเคเตอร์ จดปริมาตรโซเดียมไฮดรอดไซด์ที่ใช้ (V) (ควรใช้ไมโครบิวเร็ต)

11.6.5 วิธีคำนวณ

ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม = $(V \times 3200)/ m_0$

เมื่อ V คือ ปริมาตรสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.1 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร เป็นลูกบาศก์เซนติเมตร

m_0 คือ น้ำหนักตัวอย่าง เป็นกรัม

หมายเหตุ สารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอดกไซด์ 0.1 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร จำนวน 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร ทำปฏิกิริยาพอดีกับ 3.2 มิลลิกรัมซัลเฟอร์ไดออกไซด์

11.7 อาร์เซนิก

11.7.1 เครื่องมือ

11.7.1.1 ให้ใช้เครื่องมือดังแสดงในรูปที่ 4 หรือเครื่องมืออื่นที่ใช้แทนกันได้

รูปที่ 4 เครื่องมือทดสอบหาอาร์เซนิก

(ที่มา : มอก. 268, 2521)

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ก คือ ขวดปากกว้างที่มีความจุประมาณ 60 ถึง 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

ข คือ หลอดแก้วที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 10 มิลลิเมตร และยาวประมาณ 60 ถึง 70 มิลลิเมตร ตอนปลายล่างของหลอดแก้วมีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 3 มิลลิเมตร

ค คือ ใยแก้ว (glass wool) และมีลูกแก้วทับอยู่

ง คือ ทรายสะอาดหนักประมาณ 3.5 ถึง 4 กรัม ทำให้ชุ่มโดยใช้สารละลายเลดอะซีเตต

จ คือ หลอดแก้วที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางด้านนอกประมาณ 7 มิลลิเมตร และด้านในประมาณ 2 มิลลิเมตร

ฉ คือ หลอดแก้วที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 17 มิลลิเมตร สูงประมาณ 110 มิลลิเมตร บรรจุสารละลายไดไทโอคาร์บาเมต และมีลูกแก้วอยู่ตอนล่าง

ช คือ สายยาง

11.7.2 สารเคมี สารละลายและวิธีเตรียม

11.7.2.1 สารละลายมาตรฐานอาร์เซนิก (arsenic standard solution)

ละลายอาร์เซเนียสออกไซด์ (arsenious oxide) 1.32 กรัมในโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้นร้อยละ 20 ของน้ำหนักต่อปริมาตร จำนวน 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร และเติมน้ำกลั่นจนครบ 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร ใช้ปิเปตดูดสารละลายที่เตรียมครั้งหลังนี้มา 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร และเติมน้ำกลั่นจนครบ 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร สารละลายที่เตรียมได้ครั้งสุท้ายนี้ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตรจะมีอาร์เซนิก 1 ไมโครกรัม

11.7.2.2 สารละลายโปตัสเซียมไอโอไดด์ (potassium iodide solution)

ละลายโปตัสเซียมไอโอไดด์ 15 กรัมในน้ำและเติมน้ำกลั่นจนครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร เก็บสารละลายนี้ไว้ในที่มืด ถ้าสารละลายนี้เปลี่ยนเป็นสีเหลืองให้เตรียมใหม่

11.7.2.3 สารละลายสตันนัสคลอไรด์ (stannous chloride solution)

ละลายสตันนัสคลอไรด์ ($SnCl_2.2H_2O$) 40 กรัมในกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นและเติมกรดนี้จนครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

11.7.2.4 โลหะสังกะสี (zinc metal)

ใช้โลหะสังกะสีบริสุทธิ์ที่ไม่มีอาร์เซนิกและให้มีขนาด 30 เมช (mesh)

11.7.2.5 สารละลายซิลเวอร์ไดเอทิลไดไทโอคาร์บาเมต (silver diethyl dithiocarbamate)

ละลายซิลเวอร์ไดเอทิลไดไทโอคาร์บาเมต 0.5 กรัมในพีริดีน (pyridine) และเติมพีริดีนจนครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร เก็บสารละลายนี้ไว้ในขวดสีน้ำตาล

11.7.2.6 สารละลายอิ่มตัว อัมโมเนียมออกซาเลต (ammonium oxalate solution)

ละลายอัมโมเนียมออกซาเลตโมโนไฮเดรต $[(NH_4)_2C_2O_4.H_2O]$ ในน้ำกลั่น 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร จนอิ่มตัว ซึ่งจะใช้อัมโมเนียมออกซาเลตโมโนไฮเดรต ประมาณ 15 กรัม

11.7.2.7 สารละลายเลดอะซีเตต (lead acetate solution)

สารละลายเลดอะซีเตตไตรไฮเดรต $[Pb(CH_3COO)_2.3H_2O]$ 10 กรัมในน้ำกลั่นและเติมน้ำกลั่นจนครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

11.7.2.8 ทราย

ทรายที่ใช้ต้องสะอาดซึ่งทำได้โดยบรรจุทรายประมาณ 3.5 ถึง 4 กรัมลงในหลอดแก้ว ข ถอดหลอดแก้ว ข ออกจากเครื่องมือแล้วไปต่อเข้ากับขวดดูด (suction flask) เติมกรดกัดทอง (aqua regia) แล้วเปิดเครื่องกรองดูดเอากรดกัดทองออกมาและล้างกรดนี้โดยใช้น้ำกลั่น หลังจากนั้นจึงใส่กรดไนตริกและครั้งสุดท้ายล้างกรดนี้ให้หมดโดยใช้น้ำกลั่น เติมสารละลายเลดอะซีเตตลงไปจนทรายชุ่ม หากชุ่มมากเกินไปให้ใช้เครื่องกรองดูดสารละลายเลดอะซีเตตออก

11.7.3 วิธีเตรียมตัวอย่าง

ชั่งตัวอย่างที่จะวิเคราะห์ให้ทราบน้ำหนักแน่นอน 10.0 กรัม ใส่ลงในขวดเชดาห์ล (Kjeldahl flask) เติมน้ำกลั่น 10 ลูกบาศก์เซนติเมตรเพื่อละลายตัวอย่างให้หมด เติมกรดไนตริกเข้มข้น 25 ถึง 50 ลูกบาศก์เซนติเมตรและเติมกรดซัลฟูริกเข้มข้น 20 ลูกบาศก์เซนติเมตร ค่อย ๆ เพิ่มความร้อนให้แก่สารละลายในขวดเชดาห์ล ถ้าสารละลายในขวดเชดาห์ลยังมีสีน้ำตาลหรือสีดำให้หยดกรดไนตริกเข้มข้นลงไปทีละน้อยแล้วให้ความร้อนต่อไปจนกระทั่งสารละลายไม่มีสีและควันขาวเกิดขึ้น ปล่อยให้เย็นลงเล็กน้อย แล้วเติมน้ำกลั่นลงไป 75 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมสารละลายอิ่มตัวอัมโมเนียมออกซาเลตลงไป 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร ให้ความร้อนต่อไปจนกระทั่งมีควันขาวเกิดขึ้น ทิ้งไว้ให้เย็น ถ่ายสารละลายที่ได้ลงในขวดแก้วปริมาตรให้หมด ล้างด้วยน้ำกลั่นและเติมน้ำกลั่นจนครบ 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร

11.7.4 วิธีวิเคราะห์

ใช้ปิเปตดูดสารละลายที่เตรียมได้ 40 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ลงในขวด ก เติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร สารละลายโปตัสเซียมไอโอไดด์ 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร และสารละลายสตันนัสคลอไรด์ 8 หยด ตั้งทิ้งไว้อย่างน้อย 15 นาที ที่หลอดแก้ว ฉ มีสารละลายซิเวอร์ไดเอทิลไดไทโอคาร์บาเมต บรรจุอยู่ 4 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมสังกะสีไป 4 กรัม แล้วต่อเครื่องมือเข้าด้วยกันดังรูปที่ 4 ตั้งเครื่องมือทิ้งไว้ 30 นาที ถอดสายยาง ช ออกจากเครื่องมือ เอียงหลอดแก้ว ฉ ไปมาประมาณ 5 ครั้ง เพื่อให้สารละลายในหลอดผสมเข้ากันดี ถ่ายสารละลายในหลอดแก้ว ฉ ลงในแอบซอร์ปชันเซลขนาดยาว 10 มิลลิเมตร (10 millimeter absorption cell) แล้ววัดความเข้มของสีโดยใช้เครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (spectrophotometer)ที่ความยาวคลื่น 522 นาโนเมตร

11.7.5 วิธีเปรียบเทียบสี

เตรียมสารละลายอ้างอิงโดยใช้วิธีการตามข้อ 11.7.3 และ 11.7.4 โดยไม่ต้องใส่ตัวอย่างที่จะวิเคราะห์ลงไปในขวดเชดาห์ล แต่ให้เติมสารละลายมาตรฐานอาร์เซนิกลงไปในขวด ก จำนวน 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร ซึ่งมีปริมาณอาร์เซนิก 2 ไมโครกรัม ความเข้มของสีที่เกิดขึ้นจากตัวอย่างที่วิเคราะห์ต้องไม่มากกว่าความเข้มของสีที่เกิดจากสารละลายอ้างอิง

11.8 ทองแดง

11.8.1 สารละลายและวิธีเตรียม

11.8.1.1 สารละลายอัมโมเนียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น

11.8.1.2 คาร์บอนเตตระคลอไรด์ (carbon tetrachloride) ให้กลั่นก่อนนำมาใช้

11.8.1.3 สารละลายซิเตรต อีดีทีเอ (citrate EDTA)

ละลายอัมโมเนียมซิเตรต 200 กัม และ อีดีทีเอ (disodium salt of ethylenediamine tetra acetic acid) 50 กรัม ในน้ำกลั่นและเติมน้ำกลั่นจนครบ 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร

11.8.1.4 สารละลายมาตรฐานทองแดง (standard copper solution)

สารละลาย ก

ละลายอันไฮดรัสคอปเปอร์ซัลเฟต (anhydrous copper sulphate) 0.201 5 กรัม ในน้ำกลั่น แล้วเติมน้ำกลั่นจนครบ 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร

สารละลาย ข

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

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

11.8.1.5 สารละลายครีซอลเรด อินดิเคเตอร์ (cresol red indicator)

ละลายครีซอลเรด 50 มิลลิกรัมในเอทิลอัลกอฮอล์ 20 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.1 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร จำนวน 1.3 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วเติมน้ำกลั่นจนครบ 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร

11.8.1.6 สารละลายคาร์บาเมต (carbamate reagent)

ละลายโซเดียมไดเอทิลไดไทโอคาร์บาเมต (sodium diethyldithiocarbamate) 0.2 กรัมในน้ำกลั่นแล้วเติมน้ำกลั่นจนครบ 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร ถ้าสารละลายนี้ไม่ใสก็ให้กรอง ในเวลาปฏิบัติการควรเตรียมสารละลายนี้ใหม่ทุกครั้ง

11.8.2 วิธีวิเคราะห์

ชั่งตัวอย่างที่จะวิเคราะห์ให้ทราบน้ำหนักแน่นอน 200 กรัมใส่ลงในกรวยแยกขนาด 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร ซึ่งมีน้ำกลั่นอยู่ในกรวยนี้ประมาณ 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร เขย่าจนตัวอย่างละลายหมด เติมสารละลายซิเตรต อีดีทีเอ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร สารละลายครีซอลเรด 2 หยด เขย่าให้เข้ากัน ค่อย ๆ หยดสารละลายอัมโมเนียมไฮดรอกไซด์ จนกระทั่งสีของสารละลายในกรวยแยกเป็นสีม่วง เติมสารละลายอัมโมเนียมไฮดรอกไซด์นี้อีก 2 หยด เติมสารละลายคาร์บาเมต 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร เขย่าให้เข้ากัน ใช้ปิเปตดูดคาร์บอนเตตระคลอไรด์ 50 ลูกบาศก์เซนติเมตรใส่ลงในกรวยแยก เขย่าอย่างแรงประมาณ 2 นาที ไขของเหลวชั้นล่างผ่านสำลีลงไปในหลอดแก้วสำหรับเทียบสี

11.8.3 วิธีเปรียบเทียบสี

ใช้ปิเปตดูดสารละลาย ข 20 ลูกบาศก์เซนติเมตรใส่ลงในกรวยแยกแทนตัวอย่าง เติมน้ำกลั่นประมาณ 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วดำเนินการต่อไปตามวิธีวิเคราะห์ ข้อ 11.8.2 ความเข้มของสีที่เกิดขึ้นจากตัวอย่างที่วิเคราะห์ต้องไม่มากกว่าความเข้มของสีที่เกิดจากใช้สารละลายมาตรฐานทองแดง

11.9 ตะกั่ว

11.9.1 สารละลายและวิธีเตรียม

11.9.1.1 กรดซัลฟุริกเข้มข้นที่มีตะกั่วไม่มากกว่า 0.005 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

11.9.1.2 กรดไนตริกเข้มข้นที่มีตะกั่วไม่มากกว่า 0.005 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

11.9.1.3 สารละลายกรดไนตริกเจือจาง

เติมกรดไนตริกเข้มข้น 10 ลูกบาศก์เซนติเมตรลงในน้ำกลั่นที่ไม่มีตะกั่ว แล้วเติมน้ำกลั่นนี้จนครบ 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร

11.9.1.4 กรดเปอร์คลอริกที่มีเนื้อกรดร้อยละ 60 ของน้ำหนัก และมีตะกั่วไม่เกิน 0.005 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

11.9.1.5 สารละลายอัมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ที่มีความถ่วงจำเพาะ 0.880

11.9.1.6 สารละลายไดไทโซน (dithizone) ในคลอโรฟอร์ม (chloroform) ร้อยละ 0.1 ของน้ำหนักต่อปริมาตร

ละลายไดไทโซน 1 กรัม ในคลอโรฟอร์มและเติมคลอโรฟอร์มจนครบ 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร

11.9.1.7 สารละลายไดไทโซนในในคลอโรฟอร์ม ร้อยละ 0.002 ของน้ำหนักต่อปริมาตร

ละลายไดไทโซน 20 มิลลิกรัม ในคลอโรฟอร์มและเติมคลอโรฟอร์มจนครบ 100 ลูกบาศก์เดซิเมตร

11.9.1.8 สารละลายอัมโมเนียมซิเตรต (ammonium citrate)

ละลายอัมโมเนียมซิเตรต 62.5 กรัมในน้ำกลั่นที่ไม่มีตะกั่วจำนวน 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร ถ่ายสารละลายนี้ลงในกรวยแยก (separating funnel) เติมสารละลายอัมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร และเติมสารละลายไดไทโซนในปริมาณพอสมควรลงไป เขย่าสารละลายนี้ทั้งหมดเข้าด้วยกัน ไขส่วนของสารละลายไดไทโซนลงไปใหม่และเขย่าอีก ทำเช่นนี้หลาย ๆ ครั้ง จนกระทั่งสารละลายไดไทโซนที่แยกตัวออกหลังจากเขย่าแล้วมีสีเขียว ไขสารละลายไดไทโซนออกทิ้งเสีย และล้างสารละลายอัมโมเนียมซิเตรตที่เหลืออยู่ด้วยคลอโรฟอร์มจนกระทั่งสารละลายอัมโมเนียมซิเตรตไม่มีสี

11.9.1.9 สารละลายโปตัสเซียมไซอะไนด์ (potassium cyanide)

ละลายโปตัสเซียมไซอะไนด์ 10 กรัมในน้ำกลั่นที่ไม่มีตะกั่วแล้วเติมน้ำกลั่นนี้จนครบ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ทิ้งสารละลายนี้ไว้อย่างน้อย 2 วัน ก่อนที่จะนำไปใช้

11.9.1.10 สารละลายมาตรฐานตะกั่ว (standard lead solution) ที่มีปริมาณตะกั่ว 0.1 กรัม ในสารละลาย 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

ละลายเลดไนเตรต (lead nitrate) 0.160 กรัมในกรดไนตริก 1.0 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตรและเติมกรดไนตริกนี้จนครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

กรดไนตริก 1.0 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร เตรียมได้โดยการเติมกรดไนตริก 15.6 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงในน้ำกลั่นที่ไม่มีตะกั่วแล้วเติมน้ำกลั่นนี้จนครบ 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร

11.9.1.11 สารละลายมาตรฐานตะกั่วที่มีปริมาณตะกั่ว 0.001 กรัมในสารละลาย 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

ละลายสารละลายมาตรฐานตะกั่ว (ตามข้อ 10.9.1.10) 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร ในน้ำกลั่นที่ไม่มีตะกั่วแล้วเติมน้ำกลั่นนี้จนครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

11.9.1.12 สารละลายโบรโมไทมอลบลู (bromothymol blue)

ละลายโบรโมไทมอลบลู 0.04 กรัมในอัลกอฮอล์ที่มีความเข้มข้นร้อยละ 20 ของน้ำหนักต่อปริมาตรแล้วเติมอัลกอฮอล์จนครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

11.9.1.13 สารละลายไฮดรอกซิลามีนไฮโดรคลอไรด์ (hydraxylamine hydrochloride)

ละลายไฮดรอกซิลามีนไฮโดรคลอไรด์ 20 กรัม ในน้ำกลั่นที่ไม่มีตะกั่วและเติมน้ำกลั่นจนครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

11.9.1.14 สารละลายโซเดียมเฮกซาเมตาฟอสเฟต (sodium hexametaphosphate solution) $(NaPO_3)_6$

ละลายโซเดียมเฮกซาเมตาฟอสเฟต 10 กรัมในน้ำกลั่นที่ไม่มีตะกั่วแล้วเติมน้ำกลั่นจนครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

11.9.2 วิธีเตรียมสารละลายตัวอย่าง

ชั่งตัวอย่างที่จะวิเคราะห์ให้ทราบน้ำหนักแน่นอนประมาณ 2 กรัมแล้วใส่ขวดแก้วชนิดทนไฟ ซึ่งมีความจุ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำกลั่นลงไป 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร เพื่อละลายตัวอย่างให้หมด เติมกรดไนตริกเข้มข้น 3 ลูกบาศก์เซนติเมตร และกรดเปอร์คลอริก 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงไป ค่อย ๆ ให้ความร้อนแก่สารละลายที่อยู่ในขวดแก้วทนไฟนี้โดยวางขวดแก้วลงบนเตาไฟฟ้า เมื่อสารละลายในขวดกลายเป็นสีน้ำตาลเติมกรดไนตริกลงไป 1 ถึง 2 หยด และให้ความร้อนแก่สารละลายต่อไป หากสารละลายในขวดยังมีสีน้ำตาลอยู่ ก็หยดกรดไนตริกลงไปอีก ทำเช่นนี้เรื่อย ๆ จนกระทั่งสารละลายนั้นไม่มีสี และมีควันขาวเกิดขึ้น กรดไนตริกที่จะใช้ทั้งหมดประมาณ 6 ลูกบาศก์เซนติเมตร

11.9.3 วิธีวิเคราะห์

เติมน้ำกลั่นลงไปในสารละลายที่เตรียมได้ตามข้อ 11.9.2 ให้มีปริมาตรทั้งสิ้นประมาณ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร และต้มสารละลายนี้จนเดือดประมาณครึ่งนาทีเพื่อละลายตะกอนที่อาจจะมีอยู่ เติมสารละลายอัมโมเนียมซิเตรต 6 ลูกบาศก์เซนติเมตร และสารละลายเฮกซะเมตาฟอสเฟต 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงไป เขย่าให้เข้ากัน ถ้าสารละลายนี้ยังไม่ใสให้ต้มจนเดือดอีก เติมน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตรทั้งสิ้น 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร หยดสารละลายโบรโมไทมอลบลู 2 ถึง 3 หยด และไขสารละลายอัมโมเนียมไฮดรอกไซด์จากบิวเร็ตลงไปในสารละลายนี้ จนกระทั่งสีของโบรโมไทมอลบลูกลายเป็นสีน้ำเงิน เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ลงไปอีก 1.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร สารละลายโปตัสเซียมไซอะไนด์ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร และสารละลายไฮดรอกซีลามีนไฮโดรคลอไรด์ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร ถ่ายสารผสมทั้งหมดที่ได้ทั้งหมดลงในกรวยแยก ใช้น้ำกลั่นล้างแต่ให้ใช้น้อยที่สุดเท่าที่จะทำได้ เติมสารละลายไดไทโซนจากบิวเร็ตลงไปในกรวยแยกนี้ให้มีปริมาณมากพอที่จะสังเกตเห็นได้ในเมื่อเขย่ากรวยแยกนี้ ส่วนของของเหลวชั้นล่างที่แยกตัวออกจะเปลี่ยนจากสีแดงอิฐเป็นสีม่วงหรือสีน้ำเงิน เขย่ากรวยแยกประมาณ 20 วินาที หากสีของของเหลวชั้นล่างยังเป็นสีแดงอิฐ ให้เติมสารละลายไดไทโซนลงไปอีกจนกระทั่งสีของของเหลวชั้นล่างเป็นสีม่วงหรือสีน้ำเงิน ถ่ายของเหลวชั้นล่างในกรวยแยกใบที่สอง หยดคลอโรฟอร์มลงไปในกรวยใบแรก 2 ถึง 3 หยด เมื่อของเหลวแยกชั้นกันแล้วไขคลอโรฟอร์มออกใส่กรวยแยกใบที่สอง เติมสารละลายไดไทโซน 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงไปในกรวยแยกใบแรก เขย่าให้เข้ากันเมื่อของเหลวในกรวยแยกชั้นกันดีแล้ว ไขของเหลวชั้นล่างลงไปในกรวยแยกใบที่สองอีก เติมสารละลายกรดไนตริกเจือจาง 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงใน

กรวยแยกใบที่สองและเขย่าจนกระทั่งสีของของเหลวชั้นล่างกลับเป็นสีเขียว ไขของเหลวชั้นล่างออกทิ้งเสีย เติมสารละลายอัมโมเนียมซิเตรต 0.2 ลูกบาศก์เซนติเมตร สารละลายอัมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 5 หยด และสารละลายโปตัสเซียมไซอะไนด์ 0.1 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงไปในกรวยแยกใบที่สองนี้ เติมสารละลายไดไทโซนครั้งละ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร จนกระทั่งเมื่อเมื่อหลังจากเขย่าแล้วให้มีไดไทโซนมากเกินพอซึ่งจะสังเกตได้ที่ชั้นของคลอโรฟอร์มกลับเป็นสีม่วงแดง จดจำนวนไดไทโซนที่ใช้ของแต่ละตัวอย่างที่วิเคราะห์

11.9.4 วิธีเปรียบเทียบสี

เตรียมสารละลายอ้างอิงโดยใช้วิธีการตามข้อ 11.9.2 และ 11.9.3 จนกระทั่งเติมไดไทโซนครั้งสุดท้ายแต่ไม่ต้องใส่ตัวอย่างที่จะวิเคราะห์ลงไปด้วย ในกรณีที่วิเคราะห์ตัวอย่างหลายตัวอย่างและใช้ปริมาณของไดไทโซนต่าง ๆ กัน ให้ดูว่าตัวอย่างใดใช้ไดไทโซนจำนวนน้อยที่สุดเท่าใดก็ให้ใช้ไดไทโซนจำนวนนี้ใส่ลงในสารละลายใหม่ที่เตรียมไว้นี้ตอนเติมไดไทโซนครั้งสุดท้าย เติมสารละลายมาตรฐานตะกั่วทีละน้อยลงไปในกรวยแยก ซึ่งมีสารละลายที่เตรียมใหม่นี้อยู่ เขย่าจนกระทั่งสีในชั้นของคลอโรฟอร์มเท่ากับสีของชั้นคลอโรฟอร์มในตัวอย่างที่ใช้ไดไทโซนน้อยที่สุดนั้น จดจำนวนของสารละลายมาตรฐานตะกั่วที่ใช้

สำหรับตัวอย่างที่วิเคราะห์อย่างอื่น ๆ ที่ต้องใช้ไดไทโซนมากกว่านี้ก็จะเทียบสีได้โดยเติมไดไทโซนลงไปจนมีปริมาณเท่ากับปริมาณของไดไทโซนที่จะวิเคราะห์สำหรับตัวอย่างนั้น ๆ แล้วเติมสารละลายมาตรฐานตะกั่วลงไปอีกทีละน้อย เขย่าจนสีในชั้นของคลอโรฟอร์มเท่ากัน จดปริมาตรของสารละลายมาตรฐานตะกั่วเอาไว้

11.9.5 วิธีคำนวณ

ปริมาณตะกั่ว มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม = $(V \times 10)/ m_0$

เมื่อ V คือ ปริมาตรสารละลายมาตรฐานตะกั่วตามข้อ 11.9.1.11 ที่ใช้ไป เป็นลูกบาศก์เซนติเมตร

m_0 คือ น้ำหนักตัวอย่างที่ใช้ในการวิเคราะห์ เป็นกรัม