



บทที่ 4

สรุปและวิจารณ์

จากรายงานการแยกกรดมะนาวมี 3 วิธี คือ 1 การตกตะกอนกรดมะนาวให้อยู่ในรูปของเกลือที่ละลายน้ำได้น้อย 2 การแยกกรดมะนาวด้วยเรซินหรือสารโพลีเมอร์ที่มีความจำเพาะจับกรดมะนาวได้ดี และ 3 การสกัดแยกกรดมะนาวด้วยตัวทำละลาย ในวิธีที่ 2 และ 3 เหมาะสมกับน้ำหมักกรดมะนาวที่ได้จากการหมักจากกลูโคสหรืออัลเคนเป็นแหล่งของคาร์บอน (Mattey, 1992; Benial et al., 1981)

การแยกกรดมะนาวโดยวิธีตกตะกอน มีรายงานการแยกกรดมะนาวในระดับอุตสาหกรรมจากน้ำหมักที่มีกรดมะนาวเข้มข้น 10 % (w/v) ปริมาตร 100 ลูกบาศก์เมตร คิดเป็นน้ำ หนักกรดมะนาวเท่ากับ 10,000 กก. โดยตกตะกอนด้วยแคลเซียมไฮดรอกไซด์ ในถังตกตะกอน สามารถตกตะกอนกรดมะนาวในรูปแคลเซียมซิเตรท ได้กรดมะนาว 99 % เมื่อละลายตะกอนแคลเซียมซิเตรทด้วยกรดซัลฟูริกเข้มข้น 100 % ปริมาณ 9600 กิโลกรัม ในถังกวนผสมมีน้ำ 59 ลูกบาศก์เมตร หลังจากกรองตะกอนแคลเซียมซัลเฟตที่เกิดขึ้น ออก ได้กรดมะนาวในสารละลายตะกอนกรดมะนาวเท่ากับ 94 % ของปริมาณกรดมะนาวในน้ำหมักเริ่มต้น เมื่อผ่านชั้นตอนฟอกสี ชั้นตอนทำกรดมะนาวให้เข้มข้นและตกผลึกในขั้นสุดท้าย สามารถตกผลึกได้กรดมะนาวทั้งหมด 92 % ของปริมาณกรดมะนาวในน้ำหมักเริ่มต้น (Atkinson, 1983)

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการแยกและตกผลึกกรดมะนาวจากน้ำหมักที่ได้จากการเลี้ยงเชื้อรา *A. niger* A 185 ในอาหารเหลวโดยใช้น้ำตาลที่ได้จากการย่อยแป้งเป็นแหล่งของคาร์บอน ผลการทดลองการแยกและการตกผลึกกรดมะนาวในแต่ละขั้นตอน พบว่า

1. ในการตกตะกอนกรดมะนาวจากน้ำหมัก ที่มีกรดมะนาวเข้มข้น 10% (w/v) ปริมาตร 100 มล. ได้สภาวะที่เหมาะสมคือ เมื่อใช้สารละลายแวนลอยแคลเซียมออกไซด์ 25% (w/v) ตกตะกอนกรดมะนาวในระบบปิด ที่อุณหภูมิ 90 ° -100 °ซ. ด้วยอัตราเติม 2 มล. / นาที จนกระทั่งฟอกสีในน้ำหมักเป็น 7 ในช่วงเวลาบ่มให้เกิดตะกอน 30 นาที สามารถตกตะกอนแคลเซียมซิเตรท ได้กรดมะนาว 99.20% ของปริมาณกรดมะนาวในน้ำหมักเริ่มต้น สูญเสียกรดมะนาวในขั้นตอนการกรอง การล้างตะกอน และกรดมะนาวในน้ำหมักบางส่วนที่ไม่ตกตะกอน 0.80%

จากผลการตกตะกอนกรดมะนาวสามารถตกตะกอนได้ดี เนื่องจากตะกอนแคลเซียมซิเตรทมีสมบัติการละลายน้ำต่ำ คือ สามารถละลายน้ำได้ 0.096 % ที่อุณหภูมิ 25 ° ซ. และสามารถตกตะกอนกรดมะนาวที่อุณหภูมิสูงได้ดีด้วย ในขณะที่กรดอินทรีย์

