

บทที่ 2

วิธีทำการวิจัย

2.1 รูปร่างลักษณะ ขนาด การเปลี่ยนแปลงและองค์ประกอบของผลปาล์มสด

เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

เตาอบ

เครื่องชั่งไฟฟ้า

เครื่องมือสกัดน้ำมันแบบ Soxhlet ดังรูปที่ 4

สารเคมีและวัตถุดิบ

ตัวทำละลาย เฮกเซน

ผลปาล์มสด จากนิคมฯ จ.สตูล

วิธีทำการทดลอง

การหารูปร่างลักษณะ ขนาดและการเปลี่ยนแปลงภายนอกของผลปาล์มสด ทำได้โดยการสังเกตด้วยตา การวัด และการชั่งน้ำหนัก ในการหาองค์ประกอบของผลปาล์ม ทำได้ดังนี้

2.1.1 ปริมาณความชื้นในผลปาล์ม ทำได้โดยชั่งน้ำหนักผลปาล์ม แล้วนำไปอบที่แห้งที่อุณหภูมิ 105°C จนกว่าจะได้น้ำหนักที่คงที่ นำไปคำนวณ

2.1.2 ปริมาณน้ำมันในผลปาล์มสด ทำได้โดยการสกัดน้ำมันออกจากผลปาล์มที่แห้งแล้ว (จากข้อ 2.1.1) ด้วยเฮกเซนในเครื่องสกัดแบบ Soxhlet ซึ่งมีวิธีการดังนี้

ซึ่งนำหนักผลปาล์มแห้ง (จากข้อ 2.1.1) นำมาแยกส่วนเนื้อนอกออกจากเมล็ด แล้วทำส่วนเนื้อนอกให้ละเอียด หอด้วยกระดาษกรองพับหัวพับท้าย

ใส่กระดาษกรองที่ห่อปาล์มแห้งลงในกระดาษกรองอีกแผ่นหนึ่ง ซึ่งปิดท้ายเปิดหัวไว้แล้วใส่ลงใน Soxhlet section B

วางตัวทำละลายเฮกเซน ในอัตราส่วน 1:3 (น.น.วัตถุขี้ : ปริมาตรเฮกเซน) ลงใน Soxhlet section A

ต่อ section A เข้ากับ B และ C โดยมีน้ำไหลผ่าน

ต้มตัวทำละลายเฮกเซนใน A ให้เดือดประมาณ 2-3 ชั่วโมง เพื่อให้ไอของตัวทำละลายระเหยผ่าน section B ไปยังเครื่องควบแน่น C แล้วกลั่นตัวหยดลงบนห่อปาล์มแห้งใน section B ซึ่งจะไหลกลับลงสู่ A เป็นระยะ ๆ จนกว่าจะหยุดต้ม

เมื่อหยุดต้ม ถอดเครื่องควบแน่น C ออก นำห่อปาล์มแห้งใน B ไปอบให้แห้งแล้วอบอีกครั้ง หอใส่กระดาษเดิมแล้วนำมาใส่ B อีกครั้ง สักอีก 1 ชั่วโมง เพื่อให้แน่ใจว่าสกัดน้ำมันหมดแล้ว

นำของผสมของตัวทำละลายกับน้ำมัน (miscellas) ในขวด A ไประเหยเอาตัวทำละลายออกจนหมด แล้วนำไปอบและทำให้เย็น Dessicator จนได้น้ำหนักคงที่นำไปคำนวณ

2.1.3 ปริมาณกากของแข็งในผลปาล์ม หาได้โดยชั่งน.น. กากที่เหลือจากการสกัดน้ำมันในหัวข้อ 2.1.2 แล้วนำไปคำนวณ

ในทำนองเดียวกัน เราสามารถหาปริมาณความชื้น ปริมาณน้ำมัน และปริมาณกากเส้นใยในส่วนเนื้อนอก (pericarp) ของผลปาล์มได้ควยวิธีเดียวกัน เพียงแต่เปลี่ยนวัตถุขี้จากผลปาล์มสดเป็นเฉพาะส่วนเนื้อนอกของผลปาล์มสด

2.2 การทดลองสกัดน้ำมันปาล์มด้วยตัวทำละลายเฮกเซน

เครื่องมือที่ใช้ในการสกัด

เครื่องสกัดน้ำมันแบบ Soxhlet

water bath 0-100°C

บีกเกอร์ ขนาด 1000 ml 10 ใบ

กระจกนาฬิกาขนาด 4 นิ้ว 10 อัน

เทอร์โมมิเตอร์

ครกตำผลปาล์ม

Autoclave

สารเคมีและวัตถุดิบ

ตัวทำละลายเฮกเซน

ผลปาล์มสดจากนิคมฯ จ.สตูล

วิธีการทดลอง

2.2.1 การเตรียมวัตถุดิบ วิธีการเตรียมวัตถุดิบในลักษณะต่าง ๆ กัน มี

5 วิธี คือ

- วิธีที่ 1. ปอกเอาเฉพาะส่วนเนื้อมากของผลปาล์ม
- วิธีที่ 2. เอาผลปาล์มทั้งลูกนำมาปอกส่วนเนื้อให้เป็นชิ้น ๆ
- วิธีที่ 3. เอาผลปาล์มทั้งลูก
- วิธีที่ 4. เอาผลปาล์มทั้งลูกมากรีดให้เป็นรอยทั้งลูก
- วิธีที่ 5. เอาผลปาล์มทั้งลูกมาปอกส่วนเนื้อออกเป็นชิ้น ๆ แล้วตำในครก

วัตถุดิบที่ใช้อาจจะเป็นผลปาล์มสดหรือผลปาล์มที่ผ่านการฆ่าเชื้อด้วยไอน้ำด้วยความดัน psi เป็นเวลา 10 นาที ในหม้อ autoclave ก็ได้ ในกรณีที่ต้องการเตรียมวัตถุดิบที่มีปริมาณความชื้นต่างกัน ทำได้โดยการอบที่อุณหภูมิ 105°C เป็นเวลานานต่างกัน

2.2.2 วิธีการสกัด มี 3 วิธี คือ (ดังแสดงในรูปที่ 4)

วิธีที่ 1. เป็นวิธีการแช่วัตถุดิบลงในตัวทำละลายที่ร้อน เรียกว่า immersion process ทำได้โดยการทวงตัวทำละลายตามปริมาณที่ต้องการลงในบีกเกอร์ ทำให้ร้อนใน water bath แล้วจึงนำวัตถุดิบที่เตรียมไว้แช่ลงในตัวทำละลาย ปรับอุณหภูมิของการสกัดให้คงที่ประมาณ 2-3 ชั่วโมง ตามต้องการ แล้วนำผลที่ได้ไปกรองกากออกด้วยกระดาษละเอียด จะได้ของผสมของน้ำมันปาล์มและตัวทำละลายเฮกเซน เรียกว่า miscellas ซึ่งใสและมีสีเหลืองหรือส้ม แล้วแต่ปริมาณน้ำมันที่มีอยู่ จากนั้นนำ miscella ที่ได้ไประเหยเอาเฮกเซนออกจนหมด นำไปอบที่อุณหภูมิ 105°C จนกว่าจะได้น้ำหนักที่คงที่ เพื่อนำไปคำนวณหาประสิทธิภาพของการสกัด

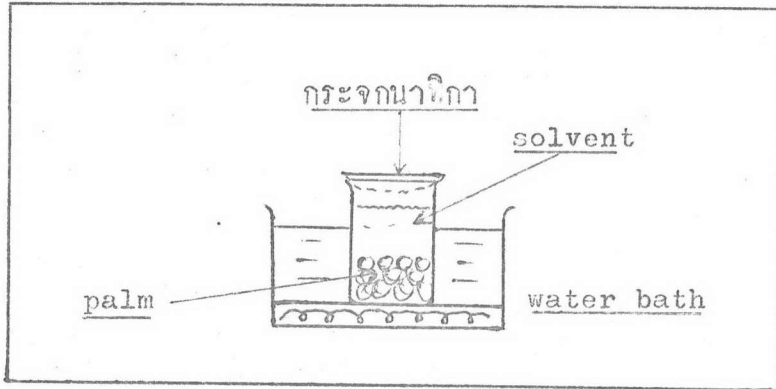
วิธีที่ 2. เป็นวิธีการแช่วัตถุดิบลงในตัวทำละลายที่ร้อน พร้อมทั้งคนอย่างสม่ำเสมอ เพื่อคุณภาพของคน ที่มีต่อ immersion process จึงมีวิธีการทำเช่นเดียวกับวิธีที่ 1 แต่ใช้แท่งแก้วคนอย่างสม่ำเสมอตลอดระยะเวลาของการสกัด

วิธีที่ 3. เป็นวิธีการล้างวัตถุดิบด้วยตัวทำละลายที่ร้อนร่วมกับวิธีแช่วัตถุดิบในตัวทำละลายที่ร้อน เรียกว่า combined percolation immersion process ซึ่งทำได้โดยใช้เครื่องสกัดแบบ Soxhlet ซึ่งมีหลักการดึงรายละเอียดในหัวข้อ 2.1

2.2.3 การทดลองสกัดเพื่อหาสภาวะที่เหมาะสม (Optimum Conditions) ในการสกัดน้ำมันปาล์มด้วยตัวทำละลายเฮกเซน โดยคู่สิ่งต่อไปนี้คือ

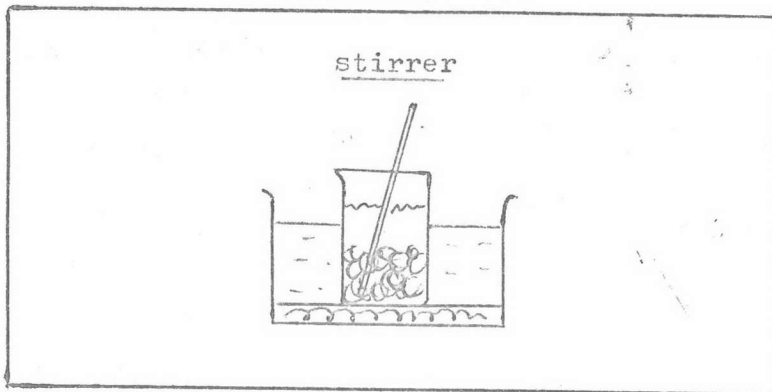
effectของการเตรียมวัตถุดิบ ทำโดย เตรียมผลปาล์มตามวิธีที่ 1, 2, 3, 4, และ 5 แล้วสกัดด้วยตัวทำละลายเฮกเซนในบีกเกอร์ ตามวิธีการสกัดที่ 2 ด้วย

รูปที่ 4 เครื่องมือที่ใช้ในการสกัดตามวิธีการต่างๆ



วิธีที่ 1

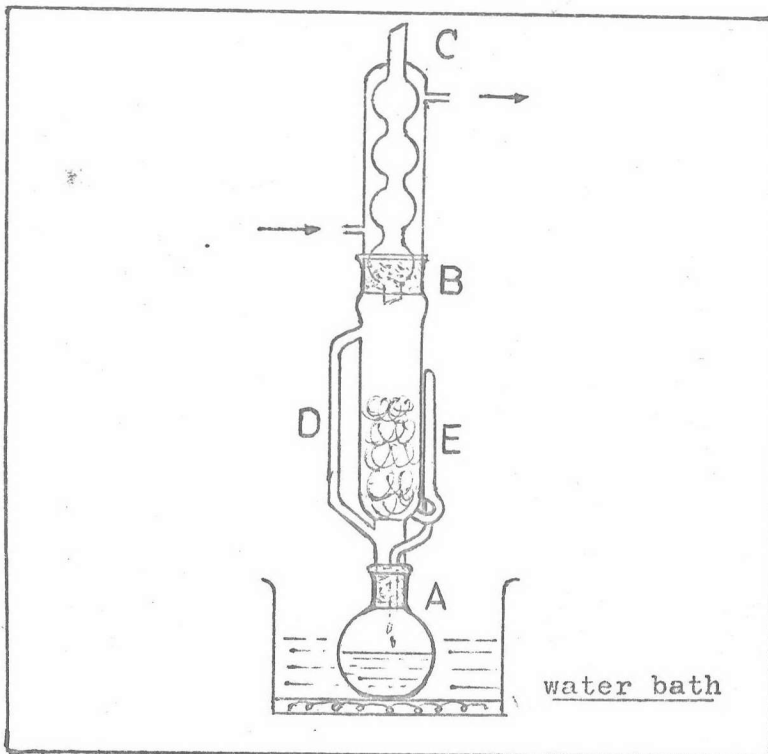
Immersion Process



วิธีที่ 2

Immersion Process

พร้อมทั้งการคน



วิธีที่ 3

Combined Percolation and Immersion Process

อุณหภูมิ 55-60°C เป็นเวลา 3 1 ชั่วโมง แล้วนำผลที่ได้ไปเปรียบเทียบถึงประสิทธิภาพของการสกัดสำหรับวิธีการเตรียมวัตถุดิบแต่ละวิธี

effect ของปริมาณความชื้นในวัตถุดิบ ทำโดยสกัดวัตถุดิบที่ได้จากการเจียนผลปาล์มสดเป็นชิ้นบาง ๆ หนาประมาณ 0.02 นิ้ว โดยเฉลี่ย และอบที่อุณหภูมิ 105°C จนมีปริมาณความชื้นต่าง ๆ กัน ด้วยวิธีการสกัดที่ 1 เป็นเวลา 3 ชั่วโมง แล้วนำปริมาณน้ำมันที่สกัดได้มาเปรียบเทียบประสิทธิภาพของการสกัด

effect ของอุณหภูมิที่ใช้ในการสกัด ทำโดยสกัดวัตถุดิบที่ได้จากการเจียนผลปาล์มสดเป็นชิ้นบาง ๆ หนาประมาณ 0.02 นิ้ว โดยเฉลี่ย มาสกัดด้วยวิธีการสกัดที่ 1 ที่อุณหภูมิต่าง ๆ กัน (50°C, 60°C, 70°C) เป็นเวลา 3 ชั่วโมง แล้วเปรียบเทียบประสิทธิภาพของการสกัด

effect ของเวลาที่ใช้ในการสกัด ทำโดยสกัดวัตถุดิบที่มีปริมาณความชื้นเท่ากัน ตามวิธีการสกัดที่ 1 เป็นเวลานานแตกต่างกัน แล้วนำน้ำหนักน้ำมันที่สกัดได้มาเปรียบเทียบประสิทธิภาพของการสกัด

effect ของปริมาณตัวทำละลายที่ใช้ในการสกัด ทำโดยสกัดวัตถุดิบน้ำหนักเท่ากันด้วยตัวทำละลายปริมาณต่าง ๆ กัน ด้วยวิธีการสกัดที่ 1 เป็นเวลา 3 ชั่วโมง อุณหภูมิ 55-60°C แล้วนำผลที่ได้มาเปรียบเทียบประสิทธิภาพของการสกัด

effect ของวิธีการสกัด ทำโดยสกัดวัตถุดิบจากผลปาล์มด้วยตัวทำละลายเอทเธนด้วยวิธีการสกัดที่ 1 และวิธีการสกัดที่ 2 ที่อุณหภูมิ เวลา อัตราส่วนของวัตถุดิบเท่า ๆ กัน แล้วนำผลที่ได้มาคำนวณหาประสิทธิภาพของการสกัด

2.3 การทดลองสกัดน้ำมันปลาด้วยตัวทำละลายเฮกเซนในเครื่องย่อยผล ปลา (digester)

เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

เครื่องย่อยผลปลา (ดังแสดงในรูปที่ 5)

เครื่องควบคุมอุณหภูมิ

เทปไฟฟ้า (electric tape)

สารเคมีและวัสดุเคมี

ตัวทำละลายเฮกเซน

ผลปลาคอกจากนิคม . ๗ ๘๓๑

วิธีการทดลอง

ล้างผลปลาให้สะอาด อบด้วยเตาไฟฟ้า อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 1 ชม.

เติมเฮกเซนลงในเครื่องสกัดตามปริมาณที่ต้องการ

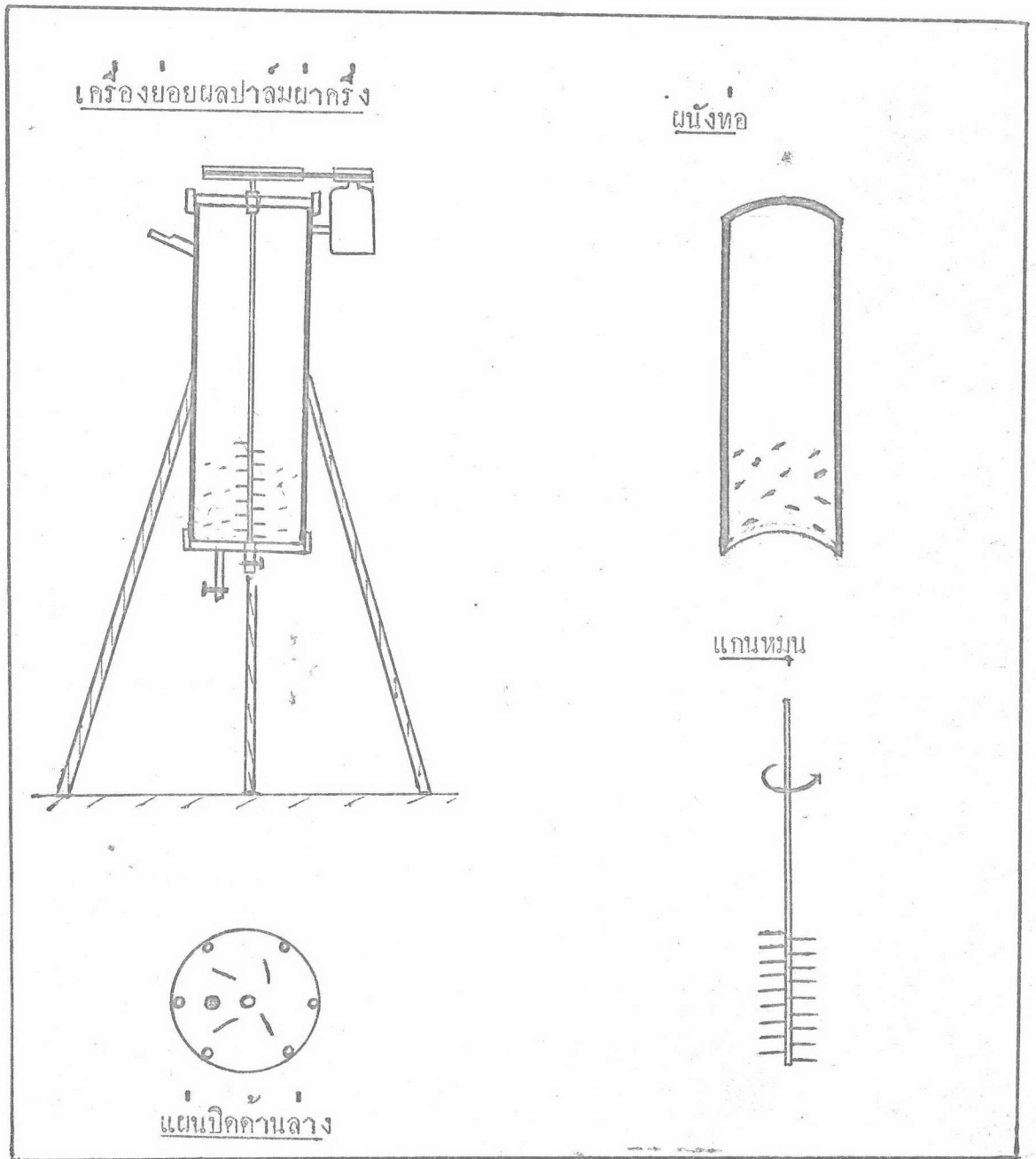
ใส่ผลปลาที่อบแล้วลงใน extractor ที่เป็นเวลาตามต้องการ

ไซ mis'ella ออกมาตาม แยกเฮกเซนออกจนหมด ทำให้แห้งและทำให้เย็นนำไป

ซึ่งน้ำหนักที่คงที่

ในกรณีที่อุณหภูมิการสกัดสูงกว่าอุณหภูมิห้องใช้ electric tape พันรอบๆ เครื่อง
ย่อยแล้วควบคุมด้วย temperature controller

รูปที่ 5 เครื่องมือที่ใช้ในการสกัดผลปาล์ม เรียกว่า เครื่องย่อยผลปาล์ม





2.4 การทดลองแยกตัวทำละลายเฮกเซนออกจาก
ของผสมของเฮกเซนและน้ำมันปาล์ม (miscellas)

เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

ชวคหา density แบบ Weld Pycnometer 13 ใบ
เครื่องชั่งไฟฟ้า
Abbe Refractometer
เครื่องมือทำจุดเคี้ยวของของผสมคังแสดงในรูปที่ 6
เครื่องมือที่ใช้ในการ recovery hexane คังแสดงในรูปที่ 7

สารเคมีและวัตถุดิบ

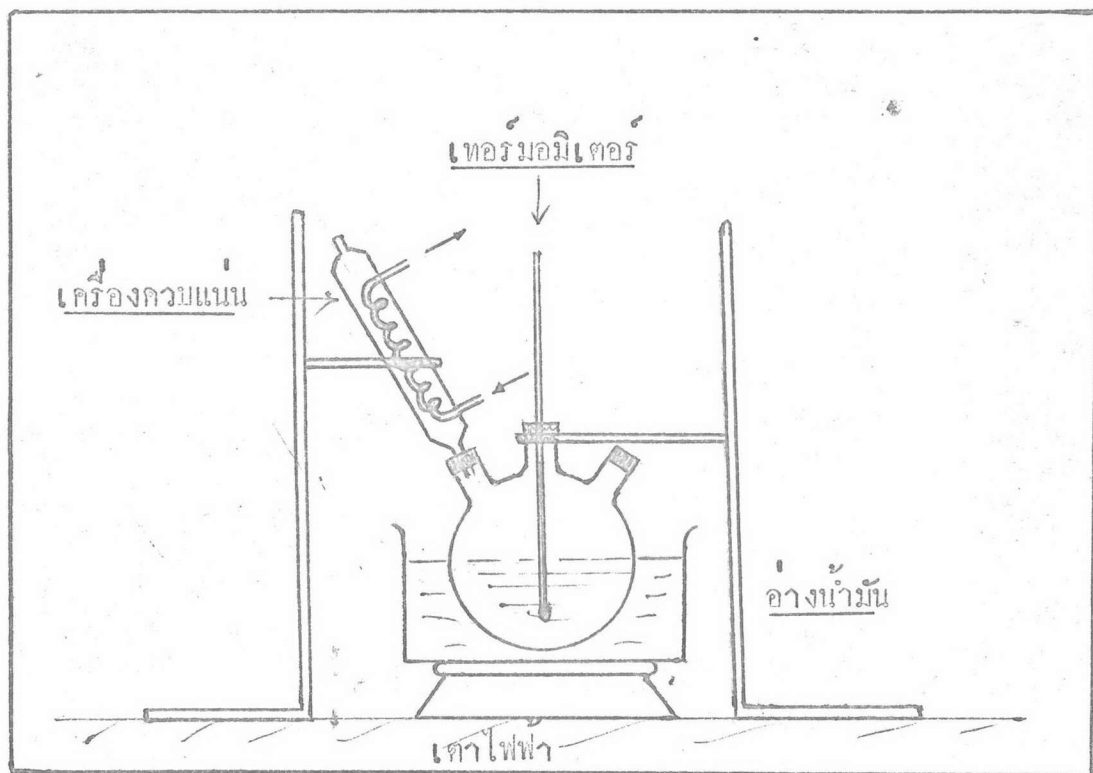
ตัวทำละลายเฮกเซน
น้ำมันปาล์มที่สกัดได้

วิธีการทดลอง

2.4.1 หา density ของ miscella ทำได้โดยการชั่งน้ำหนักชวค
Weld Pycnometer เติมน้ำให้เต็ม แล้วชั่งน้ำหนักเพื่อนำไปคำนวณหาปริมาตรที่แน่นอน
ของชวค Weld Pycnometer ที่อุณหภูมิห้อง เหน้ออกทำให้แห้งแล้วเทของผสมของเฮกเซน
และน้ำมันปาล์มที่เตรียมไว้ในอัตราส่วนโดยน้ำหนักต่าง ๆ กัน ลงในชวค Weld
Pycnometer ให้เต็ม นำไปชั่ง และคำนวณหา density ของแต่ละของผสม

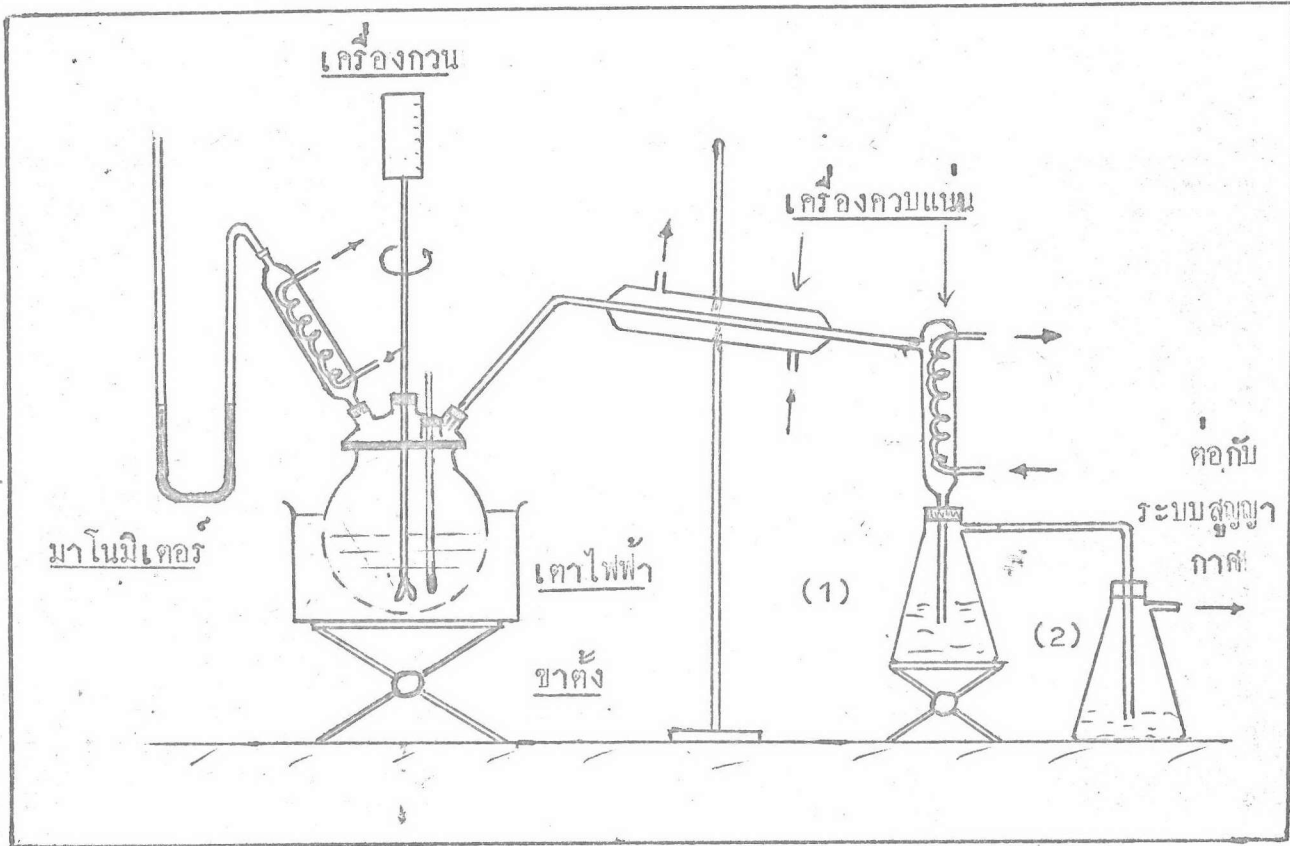
2.4.2 หา refractive index ของ miscellas ทำได้โดยนำของผสม
ของเฮกเซนและน้ำมันปาล์มที่เตรียมไว้ในอัตราส่วนต่าง ๆ กันจากหัวข้อ 2.3.1 ไปวัดหา
refractive index โดยใช้ refrac-tometer

รูปที่ 6 เครื่องมือหาจุดเดือดของ miscellas ที่ 1 atm.



ประกอบด้วย ขวดก้นกลมขนาด 1 ลิตร มี 3 คอ คอที่ 1 ต่อกับเครื่องควบแน่นที่เปิดปลายไว้ คอที่ 2 ต่อกับเทอร์โมมิเตอร์ เพื่อวัดจุดเดือด คอที่ 3 ปิดไว้ด้วยจุกยางเพื่อใช้เปิดเมื่อต้องการดูดสารเข้าหรือออกจากขวดก้นกลม ขวดก้นกลมนี้แช่อยู่ในอ่างน้ำมันที่ทำให้ร้อนด้วยเตาไฟฟ้า

รูปที่ 7 เครื่องมือที่ใช้ในการ recover ตัวทำละลายเฮกเซน



ประกอบด้วย ขวดก้นกลมขนาด 2 ลิตร ปิดด้วยฝาปิดที่มี 4 คอ คอที่ 1 ต่อกับเครื่องควบแน่นซึ่งมีปลายต่อกับมาโนมิเตอร์เพื่อวัดความดันในขวดก้นกลม คอที่ 2 ต่อกับเครื่องกลวนเพื่อลดจุดเดือดของของผสมตัวทำละลายกับน้ำมัน คอที่ 3 ต่อกับเทอร์โมคัปเปิล thermocouple ซึ่งต่อกับเครื่องควบคุมอุณหภูมิเพื่อปรับอุณหภูมิของของผสมให้คงที่ คอที่ 4 ต่อกับเครื่องควบแน่น 2 ตัว เพื่อควบแน่นไอของเฮกเซนให้กลั่นตัวเป็นของเหลวหยดลงในขวดที่ 1 และขวดที่ 2 ตามลำดับ ปลายด้านบนหนึ่งของขวดที่ 2 ต่อกับระบบสุญญากาศซึ่งทำโดยใช้

2.4.3 หาจุดเดือดของ miscellas ที่ 1 atm. ทำได้โดยประกอบ
 เครื่องมือดังรูปที่ 6 แลวตวงเฮกเซน 500 ml. ในขวดกนกกลม ต้มใน oil bath
 จนเฮกเซนเริ่มเดือด จดอุณหภูมิทุก ๆ 1 นาที จนกว่าเฮกเซนจะเดือดหมด ซึ่งอุณหภูมิ
 จะคงที่อยู่ระยะเวลาหนึ่ง จดจุดเดือดไว้ ยกขวดกนกกลมออกจาก oil bath แลวทิ้ง
 ให้เย็นประมาณ 30 นาที คูดเฮกเซนออกด้วย pipette ประมาณ 50 ml แลว
 เติมน้ำมันปาล์มประมาณ 50 ml ลงในขวดกนกกลม คนให้เข้ากันแลวคูดมา 1 ml
 ใส่หลอดปิดฝาทำให้เย็นถึงอุณหภูมิห้อง นำไปวัด refractive index เพื่อหาปริมาณ
 น้ำมันโดยนำหนักในของผสม โดยอ่านจาก calibration curve ที่ได้จากข้อ 2.3.2
 ปิดฝาขวดกนกกลมแลวตมจนกว่าจะได้อุณหภูมิของจุดเดือด ของ miscellas ที่มีปริมาณ
 น้ำมันปาล์มในอัตราส่วน (โดย น.น.) ต่างกัน ซึ่งทำได้โดยการเติมน้ำมันปาล์มประมาณ
 ครั้งละ 50 ml ถึง 100 ml ลงในขวดกนกกลม ขณะเดียวกันก็ต้องพยายามรักษาให้
 ปริมาตรของ miscellas ในขวดกนกกลมคงที่ประมาณ 500 ml

2.3.4 หาปริมาณการเอากลับมาใช้ใหม่ของตัวทำละลายเฮกเซน (recovery
of solvent) ทำได้โดยประกอบเครื่องมือดังรูปที่ 7 แลวใส่ miscella ที่จะทดลองลง
 ลงในขวดแก้วกนกกลม หมุน stirrer ควบคุม heater ด้วย thermocouple
 ตอกับ controller ให้อุณหภูมิ 65°C คงที่ปรับ vacuum จนกว่า miscella
 จะเดือดและระเหยเฮกเซนออกมา เก็บไว้เพื่อนำไปวัดหาปริมาณที่เอากลับคืนมาได้ อ่านค่า
 vacuum ขณะนั้น