

บทที่ 4

ผลการทดลอง วิเคราะห์ และวิจารณ์

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการสกัดดอกคำฝอยแห้งด้วยตัวทำละลาย และการนำเอากรดไลโนเลอิกมาทำเป็นผลิตภัณฑ์ผงแห้ง ด้วยเครื่องอบแห้งแบบหัวฉีดกระจายให้เป็นผงแห้ง งานวิจัยแบ่งออกเป็น 4 ส่วน ได้แก่ ส่วนแรกศึกษาชนิดตัวทำละลายในการสกัดกรดไลโนเลอิก ส่วนที่สองศึกษาถึงตัวแปรต่าง ๆ ที่มีผลต่อการสกัดกรดไลโนเลอิกจากดอกคำฝอยในเครื่องสกัดแบบ batch ระดับปฏิบัติการ คือ ระบบการกวน เวลา อุณหภูมิ และอัตราส่วนน้ำหนักดอกคำฝอยต่อปริมาตรตัวทำละลาย ส่วนที่สามทำการสกัดดอกคำฝอยแห้งในเครื่องสกัดขนาดนํารอง โดยใช้ภาวะสกัดจากการศึกษาทดลองในเครื่องสกัดแบบ batch ระดับปฏิบัติการ ส่วนที่สี่เป็นการทำแห้งกรดไลโนเลอิก ด้วยเครื่องอบแห้งแบบหัวฉีดกระจายให้เป็นผงแห้ง โดยศึกษาปริมาณสารปรุงแต่งต่อปริมาณผลิตภัณฑ์ผง

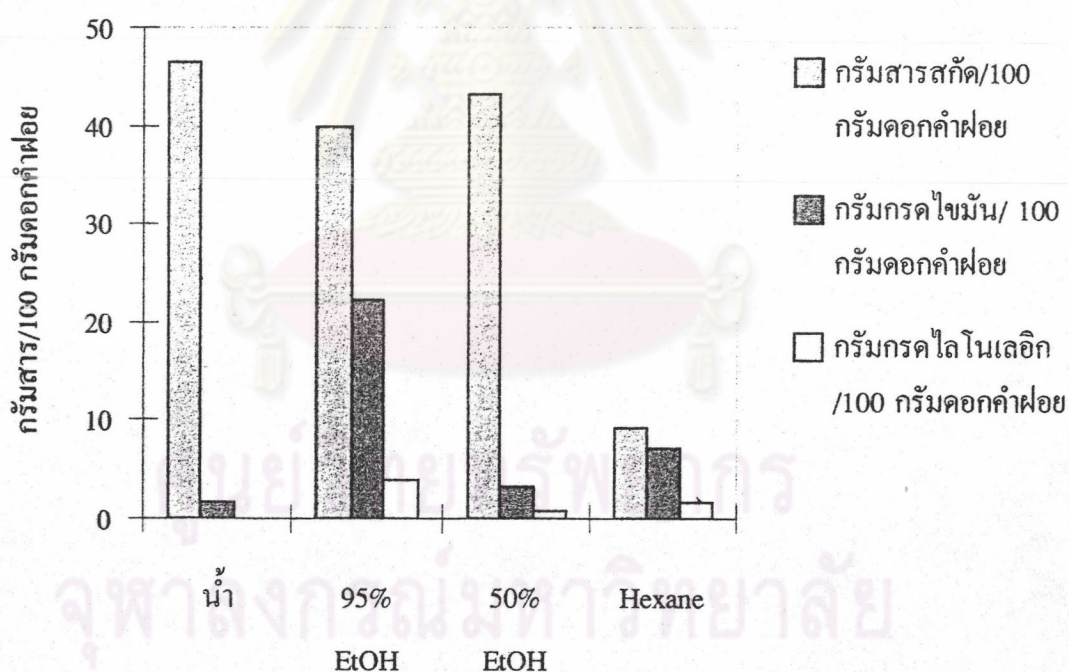
การหาชนิดตัวทำละลายที่เหมาะสมในการสกัด

ตัวทำละลายที่ใช้ในการสกัดกรดไลโนเลอิกจากดอกคำฝอย มีหลายชนิด สำหรับในการทดลอง ได้แก่ น้ำ เฮกเซน เอทานอลความเข้มข้นร้อยละ 50 และ 95 โดยน้ำหนัก ภาวะในการทดลองคือ ดอกคำฝอยแห้ง 7 กรัม ปริมาตรตัวทำละลาย 250 มิลลิลิตร สกัดในเครื่องมือสกัด Soxhlet apparatus เวลานานพอจนการสกัดหมดจุด ระเหยแยกตัวทำละลาย และนำกรดไลโนเลอิกมาวิเคราะห์หาปริมาณกรดไลโนเลอิก ด้วยเครื่อง GC ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.1 และรูปที่ 4.1

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 4.1 น้ำหนักของสารสกัด กรดไขมัน และกรดไลโนเลอิก ต่อน้ำหนักดอกคำฝอย 100 กรัม ตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ ในเครื่องสกัดแบบ Soxhlet

สารละลาย	กรัมสารสกัด/ 100 กรัมดอกคำฝอย	กรัมกรดไขมัน/ 100 กรัมดอก คำฝอย	กรัมไลโนเลอิก/ 100 กรัมดอก คำฝอย
น้ำ	46.48	1.60	0.00
95% เอทานอล	39.99	24.58	4.25
50% เอทานอล	43.19	3.24	0.84
เฮกเซน	9.21	7.17	1.57



รูปที่ 4.1 ความสัมพันธ์ระหว่างตัวทำละลายชนิดต่างๆ กับน้ำหนักของสารสกัด กรดไขมันและกรดไลโนเลอิก ต่อน้ำหนักดอกคำฝอย 100 กรัม ในการสกัดด้วยเครื่อง Soxhlet

จากผลของการสกัดดอกคำฝอยด้วยตัวทำละลายแต่ละชนิดในเครื่องมือสกัด Soxhlet apparatus ปริมาณกรดไลโนเลอิกที่ได้ เป็นปริมาณทั้งหมดที่ตัวทำละลายนั้นละลายได้ จะเห็น

ว่า น้ำสามารถสกัดสารจากดอกคำฝอยได้มากที่สุดถึงประมาณ 46.5 % แต่ไม่สามารถสกัดกรดไลโนเลอิกได้เลย ในขณะที่ เอทานอล 95% สามารถสกัดสารได้ประมาณ 40 % โดยได้กรดไขมันถึงเกือบ 25 % และได้กรดไลโนเลอิกสูงสุดเมื่อเทียบกับตัวทำละลายชนิดอื่น ๆ คือได้ประมาณ 4.3 % ของน้ำหนักดอกคำฝอยแห้ง

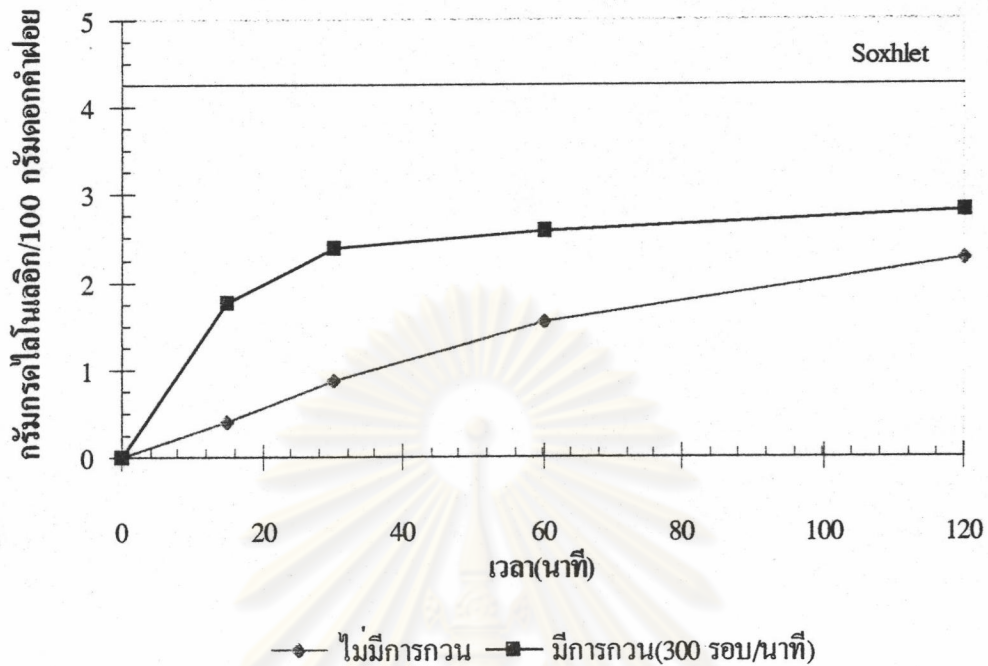
การสกัดในเครื่องสกัดแบบ batch ระดับปฏิบัติการ

