

### บทที่ 3

#### เครื่องมือและวิธีการทดลอง

##### เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

##### 1. เครื่องสกัดแบบไหลซึมผ่าน (Soxhlet extraction apparatus)

เป็นเครื่องมือสกัดแบบ Percolation ทำงานแบบไม่ต่อเนื่อง ใช้เพื่อหาปริมาณสารสกัดทั้งหมดที่ละลายได้ในตัวทำละลายนั้น ๆ แสดงดังภาพที่ 3.1

เครื่องมือประกอบด้วยขวดแก้วก้นกลมขนาด 500 ลบ.ซม. บรรจุตัวทำละลายที่ใช้สกัด ให้ความร้อนโดยเตาที่ควบคุมอุณหภูมิได้ (heating mantle) ขวดแก้วต่อกับ soxhlet apparatus ซึ่งภายในมี thimble บรรจุดอกคำฝอยแห้ง ส่วนบนต่อกับเครื่องควบแน่น สำหรับกลั่นตัวทำละลายกลับมาสกัดดอกคำฝอย จนการสกัดสมบูรณ์

##### 2. เครื่องระเหยแบบหมุน (Rotary evaporator)

เป็นการระเหยเข้มข้น โดยระเหยตัวทำละลายออกที่อุณหภูมิต่ำ และลดความดันลงให้เกือบเป็นสุญญากาศ โดยใช้ vacuum แสดงในภาพที่ 3.2

ประกอบด้วย 3 ส่วน คือ distillation flask ขนาด 1000 ลบ.ซม. condenser และ receiving flask โดย Distillation flask จะหมุนอยู่ตลอดเวลาที่ทำงาน และแช่อยู่ในหม้ออ่างไอน้ำ เพื่อให้การกระจายของความร้อนทั่วถึง และสม่ำเสมอ เครื่องที่ดีจะต้องมีระบบการทำสุญญากาศที่ดี ระยะระหว่าง distillation flask และ condenser สั้น และมีระบบทำความเย็นของ condenser ที่ดี

##### 3. ตู้อบไฟฟ้า

เพื่ออบดอกคำฝอย ในการเตรียมวัตถุดิบก่อนนำมาสกัด และอบไล่ตัวทำละลายออกจากสารสกัดให้หมด หลังจากระเหยตัวทำละลายออกไปก่อนแล้วในเครื่องระเหย Rotary evaporator

##### 4. เครื่องชั่ง ที่ใช้มี 2 ชนิดคือ

ชนิดชั่งได้ละเอียด 2 ตำแหน่ง

ชนิดชั่งได้ละเอียด 4 ตำแหน่ง

##### 5. เครื่องแก้ว

ได้แก่ beaker, volumetric flask, funnel, flask ฯลฯ

## 6. เครื่องสกัดแบบ batch ระดับปฏิบัติการ

เป็นเครื่องมือสกัดที่ตัวถูกละลาย และตัวทำละลายสัมผัสกันโดยตรง การทำงานเป็นแบบไม่ต่อเนื่อง มีขนาดระดับปฏิบัติการ เพื่อทดลองหาภาวะต่าง ๆ ในการสกัด แสดงดังภาพที่ 3.3

เครื่องมือประกอบด้วย ขวดแก้ว 3 คอ ขนาด 1000 ลบ.ซม. ที่บรรจุดอกคำฝอย และตัวทำละลาย ขวดแก้ววางอยู่ในอ่างน้ำร้อน ซึ่งให้ความร้อนโดย hot plate ที่ปรับอุณหภูมิและความเร็วในการหมุนกวนด้วย magnetic bar ขวดแก้วส่วนบนต่อกับเครื่องควบแน่น และมี thermometer เสียวัดอุณหภูมิในสารละลาย

## 7. เครื่องสกัดขนาดนํารอง

ชุดเครื่องสกัดขนาดนํารอง แสดงดังภาพที่ 3.4 ซึ่งประกอบด้วย ถังสกัดรูปทรงกรวยมีขนาดความจุ 30 ลิตร ทำด้วย tinned copper เป็นถังแบบ Autoclave คือมีฝาปิดสนิท และวาล์ววัดความดัน เนื่องจากการสกัดใช้ความดันสูงกว่าความดันบรรยากาศ ฉะนั้นถังเป็น jacket สำหรับให้นําร้อนไหลผ่าน ที่ก้นถังมีวาล์ว สำหรับเปิดเอาสารละลายสกัดออกได้ ส่วนบนของถังต่อเข้ากับเครื่องควบแน่น เพื่อ reflux ตัวทำละลายกลับเข้าถัง