และสารปนเปื้อนอื่นๆ ตกตะกอนได้ไม่ดีที่อุณหภูมิสูง (Robert, 1987- 1988) ทำให้ได้กรดมะนาวที่มีสารปนเปื้อนน้อย นอกจากนี้จากผลการทดลองที่ได้การตกตะกอนกรดมะนาวที่อุณหภูมิสูง ใช้เวลาในการตกตะกอนให้ถึงจุดอิ่มตัวได้เร็วกว่าที่อุณหภูมิต่ำ

เมื่อได้ทำการตกตะกอนกรดมะนาวจากน้ำหมักที่มีกรดมะนาวเข้มข้นอย่างน้อย 10 % การเติมสารละลายแคลเซียมออกไซด์ให้ถึงจุดอิ่มตัวและตกตะกอนแคลเซียมซิเตรท สามารถเกิดได้เร็วและได้กรดมะนาวสูง เนื่องจากในน้ำหมักมีซิเตรทไอออนมากทำให้เกิดปฏิกิริยาการรวมตัวของแคลเซียมไอออนจากตัวตกตะกอนและซิเตรทไอออนจากน้ำหมักให้อยู่ในสถานะอิ่มตัวยิ่งยวดเกิดได้ง่าย จึงสามารถตกตะกอนได้ดี และในการศึกษาได้ควบคุมอัตราเติมตัวตกตะกอนต่างๆ เพื่อให้เกิดตะกอนแคลเซียมซิเตรทต่างๆป้องกันการตกตะกอนร่วมของสารปนเปื้อน

ในการผันแปรต่างที่ใช้ตกตะกอนกรดมะนาวจากน้ำหมัก ใช้แคลเซียมออกไซด์ในปริมาณที่น้อยกว่าแคลเซียมไฮดรอกไซด์ และแคลเซียมคาร์บอเนต เนื่องจากน้ำหนักโมเลกุลของแคลเซียมออกไซด์น้อยกว่าแคลเซียมไฮดรอกไซด์และแคลเซียมคาร์บอเนตตามลำดับ

2. ในขั้นตอนการละลายตะกอนแคลเซียมซิเตรท ด้วยกรดซัลฟูริกเข้มข้น 70% (w/v) ได้อุณหภูมิของการละลายตะกอนที่ 60 °ซ. เป็นเวลา 2 ชม. เป็นสถานะที่เหมาะสมคือ สามารถละลายตะกอนแคลเซียมซิเตรทได้กรดมะนาวในสารละลายเท่ากับ 97.30 % ของปริมาณกรดมะนาวในน้ำหมักเริ่มต้น และสารละลายตะกอนที่ได้มีกรดมะนาวเข้มข้นประมาณ 32.46 % เนื่องจากในปฏิกิริยาการละลายแคลเซียมซิเตรทด้วยกรดซัลฟูริกสามารถแยกแคลเซียมไอออนและซัลเฟตไอออนที่รวมตัวเป็นตะกอนแคลเซียมซัลเฟต ซึ่งมีสมบัติการละลายน้ำได้น้อยโดยการกรองตะกอนแคลเซียมซัลเฟตออกจากสารละลายกรดมะนาว เนื่องจากยังมีแคลเซียมไอออนและซัลเฟตไอออนบางส่วนที่ไม่ตกตะกอน และมีสารปนเปื้อนอื่นๆ อยู่ในสารละลายกับกรดมะนาว จึงต้องทำการฟอกสีและจับสารปนเปื้อนที่มีประจุด้วยเรซินในขั้นตอนต่อไป เพื่อให้ได้กรดมะนาวบริสุทธิ์สูง

3. ในขั้นตอนการฟอกสีสารละลายตะกอนกรดมะนาวด้วยผงถ่านกัมมันต์ต่อปริมาณของแข็งทั้งหมด ในอัตราส่วนที่สามารถฟอกสีสารละลายตะกอนกรดมะนาวได้สี คือ ใช้ผงถ่านกัมมันต์ 5.40 % (w/w) ฟอกสีที่อุณหภูมิ 70 °ซ. เป็นเวลา 20-30 นาที ได้ผลผลิตกรดมะนาวหลังฟอกสี 96.11 % เทียบกับปริมาณกรดมะนาวก่อนฟอกสี

ในการศึกษาได้หาอัตราส่วนของผงถ่านกัมมันต์ที่ใช้ในการฟอกสี เนื่องจากผงถ่านกัมมันต์สามารถจับกรดมะนาวได้ดี และทำการฟอกสีสารละลายตะกอนกรดมะนาว ที่อุณหภูมิสูง 70 °ซ. เนื่องจากสามารถฟอกสีได้ดีและฟอกสีได้ถึงจุดอิ่มตัวเร็ว โดยไม่ทำให้กรดมะนาวเสียสภาพ

4. ในขั้นตอนการจับสารปนเปื้อนที่มีประจุในสารละลายกรดมะนาวหลังฟอกสี ได้แก่ แคลเซียม เหล็ก โปตัสเซียม โซเดียมและซัลเฟต เป็นต้น ปริมาตรของสารละลายกรดมะนาว 100 มล. ผ่านการจับประจุด้วยเรซินจับประจุบวก (Dowex- 50) และเรซินจับประจุลบ (Dowex-1) (Milson, 1985) ชนิดละ 30 กรัม ในคอลัมน์ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 2.5 ซม. ได้อัตราไหลผ่านเรซิน ที่เหมาะสม 4 มล. / นาที ซึ่งสามารถแยกสารปนเปื้อนออกได้อย่างมีประสิทธิภาพ และได้กรดมะนาวหลังผ่านเรซินจับสารปนเปื้อนที่มีประจุเท่ากับ 95.20 % ของปริมาณกรดมะนาวก่อนผ่านเรซินจับประจุ

5. ในขั้นตอนการตกผลึกกรดมะนาวจากสารละลายกรดมะนาว โดยการระเหยน้ำออก ด้วยเครื่องกลั่นภายใต้สุญญากาศ ที่อุณหภูมิ 50 ° ซ. ให้ได้กรดมะนาวเข้มข้น 68 ° brix โดยเติมกรดมะนาวบริสุทธิ์ 99.50 % ปริมาณ 0.5 % เหนียวนำให้ตกผลึกกรดมะนาวโมโนไฮเดรตที่อุณหภูมิ 25 °ซ. (Cruger, 1987) ในช่วงเวลา 24 ชม. สามารถตกผลึกกรดมะนาวได้ 46 % ของปริมาณกรดมะนาวทั้งหมดก่อนตกผลึก ในการทดลองหากตกผลึกกรดมะนาวจากสารละลายกรดมะนาวเข้มข้นสูงกว่า 68 ° brix โดยการระเหยน้ำที่อุณหภูมิสูงกว่า 50°ซ. ภายใต้สภาวะสุญญากาศจะเกิดการตกผลึกกรดมะนาวแอนไฮดรัสที่อุณหภูมิสูงปนกับผลึกกรดมะนาวโมโนไฮเดรตที่ตกผลึกที่อุณหภูมิต่ำได้ จึงเลือกความเข้มข้นสารละลายกรดมะนาว ในการตกผลึกที่ 68 ° brix เพื่อให้เกิดการตกผลึกโมโนไฮเดรตที่อุณหภูมิ 25 °ซ. ได้อ่างสมบูรณ์ เมื่อวิเคราะห์จุดหลอมเหลวและวิเคราะห์ปริมาณกรดมะนาวต่อน้ำหนักผลึกกรดมะนาวที่เตรียมได้ ได้จุดหลอมเหลวอยู่ในช่วงเดียวกับกรดมะนาวโมโนไฮเดรตมาตรฐาน มีความบริสุทธิ์สูง 99.08 % และมีสมบัติทางเคมีตรงตามกำหนดมาตรฐานอุตสาหกรรม (มอก., 2526)

จากผลการตกผลึกกรดมะนาวโมโนไฮเดรต ได้เปอร์เซ็นต์การตกผลึกที่ได้ต่ำกว่าในรายงานที่ได้กล่าวมาแล้ว (Atkinson, 1983) เนื่องจากตกผลึกเพียงครั้งเดียว และศึกษาในระดับขนาดทดลอง แต่ในรายงานเป็นการแยกกรดมะนาวจากน้ำหมักขนาดอุตสาหกรรมที่ไม่แสดงขั้นตอนการแยกสารปนเปื้อนที่มีประจุด้วยเรซิน และเป็นการตกผลึกในระบบต่อเนื่องมีการวนเวียนตกผลึกซ้ำหลายครั้ง จึงมีการสูญเสียน้อยกว่า