1. ศึกษาผลของการสกัดในระบบที่มีการกวนและไม่มีการกวน

ภาวะในการสกัด ใช้ตัวอย่างดอกคำฝอย 10 กรัม ตัวทำละลายเอทานอลความเข้มข้นร้อยละ 95 โดยน้ำหนัก ปริมาตร 250 มิลลิลิตร สกัดที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ตัวแปรในการทดลอง คือ ระบบที่มีการกวน ความเร็วรอบ 300 รอบ/นาที และระบบไม่มีการกวน ระยะเวลาในการสกัด 15, 30, 60 และ 120 นาที ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.2 และรูปที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 น้ำหนักของกรดไลโนเลอิกต่อน้ำหนักดอกคำฝอย 100 กรัม ที่ระยะเวลาต่าง ๆ ของการสกัดด้วยระบบที่ไม่มีการกวนและระบบที่มีการกวน ที่ 300 รอบ/นาที

เวลาที่ใช้ในการสกัด (นาที)	กรัมของกรดไลโนเลอิก/100 กรัมดอกคำฝอย	
	ไม่มีการกวน	มีการกวน
0	0.00	0.00
15	0.39	1.76
30	0.87	2.40
60	1.54	2.58
120	2.27	2.80



รูปที่ 4.2 ความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักของกรดไดโนเลอิกต่อน้ำหนักดอกค้ำฝอย 100 กรัม ที่ระยะเวลาต่าง ๆ ของระบบไม่มีการกวน และระบบที่มีการกวน

จากผลการทดลองที่แสดงในตาราง และรูปที่ 4.2 เปรียบเทียบน้ำหนักของกรดไดโนเลอิกต่อน้ำหนักดอกค้ำฝอย 100 กรัม ที่ระยะเวลาสกัดต่าง ๆ ของระบบที่มีการกวน และระบบที่ไม่มีการกวน เห็นได้ว่าระบบที่มีการกวน จะได้ปริมาณกรดไดโนเลอิกต่อน้ำหนักดอกค้ำฝอยมากกว่า ระบบที่ไม่มีการกวน ในระยะเวลาเดียวกัน เมื่อพิจารณาระบบที่ไม่มีการกวน ปริมาณกรดไดโนเลอิกต่อน้ำหนักดอกค้ำฝอย เพิ่มสูงขึ้นตามเวลา ส่วนระบบที่มีการกวนจะเพิ่มสูงขึ้นเวลา 15 นาที และเมื่อเวลาผ่านไป ปริมาณกรดไดโนเลอิกต่อน้ำหนักดอกค้ำฝอย จะเพิ่มขึ้นเล็กน้อย

อธิบายผลที่ได้ดังนี้ การกวนทำให้มีการไหลเวียนของตัวทำละลาย เกิดการกระจายตัวของความเข้มข้น สู่สารละลายทั้งหมด ทำให้ความเข้มข้นรอบอนุภาคดอกค้ำฝอยลดลง นั่นคือ ความแตกต่างของความเข้มข้นภายในอนุภาคดอกค้ำฝอย กับที่ผิวอนุภาคเพิ่มขึ้น อัตราการแพร่ของมวลกรดไดโนเลอิกจึงสูงขึ้น

นอกจากนี้ การกวนยังทำให้ Fluid film รอบ ๆ อนุภาคดอกค้ำฝอยลดลง ซึ่งทำให้อัตราการแพร่เพิ่มขึ้น อัตราเร็วการสกัดสูงขึ้น

ดังนั้นการสกัดที่ให้ปริมาณกรดไดโนเลอิกที่ดีจะต้องมีระบบการกวน

2. การหาปริมาณกรดไลโนเลอิกเมื่อใช้อุณหภูมิ และเวลาในการสกัดต่าง ๆ กัน

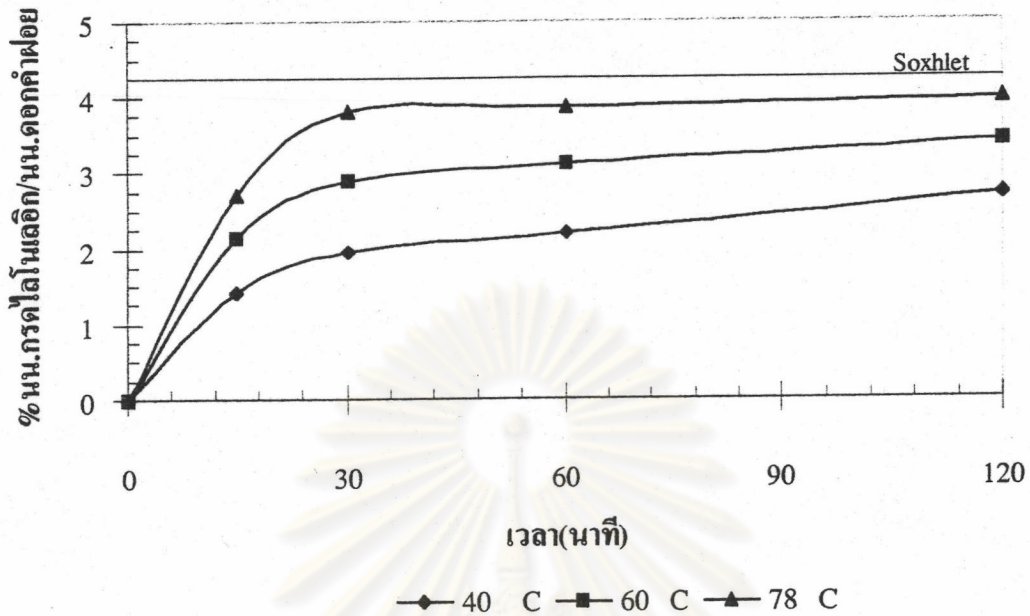
การทดลองสกัดที่ภาวะคือ ตัวอย่างดอกคำฝอยแห้ง 5 กรัม ตัวทำละลายเอทานอล ความเข้มข้นร้อยละ 95 โดยน้ำหนัก ปริมาตร 500 มิลลิลิตร กวนด้วยความเร็วรอบ 300 รอบ/นาที ตัวแปรที่ทดลองคือ สกัดที่อุณหภูมิ 40, 60 และ 78 องศาเซลเซียส ระยะเวลาในการสกัด 15, 30, 60 และ 120 นาที ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.3 - 4.4 และ รูปที่ 4.3 - 4.5

ตารางที่ 4.3 น้ำหนักของกรดไลโนเลอิกต่อน้ำหนักดอกคำฝอย 100 กรัมในการสกัดที่ อุณหภูมิ และเวลาต่างกัน

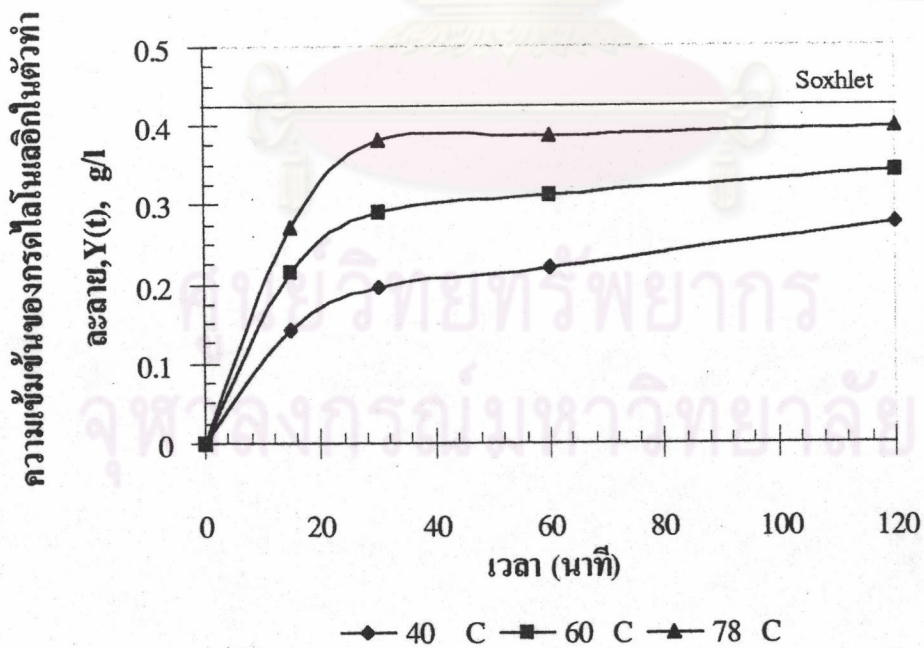
อุณหภูมิที่ใช้ (องศาเซลเซียส)	กรัมกรดไลโนเลอิก/100 กรัมดอกคำฝอย			
	15 นาที	30 นาที	60 นาที	120 นาที
40	1.43	1.96	2.20	2.77
60	2.16	2.90	3.11	3.42
78	2.71	3.83	3.88	3.99

ตารางที่ 4.4 ความเข้มข้นของกรดไลโนเลอิกในตัวทำละลาย ในการสกัดที่อุณหภูมิ และเวลาต่างกัน

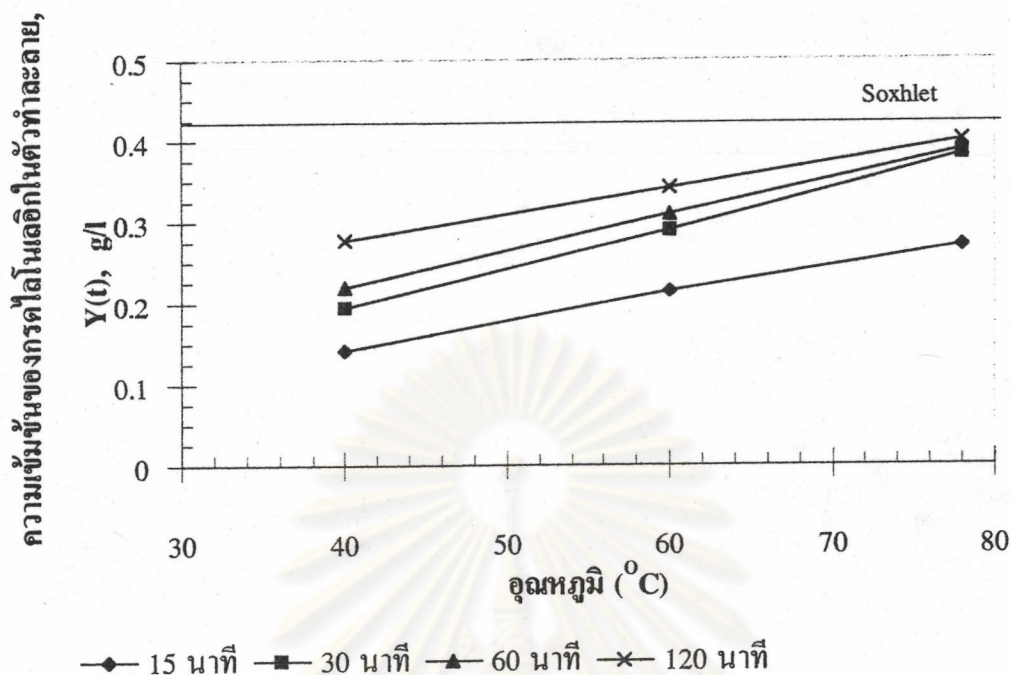
อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ความเข้มข้นของตัวกรดไลโนเลอิกในตัวทำละลาย, Y (กรัม/ลิตร)			
	15 นาที	30 นาที	60 นาที	120 นาที
40	0.143	0.196	0.220	0.277
60	0.216	0.290	0.311	0.342
78	0.271	0.383	0.388	0.399



รูปที่ 4.3 เปรียบเทียบความสัมพันธ์ระหว่าง น้ำหนักของกรดไลโนเลอิกต่อดอกคำฝอย 100 กรัม ที่อุณหภูมิและเวลาในการสกัดต่างกัน



รูปที่ 4.4 ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกรดไลโนเลอิกในตัวทำละลายที่อุณหภูมิต่าง ๆ กับเวลา



รูปที่ 4.5 ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของกรดไลโนเลอิกในตัวทำละลายที่เวลาต่าง ๆ กับ อุณหภูมิ

การทดลองศึกษาผลของเวลาและอุณหภูมิในการสกัดนี้ แสดงผลเป็นความสัมพันธ์ของน้ำหนักของกรดไลโนเลอิกต่อน้ำหนักดอกคำฝอย 100 กรัม ที่เวลาสกัดต่าง ๆ กับอุณหภูมิ 40, 60 และ 78 องศาเซลเซียส ดังตารางที่ 4.3 และ ความสัมพันธ์ของความเข้มข้นของกรดไลโนเลอิกในตัวทำละลาย ที่เวลาสกัดต่าง ๆ กับอุณหภูมิ 40, 60 และ 78 องศาเซลเซียส ดังแสดงในตารางที่ 4.4

จากผลการทดลองพบว่า ค่าน้ำหนักของกรดไลโนเลอิกต่อน้ำหนักดอกคำฝอย 100 กรัมเพิ่มขึ้นกับเวลา ในทุกค่าอุณหภูมิกัด โดยจะเพิ่มขึ้นมากในเวลา 30 นาทีแรก จากนั้นการเพิ่มลดน้อยลง และมีแนวโน้มคงที่เมื่อผ่านเวลา 120 นาที และค่าน้ำหนักของกรดไลโนเลอิกต่อน้ำหนักดอกคำฝอย 100 กรัมที่ได้เพิ่มขึ้น เมื่อสกัดที่อุณหภูมิสูงขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 4.3

ค่าความเข้มข้นกรดไลโนเลอิกในตัวทำละลายกับเวลาที่อุณหภูมิกัด 40, 60 และ 78 องศาเซลเซียส ในรูปที่ 4.4 ได้ผลการทดลองเช่นเดียวกับ ผลของรูปที่ 4.3 คือมีค่าเพิ่มขึ้นกับเวลาในทุกค่าอุณหภูมิกัด และเพิ่มขึ้นกับอุณหภูมิกัดที่สูงขึ้น เมื่อดูผลการทดลองความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของกรดไลโนเลอิกในตัวทำละลาย กับอุณหภูมิและเวลาต่าง ๆ

พบว่าค่าความเข้มข้นกรดไลโนเลอิกในตัวทำละลายเพิ่มขึ้นกับอุณหภูมิในการสกัด เมื่อใช้ระยะเวลาสกัดเท่ากัน และแนวโน้มของการเพิ่มขึ้นเป็นเส้นตรง ดังแสดงในรูปที่ 4.5

ดังนั้นจากผลการทดลอง อุณหภูมิที่เหมาะสมในการสกัดคือ 78 องศาเซลเซียส และเวลาที่เหมาะสมในการสกัดคือ 30 นาที

อธิบายผลการทดลองได้ว่า ที่เวลา 30 นาทีแรก ค่าปริมาณกรดไลโนเลอิกเพิ่มสูงขึ้นอย่างรวดเร็ว เนื่องจากการสกัดเป็นแบบภาวะที่มีการกวน อัตราการแพร่ของมวลกรดไลโนเลอิกสูง อัตราเร็วการสกัดจึงสูง และเมื่อเวลาเพิ่มขึ้น ความแตกต่างของความเข้มข้นภายใน กับที่ผิวนอกอนุภาคดอกคำฝอยลดลง อัตราเร็วในการสกัดจึงลดลง และเริ่มคงที่เมื่อความแตกต่างของความเข้มข้นต่างกันน้อย

เมื่ออุณหภูมิเพิ่มสูงขึ้นทำให้อัตราเร็วในการสกัดเพิ่มขึ้น เนื่องจากความร้อนทำให้ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ (diffusion coefficient) ภายในอนุภาค ซึ่งน่าจะเป็นตัวควบคุมกระบวนการมีค่าสูงขึ้น ทำให้เส้นกราฟแสดงกรดไลโนเลอิกที่สกัดได้ ที่อุณหภูมิสูงในช่วง 15 นาทีแรก จะมีความชันมากกว่าที่อุณหภูมิต่ำ ในขณะที่อุณหภูมิสูงขึ้น ทำให้สมมูลระหว่างเฟสมีค่าเปลี่ยนไปโดยทั่ว ๆ ไปค่าสัมประสิทธิ์การกระจาย (distribution coefficient, m) ซึ่งเป็นค่าที่แสดงถึงสมมูลระหว่างเฟส จะมีค่าสูงขึ้นตามอุณหภูมิ ดังนั้นจึงทำให้ปริมาณกรดไลโนเลอิกที่สกัดได้ มีค่าสูงขึ้น

3. การหาอัตราส่วนน้ำหนักดอกคำฝอยต่อปริมาตรตัวทำละลายที่เหมาะสม

ภาวะในการทดลองคือ ตัวอย่างดอกคำฝอยแห้ง 5 กรัม ความเร็วในการกวน 300 รอบ/นาที เวลาในการสกัด 15 นาที อุณหภูมิในการสกัด 78 องศาเซลเซียส ตัวแปรในการทดลองคือ ตัวทำละลายเอธานอลความเข้มข้นร้อยละ 95 โดยน้ำหนัก ปริมาตร 100, 200, 300, 400 และ 500 มิลลิลิตร ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.5 และ 4.6 รูปที่ 4.6 และ 4.7

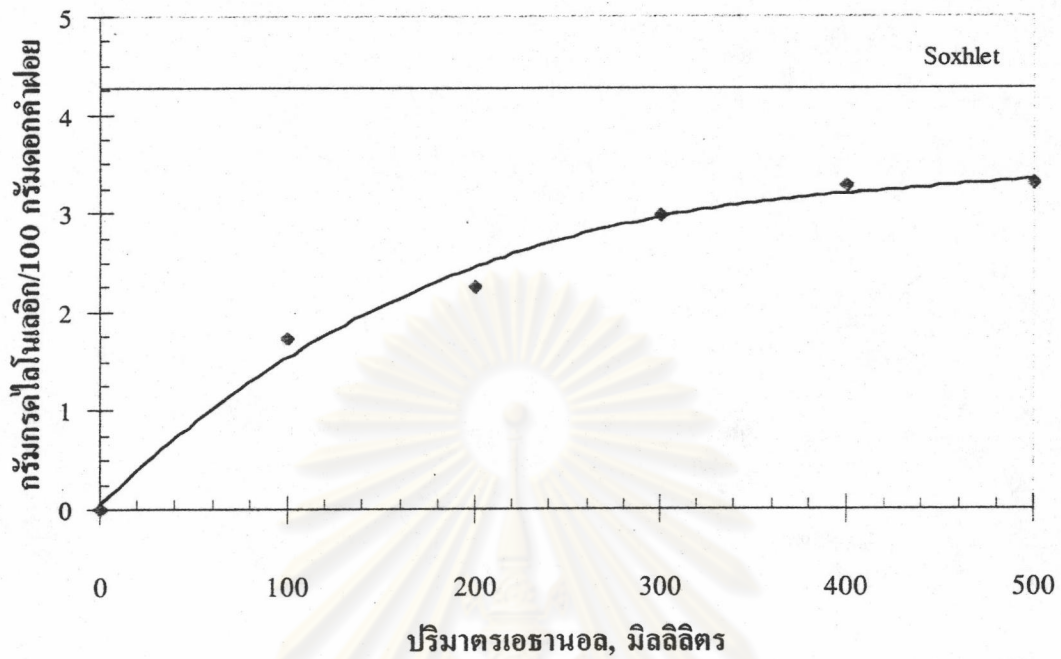
ตารางที่ 4.5 น้ำหนักของกรดไลโนเลอิกต่อน้ำหนักดอกคำฝอย 100 กรัม ในการสกัด ด้วยตัวทำละลายเอทานอลปริมาตรต่าง ๆ สกัดที่อุณหภูมิ 78 °C เวลา 15 นาที

ปริมาตรตัวทำละลาย (มิลลิลิตร)	กรัมกรดไลโนเลอิก/ 100 กรัมดอกคำฝอย
100	1.96
200	2.26
300	2.99
400	3.29
500	3.31

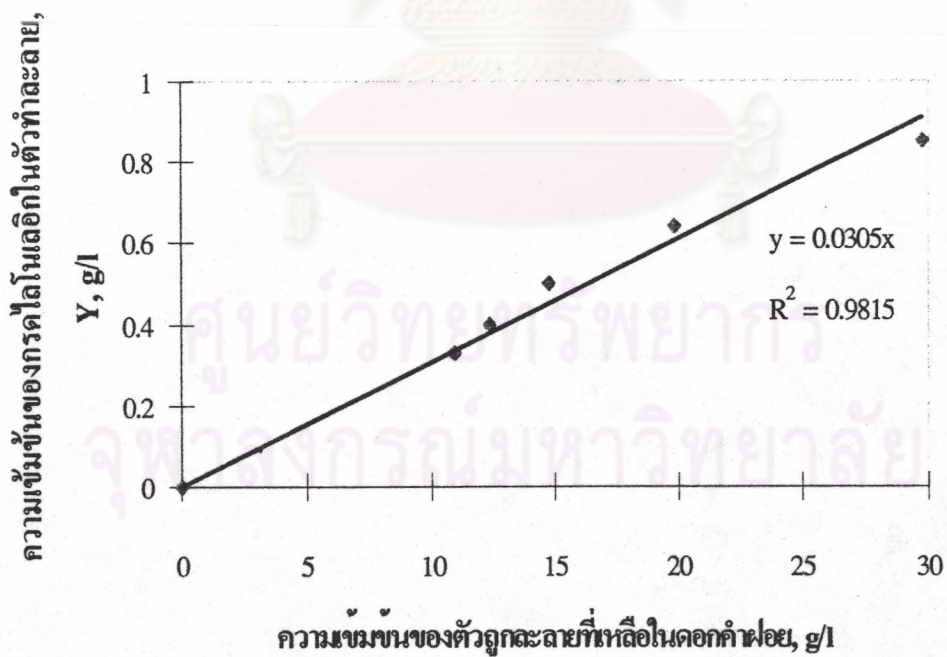
ตารางที่ 4.6 ความเข้มข้นกรดไลโนเลอิกในตัวทำละลาย กับความเข้มข้นกรดไลโนเลอิกที่เหลือในดอกคำฝอย ที่อุณหภูมิการสกัด 78 °C เวลา 15 นาที

ความเข้มข้นกรดไลโนเลอิกที่เหลือใน ดอกคำฝอย (กรัม/ลิตร)	ความเข้มข้นกรดไลโนเลอิกใน ตัวทำละลาย (กรัม/ลิตร)
29.73	0.85
19.82	0.64
14.69	0.50
12.36	0.40
10.96	0.33

ผลการทดลองศึกษาอัตราส่วนน้ำหนักดอกคำฝอยต่อปริมาตรตัวทำละลาย แสดงเป็นความสัมพันธ์ของ น้ำหนักของกรดไลโนเลอิกต่อน้ำหนักดอกคำฝอย 100 กรัม กับปริมาตร มิลลิลิตรเอทานอล ดังตารางที่ 4.5 และความสัมพันธ์ของ ปริมาณกรดไลโนเลอิกที่เหลือ ในดอกคำฝอย หรือความเข้มข้นของกรดไลโนเลอิกที่เหลือในอนุภาค กับความเข้มข้นของ กรดไลโนเลอิกในตัวทำละลาย หรือความเข้มข้นสารละลายที่สกัดได้ ดังแสดงในตารางที่ 4.6



รูปที่ 4.6 ความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักของกรดไลโนเลอิกต่อน้ำหนักดอกคำฝอย 100 กรัม กับปริมาณเอทานอล สกัดที่อุณหภูมิ 78 °C เวลา 15 นาที



รูปที่ 4.7 ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกรดไลโนเลอิกในตัวทำละลายกับความเข้มข้นกรดไลโนเลอิกที่เหลือในดอกคำฝอย สกัดที่อุณหภูมิ 78 °C เวลา 15 นาที

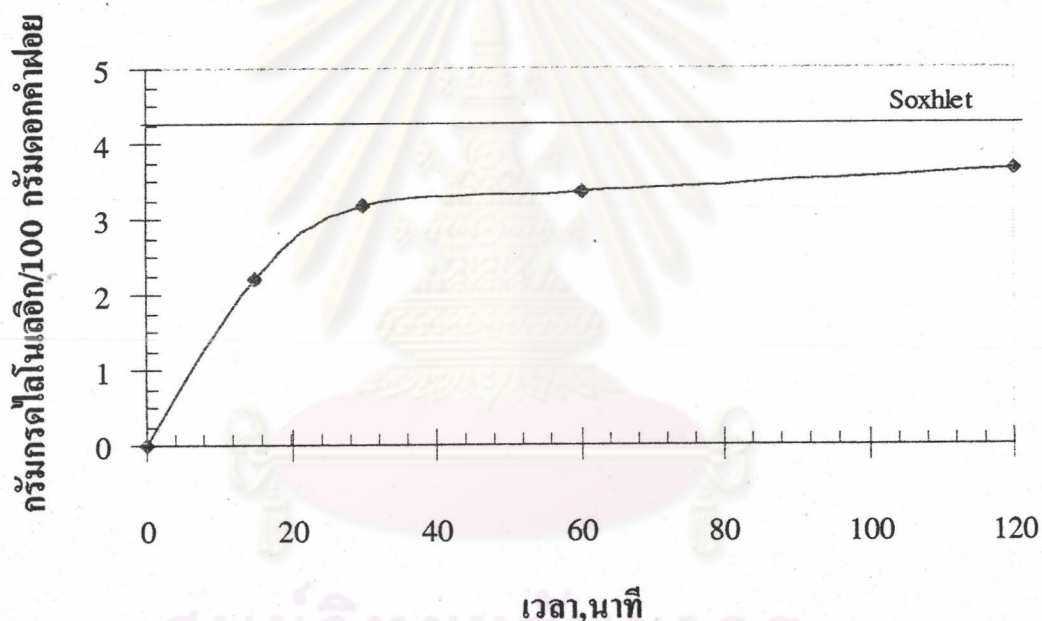
จากผลการทดลองพบว่า เมื่อเพิ่มปริมาตรเอธานอล น้ำหนักของกรดไลโนเลอิก ต่อน้ำหนักดอกคำฝอย 100 กรัม ที่สกัดได้มีค่ามากขึ้น และการเพิ่มจะเริ่มคงที่ เมื่ออัตราส่วนน้ำหนักดอกคำฝอยต่อปริมาตรเอธานอล 1:60 กรัมต่อมิลลิลิตร ดังแสดงในรูปที่ 4.6 อธิบายได้ว่า เมื่อเพิ่มปริมาตรเอธานอล จุดสมดุลในการสกัดจะเพิ่มขึ้น และเริ่มคงที่ เพราะว่าปริมาณกรดไลโนเลอิกในอนุภาคดอกคำฝอยมีอยู่น้อย ความเข้มข้นภายในอนุภาคจึงเหลือน้อยลง ความแตกต่างระหว่างความเข้มข้นภายใน และภายนอกอนุภาคไม่ต่างกันมาก การแพร่ออกมาจึงน้อยลง เมื่อนำผลการสกัดมาเขียนในรูปของความสัมพันธ์ของกรดไลโนเลอิกในสารละลาย กับกรดไลโนเลอิกที่เหลือในดอกคำฝอย ในรูปสมการ $Y = mx$ ได้ค่า $m = 0.0305$

การสกัดในเครื่องมือสกัดขนาดนำร่อง

เป็นเครื่องสกัดขนาดใหญ่ ทำการสกัดได้ครั้งละมาก ๆ โดยเลือกเอากาว่าการสกัดจากการทดลองในเครื่องสกัดแบบ batch ระดับปฏิบัติการ ภาวะที่ทำการทดลองคือ ดอกคำฝอยแห้ง 500 กรัม ตัวทำละลายเอธานอลความเข้มข้นร้อยละ 95 โดยน้ำหนัก ปริมาตร 5 ลิตร อุณหภูมิในการสกัดควบคุมในช่วง 75 - 80 องศาเซลเซียส การเลือกภาวะการทดลองดังกล่าว ไม่ตรงตามภาวะที่เหมาะสมที่ได้จากการทดลองระดับปฏิบัติการ เนื่องจากข้อจำกัดของเครื่องมือทดลอง กล่าวคือไม่มีระบบกวนแบบใบพัด แต่ใช้ความดันสูงกว่าบรรยากาศช่วย (ประมาณ 3 kg/cm^2) และอัตราส่วนน้ำหนักดอกคำฝอยต่อปริมาตรของเอธานอลที่เหมาะสมมีค่า 1:60 เป็นค่าที่สูงมาก จึงทำการทดลองด้วยอัตราส่วนที่ใช้เอธานอลน้อยลงเหลือเพียง 1:10 เท่านั้น เพื่อดูผลการสกัดต่อเวลาที่เปลี่ยนไป ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.7 และรูปที่ 4.8

ตารางที่ 4.7 น้ำหนักของกรดไลโนเลอิกต่อน้ำหนักดอกคำฝอย 100 กรัม ที่เวลาสกัดต่าง ๆ ในเครื่องสกัดขนาดนํารอง

เวลาในการสกัด (นาที)	กรัมกรดไลโนเลอิก/100 กรัมดอกคำฝอย
15	2.21
30	3.18
60	3.35
120	3.65



รูปที่ 4.8 ความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักของกรดไลโนเลอิกต่อน้ำหนักดอกคำฝอย 100 กรัม ที่เวลาสกัดต่าง ๆ ในเครื่องสกัดขนาดนํารอง

การทดลองแสดงความสัมพันธ์ น้ำหนักของกรดไลโนเลอิกต่อน้ำหนักดอกคำฝอย 100 กรัม กับเวลาสกัด ที่อุณหภูมิประมาณ 78 องศาเซลเซียส พบว่าที่เวลา 30 นาทีแรก การเพิ่มปริมาณกรดไลโนเลอิก เพิ่มขึ้นรวดเร็ว จากนั้นการเพิ่มลดลงเมื่อเวลาเพิ่มขึ้น ที่เวลา 120 นาที ได้ปริมาณกรดไลโนเลอิกร้อยละ 3.65 ปริมาตรสารละลายสกัดเก็บได้ 4 ลิตร มีความเข้มข้น 38.30 กรัมต่อลิตร ผลการทดลองที่ได้มีแนวโน้มไปในทิศทางเดียวกับการทดลองในระดับห้องปฏิบัติการ คือน้ำหนักของกรดไลโนเลอิกต่อดอกคำฝอย 100 กรัม เพิ่มขึ้นกับเวลา

โดยเพิ่มขึ้นมากในช่วง 30 นาทีแรก และการเพิ่มขึ้นลดน้อยลงเมื่อเวลาผ่านไป ซึ่งผลการทดลองทั้งหมดจะเห็นว่า ต้องใช้เวลาในการสกัดมากกว่า 30 นาที จึงจะได้ปริมาณกรดไลโนเลอิกในระดับที่น่าพอใจ อย่างไรก็ตามแล้วแต่ จากทฤษฎีที่มีผู้ศึกษามา การจะลดเวลาที่ใช้ในการสกัดลง จำเป็นต้องใช้วิธีการสกัดแบบไหลสวนทางกันหลายขั้นตอน ซึ่งจำเป็นต้องมีการศึกษาเพื่อเลือกเครื่องมือที่เหมาะสมต่อไป

การทำแห้งสิ่งสกัดด้วยเครื่องอบแห้งแบบหัวฉีดกระจายให้เป็นผงแห้ง

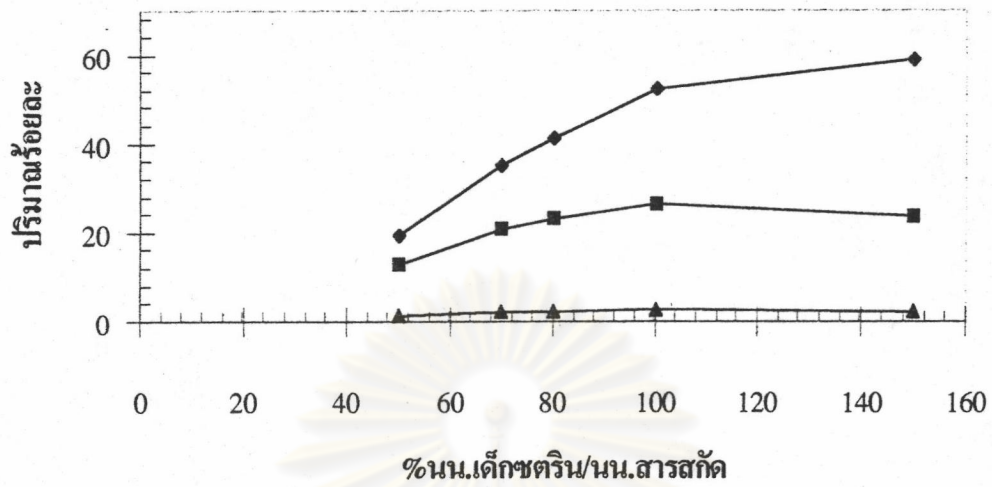
การทำแห้งสารละลายสกัดดอกคำฝอย ด้วยเครื่องอบแห้งแบบหัวฉีดกระจายให้เป็นผงแห้ง ต้องมีการเติมสารปรุงแต่ง ช่วยในการทำแห้ง เพื่อเป็นสารกันไม่ให้ผลิตภัณฑ์ผงแห้งติดผนังเครื่องอบ

1. ผลของสารปรุงแต่งต่อปริมาณสารอบแห้ง

สารปรุงแต่งช่วยในการทำแห้ง คือ เด็กชตริน สารละลายสกัดทำให้เข้มข้นประมาณ 0.2 กรัมต่อมิลลิลิตร ปริมาณเด็กชตรินที่ใช้ในการทดลอง คือปริมาณร้อยละ 50, 70, 80, 100 และ 150 กรัมต่อกรัมสารสกัด ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.8 และรูปที่ 4.9 ตัวอย่างผลิตภัณฑ์ผงแห้งแสดงดังภาพที่ 4.1

ตารางที่ 4.8 ปริมาณผลิตภัณฑ์ผงแห้ง เมื่อใช้เด็กชตรินปริมาณต่าง ๆ

กรัมเด็กชตริน/ 100 กรัมสารสกัด	กรัมผงแห้งที่ได้/100 กรัม สารสกัด + เด็กชตริน	กรัมสารสกัด/100 กรัม สารสกัด + เด็กชตริน	กรัมกรดไลโนเลอิก/100 กรัมสารสกัด + เด็กชต ริน
50	19.63	13.1	1.41
70	35.16	20.7	2.22
80	41.38	23.0	2.47
100	52.33	26.2	2.81
150	58.75	23.5	2.52



- ◆ นน.ผงแห้งที่ได้/นน.สารสกัด+เด็กชตริน ■ นน.สารสกัด/นน.สารสกัด+เด็กชตริน
 ▲ นน.กรดไลโนเลอิก/นน.สารสกัด+เด็กชตริน

รูปที่ 4.9 ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณผลิตภัณฑ์ผงแห้ง กับปริมาณสารเด็กชตริน



ภาพที่ 4.1 ตัวอย่างผลิตภัณฑ์ผงแห้ง

สารเด็กชตริน เป็นสารช่วยทำแห้ง เพื่อไม่ให้ผลิตภัณฑ์ผงแห้งติดเครื่องอบ โดยเด็กชตรินทำหน้าที่เพิ่มปริมาณของแข็งให้แก่ผลิตภัณฑ์ และห่อหุ้มส่วนประกอบของ โปรตีน และไขมัน จากผลการทดลองเติมปริมาณเด็กชตริน พบว่าที่ปริมาณร้อยละ 40 เด็กชตรินต่อน้ำหนักสารสกัด ผลิตภัณฑ์ผงแห้งติดเครื่องอบมาก ไม่สามารถเก็บผลิตภัณฑ์ได้ที่ปริมาณร้อยละ 50 ได้ปริมาณผลิตภัณฑ์ผงเล็กน้อย เพียงร้อยละ 19.63 ต่อน้ำหนักของแข็งเริ่มต้น เมื่อเพิ่มปริมาณร้อยละของเด็กชตรินเป็น 60, 70, 80, 100 และ 150 จะได้ปริมาณผลิตภัณฑ์ผงเพิ่มขึ้นเป็นร้อยละ 35.16, 41.38, 52.33 และ 58.75 ได้ปริมาณร้อยละสารสกัด 20.7, 23.0, 26.2 และ 23.5 และปริมาณร้อยละกรดไลโนเลอิกได้ 1.41, 2.22, 2.47, 2.81 และ 2.52 นั่นคือที่ปริมาณร้อยละ 150 เด็กชตริน ได้ผลิตภัณฑ์ผงแห้งสูงสุด แต่เมื่อคิดเป็นปริมาณร้อยละสารสกัดได้ 23.5 ปริมาณร้อยละกรดไลโนเลอิกได้ 2.52 เนื่องจากมีสัดส่วนเด็กชตรินมากถึง 3 ใน 5 ส่วน เมื่อกลับมาดูที่ปริมาณร้อยละ 100 เด็กชตริน ได้ปริมาณร้อยละผลิตภัณฑ์ผง 52.33 คิดเป็นปริมาณร้อยละสารสกัด 26.2 และปริมาณกรดไลโนเลอิก 2.81 จากผลที่ได้นี้ สารปรุงแต่งเด็กชตรินที่เติมช่วยในการทำแห้ง ใช้ปริมาณร้อยละ 100 เป็นปริมาณที่เหมาะสมที่สุด

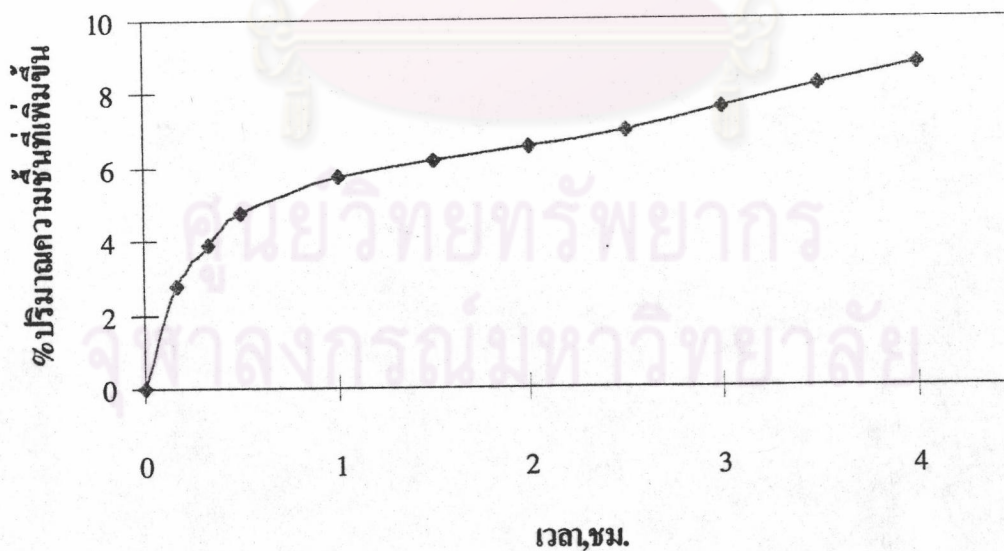
2. การหาความชื้นในผลิตภัณฑ์ผงแห้ง

ชั่งน้ำหนักผลิตภัณฑ์ผงแห้ง นำไปวางให้สัมผัสกับความชื้นในอากาศ และชั่งน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นของผลิตภัณฑ์ผงแห้งต่อระยะเวลาที่เพิ่มขึ้น ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.9 และรูปที่ 4.10

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 4.9 ปริมาณความชื้นของผลิตภัณฑ์ผงแห้งที่เพิ่มขึ้น กับเวลา

เวลา (ชั่วโมง)	ปริมาณความชื้นที่เพิ่มขึ้น (อัตราส่วนร้อยละ)
0.10	2.80
0.20	3.91
0.30	4.77
1.00	5.77
1.30	6.19
2.00	6.52
2.30	6.96
3.00	7.59
3.30	8.22
4.00	8.76



รูปที่ 4.10 ปริมาณความชื้นของผลิตภัณฑ์ผงแห้งที่เพิ่มขึ้น เมื่อเวลาเพิ่มขึ้น

ผลการหาความเข้มข้นของผลิตภัณฑ์ผงแห้ง ความชื้นจะเพิ่มขึ้น ในเวลาที่รวดเร็ว
นั่นคือ ผลิตภัณฑ์ผงแห้งมีความไวต่อความชื้นมาก การเก็บผลิตภัณฑ์ผงแห้งจึงต้องเก็บใน
ภาชนะที่กันความชื้นได้ดี ได้แก่ เดซิแคเตอร์ หรือการบรรจุภาชนะ เช่นการบรรจุแคปซูล
จะต้องฉนวนในภาชนะที่มิดชิด

การสร้าง Diffusion Model

จากผลการทดลองทั้งหมด จะเห็นว่าระบบกวนมีความสำคัญในการสกัด ดังนั้นจึง
สนใจเฉพาะผลการทดลองที่มีระบบกวนมาทำการคำนวณค่า diffusion coefficient โดยใช้
diffusion model ดังนี้

สมมติฐาน

1. อนุภาคของแข็งเป็นรูปทรงกระบอกขนาดเท่ากันทั้งหมด รัศมี R ความยาว h
2. แต่ละอนุภาคมีความเข้มข้นเริ่มต้นเท่ากัน (X_0)
3. มีการแพร่เกิดในทิศทางตามแนวรัศมีเท่านั้น
4. ระบบมีการผสมกันอย่างดี (well mixed) ทำให้มีความเข้มข้นเท่ากันทุกส่วน (Y)
5. การแพร่ในอนุภาคเป็นตัวควบคุมกระบวนการ โดยมีค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ (D)
6. ที่บริเวณระหว่างเฟส (interphase) มีสมดุลระหว่างเฟสดังสมการ $Y = mX(R)$

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

จากสมมติฐานข้อ 1 - 3 นำสมการการแพร่ตามกฎของ Fick ข้อที่ 2 มาเขียนได้ สำหรับอนุภาคทรงกระบอกที่มีการแพร่ตามแนวรัศมีเท่านั้น คือ

$$\frac{\partial X}{\partial t} = D \left(\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial X}{\partial r} \right) \right) \quad (4.1)$$

I.C.:

$$Y(0) = Y_0 = 0$$

$$X(0) = X_0 \quad \forall r \neq R$$

$$X(R,0) = \frac{1}{m} Y_0 = 0$$

B.C.:

$$\left(\frac{\partial X}{\partial r} \right)_{r=0} = 0 \quad \forall t$$

$$X(R,t) = \frac{1}{m} Y(t)$$

ที่ Interphase มีอัตราการแพร่ เข้า - ออก เท่ากัน ฟลักซ์ที่เข้าสู่ของเหลว คือ

$$F = V_l \frac{dY(t)}{dt} \quad (4.2)$$

ฟลักซ์ที่ออกจากของแข็ง สามารถเขียนได้ จากกฎข้อที่ 1 ของ Fick ดังนี้

$$F = -Da \left(\frac{\partial X}{\partial r} \right)_{r=R} \quad (4.3)$$

$$a = 2\pi R h N_p$$

โดย a = พื้นที่ผิวเฉพาะด้านข้างทรงกระบอก

N_p = จำนวนอนุภาคทั้งหมด

(4.2) = (4.3) ดังนี้

$$\frac{dY}{dt} = -D \frac{2\pi R h N_p}{V_l} \left(\frac{\partial X}{\partial r} \right)_{r=R} \quad (4.4)$$

สมการที่ (4.1) และ (4.4) จะเป็นระบบสมการที่สามารถแก้เพื่อหาความเข้มข้น $Y(t)$ และ $x(r,t)$ ณ เวลาต่าง ๆ กันได้ ที่สนใจมากที่สุดก็คือต้องการเปรียบเทียบความเข้มข้น Y ที่ได้จากการคำนวณและที่ได้จากการทดลองว่ามีความสอดคล้องกันแค่ไหน โดยจะต้องสมมติค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ (D) เพื่อสามารถแก้สมการได้

วิธีแก้สมการ

จากสมการ(4.1)

$$\frac{\partial X}{\partial t} = D \left(\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial X}{\partial r} \right) \right)$$

จะได้

$$\begin{aligned}\frac{\partial X}{\partial t} &= D \left[\frac{1}{r} \left[r \frac{\partial^2 X}{\partial r^2} + \frac{\partial X}{\partial r} \right] \right] \\ &= D \left[\frac{\partial^2 X}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial X}{\partial r} \right]\end{aligned}\quad (4.5)$$

และจากสมการ(4.4)

$$\frac{dY}{dt} = \frac{-D2\pi R h N_p}{V_l} \left(\frac{\partial X}{\partial r} \right)_{r=R} \quad (4.6)$$

การแก้สมการเหล่านี้ เพื่อให้ง่ายจึงมีการเปลี่ยนตัวแปรให้อยู่ในรูปเทอมไร้มิติดังนี้

$$\tilde{X} = \frac{X}{X_0}, \quad \tilde{Y} = \frac{Y}{X_0}, \quad \eta = \frac{r}{R}$$

และ เมื่อ

$$F_0 = \frac{D\tau}{R^2} \quad \tilde{t} = \frac{t}{\tau}$$

โดย τ คือ เวลาสุดท้ายของการสกัด = 7200 วินาที

จากสมการ (4.5) และ (4.6) จะถูกเปลี่ยนให้อยู่ในรูป

$$\frac{\partial \tilde{X}}{\partial \tilde{t}} = F_0 \left[\frac{\partial^2 \tilde{X}}{\partial \eta^2} + \frac{1}{\eta} \frac{\partial \tilde{X}}{\partial \eta} \right] \quad (4.7)$$

และ

$$\frac{d\tilde{Y}}{d\tilde{t}} = \frac{-2\pi R^2 h N_p}{V_l} F_0 \left(\frac{\partial \tilde{X}}{\partial \eta} \right)_{\eta=1} \quad (4.8)$$

โดยมี conditions เปลี่ยนไปดังนี้ คือ

$$\tilde{Y}(0) = \frac{Y_0}{X_0} = 0$$

$$\tilde{X}(\eta, 0) = 1$$

$$\tilde{X}(1, \tilde{t}) = \frac{\tilde{Y}(\tilde{t})}{m}$$

และ

$$\left(\frac{\partial \tilde{X}(\eta, \tilde{t})}{\partial \eta} \right)_{\eta=0} = 0$$

การแก้สมการใช้ numerical method ช่วย โดยการประมาณค่า derivative ต่าง ๆ ดังนี้

ใช้ centered difference ประมาณค่า:

$$\frac{\partial \tilde{X}_i}{\partial \eta} = \frac{\tilde{X}_{i+1} - \tilde{X}_{i-1}}{2\Delta\eta}$$

$$\frac{\partial^2 \tilde{X}_i}{\partial \eta^2} = \frac{(\tilde{X}_{i+1}^{l+1} - 2\tilde{X}_i^{l+1} + \tilde{X}_{i-1}^{l+1})}{\Delta \eta^2}$$

ใช้ backward difference สำหรับประมาณค่าได้ดังนี้

$$\left(\frac{\partial \tilde{X}}{\partial \eta}\right)_{\eta=1} = \frac{\tilde{X}_n - \tilde{X}_{n-1}}{\Delta \eta}$$

สำหรับเทอม $\frac{\partial \tilde{X}}{\partial t}$ และ $\frac{d\tilde{Y}}{d\tilde{t}}$ ใช้ forward difference ประมาณค่าได้ดังนี้

$$\frac{\partial \tilde{X}_i}{\partial \tilde{t}} = \frac{\tilde{X}_i^{l+1} - \tilde{X}_i^l}{\Delta \tilde{t}}$$

และ

$$\frac{d\tilde{Y}}{d\tilde{t}} = \frac{\tilde{Y}^{l+1} - \tilde{Y}^l}{\Delta \tilde{t}}$$

นำไปแทนในสมการ (4.7) และ (4.8) จะได้

$$\frac{\tilde{X}_i^{l+1} - \tilde{X}_i^l}{\Delta \tilde{t}} = F_0 \left[\frac{\tilde{X}_{i+1}^{l+1} - 2\tilde{X}_i^{l+1} + \tilde{X}_{i-1}^{l+1}}{\Delta \eta^2} \right] + \frac{F_0}{\eta} \left[\frac{\tilde{X}_{i+1}^{l+1} - \tilde{X}_{i-1}^{l+1}}{2\Delta \eta} \right] \quad (4.9)$$

และ

$$\frac{\tilde{Y}^{l+1} - \tilde{Y}^l}{\Delta \tilde{t}} = \frac{-2\pi R^2 h N_P}{V_l} F_0 \left(\frac{\tilde{X}_n - \tilde{X}_{n-1}}{\Delta \eta} \right) \quad (4.10)$$

โดย อักษรยกกำลัง l แสดงถึง เวลา และ อักษรน้อย i แสดงถึงตำแหน่งภายในอนุภาค

โดย $i = 1, n$

สมมติ

และ

$$\lambda_1 = \frac{F_0 \Delta \tilde{t}}{\Delta \eta^2} \quad \lambda_2 = \frac{2\pi R^2 h N_P F_0 \Delta \tilde{t}}{V_l \Delta \eta}$$

จาก(4.9) และ (4.10) จะได้

$$\lambda_1 \left(\frac{1}{2i} - 1 \right) \tilde{X}_{i-1}^{l+1} + (1 + 2\lambda_1) \tilde{X}_i^{l+1} - \lambda_1 \left(\frac{1}{2i} + 1 \right) \tilde{X}_{i+1}^{l+1} = \tilde{X}_i^l \quad (4.11)$$

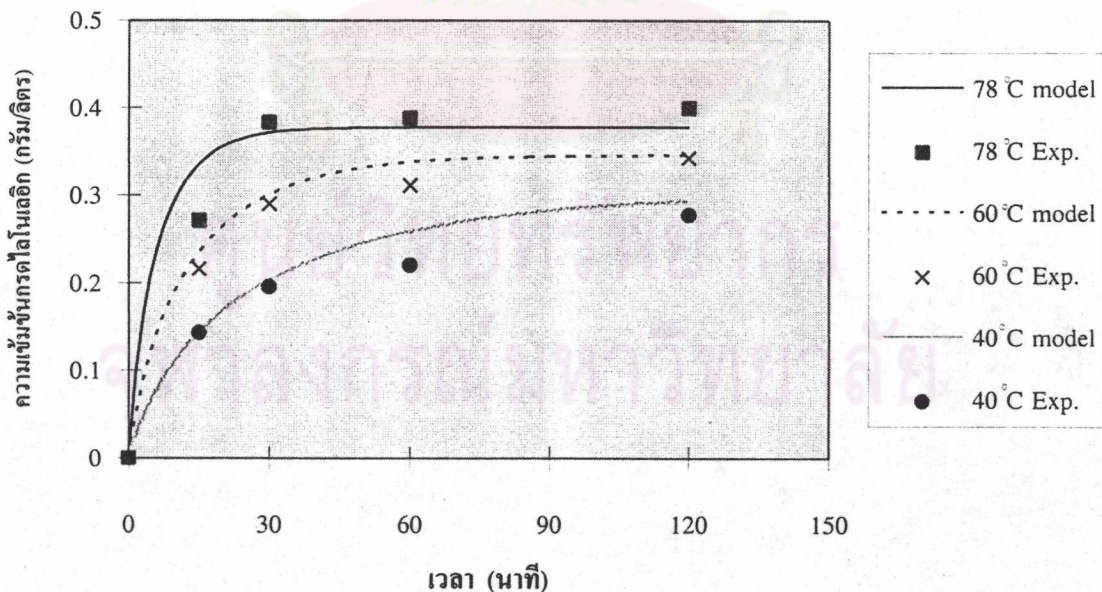
และ

$$\tilde{Y}^{l+1} - \lambda_2 \tilde{X}_{n-1}^{l+1} + \lambda_2 \tilde{X}_n^{l+1} = \tilde{Y}^l \quad (4.12)$$

จากสมการ (4.11) และ (4.12) สามารถสมมติว่าแบ่งอนุภาคตั้งแต่จุดศูนย์กลางถึงรัศมี R ออกเป็น n ส่วน จะได้ระบบสมการที่มีขนาด $(n+2) \times (n+2)$ (รวมค่าที่ boundary 2 ค่า คือ X_0 และ Y) และเมื่อสมมติค่า $\Delta \tilde{r}$ ก็สามารถแก้สมการเหล่านี้ได้ โดยการสมมติค่า D วิธีแก้เมทริกซ์ตามระบบสมการที่กล่าวข้างบนนี้มีวิธีที่ง่ายก็คือ ใช้ LU decomposition แก้ โดยระบบสมการนี้เขียนได้อยู่ในรูป $[A]\{X\} = \{R\}$ มีสัมประสิทธิ์ $[A]$ ที่ไม่เปลี่ยนแปลง แต่มี $\{R\}$ เปลี่ยนไปที่เวลาเพิ่มขึ้น ดังนั้นวิธี LU decomposition จะเป็นวิธีที่ดีที่สุดสำหรับแก้สมการแบบนี้

$$\text{จากการสมมติให้ } n = 5, \quad \Delta \tilde{r} = 0.0125 \quad \therefore \Delta \eta = 0.2$$

จากการแก้ระบบสมการโดยสมมติค่า D และหาค่า \tilde{Y} ที่เปลี่ยนไปกับเวลา \tilde{r} และแปลงให้เป็นความเข้มข้น Y ที่เปลี่ยนไปกับเวลา จะได้กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของกรดไอนิโกลิกในสารละลาย (Y) ที่เปลี่ยนไปกับเวลา (t) เปรียบเทียบกับค่าที่ได้จากการทดลอง ดังแสดงในรูปที่ 4.11 โดยค่า D ที่อุณหภูมิ 40, 60 และ 78 °C มีค่า $0.8 \cdot 10^{-12}$, $2.0 \cdot 10^{-12}$ และ $5.0 \cdot 10^{-12}$ m²/S ตามลำดับ ซึ่งจะเห็นว่า D มีค่าเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิตรงตามทฤษฎี และมี order of magnitude ใกล้เคียงกับค่า diffusivity ในระบบทั่วไป



รูปที่ 4.11 เปรียบเทียบความเข้มข้นของสารละลายกับเวลาระหว่างผลจากการทดลองกับผลจากแบบจำลอง ที่อุณหภูมิการสกัดต่าง ๆ

จากผลการคำนวณจะเห็นว่าที่ 78°C เวลาตั้งแต่ประมาณ 30 นาทีขึ้นไป ความเข้มข้นที่ได้จากแบบจำลอง จะค่อนข้างคงที่แล้ว เนื่องจากระบบเข้าสู่สมดุลแล้วนั่นเอง ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับค่าที่ได้จากการทดลอง จะเห็นว่า ความเข้มข้นยังเพิ่มขึ้นอีกเล็กน้อย ซึ่งอาจอธิบายได้ว่า ในระบบของแข็ง-ของเหลว อาจจะไม่มีการแพร่ของโมเลกุลระหว่างเฟสก็เป็นได้ คือมีการละลายจากของแข็งตลอดเวลา แต่ในปริมาณที่น้อยลงเรื่อย ๆ หรืออาจจะเป็นเพราะข้อผิดพลาดจากการทดลอง เนื่องจากเมื่อทดลองนานขึ้น อาจมีการสูญเสียตัวทำละลายโดยการระเหยจากระบบ ทำให้ความเข้มข้นมีค่าสูงเกินความเป็นจริงก็ได้

ในขณะที่อุณหภูมิการทดลองเปลี่ยนเป็น 40°C และ 60°C ผลการทดลอง และแบบจำลอง ให้ผลสอดคล้องกันมาก คือระบบเข้าสู่ภาวะสมดุลช้ากว่าที่อุณหภูมิสูงขึ้น เพราะค่า diffusivity มีค่าต่ำกว่า การแพร่ในอนุภาคจึงเกิดได้ช้ากว่า แต่ยังคงมีความแตกต่างของความเข้มข้นภายในตำแหน่งต่าง ๆ ของอนุภาค ดังนั้นจึงเกิดการแพร่ออกจากอนุภาคของแข็งอย่างต่อเนื่องในอัตราลดลง โดยมีแนวโน้มว่า ที่อุณหภูมิ 60°C เมื่อเวลาผ่านไป 60 นาที ระบบเริ่มเข้าสู่ภาวะสมดุลแล้ว ในขณะที่อุณหภูมิ 40°C ภาวะสมดุลจะเกิดขึ้นที่ 120 นาทีผ่านไปแล้ว

จากแบบจำลองนี้จะเห็นว่า สามารถอธิบายแนวโน้มของการเปลี่ยนแปลงของความเข้มข้นกับเวลาได้เป็นอย่างดี โกล่เคียงกับความเป็นจริงมาก และสามารถบอกได้จากกราฟได้ว่า ณ เวลาเท่าไร ระบบจึงเข้าสู่ภาวะสมดุล

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย