



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการการเตรียมไขรำข้าวบริสุทธิ์และไบโอดีเซลจากไขรำข้าว ด้วยปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชัน

โดย ผศ.ดร.กรรณิ์กนก อายุสุข และคณะ

กันยายน 2554

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการการเตรียมไขรำข้าวบริสุทธิ์และไบโอดีเซลจากไขรำข้าว ด้วยปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชัน

คณะผู้วิจัย

สังกัด

- | | |
|----------------------------|---------------------------------------|
| 1. ผศ.ดร.กรณภัทน์ก อายุสุข | มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี |
| 2. รศ.ดร.คณิต กฤษณังกูร | มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี |
| 3. ผศ.ดร.สุภัทรา ลิลิตชาญ | มหาวิทยาลัยมหิดล |
| 4. น.ส.ปัทมา น้ำทองคำ | มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี |
| 5. น.ส.ศลิษา ชุ่มสันเทียะ | มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี |
| 6. น.ส.พิราพร สมบัติสุวรรณ | มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี |

สนับสนุนโดยสำนักงานคณะกรรมการการอุดมศึกษา และสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย

(ความเห็นในรายงานนี้เป็นของผู้วิจัย สกอ. และ สกว. ไม่จำเป็นต้องเห็นด้วยเสมอไป)

บทคัดย่อ

รหัสโครงการ : MRG5280060

ชื่อโครงการ : การเตรียมไซรัข้าวบริสุทธิ์และไบโอดีเซลจากไซรัข้าวด้วยปฏิกิริยาทรานส์-เอสเทอร์ฟิเคชัน

ชื่อนักวิจัย : ผศ.ดร.กรณกนก อายุสุข มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี

E-mail Address: kornkanok.ary@ac.th, ayusuk@yahoo.com

ระยะเวลาโครงการ : 16 มีนาคม 2552 ถึง 15 กันยายน 2554

ไซรัข้าวเป็นผลผลิตพลอยได้ราคาถูกที่ได้จากขั้นตอนการขจัดไขของการรีไฟน์น้ำมันรำข้าว ไซรัข้าวดิบที่ได้จากโรงงานรีไฟน์ในประเทศไทยมีแวกเอสเทอร์อยู่เพียง 20-40 เปอร์เซ็นต์ เท่านั้น องค์ประกอบหลักที่เหลือคือไตรกลีเซอไรด์ ในงานวิจัยนี้นำเสนอการเตรียมไซรัข้าวบริสุทธิ์โดยใช้ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันที่อุณหภูมิห้อง ที่มีโซเดียมไฮดรอกไซด์หรือโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ด้วยสัดส่วนโมลไซรัข้าวดิบต่อเอทานอลเท่ากับ 1 ต่อ 30 ซึ่งที่สภาวะนี้มีเพียงกลีเซอไรด์เท่านั้นที่ถูกเปลี่ยนไปเป็นกรดไขมันเอทิล-เอสเทอร์ และปฏิกิริยาเกิดได้สมบูรณ์ภายในเวลา 5 นาที ไซรัข้าวบริสุทธิ์ที่ได้มีคุณสมบัติเป็นไปตามข้อกำหนดของไซรัข้าวที่อนุญาตให้ใช้ในอาหารซึ่งกำหนดโดยองค์การอาหารและยา สหรัฐอเมริกา ในขณะที่กรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ที่ได้มีค่าไอโอดีน และค่าซีเทนตามข้อกำหนดมาตรฐานไบโอดีเซลของไทย (ซึ่งมีค่าเหมือนกับมาตรฐาน EN) อย่างไรก็ตามกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ที่ได้มีความหนืดเกินกว่าข้อกำหนด ที่เป็นเช่นนี้น่าจะเนื่องจากการปนเปื้อนของแวกในไบโอดีเซล

การทำไซรัข้าวให้บริสุทธิ์ต้องการวิธีวิเคราะห์ที่รวดเร็วและแม่นยำ ในงานวิจัยนี้ได้ใช้โครมาโตกราฟีสมรรถนะสูงแบบแยกตามขนาดที่ใช้อัลมันน์ฟิโนเจลขนาด 100 อังสตรอม โดยมีการปรับปรุงวัสดุภาคเคลื่อนที่ให้เหมาะสมมาใช้ในการวิเคราะห์คุณลักษณะและปริมาณของไซรัข้าวดิบและผลิตภัณฑ์ที่ได้จากปฏิกิริยาฯ การควบคุมปริมาณการฟองตัวของเนื้อเจลทำได้โดยการควบคุมอัตราส่วนของไอโซออกเทน-โทลูอิน ซึ่งใช้เป็นวัสดุภาคเคลื่อนที่ การใช้โทลูอินบริสุทธิ์จะทำให้เนื้อเจลฟองตัวเต็มที่ซึ่งไม่สามารถแยกแวกซ์และไตรกลีเซอไรด์ออกจากกันได้ เมื่อใช้สัดส่วนไอโซออกเทน-โทลูอิน 65 ต่อ 35 (ปริมาตร/ ปริมาตร) พบว่าแวกซ์และไตรกลีเซอไรด์สามารถแยกออกจากกันได้ถึงฐานพีค การแยกสารกลุ่มลิปิดออกจากกันสามารถทำได้เพียงการฉีดสารครั้งเดียวโดยใช้เวลาในการวิเคราะห์ไม่เกิน 15 นาที

คำหลัก: กรดไขมันเอทิลเอสเทอร์; ไซรัข้าว; โครมาโตกราฟีของเหลวสมรรถนะสูงแบบแยกตามขนาด; ไบโอดีเซล; ทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน

Abstract

Project Code: MRG4880095

Project Title: Preparation of pure rice bran wax and biodiesel from rice bran wax by transesterification

Investigator: Asst. Prof. Dr. Kornkanok Aryusuk, King Mongkut's University of Technology Thonburi

E-mail Address: kornkanok.ary@ac.th, ayusuk@yahoo.com

Project Period: 16 March 2009 - 15 September 2011

Rice bran wax (RBW) is a low value co-product from dewaxing step of rice bran oil (RBO) refinery. Crude RBW from refineries in Thailand had only 20–40% of the wax ester. The major impurity was triglyceride (TG). Selective transesterification of crude RBW at room temperature was proposed for preparation of the pure wax. Transesterifications were performed by using NaOH or KOH as catalyst with 1:30 molar ratio of crude RBW to ethanol. With these conditions, only glycerides were transesterified to fatty acid ethyl ester (FAEE) and the reactions were completed within 5 min. The properties of the obtained pure RBW were met the RBW specification of USDA approval for food application. Based on the iodine value and cetane index, the obtained FAEE met Thai biodiesel specification (the same as EN standard). However, viscosity of the FAEE was slightly higher than the Thai biodiesel specification. This might be due to a small contamination of the wax in the FAEE.

Purification of RBW requires a rapid and reliable method of analysis. The high performance size exclusion liquid chromatography (HPSEC) using 100-Å Phenogel column with modified mobile phase was used for characterization and quantification of the crude wax and reaction products. Degree swellings of the gel matrix were controlled by isooctane–toluene mobile phase ratio. With pure toluene as the mobile phase, the gel matrix is fully swollen. Wax and TG could not be separated. With 65:35 (v/v) of isooctane–toluene, wax and TG as well as other lipids were baseline separated. The separation of lipids could be completed in a single with the total analysis time less than 15 min.

Keywords: Fatty acid ethyl ester; Rice bran wax; High performance size exclusion liquid chromatography; Biodiesel; Transesterification

กิตติกรรมประกาศ

ผู้วิจัยขอแสดงความขอบคุณสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัยและสำนักงานคณะกรรมการการอุดมศึกษาเป็นอย่างสูงที่เป็นผู้สนับสนุนให้ทุนอุดหนุนการวิจัยเป็นระยะเวลา 2 ปี (นับตั้งแต่วันที่ 16 มีนาคม 2552 ถึงวันที่ 15 กันยายน 2554) ทำให้งานวิจัยชิ้นนี้สำเร็จลงได้ด้วยดี ทั้งนี้ขอกราบขอบพระคุณ รศ.ดร.คณิต ทัศณังกูร ที่กรุณาให้คำปรึกษา แนะนำและให้ข้อคิดต่างๆ ที่เป็นประโยชน์ จนทำให้รายงานวิจัยฉบับนี้สมบูรณ์มากขึ้น และขอขอบพระคุณ คุณประวิทย์ สันติวัฒนา บริษัทน้ำมันบริโภคไทย จำกัด คุณประเสริฐ เศรษฐวิพัฒน์ชัย บริษัทน้ำมันราชวสุรินทร์ จำกัด ที่ให้การสนับสนุนตัวอย่างไขรำข้าว ผู้วิจัยขอขอบคุณผู้ร่วมงานทุกท่าน และสายวิชาเทคโนโลยีชีวเคมี คณะทรัพยากรชีวภาพและเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรีที่ให้การสนับสนุนการใช้อุปกรณ์ เครื่องมือวิทยาศาสตร์ในการดำเนินงานวิจัยด้วยดีมาตลอด

ผศ.ดร.กรณิณก อาวุโส

หัวหน้าโครงการวิจัย

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ	
ภาษาไทย	i
ภาษาอังกฤษ	ii
กิตติกรรมประกาศ	iii
สารบัญ	iv
สารบัญตาราง	v
สารบัญรูป	vi
หน้าสรุปโครงการ (Executive Summary)	1
ความสำคัญและที่มาของปัญหา	1
วัตถุประสงค์ของการวิจัย	2
ขอบเขตของการวิจัย	2
ผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	3
อุปกรณ์และวิธีการทดลอง	6
ผลการทดลองและวิจารณ์ผล	13
สรุปผลการทดลอง	25
เอกสารอ้างอิง	26
ภาคผนวก	29
ผลงานตีพิมพ์ในวารสารวิชาการนานาชาติ	30
การเสนอผลงานในที่ประชุมวิชาการ	32
สิทธิบัตร	34

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
10.1 องค์ประกอบของไขรำข้าวบริสุทธิ์ที่เตรียมด้วยปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชัน	21
10.2 คุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของไขรำข้าวดิบที่ผ่านการทำให้บริสุทธิ์	22
10.3 องค์ประกอบของกรดไขมันเอสเทอร์ที่ได้จากไขรำข้าวดิบ น้ำมันรำข้าวรีไฟน์	23
10.4 คุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ที่ได้	24

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
9.1 แสดงขั้นตอนการทดลอง	7
9.2 ภาพแสดงลักษณะของ Glass viscometer	12
10.1 โครมาโตแกรมของสารมาตรฐาน	15
10.2 โครมาโตแกรมของไขรำข้าวดิบ	18
10.3 กราฟแสดงปริมาณกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ที่เกิดขึ้น	19
10.4 โครมาโตแกรมของไขรำข้าวบริสุทธิ์	20
10.5 โครมาโตแกรมของกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์	20

หน้าสรุปโครงการ (Executive Summary)

ชื่อโครงการ การเตรียมไขรำข้าวบริสุทธิ์และไบโอดีเซลจากไขรำข้าวด้วยปฏิกิริยาทรานส์-เอสเทอร์ฟิเคชัน

Preparation of pure rice bran wax and biodiesel from rice bran wax by transesterification

1. ชื่อหัวหน้าโครงการ หน่วยงานที่สังกัด ที่อยู่ หมายเลขโทรศัพท์ โทรสาร และ e-mail

ผศ.ดร.กรณัณณก आयुสุข

สาขาวิชาเทคโนโลยีชีวเคมี คณะทรัพยากรชีวภาพและเทคโนโลยี

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี

49 ซ.เทียนทะเล 25 ถนนบางขุนเทียน-ชายทะเล แขวงท่าข้าม

เขตบางขุนเทียน

กรุงเทพมหานคร 10150

โทรศัพท์ 0-2470-7758

โทรสาร 0-2452-3479

E-mail: kornkanok.ary@kmutt.ac.th, ayusuk@yahoo.com

2. สาขาที่ทำการวิจัย เคมีวิเคราะห์

4. ระยะเวลาดำเนินการ 2 ปี

5. ความสำคัญและที่มาของปัญหา

ในน้ำมันรำข้าวดิบมีไขรำข้าว (rice bran wax; RBW) เป็นองค์ประกอบประมาณ 1500 ppm [1] เนื่องจากไขมีจุดหลอมเหลวสูงจึงตกผลึกแยกส่วนออกจากน้ำมันเมื่อวางไว้ที่อุณหภูมิห้อง ทำให้น้ำมันมีลักษณะขุ่น (clouding) กระบวนการผลิตน้ำมันรำข้าวเพื่อการบริโภคจึงจำเป็นต้องขจัดไขออกโดยการตกผลึกที่อุณหภูมิต่ำแล้วกรองออกจากน้ำมัน ในขั้นตอนการขจัดไข (dewaxing/winterization) ไขที่ได้จะมีทั้งน้ำมัน (triglyceride) กรดไขมันอิสระ (free fatty acid; FFA) ไฮโดรคาร์บอน (hydrocarbon) แวกซ์เอสเทอร์ (wax ester) ซึ่งส่วนใหญ่เป็นเอสเทอร์ของกรดไขมันอิ่มตัว (C_{16} - C_{26}) กับไขมันแอลกอฮอล์อิ่มตัว (C_{24} - C_{34}) [2, 3] และไขมันแอลกอฮอล์อิสระสายยาว (long chain fatty alcohol; LCFA) [4] หรือที่เรียกว่าพอลิโคซานอล (policosanol) เป็นองค์ประกอบ

ไขรำข้าวที่ผ่านการทำให้บริสุทธิ์แล้วสามารถนำไปใช้ในอุตสาหกรรมต่างๆ เช่น เป็น สารเคลือบผิว ผลไม้ ยาอม ลูกกวาดหรือหมากฝรั่ง ใช้เป็นส่วนประกอบในการผลิตเครื่องสำอาง [5] สารขัดเงา กระดาษห่อซีลค็อกเกต และกระดาษคาร์บอน เป็นต้น อย่างไรก็ตามการนำไข รำข้าวมาใช้ประโยชน์มักทำในต่างประเทศ โดยเฉพาะการสกัดโพลีโคซานอลจากไขรำข้าว ทั้งๆ ที่ประเทศไทยเป็นแหล่งผลิตข้าวเพื่อการส่งออกที่ใหญ่ที่สุดในโลกและมีโรงงานผลิตน้ำมันรำ ข้าวอยู่หลายแห่ง แต่การนำไขรำข้าวมาใช้ประโยชน์กลับไม่มากเท่าที่ควร ส่วนใหญ่มักขาย เป็นเชื้อเพลิงหรือวัตถุดิบเพื่อการผลิตในราคาถูก (ประมาณ 20 บาท/กิโลกรัม)

จากการศึกษาไขรำข้าวที่ไม่ผ่านการรีไฟน์ (unrefined RBW) ของไทยพบว่ามี ส่วนประกอบของน้ำมันในปริมาณสูงถึง 55.91% ที่เหลือประกอบด้วยแวกซ์เอสเทอร์ 40.67%, LCFA 2.56% และอื่นๆ 1.86% [6] ดังนั้นหากสามารถนำน้ำมันส่วนนี้มาผลิตเป็นไบโอดีเซล พร้อมกับการทำให้ไขบริสุทธิ์ (wax ester) ได้ในเวลาเดียวกันจะช่วยลดระยะเวลา และการใช้ สารเคมีในการทำไขให้บริสุทธิ์ลงได้อย่างมากและยังเป็นการเพิ่มมูลค่าของไขรำข้าวให้มากขึ้น

ในขณะเดียวกันในงานวิจัยนี้จำเป็นต้องทราบองค์ประกอบของไขรำข้าวดิบที่ได้มา รวมทั้งผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นในระหว่างการทำปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชัน และผลิตผล สุดท้ายที่ได้ คือไขรำข้าวบริสุทธิ์ และไบโอดีเซล (กรดไขมันเอทิลเอสเทอร์; Fatty acid ethyl ester; FAEE) ฉะนั้นวิธีการวิเคราะห์ที่มีความแม่นยำ และรวดเร็วจึงมีความสำคัญอย่างมาก

ในงานวิจัยนี้จึงต้องการศึกษาการเตรียมไบโอดีเซลและไขรำข้าวบริสุทธิ์ด้วยปฏิกิริยา ทรานส์เอสเทอริฟิเคชัน พร้อมกับการศึกษาการวิเคราะห์องค์ประกอบ และหปริมาณ ของไขรำข้าว ดิบ และผลิตภัณฑ์ที่ได้ด้วยโครมาโตกราฟีแบบของเหลวสมรรถนะสูงแบบแยกตามขนาด (high performance size exclusion chromatography; HPSEC)

6. วัตถุประสงค์ของการวิจัย

6.1 เพื่อศึกษาการเตรียมไขรำข้าวบริสุทธิ์และไบโอดีเซลจากไขรำข้าวด้วยปฏิกิริยา ทรานส์เอสเทอริฟิเคชันที่เร่งปฏิกิริยาดัง

6.2 เพื่อพัฒนาวิธีการวิเคราะห์องค์ประกอบของไขรำข้าวดิบ และผลิตภัณฑ์

7. ขอบเขตของการวิจัย

7.1 นำตัวอย่างไขรำข้าวดิบที่ได้จากกระบวนการรีไฟน์น้ำมันรำข้าวมาศึกษาองค์ประกอบ ด้วย HPSEC

7.2 ทดลองหาสภาวะที่เหมาะสมในการแยกองค์ประกอบของไขรำข้าวด้วย HPSEC

7.3 ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมไบโอดีเซลจากไขรำข้าวด้วยปฏิกิริยาทรานส์- เอสเทอริฟิเคชัน

7.4 แยกไบโอดีเซล และไขรำข้าวบริสุทธิ์ (แวกซ์เอสเทอร์) ออกจากกัน

7.5 ศึกษาคุณสมบัติทางเคมี และกายภาพของไบโอดีเซล และไขรำข้าวบริสุทธิ์ที่เตรียมได้

8. ผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ไขรำข้าวดิบ (Crude rice bran wax) เป็นแหล่งไขจากธรรมชาติที่พบอยู่ในน้ำมันรำข้าว มีลักษณะเป็นของแข็งสีน้ำตาลอ่อน องค์ประกอบหลักคือเอสเทอร์ของกรดไขมันที่มีคาร์บอน 22-24 อะตอม กับแอลกอฮอล์สายยาวที่มีคาร์บอน 24-40 อะตอม [7] เนื่องจากไขมีจุดหลอมเหลวสูงเมื่อวางน้ำมันไว้ที่อุณหภูมิห้อง ไขซึ่งละลายอยู่ในน้ำมันจะรวมตัวกันตกผลึกทำให้น้ำมันไม่มารับประทาน ในกระบวนการรีไฟน์น้ำมันรำข้าว ไขรำข้าวจึงถูกแยกออกจากน้ำมันในขั้นตอนการขจัดไข (Dewaxing) ไขรำข้าวดิบที่แยกออกมา ยังคงมีน้ำมัน และสารอื่นๆปนเปื้อนอยู่ซึ่งส่งผลต่อคุณภาพของไข คือทำให้ไขอ่อนตัว จุดหลอมเหลวมีค่าต่ำและช่วงกว้าง และมีค่าไอโอดีนสูง ทำให้ไม่สามารถใช้ประโยชน์จากไขรำข้าวดิบได้ แต่หากนำไขรำข้าวดิบไปผ่านขั้นตอนการทำให้บริสุทธิ์ จะได้ไขรำข้าวที่มีคุณสมบัติเหมาะสมสำหรับนำไปใช้ในอุตสาหกรรมอาหารได้หลากหลาย เช่น ใช้เคลือบลูกอม หมากฝรั่ง ผัก และผลไม้ เป็นต้น นอกจากนี้ ไขรำข้าวยังมีคุณสมบัติใกล้เคียง และสามารถนำไปใช้แทนไขคาร์นูบา (Carnauba wax) ซึ่งมีราคาแพง ในการใช้เป็นองค์ประกอบในการผลิตกระดาษห่อช็อกโกแลต ใช้เป็นสารขัดเงาเครื่องหนัง ผลิตกระดาษคาร์บอน เครื่องสำอาง และยา เป็นต้น

การเตรียมไขรำข้าวให้บริสุทธิ์ทำได้โดยการขจัดน้ำมัน และกลีเซอรีนอื่นๆ รวมทั้งสารที่มีขี้ ซึ่งลักษณะเป็นยางเหนียว (Resinous matters) และสารให้สีออกจากแว็กซ์เอสเทอร์ (Wax ester) เพื่อให้ได้ไขที่มีลักษณะร่วน สีขาวนวล มีช่วงจุดหลอมเหลวที่แคบ และมีค่าไอโอดีนต่ำ

การสกัดน้ำมันออกจากไขทำได้โดยการสกัดด้วยตัวทำละลายอินทรีย์ชนิดต่างๆ ที่อุณหภูมิรีฟลักซ์ (Refluxing temperature) เช่น การใช้ เบนซีน เฮกเซน เมทิลเอทิลคีโตน รวมถึงการใช้สารละลายผสมระหว่างเฮกเซนกับไอโซโพรพานอล [8] ขั้นตอนการให้ความร้อนจะใช้เวลาประมาณ 30 นาที จากนั้นจึงกรองไขที่ได้ออกจากตัวทำละลายโดยอาจกรองขณะร้อนหรือเย็น หรืออาจใช้วิธีการตกผลึกด้วยอะซีโตน [7] ไขที่ได้จากขั้นตอนนี้จะมีค่าไอโอดีนลดลง ในขณะที่มีจุดหลอมเหลวสูงขึ้น และมีช่วงแคบลง แต่ยังคงมีสีเข้ม และมีลักษณะเป็นยางเหนียว จะต้องนำมารีฟลักซ์ต่อด้วยไอโซโพรพานอลซึ่งเป็นตัวทำละลายที่มีขี้สูงขึ้นโดยในขั้นตอนนี้อาจมีการฟอกสีร่วมด้วย เช่น Vali และคณะ [4] ได้เติมโซเดียมบอโรไฮไดรด์ ลงไปในขณะที่รีฟลักซ์ไขด้วยไอโซโพรพานอลที่อุณหภูมิ 80-82°C เป็นเวลา 30 นาที ในขณะที่ Cousins และคณะ (1953) [9] ใช้ Hydrogen peroxide และ Chromium trioxide ในสารละลายกรดซัลฟิวริกในการฟอกสีของไขรำข้าว อย่างไรก็ตามการเตรียมไขรำข้าวให้บริสุทธิ์ในแต่ละขั้นตอนที่กล่าวมา อาจจะต้องมีการสกัดซ้ำ 2-3 ครั้ง จึงจะได้ไขบริสุทธิ์ตามต้องการ เช่น Yoon และ Rhee [3] นำไขรำข้าวดิบมาล้างด้วยเมทิลเอทิลคีโตน เพื่อขจัดน้ำมัน และสิ่งปนเปื้อนอื่นๆ แล้วทำให้แห้งภายใต้สุญญากาศ จากนั้นแยกส่วนไขด้วยไอโซโพรพานอลในอัตราส่วน 1: 3 ให้ความร้อน 30 นาที ทำให้เย็นลงจนถึงอุณหภูมิ 50°C กรองภายใต้สุญญากาศ นำส่วนที่ละลายมาลดอุณหภูมิถึง 25°C ตั้งทิ้งไว้ข้ามคืนเพื่อให้ไขตกผลึก จากนั้นกรองผลึกไข นำไขที่ได้มาล้างด้วยอะซีโตน

แล้วกรองอีกครั้ง นำตะกอนไขไปอบ ได้ไขรำข้าวบริสุทธิ์ที่มีลักษณะนุ่ม โดยมีจุดหลอมเหลว 74°C และมีค่าไอโอดีน 29.1 ส่วนไขที่ไม่ละลายที่อุณหภูมิ 50°C นำไปต้มกับไอโซโพรพานอล ในอัตราส่วน 1: 6 แล้วกรองขณะร้อนที่อุณหภูมิ 70°C ส่วนไขที่ละลายตั้งทิ้งข้ามคืนให้ตกผลึก แล้วกรอง นำตะกอนไขที่ได้ไปอบแห้ง ได้เป็นไขรำข้าวบริสุทธิ์ที่มีลักษณะแข็ง โดยมีจุดหลอมเหลว 79°C และมีค่าไอโอดีน 20.7 ซึ่งไขรำข้าวบริสุทธิ์ทั้ง 2 ชนิดมีสีน้ำตาลดำ

นอกจากนี้ยังมีรายงานการใช้ไข่ไก่กลายเป็นวัสดุดูดซับไขรำข้าวดิบแล้วใช้ไอโซ-ออกเทน หรือไอโซโพรพานอลสกัดน้ำมันออกที่อุณหภูมิต่ำ $3-4^{\circ}\text{C}$ ก่อนจะชะไขออกด้วยตัวทำละลายชนิดเดียวกันอีกครั้งที่อุณหภูมิสูง 80°C อย่างไรก็ตามวิธีการนี้มีความยุ่งยากในการเตรียมไข่ไก่และ การบรรจุไข่ไก่ที่เคลือบด้วยไขลงในคอลัมน์ HPLC และต้องอาศัยแรงดันของปั๊มเพื่อชะตัวทำละลายอินทรีย์ให้ไหลผ่านคอลัมน์ [10]

น้ำมันพืชหรือไขมันสัตว์จะมีความหนืดค่อนข้างสูงเมื่อเทียบกับน้ำมันจากปิโตรเลียมทำให้ไม่เหมาะที่จะนำมาใช้เป็นน้ำมันเชื้อเพลิงในเครื่องยนต์ วิธีการหนึ่งที่สามารถลดความหนืดของน้ำมันหรือไขมันเหล่านี้ลงได้อย่างมากคือการเปลี่ยนให้อยู่ในรูปเอสเทอร์ชนิดใหม่โดยการนำน้ำมันหรือไขมันไปทำปฏิกิริยากับทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันกับแอลกอฮอล์สายสั้นๆ เช่น เมทานอล เอทานอล หรือโพรพานอล ซึ่งจะได้กรดไขมันเอสเทอร์ที่เรียกว่าไบโอดีเซลซึ่งมีความหนืดต่ำลงอย่างมาก และเหมาะสำหรับนำไปใช้เป็นเชื้อเพลิงได้ การเร่งปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันเพื่อผลิตไบโอดีเซลทั่วไปจะใช้อุณหภูมิสูง $40-60^{\circ}\text{C}$ [11] โดยใช้กรด หรือด่างเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา อย่างไรก็ตามมีรายงานว่า การเร่งปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันที่อุณหภูมิห้องก็สามารถเกิดขึ้นได้อย่างรวดเร็วเช่นเดียวกัน [12]

เนื่องจากจุดหลอมเหลว และความสามารถในการละลายของน้ำมัน และแวกซ์เอสเทอร์ในแอลกอฮอล์ เช่น เอทานอลแตกต่างกันอย่างมาก ดังนั้นการเร่งปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของไขรำข้าวที่อุณหภูมิห้องเพื่อต้องการเปลี่ยนน้ำมันให้อยู่ในรูปกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์โดยไม่ส่งผลกระทบต่อปริมาณของแวกซ์เอสเทอร์จึงน่าจะเป็นได้สูง ในขณะเดียวกันเนื่องจากเอทานอลเป็นสารที่มีขั้วเช่นเดียวกับไอโซโพรพานอลจึงน่าจะสามารถสกัดเอาอย่างเหนียวที่มีอยู่ในไขรำข้าวดิบออกมาได้เช่นเดียวกัน ในขณะเดียวกันเอสเทอร์ชนิดใหม่ที่ได้ก็มีความหนืดต่ำลงเมื่อเทียบกับน้ำมันจึงสามารถแยกออกจากแวกซ์เอสเทอร์ได้ง่าย

การวิเคราะห์องค์ประกอบของไขโดยทั่วไปมักใช้วิธีซาปอนิฟิเคชันตามด้วยการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ที่ได้ด้วยแก๊สโครมาโตกราฟี อย่างไรก็ตาม Bonaduce และ Colombini [13] รายงานว่าไขผึ่งทนต่อปฏิกิริยาซาปอนิฟิเคชันมากต้องใช้เวลาในการเร่งปฏิกิริยานาน (2-3 ชั่วโมง) และการนำกลับมาใช้ (recovery) ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสต่ำ ในขณะที่ Nota และคณะ [14] ได้ปรับปรุงวิธีการแยกความแตกต่างระหว่างน้ำมันมะกอกที่ได้จากการหีบออกจากน้ำมันที่ได้จากการสกัดด้วยตัวทำละลายโดยการวิเคราะห์จากค่าของแวกซ์เอสเทอร์ตามวิธีที่เสนอโดย EEC Commission ในปี 1993 โดยการแยกแวกซ์ ออกจากไตรกลีเซอไรด์ด้วย

คอลัมน์ซิลิกาเจล แล้ววิเคราะห์ปริมาณด้วยแก๊สโครมาโตกราฟีซึ่งเป็นวิธีที่ต้องใช้เวลาและ
แรงงานมาก ด้วยโครมาโตกราฟีแบบของเหลวสมรรถนะสูง (HPLC) ซึ่งรวดเร็วและแม่นยำกว่า

ในทางตรงข้ามการวิเคราะห์ปริมาณแวกในน้ำมันพืชมีน้อยเมื่อเทียบกับการวิเคราะห์
องค์ประกอบของแวกเอสเทอร์ การวิเคราะห์ปริมาณแวกในน้ำมันพืชทั่วไปจะทำได้โดยการตกผลึก
กรอง และชั่งน้ำหนักของของแข็งที่เหลือ (solid residue) วิธีการนี้แม่นยำกับน้ำมันที่มีแวกตก
ผลึกได้สูง เช่นน้ำมันดิบของทานตะวัน และรำข้าว อย่างไรก็ตามเป็นวิธีที่ต้องปริมาณตัวอย่าง
มาก และใช้เวลานาน Morrison [15] ได้เสนอวิธีการที่รวดเร็วคือการวัดความขุ่น (turbidity)
สำหรับการวิเคราะห์ปริมาณแวกในน้ำมันเมล็ดทานตะวัน โดยการนำน้ำมันมาให้ความร้อนที่
130°C กรอง แล้วเติมอะซิโตนเข้าไป 1 เท่าเพื่อตกผลึกแวก นำส่วนผสมมาให้ความร้อนอีกครั้ง
เพื่อละลายแวก ทำให้เย็นในอ่างน้ำแข็ง 5 นาที จึงนำไปวัดความขุ่น วิธีการนี้สามารถวัด
ปริมาณแวกได้ต่ำถึงระดับหนึ่งในล้านส่วน (ppm) และไม่ต้องใช้เครื่องมือที่ซับซ้อน แต่การใช้
ความร้อนน้ำมันพืชที่อุณหภูมิสูงถึง 130°C และกรองที่อุณหภูมินั้นอาจไม่เหมาะที่จะนำมาใช้ใน
งานประจำ Reiter และคณะ [16] แยกแวกจากน้ำมันของเมล็ดเทียนข้าวเปลือก (fennel) และ
ยี่หระ (caraway) โดยใช้ silver nitrate solid-phase extraction จากนั้นวิเคราะห์หาปริมาณด้วย
แก๊สโครมาโตกราฟี

วิธีการทั้งหมดที่รายงานมานั้นเป็นการวิเคราะห์ปริมาณแวกในน้ำมัน ในทางตรงข้ามยัง
ไม่เคยมีรายงานวิธีการหาปริมาณน้ำมันในแวกมาก่อน ในการศึกษาครั้งนี้จึงนำเสนอการแยก
กลุ่มของลิพิดบนโครมาโตกราฟีสมรรถนะสูงที่แยกตามขนาด (high performance size
exclusion chromatography; HPSEC) โดยใช้คอลัมน์ Phenogel ขนาด 100 อังสตรอม (Å)
และวัดปริมาณของลิพิดแต่ละกลุ่มจากพื้นที่ใต้พีค

9. อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

9.1. วัตถุดิบและสารเคมี

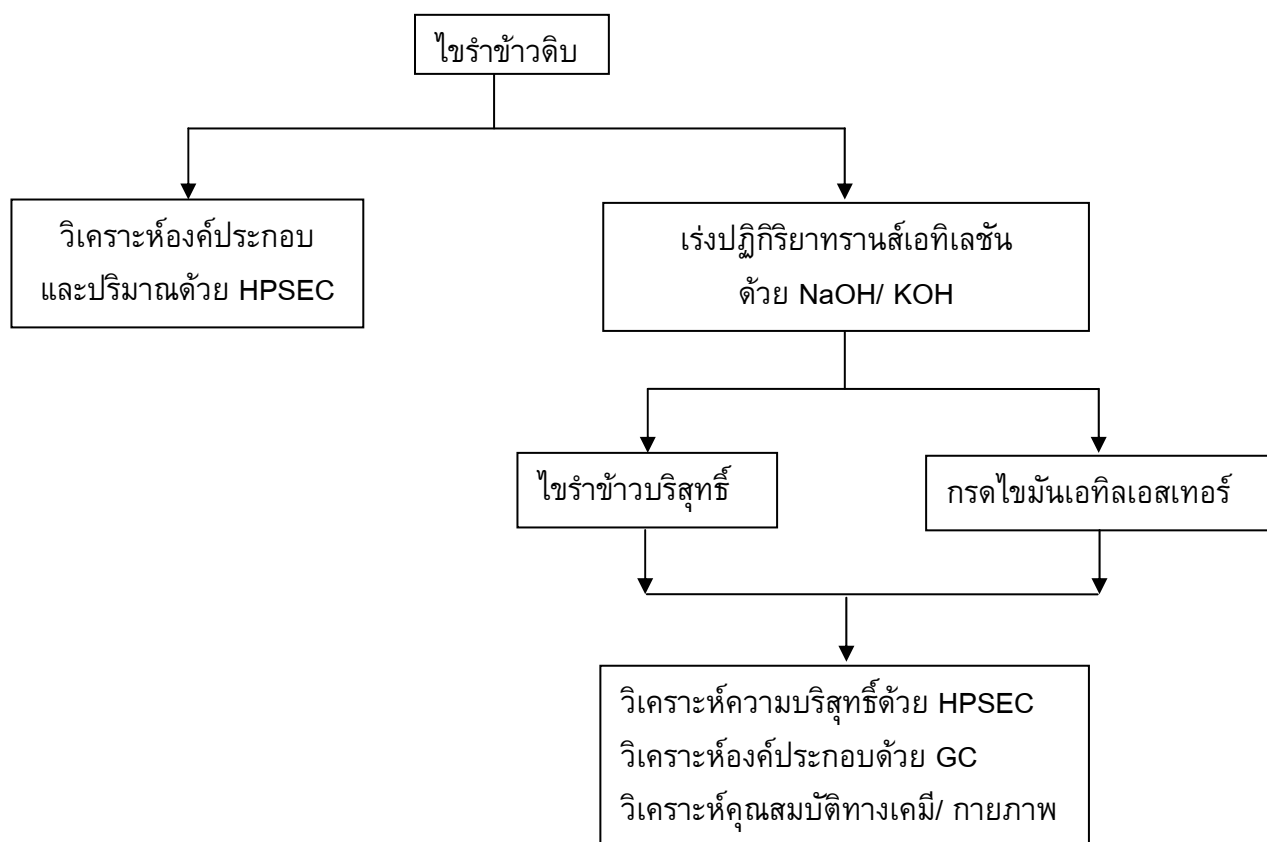
- ไขขาวจากการผลิตน้ำมันรำข้าว (บริษัทน้ำมันบริโภคไทย จำกัด และบริษัทน้ำมันรำข้าวสุรินทร์ จำกัด)
- กรด ต่าง และตัวทำละลายอินทรีย์ที่ใช้เป็นชนิด analytical grade

9.2. อุปกรณ์

- เครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (High Performance Liquid Chromatography; HPLC) ต่อกับ injector ยี่ห้อ Rheodyne รุ่น 7125 Sample loop ขนาด 20 ไมโครลิตร ปั๊ม (pump) ของ Water รุ่น 510 และเครื่องตรวจวัดชนิด Evaporative Light Scattering Detector (ELSD) ของ SEDEX รุ่น 55 เครื่องประมวลผลรุ่น CSW 32 ของบริษัท Sedere (ประเทศฝรั่งเศส)
- คอลัมน์ชนิด Phenogel ขนาด 300×7.80 มิลลิเมตร 5 ไมครอน
- เครื่องแก๊สโครมาโตกราฟ Shimadzu รุ่น GC-17A และรุ่น GC-2010 เครื่องตรวจวัดชนิด Flame Ionization (FID) ต่อพ่วงกับเครื่องประมวลผล CBM-102 จากบริษัท Shimadzu (ประเทศญี่ปุ่น)
- คอลัมน์ Zebron ZB-5 (5% phenyl-95% diethylpolysiloxane) มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.25 ไมโครเมตร ความยาว 30 เมตร
- คอลัมน์ BPX70 (70% bis-cyanopropyl polysilphenylene-siloxane) มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.25 ไมโครเมตร ความยาว 30 เมตร
- เครื่อง Rotary evaporator รุ่น BUCHI Rotavapor R-200 (ประเทศเยอรมันนี)
- ตู้อบความร้อน รุ่น NDO-600 ของบริษัท Eyela (ประเทศญี่ปุ่น)
- เครื่องชั่งทศนิยม 2 ตำแหน่ง รุ่น 1409 BMP7-2 ของบริษัท Sartorius (ประเทศเยอรมันนี)
- เครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง รุ่น NA264 ของบริษัท Oertling (ประเทศอังกฤษ)
- เครื่องแก้วต่าง ๆ เช่น ปีกเกอร์ ขวดวัดปริมาตร หลอดทดลองฝาเกลียว
- กระดาษกรอง Whatman เบอร์ 2 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 110 มิลลิเมตร

9.3 วิธีทำการทดลอง

ภาพรวมของการดำเนินการทดลองแสดงดังรูปที่ 9.1



รูปที่ 9.1 แสดงขั้นตอนการทดลอง

9.3.1 การศึกษาวิฤภาคเคลื่อนที่ที่เหมาะสมของการวิเคราะห์ไขรำข้าวด้วย HPSEC

ศึกษาสัดส่วนของวิฤภาคเคลื่อนที่ที่เหมาะสมสำหรับวิเคราะห์องค์ประกอบของไขรำข้าวดิบ ไตรกลีเซอไรด์ ไดกลีเซอไรด์ โมโนกลีเซอไรด์ กรดไขมันอิสระ และกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ โดยใช้ปรับเปลี่ยนองค์ประกอบของไอโซออกเทน ต่อโทลูอีน ดังนี้

9.3.1.1 โทลูอีน 100%

9.3.1.2 ไอโซออกเทน 100%

9.3.1.3 ไอโซออกเทน: โทลูอีน (75: 25 v/v)

9.3.1.4 ไอโซออกเทน: โทลูอีน (70: 30 v/v)

9.3.1.5 ไอโซออกเทน: โทลูอีน: กรดอะซิติก (70: 30: 0.25 v/v/v)

9.3.1.6 ไอโซออกเทน: โทลูอีน: กรดอะซิติก (65: 35: 0.15 v/v/v)

9.3.2 การเร่งปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของไขมันข้าวดิบ

ซึ่งไขมันข้าวดิบ 20 กรัม ใส่ขวดกันแบน จากนั้นแบ่งเอทานอลปราศจากน้ำออกเป็น 2 ส่วน โดยใช้สัดส่วนโมลของไขมันข้าวดิบต่อเอทานอลเท่ากับ 1: 30 นำเอทานอลปราศจากน้ำส่วนแรกผสมกับไขมันข้าวดิบ กวนด้วย Magnetic stirrer ที่อุณหภูมิห้องจนเป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นนำเอทานอลส่วนที่เหลือมาละลายตัวเร่งปฏิกิริยา คือ โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) หรือ โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) ที่ความเข้มข้น 1-2.7% (w/v) กวนให้เป็นเนื้อเดียวกันที่อุณหภูมิห้อง เติมเอทานอลที่มีตัวเร่งปฏิกิริยาลงในไขมันข้าวดิบที่เตรียมไว้ และกวนต่อ ถือเป็นจุดเริ่มต้นของการทำปฏิกิริยา สุ่มเก็บตัวอย่างประมาณ 2 มิลลิลิตร ทุกๆ 1 นาที เป็นเวลา 10 นาที จากนั้นเก็บตัวอย่างที่ 30 นาที และ 1 ชั่วโมง นำตัวอย่างที่เก็บได้มาหยุดปฏิกิริยาทันที ด้วยกรดอะซิติกเข้มข้น ล้างตัวอย่างที่เก็บได้ด้วยน้ำกลั่นร้อน 2-3 ครั้ง และดูความชื้นด้วย Sodium sulfate anhydrous ซึ่งตัวอย่างที่ได้ละลายในโทลูอีน ที่ความเข้มข้น 0.3 mg/ml (3000 ppm) นำไปวิเคราะห์องค์ประกอบด้วย HPSEC เพื่อตรวจสอบความสมบูรณ์ของปฏิกิริยาโดยพิจารณาจากปริมาณน้ำมันที่หายไป และปริมาณของกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ที่เกิดขึ้น โดยใช้ไอโซออกเทน: โทลูอีน: กรดอะซิติก (65: 35: 0.15 v/v/v) เป็นวัฏภาคเคลื่อนที่

9.3.3 การแยกไขมันข้าวบริสุทธิ์ออกจากกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์

เมื่อหยุดปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันด้วยกรดอะซิติกเข้มข้นแล้ว นำมากรองแยกกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ออกจากไขมันข้าวด้วยกระดาษกรอง Whatman เบอร์ 2 โดยใช้ Buchner Funnel ล้างไขมันข้าวด้วยเอทานอลในสัดส่วน 1: 5 และกรองอีกครั้ง ตรวจสอบความบริสุทธิ์ของไขมันข้าวด้วย HPSEC นำไขมันข้าวบริสุทธิ์แล้วไปอบที่อุณหภูมิ 40-50°C เพื่อกำจัดเอทานอลที่เหลือออก ส่วนกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ที่ได้ นำมาระเหยเอทานอลออกด้วยเครื่องระเหยภายใต้สุญญากาศ หลังจากนั้นนำมาล้างด้วยน้ำกลั่นร้อน 3-4 ครั้ง ดูความชื้นด้วย Sodium sulfate anhydrous ตรวจสอบความบริสุทธิ์ของกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ด้วย HPSEC

9.3.4 การวิเคราะห์ร้อยละของผลผลิต

การวิเคราะห์ปริมาณร้อยละของผลผลิตคือการเปรียบเทียบปริมาณน้ำมันที่หายไป และปริมาณของกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ที่เกิดขึ้น โดยคำนวณร้อยละผลผลิตจากพื้นที่ใต้พีคของสารในโครมาโตแกรมดังสมการที่ 9.1

$$\%A = \frac{\text{พื้นที่ใต้พีคของสาร A} \times 100}{\text{ผลรวมพื้นที่ใต้พีคของสารทั้งหมด}} \quad (9.1)$$

A = สารที่ต้องการวิเคราะห์

9.3.5 การวิเคราะห์องค์ประกอบของไขรำข้าวบริสุทธิ์

วิเคราะห์องค์ประกอบของไขรำข้าวบริสุทธิ์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟ รุ่น GC-17A ใช้เครื่องตรวจวัดชนิด FID ต่อพ่วงกับเครื่องประมวลผล CBM-102 โดยใช้คอลัมน์ Zebron ZB-5 (5% phenyl-95% diethylpolysiloxane) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.25 มิลลิเมตร ยาว 30 เมตร สภาวะที่ใช้ในการทดลองคือ อุณหภูมิของอินเจกเตอร์ (Injector port) และตัวตรวจวัด (Detector) เท่ากับ 360°C ส่วนอุณหภูมิของคอลัมน์ใช้ 150°C นาน 1.5 นาที จากนั้นเพิ่มอุณหภูมิ 5°C จนถึง 350°C นาน 50 นาที นำตัวอย่างไขรำข้าวบริสุทธิ์ละลายในเฮกเซนฉีดเข้าเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟแล้วพิสูจน์เอกลักษณ์ (Identification) ของกรดไขมัน โดยเทียบจากค่าเวลาคงค้าง (Retention time; t_R) ของสารมาตรฐาน และคำนวณสัดส่วนร้อยละขององค์ประกอบจากพื้นที่ใต้พีค (Peak area) ของสารแต่ละชนิด

9.3.6 การศึกษาคุณสมบัติทางกายภาพ และทางเคมีของไขรำข้าวบริสุทธิ์

จุดหลอมเหลว (Melting point)

หลอมไขรำข้าวบริสุทธิ์ จุ่มหลอดแคพิลลารีลงในไขรำข้าวบริสุทธิ์สูงประมาณ 10 มิลลิเมตร นำหลอดแคพิลลารีแช่เย็น 4-10°C เป็นเวลา 16 ชั่วโมง จากนั้นจุ่มหลอดแคพิลลารีลงในน้ำอุณหภูมิ 8-10°C ค่อยๆ เพิ่มอุณหภูมิ บันทึกอุณหภูมิที่ไขรำข้าวบริสุทธิ์เริ่มหลอมจนกระทั่งไขรำข้าวบริสุทธิ์หลอมหมดตามวิธีของ AOCS [17]

ค่ากรด (Acid value)

ชั่งไขรำข้าวบริสุทธิ์ 7 กรัม บันทึกน้ำหนักที่แน่นอน เติมน้ำเอทานอลร้อน 75 มิลลิลิตร และฟีนอล์ฟทาเลอิน 2 มิลลิลิตร จากนั้นนำไปไทเทรตด้วยสารละลายมาตรฐานโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.25 นอร์มัล เขย่าให้เข้ากันจนได้สารละลายสีชมพูที่คงตัวนาน 30 วินาที พร้อมทำ Blank แล้วคำนวณค่ากรดไขมันอิสระดังสมการที่ (9.2) และ ค่ากรดดังสมการที่ (9.3) ตามวิธีของ AOCS [18]

$$\% \text{ Free fatty acid} = \frac{(A-B) \times N \times 28.2}{W} \quad (9.2)$$

เมื่อ A = ปริมาตรของ NaOH 0.25 นอร์มัล ที่ใช้ในการไทเทรตกับตัวอย่าง (มิลลิลิตร)

B = ปริมาตรของ NaOH 0.25 นอร์มัล ที่ใช้ในการไทเทรตกับสารละลาย Blank (มิลลิลิตร)

N = ความเข้มข้นของ NaOH (Normality)

W = น้ำหนักตัวอย่างที่ใช้

คำนวณปริมาณกรดไขมันอิสระให้อยู่ในรูปของ Acid value โดย

$$\text{Acid value} = \% \text{ Free fatty acid} \times 1.99 \quad (9.3)$$

ค่าซาปอนิฟิเคชัน (Saponification number; SN)

ค่าซาปอนิฟิเคชัน หมายถึง มิลลิกรัมของ KOH ที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาพอลิกับไขมัน 1 กรัม เป็นค่าที่บอกราคาของโมเลกุลเฉลี่ยของไขมัน

วิเคราะห์ค่าซาปอนิฟิเคชัน ของไขรำข้าวดิบ และไขรำข้าวบริสุทธิ์โดยนำไขรำข้าวมาเร่งปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันด้วยเอทานอล แล้วฉีดส่วนที่ถูกทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันได้เข้าเครื่อง GC เพื่อวิเคราะห์องค์ประกอบของกรดไขมัน แล้วนำมาคำนวณค่าซาปอนิฟิเคชัน ตามวิธีของ AOCS [19] ดังสมการที่ (9.4) และ (9.5)

$$SN = \sum SN_x(\%X) \quad (9.4)$$

$$\text{โดย} \quad SN_x = \frac{56(1000)}{MW_x} \quad (9.5)$$

SN_x = ค่า SN ของกรดไขมันที่เป็นองค์ประกอบในไขรำข้าว

MW_x = น้ำหนักโมเลกุล (Molecular weight) ของกรดไขมัน x

$\%X$ = สัดส่วนของกรดไขมัน x ที่มีอยู่ในองค์ประกอบของไขรำข้าว

9.3.7 การวิเคราะห์องค์ประกอบของกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์

วิเคราะห์องค์ประกอบของกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี รุ่น GC-2010 ใช้เครื่องตรวจวัดชนิด FID ต่อพ่วงกับเครื่องประมวลผล CBM-102 โดยใช้คอลัมน์ BPX70 (70% *bis*-cyanopropyl polysilphenylene-siloxane) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.25 มิลลิเมตร ยาว 30 เมตร อุณหภูมิของอินเจกเตอร์ และส่วนตรวจวัดเท่ากับ 250°C ส่วนเตาอบตั้งค่าอุณหภูมิ 180°C โดยใช้แก๊สฮีเลียมเป็นแก๊สตัวพา นำตัวอย่างกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ละลายในเฮกเซน ฉีดเข้าเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี แล้วพิสูจน์เอกลักษณ์ของกรดไขมัน โดยเทียบจากค่าเวลาคงค้าง (Retention time; t_R) ของสารมาตรฐาน และคำนวณสัดส่วนร้อยละขององค์ประกอบจากพื้นที่ใต้พีคของสารแต่ละชนิด

9.3.8 การวิเคราะห์คุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์

การคำนวณหาค่าไอโอดีน (Iodine value; IV)

ค่าไอโอดีน หมายถึง กรัมของไอโอดีนที่ใช้เติมเข้าไปทำปฏิกิริยาพอลิกับไขมัน 100 กรัม เป็นค่าที่บอกระดับความไม่อิ่มตัวของไขมัน

วิเคราะห์ค่าไอโอดีนโดยนำข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์องค์ประกอบของกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟี มาคำนวณค่าไอโอดีนตามวิธีของ Krisnangkura และคณะ [20] ดังสมการที่ (9.6)

$$\text{IV ของลิปิด} = \sum \text{IV}_x(\%X)$$

$$\text{โดย } \text{IV}_x = \frac{(126.9 \times 2) \times 100 \times \text{จำนวนพันธะคู่}}{\text{MW}_x} \quad (9.6)$$

IV_x = ค่า IV ของกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ที่ไม่อิ่มตัวที่เป็นองค์ประกอบในลิปิด

MW_x = น้ำหนักโมเลกุลของกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์

$\%X$ = สัดส่วนของกรดไขมัน x ที่มีอยู่ในองค์ประกอบของลิปิด

วิเคราะห์ค่าซีเทน (Cetane number; CN)

วิเคราะห์ค่าซีเทนโดยนำข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์องค์ประกอบของกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟ มาคำนวณค่าซีเทนตามวิธีของ Lapuerta และคณะ [21] ดังสมการที่ (9.7)

$$\text{CN} = A + (B + C(\text{db}) + D(\text{db})^2)n + E n^2 \quad (9.7)$$

โดย $A = -21.157 + 6.130(m-1)$

$B = 7.965 - 0.324(m-1)$

$C = -1.785 + 0.263(m-1)$

$D = 0.235 - 0.107(m-1)$

$E = -0.099$

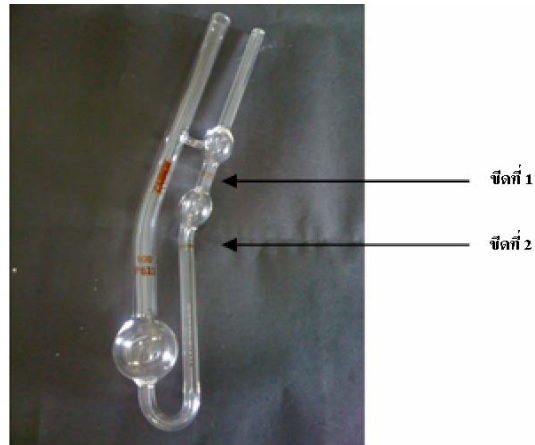
db = จำนวนพันธะคู่ (double bond) ในโมเลกุลของกรดไขมัน

n = จำนวนคาร์บอนของกรดไขมัน

m = ความยาวสายคาร์บอนของแอลกอฮอล์ เท่ากับ 2 กรณีของเอทิลเอสเทอร์

ความหนืด (Viscosity)

ค่าความหนืดจลน์ (Kinematic viscosity) วิเคราะห์ด้วย Glass viscometer โดยบรรจุกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ลงใน Glass viscometer แสดงดังรูปที่ 9.2 ดูดกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ให้เลยขีดที่ 1 ของกระเปาะซึ่งแช่อยู่ในอ่างควบคุมอุณหภูมิ ที่อุณหภูมิ 40°C ปล่อยให้กรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ไหลลงมาทำการจับเวลาตั้งแต่ช่วงที่ตัวอย่างไหลจากขีดที่ 1 มายังขีดที่ 2 ของกระเปาะ และคำนวณค่าความหนืดดังสมการ (9.8)



รูปที่ 9.2 แสดงถึงลักษณะของ Glass viscometer

สมการในการคำนวณค่าความหนืด

$$\text{ค่าความหนืด} = \frac{t_{\text{sample}} \times 5.705 \frac{\text{mm}^2}{\text{s}}}{t_{\text{standard}}} \quad (9.8)$$

เมื่อ t_{sample} = เวลาที่วัดได้ของกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ (นาทีก)
 t_{standard} = เวลาที่วัดได้ของสารมาตรฐาน (นาทีก)

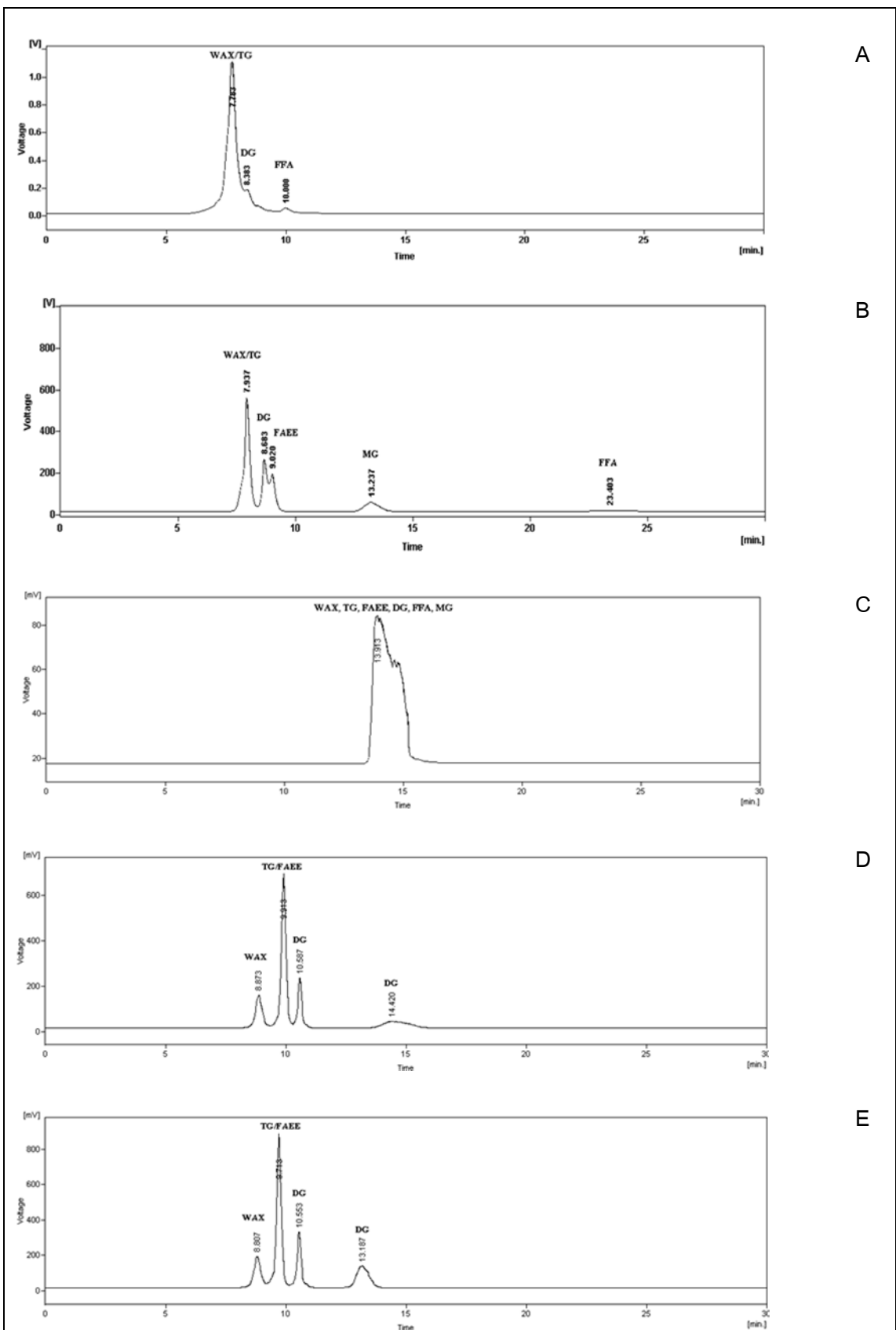
10. ผลการทดลองและวิจารณ์ผล

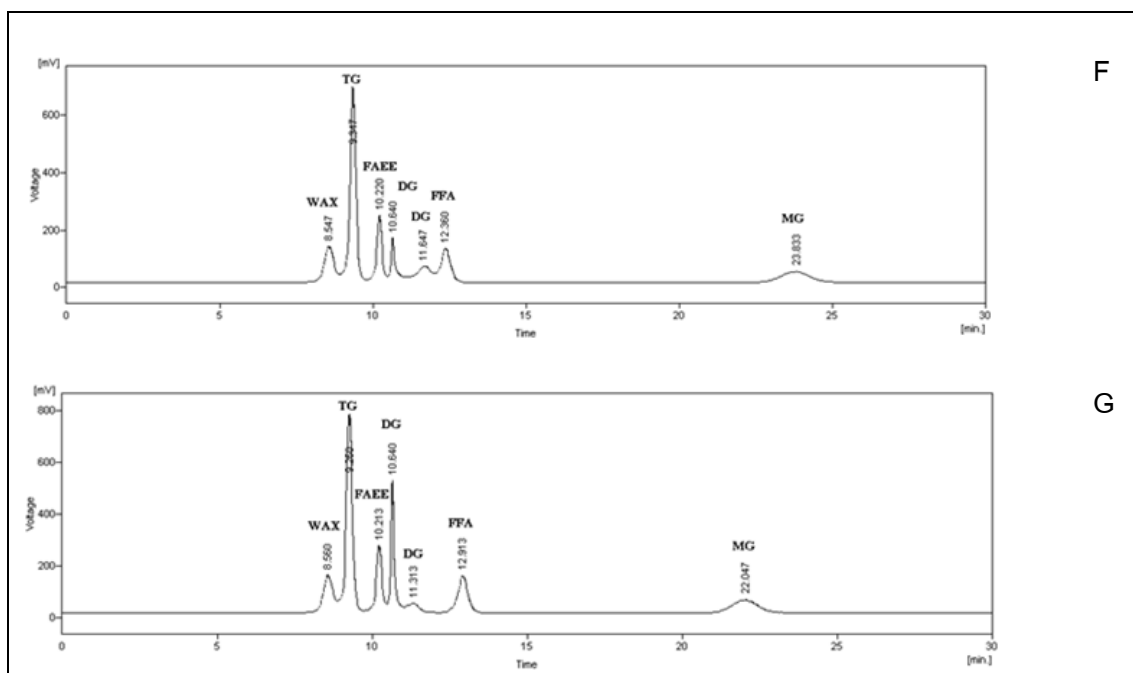
10.1 การศึกษาวัฏภาคเคลื่อนที่ที่เหมาะสมของการวิเคราะห์ไขมันด้วย HPSEC

Kittirattanapiboon และ Krisnangkura [22] ได้ศึกษาชนิดของวัฏภาคเคลื่อนที่ที่ใช้แยกองค์ประกอบของเอซิลกลีเซอรอล กรดไขมันเมทิลเอสเทอร์ และกรดไขมันอิสระในไบโอดีเซลออกจากกันด้วย HPSEC ต่อพ่วงกับเครื่องตรวจจับชนิด ELSD ที่ความดัน 2 บาร์ ที่อุณหภูมิห้อง โดยใช้คอลัมน์ Phenogel (7.8 mm. ID x 300 mm. L, 100 Å) พบว่าการใช้ 0.25% กรดอะซิติกในโทลูอีนเป็นวัฏภาคเคลื่อนที่ ที่อัตราการไหล 1 ml/min สามารถแยกองค์ประกอบของเอซิลกลีเซอรอล กรดไขมันเมทิลเอสเทอร์ และกรดไขมันอิสระออกจากกันได้ อย่างสมบูรณ์ และพีคที่ได้มีลักษณะสมมาตร

อย่างไรก็ตามในงานวิจัยนี้เมื่อนำวัฏภาคเคลื่อนที่ดังกล่าว (0.25% กรดอะซิติกในโทลูอีน) มาใช้ในการวิเคราะห์องค์ประกอบของไขมันด้วยคอลัมน์ชนิดเดียวกัน โดยใช้ อุณหภูมิของคอลัมน์ และอินเจกเตอร์ เท่ากับ 60°C เพื่อป้องกันการอุดตันของไขมันในอินเจกเตอร์ และคอลัมน์ พบว่าไม่สามารถแยกแวกซ์เอสเทอร์ ออกจากไตรกลีเซอไรด์ได้ ดังแสดงในรูปที่ 10.1 (A) จึงทำให้ไม่สามารถวิเคราะห์องค์ประกอบของไขมันได้ ดังนั้นในเบื้องต้นของงานวิจัยนี้จึงได้ทำการศึกษานิตของวัฏภาคเคลื่อนที่ ที่เหมาะสมสำหรับแยกแวกซ์เอสเทอร์ และไตรกลีเซอไรด์ออกจากกัน ในขณะเดียวกันเนื่องจากในตัวอย่างไขมันอาจมีไตรกลีเซอไรด์ โมโนกลีเซอไรด์ และกรดไขมันอิสระเป็นองค์ประกอบ และสารเหล่านี้ยังเป็นสาร Intermediate ของปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชัน โดยมีกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์เป็นผลผลิตจากงานวิจัยของ Kittirattanapiboon และ Krisnangkura [22] ได้แสดงให้เห็นว่าการปรับเปลี่ยนชนิดของวัฏภาคเคลื่อนที่ที่สามารถทำได้ง่ายโดยไม่จำเป็นต้องนำคอลัมน์มากกว่า 1 คอลัมน์มาต่อพ่วงกันเพื่อจะแยกสารลิปิดออกจากกันเหมือนในงานวิจัยอื่นๆ ที่ผ่านมา [23] เช่นงานวิจัยของ Hopia และคณะ [24] ได้ศึกษาวิธีการวิเคราะห์แยกสารลิปิดออกจากกัน โดยการนำ Solid-phase extraction (SPE) และ HPSEC ขนาด 100 Å และ 50 Å ตามลำดับ มาต่อพ่วงกัน พบว่าสามารถแยกสารลิปิด เช่น ไตรกลีเซอไรด์ ไดกลีเซอไรด์ โมโนกลีเซอไรด์ กรดไขมันอิสระ สเตอรอล สเตอรอลเอสเทอร์ โทโคฟีรอล และแคโรทีนอยด์ ออกจากกันได้ โดยอาศัยหลักการแยกด้วยขนาดโมเลกุล และความไม่อิ่มตัวของกรดไขมัน

ดังนั้นในเบื้องต้นจึงทำการศึกษานิตของวัฏภาคเคลื่อนที่เพื่อแยกองค์ประกอบของสารเหล่านี้ออกจากกันด้วย HPSEC โดยใช้คอลัมน์ Phenogel (7.8 mm. ID x 300 mm. L, 100 Å)





รูปที่ 10.1 โครมาโตแกรมของสารมาตรฐาน แวกซ์เอสเทอร์ ไตรกลีเซอไรด์ ไดกลีเซอไรด์ โมโนกลีเซอไรด์ กรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ และกรดไขมันอิสระ วิเคราะห์ด้วยคอลัมน์ Phenogel (7.8 mm. ID x 300 mm. L, 100 Å) โดยใช้วัฏภาคเคลื่อนที่ ที่อัตราการไหล 1 ml/min (A) 0.25% กรดอะซิติกในโทลูอีน (B) 100% โทลูอีน (C) 100% ไอโซออกเทน (D) ไอโซออกเทน: โทลูอีน (75: 25 v/v), (E) ไอโซออกเทน: โทลูอีน (70: 30 v/v) (F) ไอโซออกเทน: โทลูอีน: กรดอะซิติก (70: 30: 0.25 v/v/v), (G) ไอโซออกเทน: โทลูอีน: กรดอะซิติก (65: 35: 0.15 v/v/v) อุณหภูมิของคอลัมน์และอินเจกเตอร์ เท่ากับ 60°C ตรวจวัดด้วย ELSD ที่อุณหภูมิ 30°C ความดัน 2 บาร์

Size exclusion chromatography (SEC) เป็นเทคนิคการแยกสารตัวอย่างโดยอาศัยขนาดรูพรุนของวัฏภาคหนึ่ง สารละลายตัวอย่างที่มีขนาดโมเลกุลแตกต่างกันสามารถแยกออกจากกันได้ โดยสารละลายตัวอย่างที่มีโมเลกุลเล็กจะเข้าไปในรูพรุนบนผิวอนุภาค ในขณะที่ตัวอย่างที่มีโมเลกุลใหญ่ไม่สามารถเข้าไปในรูพรุนได้ ดังนั้นสารละลายตัวอย่างที่มีขนาดโมเลกุลใหญ่จะถูกชะออกมาก่อน ซึ่งวัฏภาคเคลื่อนที่ ที่ใช้ต้องเป็นสารละลายที่สามารถละลายสารตัวอย่างที่ต้องการแยกได้เป็นอย่างดีและมีความหนืดต่ำ ดังนั้นวัฏภาคเคลื่อนที่ที่ใช้ในงานวิจัยนี้ จะต้องละลายแวกซ์เอสเทอร์ ไตรกลีเซอไรด์ ไดกลีเซอไรด์ โมโนกลีเซอไรด์ กรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ และกรดไขมันอิสระได้เป็นอย่างดี

ในการศึกษาชนิดของวัฏภาคเคลื่อนที่ที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ปริมาณ และความบริสุทธิ์ของไขรำข้าว และกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ ได้ใช้สารมาตรฐานผสมต่างๆ 6 ชนิด คือ แวกซ์เอสเทอร์ ไตรกลีเซอไรด์ ไดกลีเซอไรด์ โมโนกลีเซอไรด์ กรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ และกรดไขมันอิสระ โดยศึกษาชนิดของวัฏภาคเคลื่อนที่ต่างๆ ดังนี้

โทลูอิน 100%

โทลูอินเป็นตัวทำละลายที่มักถูกแนะนำให้ใช้ในการแยกสารใน HPSEC เนื่องจากทำให้เจล ซึ่งเป็นสารพอลิ Styrene/Divinyl benzene copolymer ซึ่งบรรจุอยู่ภายในคอลัมน์เกิดการพองตัว (Swell) ได้ดี (70-80%) ในขณะที่นอร์มัล-เฮกเซน จัดอยู่ในกลุ่มของตัวทำละลายที่ทำให้เจลพองตัวน้อยที่สุด (30%) [25] อย่างไรก็ตามสำหรับไอโซออกเทน ไม่อยู่ในรายการของวัฏภาคเคลื่อนที่ซึ่งแนะนำไว้ แต่คาดการณ์ได้ว่าความสามารถในการพองตัวของเจลในไอโซออกเทนต่ำมากหรืออาจถูกจัดอยู่ในกลุ่มเดียวกับนอร์มัล-เฮกเซน

จากการวิเคราะห์สารมาตรฐานผสมโดยใช้โทลูอิน 100% เป็นวัฏภาคเคลื่อนที่พบว่าไม่สามารถแยกแวกซ์เอสเทอร์ ออกจากไตรกลีเซอไรด์ได้ ทั้งนี้เนื่องจากโมเลกุลของแวกซ์เอสเทอร์สายยาว และโมเลกุลของไตรกลีเซอไรด์มีขนาดใกล้เคียงกันมาก (มวลโมเลกุลของแวกซ์เอสเทอร์ และน้ำมันรำข้าว มีค่าประมาณ 714 และ 860 ตามลำดับ) โมเลกุลของสารทั้งสองชนิดนี้มีขนาดใหญ่เกินกว่าจะเข้าไปภายในรูพรุนของเจลซึ่งมีการพองตัวสูงได้ จึงชะออกมาจากคอลัมน์พร้อมกันด้วยเวลาอันรวดเร็วเนื่องจาก void volume ของคอลัมน์มีค่าต่ำเนื่องจากการพองตัวของเจล ส่วนพีคของไตรกลีเซอไรด์ (มวลโมเลกุล เท่ากับ 605) แยกออกจากพีคของกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ (มวลโมเลกุล เท่ากับ 304) ได้เพียงบางส่วนเท่านั้น ซึ่งหากการแยกสารเกิดขึ้นตามกลไกการแยกสารของ SEC อย่างแท้จริง โดยไม่มีอิทธิพลของการดูดซับของสารบนวัฏภาคหนึ่งเข้ามาเกี่ยวข้อง นั่นคือการแยกองค์ประกอบของสารเกิดขึ้นโดยความสามารถในการเข้าไปในรูพรุนของเจลที่แตกต่างกัน สารทั้งสองชนิดนี้จะแยกออกจากกันได้ แสดงให้เห็นว่าไตรกลีเซอไรด์เกิดการดูดซับบนวัฏภาคหนึ่งซึ่งตรงกับรายงานของ Kittirattanapiboon และ Krisnangkura [22] ในขณะที่โมโนกลีเซอไรด์ (มวลโมเลกุล เท่ากับ 348) และกรดไขมันอิสระ (มวลโมเลกุล เท่ากับ 274) มีการคงค้างอยู่ในคอลัมน์นาน ดังแสดงใน **รูปที่ 10.1 (B)** โทลูอิน 100% จึงไม่มีความเหมาะสมที่จะนำมาใช้เป็นวัฏภาคเคลื่อนที่สำหรับแยกลิปิดในไขมันได้

ไอโซออกเทน 100%

ดังที่กล่าวมาแล้วว่าไอโซออกเทนเป็นตัวทำละลายที่ไม่มีรายงานการใช้สำหรับแยกสารใน SEC แต่เนื่องจากไอโซออกเทนสามารถละลายตัวอย่างทุกชนิดได้ดีกว่านอร์มัล-เฮกเซน ดังนั้นในที่นี้จึงได้ทดลองใช้ไอโซออกเทน 100% เป็นวัฏภาคเคลื่อนที่ ซึ่งผลที่ได้เป็นไปตามความคาดหมายกล่าวคือ อนุภาคเจลเกิดการพองตัวได้ต่ำ ทำให้รูพรุนมีขนาดเล็ก สารทุกชนิดจึงไม่สามารถเข้าไปภายในรูพรุนของเจลได้ และถูกชะออกมาด้วยกันด้วยเวลาเท่ากับ void volume ของคอลัมน์ซึ่งมีค่าสูงกว่าในคอลัมน์ที่เกิดการพองตัวของเจล ดังแสดงใน **รูปที่ 10.1 (C)**

ไอโซออกเทน: โทลูอิน (75: 25 v/v)

จากข้อมูลข้างต้นทำให้พอจะคาดหวังได้ว่าการปรับเปลี่ยนชนิดของวัฏภาคเคลื่อนที่ สามารถเปลี่ยนแปลงขนาดรูพรุนของเจลได้โดยไม่ต้องเปลี่ยนคอลัมน์ SEC ดังนั้นเมื่อทดลองใช้วัฏภาคเคลื่อนที่ผสมระหว่างไอโซออกเทน: โทลูอิน (75: 25 v/v) พบว่าสามารถแยก

แวกเอสเทอร์ออกจากไตรกลีเซอไรด์ได้ดี อย่างไรก็ตามฟิคมของไตรกลีเซอไรด์ที่ออกซาลงเคลื่อนที่มาซ้อนทับกับฟิคมของกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ ดังแสดงในรูปที่ 10.1 (D) อีกทั้งฟิคมของโมโนกลีเซอไรด์ และกรดไขมันอิสระเคลื่อนที่ออกมาช้ากว่า 40 นาที

ไอโซออกเทน: โทลูอิน (70: 30 v/v)

ดังนั้นเพื่อต้องการแยกไตรกลีเซอไรด์ออกจากกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ จึงลองปรับเปลี่ยนสัดส่วนของ ไอโซออกเทน: โทลูอิน เป็น 70: 30 v/v ซึ่งพบว่าไม่มีผลต่อการแยก และค่าเวลาคงค้างของสารมากนัก ดังแสดงในรูปที่ 10.1 (E)

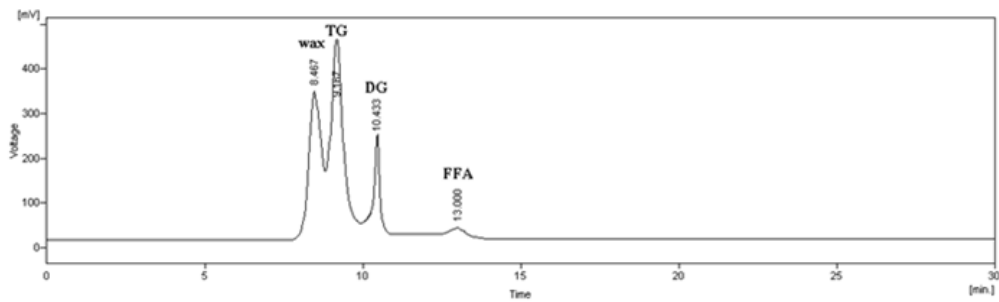
ไอโซออกเทน: โทลูอิน: กรดอะซิติก (70: 30: 0.25 v/v/v)

Kittirattanapiboon และ Krisnangkura [22] ได้รายงานไว้ว่ากลไกการแยกของไตรกลีเซอไรด์ โมโนกลีเซอไรด์ หรือกรดไขมันอิสระนั้นเกิดจากโปรตรอนจากโมเลกุลของโมโนกลีเซอไรด์ หรือกรดไขมันอิสระเกิดการสร้างพันธะไฮโดรเจนกับวัฏภาคเคลื่อนที่ ส่งผลให้เกิด Interaction ระหว่าง Polymer matrix กับหมู่ของไฮดรอกซี หรือคาร์บอกซิลิกลดลง ส่งผลต่อการแยกของสารกลุ่มมีขั้วได้ดีขึ้น ดังนั้นเพื่อต้องการแยกโมโนกลีเซอไรด์ออกจากกรดไขมันอิสระ จึงทดลองเติมกรดอะซิติกลงในวัฏภาคเคลื่อนที่ ซึ่งพบว่าไม่มีผลต่อการแยกโมโนกลีเซอไรด์ออกจากกรดไขมันอิสระ อย่างไรก็ตามฟิคมของไตรกลีเซอไรด์กับกรดไขมันอิสระยังแยกได้ไม่สมบูรณ์ ดังแสดงในรูปที่ 10.1 (F) ดังนั้นจึงน่าจะปรับปริมาณของกรดอะซิติกลง เพื่อให้ฟิคมไตรกลีเซอไรด์กับกรดไขมันอิสระแยกออกจากกันได้ดียิ่งขึ้น

ไอโซออกเทน: โทลูอิน: กรดอะซิติก (65: 35: 0.15 v/v/v)

เมื่อปรับปริมาณกรดอะซิติกลงจาก 0.25 เป็น 0.15 พบว่าไม่มีผลต่อการแยก และเวลาคงค้างของสารมากนัก ยกเว้นไตรกลีเซอไรด์สามารถแยกออกจากกรดไขมันอิสระได้ดี แสดงดังรูปที่ 10.1 (G) ดังนั้นวัฏภาคเคลื่อนที่ไอโซออกเทน: โทลูอิน: กรดอะซิติก (65: 35: 0.15 v/v/v) จึงเหมาะสมสำหรับวิเคราะห์ปริมาณ และความบริสุทธิ์ของไขรำข้าว และกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์

ไขรำข้าวดิบที่ได้จากโรงงานรีไฟน์น้ำมันรำข้าวจะมีน้ำมันปนเปื้อนออกมาด้วยเสมอจะมากหรือน้อยขึ้นอยู่กับกระบวนการผลิตของแต่ละโรงงาน โดยงานวิจัยนี้ได้นำไขรำข้าวดิบมาวิเคราะห์หองค์ประกอบด้วย HPSEC พบว่าไขรำข้าวดิบประกอบด้วยน้ำมัน (ไตรกลีเซอไรด์ และ ไดกลีเซอไรด์) 64.65%, แวกซ์เอสเทอร์ 31.29% และกรดไขมันอิสระ 4.06% แสดงดังรูปที่ 10.2

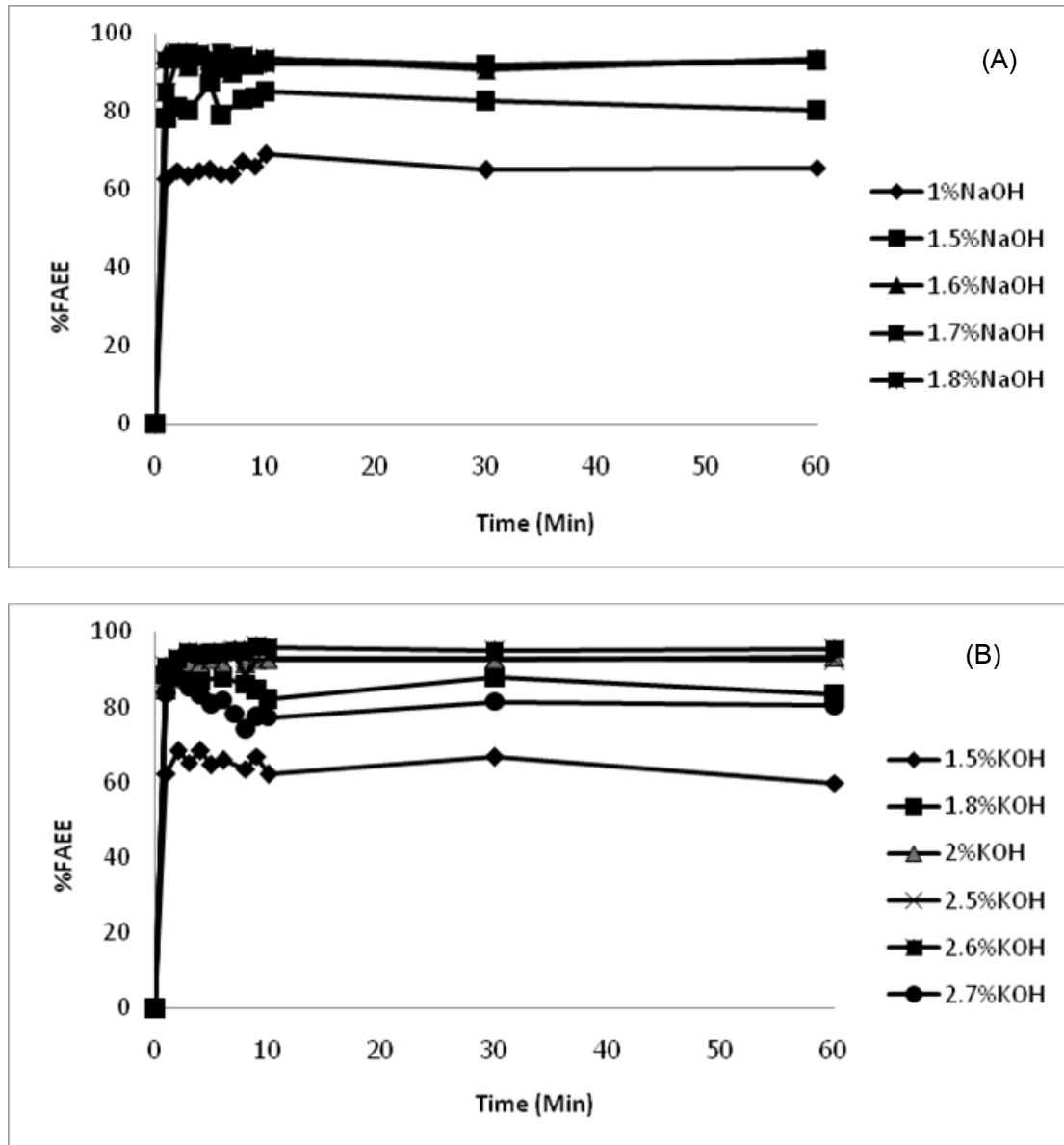


รูปที่ 10.2 โครมาโตแกรมของไขรำข้าวดิบ วิเคราะห์ด้วยคอลัมน์ Phenogel (7.8 mm. ID x 300 mm. L, 100 Å) โดยใช้ไอโซออกเทน: โทลูอีน: กรดอะซิติก (65: 35: 0.15 v/v/v) เป็นวัฏภาคเคลื่อนที่ ที่อัตราการไหล 1 ml/min อุณหภูมิของคอลัมน์และอินเจคเตอร์ เท่ากับ 60°C ตรวจวัดด้วย ELSD ที่อุณหภูมิ 30°C ความดัน 2 บาร์

10.2 การเร่งปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของไขรำข้าวดิบ

จากการศึกษาชนิด และปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาระหว่างโซเดียมไฮดรอกไซด์ และโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ที่มีผลต่อการเกิดปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชัน ในการเปลี่ยนน้ำมันที่มีอยู่ในไขรำข้าวดิบไปเป็นกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์โดยใช้สัดส่วนโมลของไขรำข้าว: เอทานอล เท่ากับ 1: 30 ที่อุณหภูมิห้อง กวนด้วย Magnetic stirrer ที่อัตราการกวน 250 รอบ/นาที (rpm) โดยใช้ปริมาณของโซเดียมไฮดรอกไซด์ และโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ที่ทำการศึกษาตั้งแต่ 1%-2.7% พบว่าความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ และโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ที่เหมาะสมต่อการเร่งปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันเพื่อเปลี่ยนน้ำมันที่มีในไขรำข้าวดิบไปเป็นกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์เท่ากับ 1.7% และ 2.6% ตามลำดับ เมื่อเปรียบเทียบปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาในหน่วยความเข้มข้น โมลาร์ (Molar) พบว่าความเข้มข้นที่เหมาะสมต่อการเร่งปฏิกิริยาของโซเดียมไฮดรอกไซด์เท่ากับ 0.43 โมลาร์ และความเข้มข้นของโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์เท่ากับ 0.46 โมลาร์ ซึ่งจะเห็นได้ว่าความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ไม่แตกต่างกันมากนัก ซึ่งสามารถเปลี่ยนน้ำมันไปเป็นกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ได้อย่างสมบูรณ์ภายใน 5 นาที โดยน้ำมันเปลี่ยนไปเป็นกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ได้ 95.20% และ 96.07% ตามลำดับ แสดงดังรูปที่

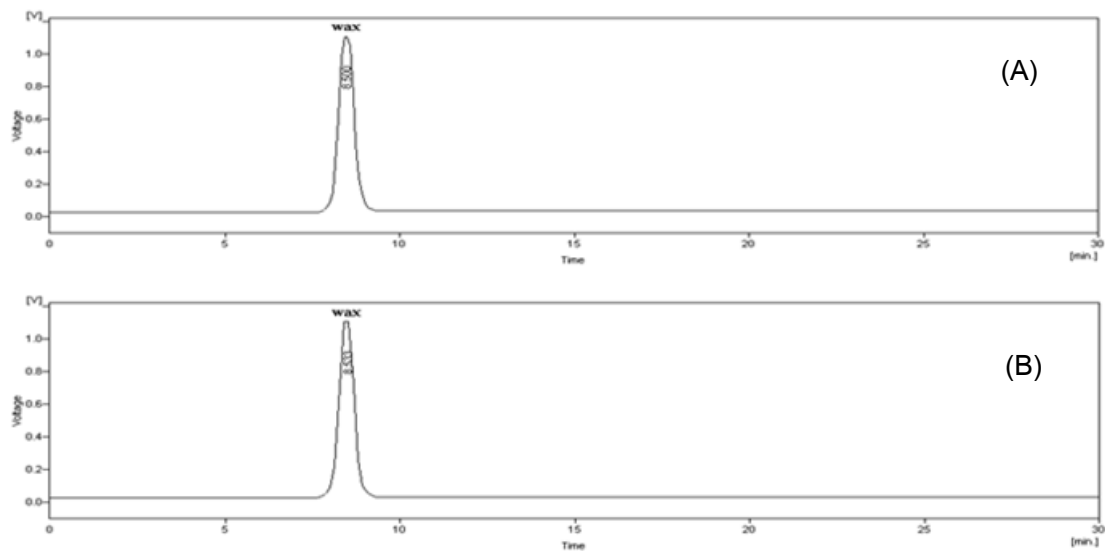
10.3 (A) และ 10.3 (B)



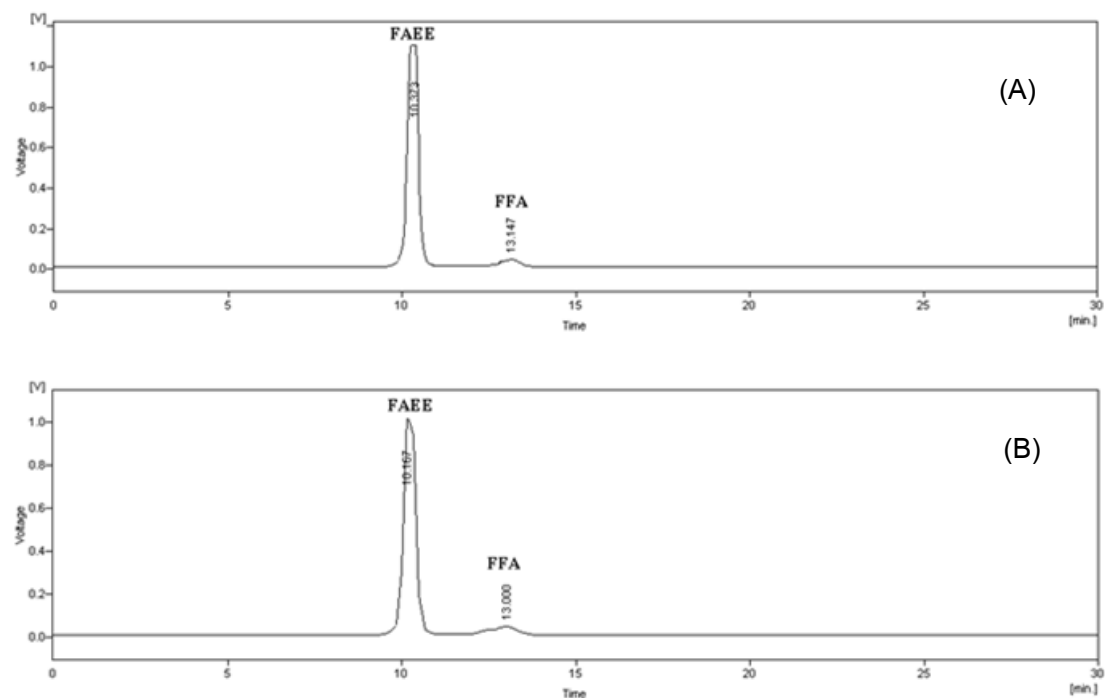
รูปที่ 10.3 ปริมาณกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ที่เกิดขึ้น เมื่อใช้ (A) โซเดียมไฮดรอกไซด์ และ (B) โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ ที่ความเข้มข้นต่างๆ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชันของไขมันข้าวดิบที่อุณหภูมิห้อง โดยใช้สัดส่วนไขมันข้าวดิบ: เอทานอล เท่ากับ 1: 30

เมื่อปฏิกิริยาเกิดสมบูรณ์แล้ว นำมากรองแยกไขมันข้าวออกจากกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ แล้วนำไขมันข้าวที่ได้มาล้างด้วยเอทานอลในสัดส่วน 1:5 เพื่อขจัดกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ที่เหลืออยู่ ตรวจสอบความบริสุทธิ์ของไขมันข้าว และกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ที่ได้ด้วย HPSEC พบว่าไขมันข้าวที่ผ่านปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอริฟิเคชันโดยมีโซเดียมไฮดรอกไซด์ และโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา มีความบริสุทธิ์ 100% แสดงดังรูปที่ 10.4 (A) และ 10.4 (B) ตามลำดับ ปริมาณผลผลิตของไขมันข้าวที่ได้เท่ากับ 30.56 กรัม และ 30.34 กรัม โดยปริมาณแวกเอสเทอร์เริ่มต้นเท่ากับ 31.29% เมื่อคำนวณเป็น % Recovery ได้ปริมาณไขมันข้าว

บริสุทธิ์เท่ากับ 97.67% และ 96.96% ส่วนกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ที่ได้มีความบริสุทธิ์ 98.81% และ 96.97% แสดงดังรูปที่ 10.5 (A) และ 10.5 (B) ตามลำดับ



รูปที่ 10.4 โครมาโตแกรมของไขรำข้าวบริสุทธิ์ที่ได้จากการขจัดน้ำมันออกจากไขรำข้าวดิบด้วยปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันโดยใช้ (A) โซเดียมไฮดรอกไซด์ และ (B) โปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (การวิเคราะห์ใช้สภาวะเดียวกับรูปที่ 10.2)



รูปที่ 10.5 โครมาโตแกรมของกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ที่ใช้ (A) โซเดียมไฮดรอกไซด์ และ (B) โปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (การวิเคราะห์ใช้สภาวะเดียวกับรูปที่ 10.2)

10.3 องค์ประกอบของไขรำข้าวบริสุทธิ์

นำไขรำข้าวบริสุทธิ์ที่เตรียมได้จากข้อ 10.2 มาวิเคราะห์องค์ประกอบด้วย high temperature GC โดยฉีดสารเข้าเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟ รุ่น GC-17A ใช้เครื่องตรวจจับชนิด FID ต่อพ่วงกับเครื่องประมวลผล CBM-102 โดยใช้แก๊สไนโตรเจน เป็นแก๊สตัวพาที่อัตราการไหล 2 mL/min โดยใช้ระบบฉีดสารแบบปล่อยสารทิ้งบางส่วน (Split injection) ใช้คอลัมน์ ZB-5 (5% phenyl-95% diethylpolysiloxane) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.25 มิลลิเมตร ยาว 30 เมตร ความหนาของฟิล์มบาง 0.25 ไมโครเมตร สมบัติที่ใช้ในการทดลองคือ อุณหภูมิของอินเจกเตอร์ (Injector port) และเครื่องตรวจจับ (Detector) เท่ากับ 360°C ส่วนอุณหภูมิของคอลัมน์ใช้ ที่ 150°C นาน 1.5 นาที จากนั้นเพิ่มอุณหภูมิ 5°C/min จนถึง 350°C นาน 50 นาที นำพื้นที่ใต้พีคมาคำนวณเปอร์เซ็นต์องค์ประกอบ ผลการคำนวณ แสดงดังตารางที่ 10.1 พบว่า ไขรำข้าวบริสุทธิ์ที่ได้เป็นเอสเทอร์สายยาว โดยมีความยาวของคาร์บอนตั้งแต่ C₄₀-C₆₀ ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Vali และคณะ [4] ได้รายงานไว้ว่าไขรำข้าวบริสุทธิ์ประกอบไปด้วย C₄₄-C₆₄ เป็นองค์ประกอบหลัก และพบ C₄₅-C₅₉ เล็กน้อย

ตารางที่ 10.1 องค์ประกอบของไขรำข้าวบริสุทธิ์ที่ได้จากการเตรียมด้วยปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันที่ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ และโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่อุณหภูมิห้อง

ความยาวคาร์บอน	องค์ประกอบของไขรำข้าวบริสุทธิ์	
	ทรานส์เอสเทอร์ไซด้วย NaOH	ทรานส์เอสเทอร์ไซด้วย KOH
40	1.77	3.40
41	10.95	10.21
42	5.82	5.84
44	12.34	12.19
46	13.54	13.75
48	15.76	15.29
52	17.34	16.87
56	14.03	13.51
60	8.44	8.94

10.4 คุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของไขรำข้าวบริสุทธิ์

ศึกษาคุณสมบัติทางกายภาพ และทางเคมีบางประการของไขรำข้าวเช่น จุดหลอมเหลว ปริมาณกรดไขมันอิสระ ขนาดอนุภาค และสีของไขรำข้าว เทียบกับมาตรฐานอาหารและยาของสหรัฐ (Food and Drug Administration; FDA) ผลแสดงดังตารางที่ 10.2 พบว่าคุณสมบัติทาง

กายภาพ และทางเคมีของไขรำข้าวบริสุทธิ์ที่เตรียมได้มีคุณสมบัติใกล้เคียงกับมาตรฐานของ FDA

ตารางที่ 10.2 คุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของไขรำข้าวดิบที่ผ่านการทำให้บริสุทธิ์ เปรียบเทียบกับมาตรฐานของ FDA

Properties	FDA	Crude wax	Pure wax (NaOH)	Pure wax (KOH)
Mp (°C)	75-80	72-75	79-80	79-80
FFA (%)	10 (max)	4.06	1.50	1.50
SN (mg KOH/g sample)	75-120	-	85	85
IV (g I ₂ /100 g sample)	20 (max)	-	6.5	6.5
Particle size (µm)	-	-	63-106	63-106
Color			Off white	Off white

10.5 องค์ประกอบของกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์

จากการวิเคราะห์องค์ประกอบของกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ที่ได้จากไขรำข้าว ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโตกราฟ รุ่น GC-2010 โดยใช้เครื่องตรวจวัดชนิด FID ต่อพ่วงกับเครื่องประมวลผล CBM-102 โดยใช้แก๊สฮีเลียม (He) เป็นแก๊สตัวพาที่อัตราการไหล 2 mL/min โดยใช้ระบบฉีดสารแบบปล่อยสารทิ้งบางส่วน (Split injection) ใช้คอลัมน์ BPX70 (70% biscyanopropyl polysilphenylene-siloxane) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 0.25 มิลลิเมตร ยาว 30 เมตร ความหนาของฟิล์มบาง 0.25 ไมโครเมตร สภาวะที่ใช้ในการทดลองคือ อุณหภูมิของอินเจกเตอร์ (Injector port) และตัวตรวจวัด (Detector) เท่ากับ 250°C อุณหภูมิของคอลัมน์ใช้ 180°C

เมื่อนำพื้นที่ใต้พีคที่ได้จากโครมาโตแกรมมาคำนวณเปอร์เซ็นต์องค์ประกอบ ได้ผลการคำนวณ แสดงดัง**ตารางที่ 10.3** จากตารางจะเห็นได้ว่าองค์ประกอบของกรดไขมันที่ได้จากน้ำมันรำข้าวที่ผ่านการรีไฟน์ให้ผลสอดคล้องกับงานวิจัยของ Sinha และคณะ [26] ที่เตรียมกรดไขมันเมทิลเอสเทอร์ (Fatty acid methyl ester; FAME) จากน้ำมันรำข้าว กล่าวคือในน้ำมันรำข้าว มีกรดโอเลอิก และลิโนเลอิกเป็นองค์ประกอบหลัก ซึ่งมีอยู่ ประมาณ 41-43% และ 33-36% ตามลำดับ และมีสัดส่วนของกรดไขมันไม่อิ่มตัวต่อกรดไขมันไม่อิ่มตัว 1 ตำแหน่งต่อกรดไขมันไม่อิ่มตัวหลายตำแหน่งในสัดส่วน ประมาณ 1.0: 2.0: 1.5 ในขณะที่องค์ประกอบของกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ที่ได้จากน้ำมันรำข้าว ซึ่งเร่งปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันจากไขรำข้าวดิบมีสัดส่วนของกรดไขมันที่แตกต่างออกไปกล่าวคือ ประกอบด้วยกรดไขมันไม่อิ่มตัวต่อกรดไขมันไม่อิ่มตัว 1 ตำแหน่งต่อกรดไขมันไม่อิ่มตัวหลายตำแหน่งในสัดส่วน 1.0: 0.9: 0.1 ที่เป็นเช่นนั้นเนื่องมาจากในกระบวนการแยกไขรำข้าวดิบออกจากน้ำมันจะใช้วิธีการตกผลึกไขซึ่งมีจุดหลอมเหลวสูงโดยการลดอุณหภูมิของน้ำมันลง ดังนั้นกรดไขมันที่มีจุดหลอมเหลวสูงซึ่งได้แก่

กรดไขมันชนิดไม่อิ่มตัวจึงมีโอกาสดกผลึกร่วมกับไขในอัตราส่วนที่สูงกว่ากรดไขมันที่มีจุดหลอมเหลวต่ำ (กรดไขมันชนิดไม่อิ่มตัว) ทำให้สัดส่วนองค์ประกอบของน้ำมันที่ได้จากไขรำข้าวดิบแตกต่างจากน้ำมันรำข้าว

ตารางที่ 10.3 องค์ประกอบของกรดไขมันเอสเทอร์ที่ได้จากไขรำข้าวดิบ น้ำมันรำข้าวรีไฟน์ เทียบกับเอกสารอ้างอิง

กรดไขมัน	องค์ประกอบ (%)			
	ทรานส์เอสเทอร์ ไขด้วย NaOH	ทรานส์เอสเทอร์ ไขด้วย KOH	น้ำมันรำข้าว รีไฟน์	น้ำมันรำข้าว*
C16:0	43.43	43.91	21.41	18.8
C18:0	3.55	4.24	1.18	2.4
C18:1	43.53	45.89	41.41	43.1
C18:2	7.23	3.97	35.50	33.2
C18:3	0.94	0.83	0.30	0.6
C20:0	1.32	1.17	0.20	0.7
อื่นๆ				1.2

*ข้อมูลการวิเคราะห์ที่ได้จากกรดไขมันเมทิลเอสเทอร์ของน้ำมันรำข้าวของ Sinha และคณะ [26]

10.6 คุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมีบางประการของกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์

เมื่อนำกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์มาศึกษาคุณสมบัติทางกายภาพ และทางเคมี เช่น ค่าไอโอดีน ค่าซีเทน และความหนืดของกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ เทียบกับมาตรฐาน EN 14214 ผลแสดงดัง**ตารางที่ 10.4** พบว่าค่าไอโอดีน และค่าซีเทนของกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ที่เตรียมจากไขรำข้าวดิบเป็นไปตามมาตรฐาน ส่วนค่าความหนืด ณ อุณหภูมิ 40°C สูงเกินกว่ามาตรฐานมาก เนื่องจากในกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ที่เตรียมได้อาจมีการปนเปื้อนของไขรำข้าวหรือกรดไขมันแอลกอฮอล์สายยาวอิสระเล็กน้อย (ปริมาณต่ำมาก จนไม่สามารถตรวจพบได้ด้วย HPSEC) ซึ่งมีรายงานว่าสารทั้งสองชนิดแม้ปนเปื้อนอยู่ในน้ำมันเพียงเล็กน้อย (ระดับ 0.1%) ก็ส่งผลอย่างมากต่อการเพิ่มความหนืดของน้ำมัน [27]

ตารางที่ 10.4 คุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ที่ได้จาก
ปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของไขรำข้าวดิบ เทียบกับน้ำมันรำข้าวรีไฟน์
และมาตรฐาน EN 14214

คุณสมบัติ	มาตรฐาน EN 14214	ทรานส์เอสเทอร์ ไขด้วย NaOH	ทรานส์เอสเทอร์ ไขด้วย KOH	น้ำมันรำข้าว รีไฟน์
IV (g I ₂ /100 g sample)	<120	49.76	46.06	93.02
SN (mg KOH/g sample)	-	187.38	187.44	184.31
Cetane Index	> 51.0	70.5	71.5	61.39
Viscosity at 40°C (cSt)	3.5-5.0	18.95	19.79	6.72

11. สรุปผลการทดลอง

การนำโครมาโตกราฟีของเหลวสมรรถนะสูงแบบแยกตามขนาด (HPSEC) โดยใช้คอลัมน์ Phenogel ขนาด 100 Å ที่มีการปรับเปลี่ยนวัฏภาคเคลื่อนที่ที่เหมาะสม คือใช้สัดส่วนไอโซออกเทน: โทลูอีน: กรดอะซิติก 65: 35: 0.15 (v/v/v) สามารถนำมาใช้วิเคราะห์องค์ประกอบของไขรำข้าวดิบ และผลิตภัณฑ์จากปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชัน โดยสามารถแยกออกได้เป็นกลุ่มๆ อย่างชัดเจนซึ่งแตกต่างจากการใช้การแยกสารในระบบ normal phase- หรือ reverse phase-HPLC ทำให้การวิเคราะห์เอกลักษณ์ และวิเคราะห์ปริมาณสารทำได้อย่างรวดเร็ว และแม่นยำ

การเตรียมไขรำข้าวให้บริสุทธิ์โดยการขจัดน้ำมันออกจากไขรำข้าวดิบด้วยปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชัน พบว่าต้องใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ 1.7% และใช้โปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ 2.6% ในการเร่งปฏิกิริยาทรานส์เอสเทอร์ิฟิเคชันที่อุณหภูมิห้อง โดยปฏิกิริยาเกิดสมบูรณ์ภายใน 5 นาที เมื่อกรองแยกไขรำข้าวออกจากกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ แล้วล้างไขรำข้าวที่ได้ด้วยเอทานอล พบว่าไขรำข้าวมีความบริสุทธิ์ 100% องค์ประกอบของไขรำข้าวบริสุทธิ์ที่ได้ประกอบด้วยคาร์บอนอยู่ในช่วง C₄₀-C₆₀ อะตอม โดยมีคุณสมบัติทางกายภาพ และทางเคมีอยู่ในเกณฑ์มาตรฐานของ USFDA

องค์ประกอบของกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ที่ได้ประกอบกรดไขมันที่มีความยาวอยู่ในช่วง C₁₆-C₂₀ อะตอม คุณสมบัติทางกายภาพ และทางเคมีของกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ เช่น ค่าไอโอดีน ค่าซาโปนิฟิเคชัน และค่าซีเทน อยู่ในเกณฑ์มาตรฐานของ EN14214 ยกเว้นค่าความหนืดซึ่งมีค่าสูงกว่าค่ามาตรฐานมาก อาจเนื่องมาจากการปนเปื้อนของไขรำข้าวหรือกรดไขมันแอลกอฮอล์สายยาวลงมาปนเปื้อนในกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ ดังนั้นเพื่อป้องกันการปนเปื้อนของสารทั้งสองชนิด การเตรียมกรดไขมันเอทิลเอสเทอร์จากไขรำข้าวดิบเพื่อให้ได้ความหนืดตามมาตรฐานกำหนด จึงอาจปรับปรุงได้โดยการ fractionate กรดไขมันเอทิลเอสเทอร์ที่ได้ต่อไป

11. เอกสารอ้างอิง

- 1 Greyt, W. D. and Kellend, M., 2000, "Refining practice", Edited by Hamm, W. and Hamilton, R. J., CRC Press LLC, New York, pp. 79-128.
- 2 Bianchi, G., Lupotto, E. and Russo, S., 1979, "Composition of epicuticular wax of rice, *oryza sativa*," *Cellular and Molecular Life Sciences*, Vol. 35, p. 1417.
- 3 Yoon, S. H. and Rhee, J. S., 1982, "Composition of waxes from crude rice bran oil," *Journal of the American Oil Chemists' Society*, Vol. 59, pp. 561-563.
- 4 Vali, S. R., Ju, Y.-H., Kaimal, T. N. and Chern, Y.-T., 2005, "A process for the preparation of food-grade rice bran wax and the determination of its composition," *Journal of the American Oil Chemists' Society*, Vol. 82, pp. 57-64.
- 5 Ito, M., 2003, "Characterization of natural waxes and its application to cosmetic foundations," *Fragrance Journal*, Vol. 31, pp. 38-46.
- 6 จิราภรณ์ ฟุ้งธรรม, กรณ์กนก อายุสุข, คณิศา กิตติรัตน์ไพบุลย์, นฤมล จิย์โชค และ คณิดกฤษณ์นังกูร, 2551, "การสกัด การทำให้บริสุทธิ์และการวิเคราะห์องค์ประกอบของโพลีโคซานอลจากไขรำข้าวของไทย," *วารสารวิจัยและพัฒนา มจร*, ฉบับที่ 31, หน้า 305-317.
- 7 Gunawan, S., Vali, S. R. and Ju, Y.-H., 2006, "Purification and identification of rice bran oil fatty acid steryl and wax esters," *Journal of the American Oil Chemists' Society*, Vol. 83, pp. 449-456.
- 8 สายสนม ประดิษฐ์ดวง, เนื้อทอง วนานวัชร และ มณี แสงเงิน, 2533, "การผลิตไขรำข้าวบริสุทธิ์," *วารสารเกษตรศาสตร์ (วิทย)*, ฉบับที่ 24, หน้า 496-501.
- 9 Cousins, E., Fore, S., Janssen, H. and Feuge, R., 1953, "Rice bran oil. Viii. Tank settlings from crude rice bran oil as a source of wax," *Journal of the American Oil Chemists' Society*, Vol. 30, pp. 9-14.
- 10 พุทธชาติ แก้วแดง, 2544, " การทำไขรำข้าวอุตสาหกรรมให้บริสุทธิ์," วิทยานิพนธ์ระดับบัณฑิตศึกษา, มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี, 126 หน้า.
- 11 Eevera, T., Rajendran, K. and Saradha, S., 2009, "Biodiesel production process optimization and characterization to assess the suitability of the product for varied environmental conditions," *Renewable Energy*, Vol. 34, pp. 762-765.

- 12 Kaewkool, P., Kittiratanapiboon, K., Aryasuk, K. and Krisnangkura, K., 2009, "Micro-reactor for transesterification of plant seed oils," *European Journal of Lipid Science and Technology*, Vol. 111, pp. 474-480.
- 13 Bonaduce, I. and Colombini, M. P., 2004, "Characterisation of beeswax in works of art by gas chromatography-mass spectrometry and pyrolysis-gas chromatography-mass spectrometry procedures," *Journal of Chromatography A*, Vol. 1028, pp. 297-306.
- 14 Nota, G., Naviglio, D., Romano, R., Sabia, V., Musso, S. S. and Improta, C., 1999, "Determination of the wax ester content in olive oils. Improvement in the method proposed by eec regulation 183/93," *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, Vol. 47, pp. 202-205.
- 15 Morrison, W., 1982, "Rapid determination of wax in sunflower seed oil," *Journal of the American Oil Chemists' Society*, Vol. 59, pp. 284-285.
- 16 Reiter, B., Lechner, M., Lorbeer, E. and Aichholz, R., 1999, "Isolation and characterization of wax esters in fennel and caraway seed oils by spe-gc," *Journal of High Resolution Chromatography*, Vol. 22, pp. 514-520.
- 17 Americal Oil Chemist's Society, 1997, "Melting point capillary tube method: Cc 1-25", AOCS Press, Champaign.
- 18 Americal Oil Chemist's Society, 2003, "Acid value: Cd 3d-63", AOCS Press, Champaign.
- 19 Americal Oil Chemist's Society, 1997, "Calculated saponification value: Cd 3a-94", AOCS Press, Champaign.
- 20 Krisnangkura, K., 1991, "Estimation of heat of combustion of triglycerides and fatty acid methyl esters," *Journal of the American Oil Chemists' Society*, Vol. 68, pp. 56-58.
- 21 Lapuerta, M., Rodriguez-Fernandez, J. and de Mora, E. F., 2009 "Correlation for the estimation of the cetane number of biodiesel fuels and implications on the iodine number," *Energy Policy*, Vol. 37, pp. 4337-4344
- 22 Kittiratanapiboon, K. and Krisnangkura, K., 2008, "Separation of acylglycerols, fame and ffa in a biodiesel reactor," *European Journal of Lipid Science and Technology*, Vol. 110, pp. 422-427.

- 23 Fillières, R., Benjelloun-Mlayah, B. and Delmas, M., 1995, "Ethanolysis of rapeseed oil: Quantitation of ethyl esters, mono-, di-, and triglycerides and glycerol by high-performance size-exclusion chromatography," *Journal of the American Oil Chemists' Society*, Vol. 72, pp. 427-432.
- 24 Hopia, A. I., Piironen, V. I., Koivistoinen, P. E. and Hyvönen, L. E. T., 1992, "Analysis of lipid classes by solid-phase extraction and high-performance size-exclusion chromatography " *Journal of the American Oil Chemists Society*, Vol. 69, pp. 772-776.
- 25 Phenomenex, 2000, "A user's guide to gel permeation chromatography," p. 14.
- 26 Sinha, S., Agarwal, A. K. and Garg, S., 2008, "Biodiesel development from rice bran oil: Transesterification process optimization and fuel characterization," *Energy Conversion and Management*, Vol. 49, pp. 1248-1257.
- 27 Aryusuk, K., Puengtham, J., Lilitchan, S., Jeyashoke, N. and Krisnangkura, K., 2008, "Effects of crude rice bran oil components on alkali-refining loss," *Journal of the American Oil Chemists' Society*, Vol. 85, pp. 475-479.

13. ภาคผนวก

- 1. ผลงานตีพิมพ์ในวารสารวิชาการนานาชาติ**
 - 1.1 ผลงานวิจัยที่ตีพิมพ์แล้ว**
 - 1.2 ผลงานวิจัยที่กำลังอยู่ในช่วงดำเนินการ**
- 2. การเสนอผลงานในที่ประชุมวิชาการ**
 - 2.1 การนำเสนอผลงานแบบโปสเตอร์**
 - 2.2 การนำเสนอผลงานแบบบรรยาย**
- 3. สิทธิบัตร**

1. ผลงานตีพิมพ์ในวารสารวิชาการนานาชาติ

1.1 ผลงานวิจัยที่ตีพิมพ์แล้ว

ชื่อผู้แต่ง : Kornkanok Aryusuk, Salisa Chumsantea, Piraporn Sombatsuwan,
Supathra Lilitchan and Kanit Krisnangkura

ชื่อเรื่อง : Separation and Determination of Wax Content Using 100-Å Phenogel
Column

ชื่อวารสาร : Journal of the American Oil Chemist' Society, DOI. 10.1007/s11746-011-
1816-x

ปีที่ตีพิมพ์ : 2011

Impact Factor: 1.803

1.2 ผลงานวิจัยที่กำลังอยู่ในช่วงดำเนินการ

ชื่อผู้แต่ง : Kornkanok Aryusuk, Pattama Numthongkum, and Kanit Krisnangkura

ชื่อเรื่อง : Transesterification of Crude Rice Bran Wax to Obtain Pure Wax and Fatty Acid Ethyl Ester

ชื่อวารสารที่คาดว่าจะตีพิมพ์ : Journal of the American Oil Chemists' Society

2. การเสนอผลงานในที่ประชุมวิชาการ

2.1 การนำเสนอผลงานแบบโปสเตอร์

- การประชุมประจำปี “นักวิจัยรุ่นใหม่...พบ...เมธีวิจัยอาวุโส สกว. ครั้งที่ 7”
ระหว่างวันที่ 14-16 ตุลาคม 2553 ณ โรงแรมรีเจนท์ ชะอำ จังหวัดเพชรบุรี
- การประชุมประจำปี “นักวิจัยรุ่นใหม่...พบ...เมธีวิจัยอาวุโส สกว. ครั้งที่ 8”
ระหว่างวันที่ 19-21 ตุลาคม 2554 ณ โรงแรมรีเจนท์ ชะอำ จังหวัดเพชรบุรี

2.2 การนำเสนอผลงานแบบบรรยาย

ชื่อผู้แต่ง: Kornkanok Aryusuk, Pattama Numthongkum and Kanit Krisnangkura

ชื่อเรื่อง: Separation and Determination of Wax Content Using 100-Å Phenogel Column

ชื่อการประชุม: The 4th South East Asian Technical University Consortium (SEATUC) Symposium

สถานที่ประชุม: โตเกียว, ญี่ปุ่น

ปีที่นำเสนอ: 2010

3. สิทธิบัตร

ชื่อผู้ประดิษฐ์: นางสาวกรรณกนก อายุสุข, นายคณิต กฤษณังกูร นางสาวปัทมา น้ำทองคำ
สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย

ชื่อเรื่อง: กรรมวิธีการผลิตไขรำข้าวบริสุทธิ์

(Process for the Production of Pure Rice Bran wax)

เลขที่คำขอ: 0901005832

วันที่ยื่นคำขอ: 24 ธันวาคม 2552

สถานภาพ: อยู่ระหว่างการตรวจสอบการประดิษฐ์