## 8. เครื่องอบแห้งแบบหัวฉีดกระจายให้เป็นผงแห้ง (Spray dryer)

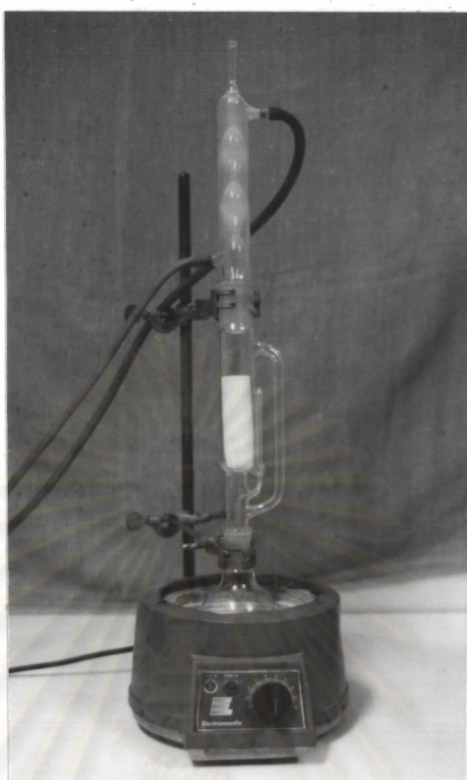
เครื่องอบแห้งแบบหัวฉีดกระจายให้เป็นผงแห้ง เป็นเครื่องอบที่ใช้สำหรับทำแห้งสารละลาย สารละลายเข้มข้น (slurries) และสารละลายเข้มข้นกึ่งของแข็ง (paste)

ประกอบด้วย หัวฉีด (Nozzle) ซึ่งใช้แรงดันจากเครื่องอัดอากาศ (Air compressor) เพื่อฉีดให้สารละลายกระจายเป็นละอองเล็ก ๆ การป้อนสารละลายเข้าหัวฉีดใช้เครื่องสูบลูกสูบ (feed pump) ที่ปรับอัตราการป้อนได้ ห้องอบแห้งเป็นแก้ว ซึ่งการสัมผัสกันระหว่างอากาศร้อนกับละอองสารละลายเป็นแบบการไหลสวนทางกัน (Countercurrent flow) และกรวยแยก สำหรับแยกผลิตภัณฑ์ผงแห้ง ออกจากอากาศร้อนที่ขึ้น ผงแห้งที่ได้แยกมาที่ภาชนะเก็บ ส่วนอากาศร้อนขึ้นแยกออกสู่อากาศภายนอก

## วัตถุดิบและสารเคมี

1. ดอกคำฝอยแห้ง จาก จ. เชียงใหม่
2. เอธานอล ร้อยละ 95
3. เด็กซ์ตริน (Analytical grade)

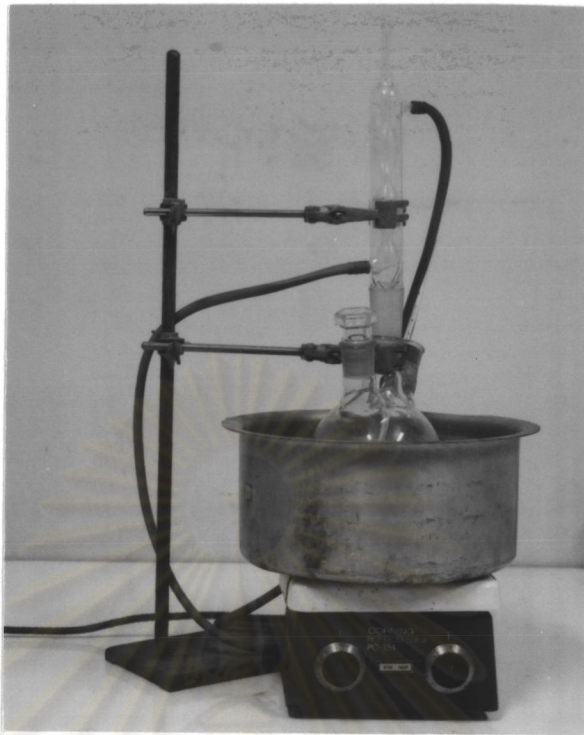




ภาพที่ 3.1 เครื่องสกัดแบบไหลซึมผ่าน (Soxhlet extraction apparatus)



ภาพที่ 3.2 เครื่องระเหยแบบหมุน (Rotary evaporator)



ภาพที่ 3.3 เครื่องสกัดแบบ batch ระดับปฏิบัติการ



ภาพที่ 3.4 เครื่องสกัดขนาดนำร่อง



ภาพที่ 3.5 ดอกคำฝอยแห้ง

ศูนย์วิทยทรัพยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



### การดำเนินงานวิจัย

1. การศึกษาชนิดตัวทำละลายที่เหมาะสมในการสกัดกรดไลโนเลอิก ตัวทำละลายที่ใช้ในการทดลอง คือ น้ำ เอทานอลความเข้มข้นร้อยละ 95 และ 50 โดยน้ำหนัก และเฮกเซน
2. การศึกษาภาวะที่เหมาะสม ในการสกัดสารสกัดด้วยตัวทำละลาย ที่ได้จากข้อ 1 ตัวแปรที่ศึกษา คือ ระบบการกวน เวลา อุณหภูมิ และอัตราส่วน นน.ดอกคำฝอยต่อปริมาตรตัวทำละลาย ระบบการกวนที่ 300 rpm เวลาที่ใช้ในการทดลองคือ 15, 30, 60 และ 120 นาที อุณหภูมิในการสกัดที่ 40, 60 และ 78 องศาเซลเซียส อัตราส่วนน้ำหนัkdอกคำฝอยต่อปริมาตรตัวทำละลาย คือ 1:20, 1:40, 1:60, 1:80 และ 1:100 กรัมต่อมิลลิลิตร
3. การศึกษาทดลองสกัดในเครื่องสกัดขนาดนำร่อง โดยใช้ภาวะในการสกัดที่ได้จากการทดลองในข้อ 2 เพื่อดูผลของปริมาณสารสกัดที่ได้กับเวลา
4. การศึกษาปริมาณสารปรุงแต่งที่เติมในสารละลายสกัด กับปริมาณผลิตภัณฑ์ผงแห้งที่ได้จากเครื่อง Spray dryer โดยสารปรุงแต่ง คือ เด็กชตริน ปริมาณเด็กชตรินที่ใช้ในการทดลอง คือร้อยละ 50, 70, 80, 100 และ 150 น้ำหนักเด็กชตรินต่อน้ำหนักสารสกัด

### ขั้นตอนการทดลอง

1. การเตรียมวัตถุดิบ  
ดอกคำฝอยแห้ง เนื่องจากมีขนาดเล็กจึงไม่มีการผ่านการบดย่อย นำไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เวลา 5 ชั่วโมง เก็บดอกคำฝอยในภาชนะที่มิดชิด ไว้สำหรับทำการทดลองต่อไป
2. การหาชนิดตัวทำละลายที่เหมาะสมในการสกัด  
ใช้ตัวอย่างดอกคำฝอยแห้ง 7 กรัม บรรจุใน thimble ใส่ใน Soxhlet apparatus เติมตัวทำละลายปริมาตร 250 มิลลิลิตร ประกอบเครื่องควบแน่นเข้าที่ส่วนบนของ Soxhlet ให้ความร้อนตัวทำละลายด้วย heating mantle ปรับอุณหภูมิจนกระทั่งตัวทำละลายเดือด และกลั่นตัวในอัตราประมาณ 120 หยดต่อนาที ใช้เวลาในการสกัดนานพอจนกระทั่งการสกัดสมบูรณ์ โดยสังเกตจากสีตัวทำละลายในส่วน Soxhlet ใส ไม่มีการละลายออกมาของสารสกัดอีก นำสารละลายสกัดในขวดก้นกลม มาทำการระเหยแยกตัวทำละลายออกด้วยเครื่องระเหยแบบหมุน (Rotary evaporator) และอบไล่ตัวทำละลายออกจนหมดในตู้อบไฟฟ้า ชั่งน้ำหนักสารสกัดนำไปหาปริมาณของกรดไลโนเลอิกที่ได้

ตัวทำละลายที่ใช้ในการสกัดกรดไลโนเลอิกจากดอกคำฝอยมีหลายชนิด จากการทดลอง ตัวทำละลายที่ใช้คือ น้ำ เอทานอล (ความเข้มข้นร้อยละ 50 และ 95 โดยน้ำหนัก) เฮกเซน นำตัวอย่างสารสกัดด้วยตัวทำละลายเหล่านี้ไปวิเคราะห์หาปริมาณกรดไลโนเลอิกด้วยเครื่อง Gas Chromatography (G.C.)

### 3. การสกัดในเครื่องสกัดแบบ batch ระดับปฏิบัติการ

#### 3.1 การศึกษาผลของการสกัดในระบบที่มีการกวน และไม่มีการกวน

ใส่ดอกคำฝอยแห้ง 10 กรัม ในขวดแก้ว 3 คอ เติมตัวทำละลายที่ได้จากการทดลอง ข้อ 2 ปริมาตร 250 มิลลิลิตร วางขวดแก้วในอ่างน้ำร้อนที่ให้ความร้อนด้วย hot plate ในขวดแก้วเสียบเทอร์โมมิเตอร์ วัดอุณหภูมิสารละลายสกัด ทำการสกัดที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ส่วนบนขวดแก้วต่ออยู่กับ condenser ภาวะในการทดลองคือ ภาวะที่กวนด้วยแท่งแม่เหล็ก ความเร็วรอบ 300 รอบ/นาที ระยะเวลาในการสกัด 15, 30, 60 และ 120 นาที ทำการทดลองซ้ำ ในภาวะที่ไม่มีการกวน นำสารละลายสกัดจากการทดลองทั้งหมดไประเหยแยกตัวทำละลายในเครื่องระเหยแบบหมุน และอบไล่ตัวทำละลายจนหมด ซึ่งน้ำหนักสารสกัดแล้ววิเคราะห์หาปริมาณของกรดไลโนเลอิกที่ได้

#### 3.2 การศึกษาเวลาและอุณหภูมิที่เหมาะสมในการสกัด

ใช้ดอกคำฝอยแห้ง 5 กรัม และตัวทำละลายที่ได้จากการทดลองข้อ 2 ปริมาตร 500 มิลลิลิตร ประกอบอุปกรณ์การทดลองเช่นเดียวกับข้อ 3.1 ความเร็วรอบในการกวน 300 รอบ/นาที ภาวะในการทดลองคือ สกัดที่อุณหภูมิ 40, 60 และ 78 องศาเซลเซียส ระยะเวลาในการสกัดที่ 15, 30, 60 และ 120 นาที นำสารละลายในแต่ละภาวะการทดลองไประเหยแยกตัวทำละลายในเครื่องระเหยแบบหมุน และอบไล่ตัวทำละลายจนหมด ซึ่งน้ำหนักสารสกัด แล้ววิเคราะห์หาปริมาณของกรดไลโนเลอิกที่ได้

#### 3.3 การศึกษาอัตราส่วนน้ำหนักดอกคำฝอย ต่อปริมาตรตัวทำละลายที่เหมาะสมในการสกัด

การทดลองใช้ดอกคำฝอยแห้ง 5 กรัม สกัดด้วยตัวทำละลายที่ได้จากการทดลองในข้อ 2 ปริมาตร 100, 200, 300, 400 และ 500 มิลลิลิตร ความเร็วในการกวน 300 รอบ/นาที เวลาในการสกัด 15 นาที ใช้อุณหภูมิสกัดเช่นเดียวกับอุณหภูมิที่ได้จากข้อ 3.2 นำสารละลายสกัดแต่ละภาวะการทดลองไประเหยแยกตัวทำละลาย และอบไล่ตัวทำละลาย ซึ่งน้ำหนักแล้ววิเคราะห์หาปริมาณของกรดไลโนเลอิกที่ได้



#### 4. การสกัดในเครื่องสกัดขนาดนำร่อง

เป็นเครื่องสกัดขนาดใหญ่ สามารถสกัดครั้งละมาก ๆ โดยนำเอาภาวะการสกัดจากการทดลองในเครื่องสกัดแบบ batch ระดับปฏิบัติการ เพื่อเตรียมสารละลายสกัดจำนวนมากสำหรับทดลองทำผลิตภัณฑ์ผง

ใช้ดอกคำฝอยแห้ง จำนวน 500 กรัม ใส่ลงในถังซึ่งมีตะแกรงเหล็กวางรองไว้ เติมสารละลายที่ได้จากการทดลองข้อ 2 ปริมาตร 5 ลิตร ปิดฝาถังให้สนิท ให้ความร้อนโดยการผ่านไอน้ำเข้าที่ชั้นผนังของถัง ควบคุมอุณหภูมิสกัดในช่วง 75 - 80 องศาเซลเซียส ถึงสกัดนี้ต่ออยู่กับตัวควบแน่น ซึ่งผ่านเข้าด้วยน้ำเย็น เพื่อ reflux ตัวทำละลายกลับเข้าสู่ถังสกัด ระยะเวลาในการสกัด 120 นาที เก็บตัวอย่างสารละลายสกัด ที่เวลา 15, 30, 60 และ 120 นาที ครั้งละ 100 มิลลิลิตร นำตัวอย่างสารละลายไปกรองด้วยกระดาษกรอง ตวงวัดปริมาตรสารละลายใส แล้วนำไประเหยแยกตัวทำละลายออก อบซ้ำไล่ตัวทำละลายจนหมด ซึ่งน้ำหนักสารสกัดแล้ววิเคราะห์หาปริมาณของกรดไลโนเลอิกที่ได้

#### 5. การทำแห้งสารสกัดด้วยเครื่องอบแห้งแบบหัวฉีดกระจายให้เป็นผงแห้ง

สารสกัดดอกคำฝอยมีกรดไขมันเป็นส่วนประกอบหลัก การทำแห้งด้วยเครื่องอบแห้งแบบหัวฉีดกระจายให้เป็นผงแห้ง จึงเกิดปัญหา ผลิตภัณฑ์ผงแห้งเกาะติดผนังเครื่องอบ ไม่สามารถเก็บผลิตภัณฑ์ผงได้ จึงต้องมีการเติมเด็กซ์ตริน เป็นสารปรุงแต่งช่วยในการทำแห้ง

##### 5.1 การศึกษาปริมาณสารปรุงแต่งต่อปริมาณผลิตภัณฑ์ผงแห้ง

นำสารละลายสกัดจากการทดลองในข้อ 4 มากรองด้วยกระดาษกรอง นำสารละลายสกัดใสมาทำให้เข้มข้นด้วย เครื่องระเหยแบบหมุน (Rotary evaporator) จนมีความเข้มข้นของปริมาณสารสกัดร้อยละประมาณ 20 กรัมต่อมิลลิลิตร เติมสารเด็กซ์ตริน ปริมาณร้อยละ 40, 50, 70, 80, 100 และ 150 กรัมต่อกรัมสารสกัด นำมาทำแห้งด้วยเครื่องอบแห้งแบบหัวฉีดกระจายให้เป็นผงแห้ง

ภาวะการทำงานของเครื่องอบแห้งคือ อัตราการป้อนของสารละลาย 3 - 4 มิลลิลิตรต่อนาที อุณหภูมิภายในเครื่องอบ 200 องศาเซลเซียส ทำแห้งสารละลายจนหมด เก็บผลิตภัณฑ์ผงแห้งที่ได้ทั้งหมด ซึ่งน้ำหนักหาปริมาณผลิตภัณฑ์ผงแห้งต่อน้ำหนักสารสกัด



5.2 ศึกษาปริมาณความชื้นผลิตภัณฑ์ผงแห้ง  
นำผลิตภัณฑ์ผงแห้งใส่ในกระเจกนาฬิกา ชั่งน้ำหนัก แล้ววางไว้ใน  
บรรยากาศห้อง และชั่งน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นตามเวลาต่าง ๆ จนกระทั่งน้ำหนักคงที่



ศูนย์วิทยทรัพยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย