

สูงนัก จึงมีการใช้ร่วมกับ แมกเนติก คอนแทคเตอร์ (เอ็นเอไอเอส รุ่น เอฟซี-20เอ็น) ซึ่งสามารถรับกระแสไฟได้ถึง 32 แอมป์แปร์

6 ชุดอุปกรณ์ความแน่นเฮกเซน

ชุดอุปกรณ์ความแน่นเฮกเซนใช้สำหรับความแน่นไอร่ของเฮกเซนที่ส่งขึ้นมาจาก อุปกรณ์ระเหยสุญญากาศ เพื่อให้สามารถดักเฮกเซนไว้และนำกลับมาใช้ใหม่ได้ ในรูปของ เฮกเซนที่เป็นของเหลว ทั้งนี้เพื่อช่วยลดต้นทุนการสกัดเฮกเซน

องค์ประกอบสำคัญ

- 1 ตัวถัง รวมถึงท่อคอยล์ความเย็น ท่อบริเวณข้อต่อ และข้อต่อต่างๆ ทำด้วยสแตนเลสเบอร์ 316 ความหนา 2 มิลลิเมตร ซึ่งจะสามารถทนต่อการกัดกร่อนของสารเคมีประเภทต่างๆ ได้เป็นอย่างดี เช่น กรด ค่าง ตัวทำละลายต่างๆ โดยเป็นสแตนเลสชนิดเดียวกันกับที่ใช้ใน อุตสาหกรรมอาหารที่มีการกัดกร่อนสูง เช่น อุตสาหกรรมอาหารประเภทกรด เป็นต้น และสามารถทนอุณหภูมิสูงและต่ำได้เป็นอย่างดี ตัวถังมีเส้นผ่าศูนย์กลาง 10 เซนติเมตร สูง 1 เมตร ที่ก้นถังจะต่อกับท่อสแตนเลสขนาด $\frac{3}{4}$ นิ้ว ปลายอีกด้านหนึ่งของท่อจะกลิ้งเกลียว พันรอบเกลียวด้วยซีลพีทีเอฟอี ชนิดม้วน รองหน้าตัดท่อด้วย ซีลพีทีเอฟอี ชนิดแผ่นที่ตัดเป็นรูปวงแหวนก่อนต่อเข้ากับ วาล์วสแตนเลสเบอร์ 316 ขนาด $\frac{3}{8}$ นิ้ว ถัดจาก วาล์วนี้จะเชื่อมต่อกับท่อสแตนเลสกลิ้งเกลียวขนาด $\frac{1}{4}$ นิ้ว โดยใช้ ซีลทั้ง 2 ชนิดร่วมด้วย เช่นกัน โดยปลายท่อที่ทำการกลิ้งทางปลาไหลนี้จะต่อกับ ท่อพีทีเอฟอี ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 10 มิลลิเมตร เพื่อใช้ส่งเฮกเซนที่ถูกความแน่นกลับไปเป็นของเหลวแล้ว ไปยัง อุปกรณ์รวบรวมเฮกเซน และบริเวณใจกลางกันถัง จะต่อกับท่อสแตนเลสขนาด $\frac{1}{4}$ นิ้ว ปลายด้านล่างกลิ้งทางปลาไหล ซึ่งใช้สำหรับต่อกับ ท่อพีทีเอฟอีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 10 มิลลิเมตร เพื่อใช้รับไอร่ของเฮกเซน จากอุปกรณ์ระเหยเฮกเซน โดยท่อสแตนเลสที่ว่านี้จะทะลุเข้าไปในตัวถังสูงขึ้น 20 เซนติเมตร ปลายเปิดทั้งนี้เนื่องจากต้องการให้ระดับของไอร่เฮกเซนที่ระเหยขึ้นมาจาก อุปกรณ์ระเหยเฮกเซน สูงพ้นจากท่อที่ต่อไปยังระบบสุญญากาศ นับจากด้านล่างของกันตัวถังเป็นระยะ 8 เซนติเมตร จะต่อกับท่อสแตนเลสขนาด $\frac{3}{4}$ นิ้ว ปลายอีกด้านหนึ่งของท่อจะกลิ้งเกลียว พันรอบเกลียวด้วย ซีลพีทีเอฟอี ชนิดม้วน รองหน้าตัดท่อด้วย ซีล พีทีเอฟอี ชนิดแผ่นที่ตัดเป็นรูปวงแหวนก่อนต่อเข้ากับ วาล์วสแตนเลสเบอร์ 316 ขนาด $\frac{3}{8}$ นิ้ว ถัดจากวาล์วนี้จะเชื่อมต่อกับท่อสแตนเลสกลิ้งเกลียวขนาด $\frac{1}{4}$ นิ้ว โดยใช้ ซีลทั้ง 2 ชนิดร่วมด้วยเช่นกัน โดยปลายท่อที่ทำการกลิ้งทางปลาไหลนี้จะต่อกับสายยาง ลาเท็กซ์ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง ภายใน 5 มิลลิเมตร เพื่อต่อกับระบบสุญญากาศ นับจากด้านล่างของกันตัวถังเป็นระยะ 60 เซนติเมตร จะต่อกับท่อสแตนเลสขนาด $\frac{3}{4}$ นิ้ว ปลายอีกด้านหนึ่งของท่อจะกลิ้งเกลียว

พันรอบเกลียวด้วยซีล พีทีเอฟอี ชนิดม้วน รองหน้าตัดท่อด้วย ซีล พีทีเอฟอี ชนิดแผ่นที่
ตัดเป็นรูปวงแหวนก่อนต่อเข้ากับ วาล์วสแตนเลสเบอร์ 316 ขนาด $\frac{1}{2}$ นิ้ว เพื่อใช้เป็นช่อง
ทางให้อากาศเข้าในกรณีที่จะปรับความดันภายในระบบให้เป็นปกติ ส่วนขอบด้านบน
ของตัวถัง จะเป็นบ่าสเตนเลสหนา 4 มิลลิเมตร กว้าง $\frac{1}{2}$ นิ้ว เชื่อมอยู่ติดกับตัวถัง ที่ผิว
ด้านบนของบ่านี้ถูกเจาะร่องตามเส้นรอบวงของถังเพื่อใช้วางเส้นซีล พีทีเอฟอี ความ
กว้าง $\frac{1}{2}$ นิ้ว ร่องลึก 0.3 เซนติเมตร และเจาะรูร้อยน๊อตขนาด $\frac{1}{4}$ นิ้ว โดยรอบเพื่อใช้ยึด
กับฝาตัวถังอะครีลิก

- 2 คอยล์น้ำเย็น ทำหน้าที่หล่อเย็นภายในอุปกรณ์ เพื่อให้เกิดการควบแน่นของเฮกเซนจน
กลายเป็นของเหลว ในตัวถังจะมีคอยล์น้ำเย็น ซึ่งทำจากท่อสแตนเลสขนาด $\frac{1}{4}$ นิ้ว ขดเป็น
รูปสปริงอยู่ภายในตัวถัง โดยมีทางเข้าและออกของน้ำเย็นที่ บริเวณด้านล่างของตัวถังใกล้
กับฐานของตัวถัง ที่ปลายท่อเข้าและออกของน้ำเย็นนี้จะกึ่งทางปลาไหล เพื่อใช้ต่อกับ
สายยางลาเท็กซ์ ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 5 มิลลิเมตร เพื่อใช้รับและส่งน้ำเย็นจาก
อุปกรณ์แลกเปลี่ยนความร้อน โดยใช้ปั๊มชนิดจุ่ม
- 3 ฝาตัวถัง มีหน้าที่ปิดเพื่อป้องกันไม่ให้เฮกเซนระเหยออกจากระบบ ทำด้วยอะครีลิก ความ
หนา 10 มิลลิเมตร ชนิดใส ทนต่อตัวทำละลายเฮกเซน และสามารถทนอุณหภูมิสูงและต่ำ
ได้เป็นอย่างดี โดย องค์การอาหารและยาให้สามารถใช้กับอาหารได้ และเจาะรูร้อยน๊อต
ขนาด $\frac{1}{4}$ นิ้ว โดยรอบเพื่อใช้ยึดกับบ่าสแตนเลสของตัวถังที่เจาะรูร้อยน๊อตขนาด $\frac{1}{4}$ นิ้ว
โดยรอบเช่นเดียวกัน
- 4 สายยางลาเท็กซ์ ทำหน้าที่รับและส่งน้ำเย็นไปใช้หล่อเย็นในอุปกรณ์ควบแน่นเฮกเซน
และต่อเข้าสู่ระบบสุญญากาศ ทำจากยางธรรมชาติเป็นยางแก้วที่สามารถทนแรงดันสูง
- 5 ซีลชนิดเส้น มีหน้าที่กันการระเหยออกนอกระบบของเฮกเซนจากอุปกรณ์ ใช้ในบริเวณ
ระหว่างฝาของอุปกรณ์และหน้าแปลนของถังชั้นใน ซีลนี้ทำจาก พีทีเอฟอี ชนิดเส้น มี
ความกว้าง $\frac{1}{2}$ นิ้ว หนา 0.5 เซนติเมตร มีสีขาว ซึ่งทนต่อตัวทำละลายเฮกเซน และ
สามารถใช้กับอาหารได้ สำหรับซีล ชนิดม้วนแผ่นบางใช้สำหรับพันรอบเกลียวข้อต่อ
ต่างๆป้องกันการรั่วของของเหลว ทำจาก พีทีเอฟอี มีความกว้าง $\frac{1}{2}$ นิ้ว มีสีขาว ซึ่งทนต่อ
ตัวทำละลายเฮกเซน และสามารถใช้กับอาหารได้ และซีล ชนิดแผ่น จะทำการเจาะให้เป็น
รูปวงแหวนเพื่อใช้เป็นซีลป้องกันการรั่วระหว่างวาล์วและท่อต่างๆ ซีลนี้ทำจาก พีทีเอฟอี
สีขาว หนา 0.2 มิลลิเมตร ทนต่อตัวทำละลายเฮกเซน และสามารถใช้กับอาหารได้
- 6 วาล์ว ใช้ใน 2 ลักษณะคือ ลักษณะที่ 1 ใช้เป็นวาล์วปิดเปิดเพื่อให้ของเหลวผสมจากตัวถัง
ชั้นในที่ผ่านการระเหยเอาเฮกเซนออกแล้วไปยังภาชนะเก็บตัวอย่าง และไอระเหยของ
เฮกเซนผ่าน จะเป็นวาล์วสแตนเลสเบอร์ 316 ขนาด $\frac{1}{4}$ นิ้ว ซึ่งจะสามารถทนต่อการ
กัดกร่อนของตัวทำละลาย และสารเคมีอื่นๆ ลักษณะที่ 2 ใช้เป็นวาล์วปิดเปิดให้อากาศ

ผ่านเพื่อไม่ให้เกิดสัญญาณผ่าน จะเป็นวาล์วสแตนเลสเบอร์ 316 ขนาด 3/8 นิ้ว ซึ่งจะสามารถทนต่อการกัดกร่อนของตัวทำละลาย และสารเคมีอื่นๆ ได้

- 7 ท่อพีทีเอฟอี ใช้ในการรับไอเสกเซนจากอุปกรณ์ระเหยเสกเซน และส่งเสกเซนที่ควบแน่นเป็นของเหลวแล้วไปยังอุปกรณ์รวบรวมเสกเซน ท่อทำจาก พีทีเอฟอี สีขาว มีเส้นผ่าศูนย์กลาง 10 มิลลิเมตร ทนต่อตัวทำละลายเสกเซน และสามารถใช้กับอาหารได้
- 8 ปัมป์สุญญากาศระบบเจตแบบใช้ไอน้ำ ใช้ดูดอากาศออกจากอุปกรณ์ควบแน่นเสกเซน

7 ชุดอุปกรณ์รวบรวมเสกเซน

ชุดอุปกรณ์รวบรวมเสกเซนมีหน้าที่ในการรวบรวมเสกเซนที่ผ่านการใช้แล้ว และควบแน่นกลับมาเป็นของเหลว เพื่อนำเสกเซนหมุนเวียนกลับไปใช้อีก

องค์ประกอบสำคัญ

- 1 ตัวถัง ท่อบริเวณข้อต่อ และข้อต่อต่างๆ ทำด้วยสแตนเลสเบอร์ 316 ความหนา 2 มิลลิเมตร ซึ่งจะสามารถทนต่อการกัดกร่อนของสารเคมีประเภทต่างๆ ได้เป็นอย่างดี เช่น กรด ค่าง ตัวทำละลายต่างๆ ตัวถังเป็นทรงกระบอกเส้นผ่าศูนย์กลาง 22 เซนติเมตร สูง 25 เซนติเมตร ที่ขอบด้านบนจะเป็นปากสแตนเลสหนา 4 มิลลิเมตร กว้าง 1/2 นิ้ว เชื่อมอยู่ติดกับตัวถัง ที่ผิวด้านบนของปากนี้ถูกเจาะร่องตามเส้นรอบวงของถังเพื่อใช้วางเส้นซีล พีทีเอฟอี ความกว้าง 1/2 นิ้ว ร่องลึก 0.3 เซนติเมตร และเจาะรูร้อยน๊อตขนาด 1/4 นิ้ว โคยรอบเพื่อใช้ยึดกับฝาตัวถังซึ่งเป็นอะครีติก และบริเวณใจกลางกันถัง จะต่อกับท่อสแตนเลสขนาด 3/4 นิ้ว ยาว 5 เซนติเมตร ปลายด้านล่างกลิ้งเกลียวสวมกับจุกปิดเกลียวขนาด 3/4 นิ้ว มีหางปลาช่วยในการปิดเปิด จึงทำให้บริเวณนี้มีลักษณะคล้ายแอ่งกักเก็บของเหลวขนาดเล็กอยู่ตรงกลางกันถัง ซึ่งวัตถุประสงค์ที่แท้จริงก็จะให้ เสกเซนที่ควบแน่นกลายเป็นของเหลวแล้วมารวมที่บริเวณนี้เป็นที่สุดท้าย เพื่อที่จะให้มีท่อมาดูดเสกเซนนี้กลับไปใช้ใหม่ ได้อย่างเกือบจะสมบูรณ์ จากบริเวณแอ่งนี้ จะมีท่อสแตนเลสขนาด 1/4 นิ้ว จุ่มลึกลงไปแอ่งของท่อนี้ 4 เซนติเมตร (เกือบติดกับก้นของท่อปิดนี้) และสูงขึ้นไป 20 เซนติเมตร ก่อนงอ 90 องศาไปเชื่อมทางออกที่ผนังตัวถัง จากจุดทางออกนี้ จะเชื่อมต่อด้วยท่อขนาด 3/4 นิ้ว บริเวณปลายกลิ้งหางปลาไหลขนาด 1/8 นิ้ว หางปลาไหลนี้จะเชื่อมต่อด้วยท่อสารสังเคราะห์ ซึ่งจะนำเสกเซนที่เป็นของเหลวนี้ผ่านปั๊มชนิดรีดสายยาง เพื่อนำเสกเซนกลับเข้าสู่อุปกรณ์ที่ใช้ในการแช่เย็นเสกเซนต่อไป ผนังอีกด้านหนึ่งจะต่อกับท่อข้องอ 90 องศา 2 ท่อ ขนาด 1/4 นิ้ว ที่หันด้านข้องอเข้าหากัน โดยที่บริเวณปลายท่อกลิ้งหางปลาไหล ซึ่งหางปลาไหลที่หันเข้าหากันนี้ จะเชื่อมกันด้วย ท่อ พีทีเอฟอี ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 10 มิลลิเมตร เพื่อใช้เป็นที่สังเกตระดับแสดงปริมาณเสกเซนที่รวบรวมได้ สำหรับอีกด้านหนึ่งของถัง จะเชื่อมกับท่อสแตนเลสขนาด 3/4 นิ้ว ปลายท่อกลิ้งหางปลาไหลขนาด 1/4 นิ้ว โดยท่อนี้จะต่อเข้ากับ

ท่อพีทีเอฟอี ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 10 มิลลิเมตร ซึ่งจะใช้เป็นท่อนำเสกเซนจากอุปกรณ์ ความแน่นเสกเซนเข้าสู่ตัวถัง

- 2 **ฝาตัวถัง** มีหน้าที่ปิดเพื่อป้องกันไม่ให้เสกเซนระเหยออกจากระบบ ทำด้วยอะคริลิค ความหนา 10 มิลลิเมตร ชนิดใส ทนต่อตัวทำละลายเสกเซน และสามารถทนอุณหภูมิสูงและต่ำได้เป็นอย่างดี โดย องค์การอาหารและยาให้สามารถใช้กับอาหารได้ และเจาะรูร้อยน๊อตขนาด $\frac{1}{4}$ นิ้ว โดยรอบเพื่อใช้ยึดกับบ๊าสเตนเลสของตัวถังที่เจาะรูร้อยน๊อตขนาด $\frac{1}{4}$ นิ้ว โดยรอบเช่นเดียวกัน
- 3 **ท่อนำเสกเซนที่ใช้แล้วและผ่านการความแน่นกลับเข้าสู่อุปกรณ์ที่ใช้ในการแช่เย็นเสกเซน** ทำด้วยสารสังเคราะห์ เส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 4 มิลลิเมตร ชื่อทางการค้าคือ ไวดอน ทนต่อตัวทำละลายเสกเซน และสามารถทนอุณหภูมิสูงและต่ำได้เป็นอย่างดี โดยองค์การอาหารและยาให้สามารถใช้กับอาหารได้ ซึ่งท่อนี้จะนำเสกเซนที่ใช้แล้วและผ่านการความแน่นเรียบร้อยแล้วกลับเข้าไปใช้ใหม่ในอุปกรณ์ที่ใช้ในการแช่เย็นเสกเซน โดยท่อนี้ที่ปลายอีกด้านหนึ่งจะต่อเข้ากับท่อสเตนเลสขนาด $\frac{1}{4}$ นิ้วยาวท่อละ 20 เซนติเมตร จำนวน 2 ท่อ (ท่อสเตนเลสที่ปลายทั้ง 2 ด้าน กลึงหางปลาใหญ่ขนาด $\frac{3}{8}$ นิ้ว และท่อนี้จะช่วยให้ประหยัดท่อสารสังเคราะห์ที่มีราคาสูง) โดยในระหว่างท่อสเตนเลสนี้จะเชื่อมด้วยท่อสารสังเคราะห์เป็นช่วงๆ จากนั้นท่อสารสังเคราะห์นี้จะต่อเข้ากับปั๊มชนิดรีดสาย (เพอร์สตัดติคปั๊ม) และปลายอีกด้านถัดไป จะไปต่อกับอุปกรณ์ที่ใช้ในการแช่เย็นเสกเซน
- 4 **ซิลชนิดเส้น** มีหน้าที่กั้นการระเหยออกนอกระบบของเสกเซนจากอุปกรณ์ ใช้ในบริเวณระหว่างฝาของอุปกรณ์และหน้าแปลนของถังชั้นใน ซิลนี้ทำจาก พีทีเอฟอี ชนิดเส้น มีความกว้าง $\frac{1}{2}$ นิ้ว หนา 0.5 เซนติเมตร มีสีขาว ซึ่งทนต่อตัวทำละลายเสกเซน และสามารถใช้กับอาหารได้ สำหรับซิล ชนิดม้วนแผ่นบางใช้สำหรับพันรอบเกลียวข้อต่อต่างๆ ป้องกันการรั่วของของเหลว ทำจากพีทีเอฟอี มีความกว้าง $\frac{1}{2}$ นิ้ว มีสีขาว ซึ่งทนต่อตัวทำละลายเสกเซน และสามารถใช้กับอาหารได้ และซิล ชนิดแผ่น จะทำการเจาะให้เป็นรูปลวงแหวนเพื่อใช้เป็นซิลป้องกันการรั่วระหว่างวาล์วและท่อต่างๆ ซิลนี้ทำจากพีทีเอฟอี สีขาว หนา 0.2 มิลลิเมตร ทนต่อตัวทำละลายเสกเซน และสามารถใช้กับอาหารได้
- 5 **วาล์ว** ใช้เป็นวาล์วปิดเปิดเพื่อให้ของเหลวผสมที่แยกไขมันออกแล้วผ่าน จะเป็นวาล์ว สเตนเลสเบอร์ 316 ขนาด $\frac{1}{4}$ นิ้ว ซึ่งจะสามารถทนต่อการกัดกร่อนของตัวทำละลาย และสารเคมีอื่นๆ ได้
- 6 **ท่อพีทีเอฟอี** ใช้ในการรับเสกเซนที่ความแน่นและเป็นของเหลวแล้วเข้าสู่อุปกรณ์ ท่อทำจากพีทีเอฟอี สีขาว มีเส้นผ่าศูนย์กลาง 10 มิลลิเมตร ทนต่อตัวทำละลายเสกเซน และสามารถใช้กับอาหารได้

ภาพร่างของอุปกรณ์ที่ใช้สำหรับกระบวนการสกัดโรทีนอยด์จากน้ำมันปาล์มดิบ
แสดงในภาคผนวก ข

4.3 ผลการศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการสกัดโรทีนอยด์ด้วยเครื่องสกัด

4.3.1 การเปรียบเทียบวิธีการกำจัดกัมออกจากน้ำมันปาล์มดิบ ก่อนนำน้ำมันปาล์มดิบ เข้าสู่กระบวนการสกัดด้วยเครื่องสกัด

โดยทั่วไปในโรงงานอุตสาหกรรมผลิตน้ำมันปาล์มเพื่อการบริโภค จำเป็นต้องมีการ
กำจัดกัมออกจากน้ำมันปาล์มดิบก่อนเข้าสู่กระบวนการผลิต โดยใช้กรดซิตริกร่วมกับ
กรดฟอสฟอริก และเพื่อเป็นการทดสอบความเหมาะสมของการกำจัดกัมโดยใช้กรด จึงได้
เปรียบเทียบสารละลายกรด 3 ชนิด ดังนี้คือ สารละลายกรดซิตริก สารละลายกรดฟอสฟอริก
และสารละลายผสมระหว่างกรดซิตริกและกรดฟอสฟอริก แล้วใช้ปริมาณโลหะหนักที่เหลือ
อยู่ในน้ำมันปาล์มดิบที่ผ่านการกำจัดกัมแล้ว เป็นเกณฑ์เปรียบเทียบประสิทธิภาพการกำจัดกัม
ซึ่งโลหะหนักวิเคราะห์โดยใช้ Atomic absorption (วิธีการวิเคราะห์แสดงในภาคผนวก ค) ผล
การทดลองแสดงในตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 ปริมาณโลหะหนักที่พบในน้ำมันปาล์มดิบและน้ำมันปาล์มดิบที่กำจัดกัม

ตัวอย่าง	โลหะหนัก (พีพีเอ็ม)*					
	As	Cd	Pb	Hg	Fe	Cu
CPO	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	12.26 ± 0.10	ไม่พบ
CDO	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	0.03 ± 0.00	8.12 ± 0.12	1.53 ± 0.02
PDO	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	10.13 ± 0.16	ไม่พบ
CPDO	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	7.96 ± 0.04	0.34 ± 0.02

CPO = Crude Palm Oil (น้ำมันปาล์มดิบ)

CDO = Citric acid Degummed Oil (น้ำมันปาล์มดิบที่กำจัดกัมด้วยกรดซิตริก)

PDO = Phosphoric acid Degummed Oil (น้ำมันปาล์มดิบที่กำจัดกัมด้วยกรดฟอสฟอริก)

CPDO = Citric acid Phosphoric acid Degummed Oil (น้ำมันปาล์มดิบที่กำจัดกัมด้วยกรด
ซิตริกร่วมกับกรดฟอสฟอริก)

* ค่าเฉลี่ยจากการทดลอง 3 ซ้ำ $\pm$ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน

จากตารางที่ 4.1 ผลคือไม่พบสารหนู แคดเมียม ตะกั่วปรอท และทองแดง ในทุกตัวอย่าง แต่พบเหล็กในทุกตัวอย่างเกินค่ามาตรฐาน 5 พีพีเอ็ม (มาตรฐานผลิตภัณฑ์น้ำมันปาล์มบริโภค U.A.E. STANDARD No. 229/1995 และมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมน้ำมันปาล์มสำหรับบริโภค มอก.288-2535) ทั้งนี้เนื่องจากวัตถุดิบน้ำมันปาล์มเริ่มต้น มีเหล็กสูงมาก ซึ่งเหล็กอาจปนเปื้อนมาจากคินที่ใช้ปลูก หรืออาจมาจากโรงงานหีบน้ำมันปาล์มดิบ เนื่องจากโรงงานหีบน้ำมันปาล์มดิบส่วนใหญ่ยังใช้อุปกรณ์ที่ไม่ทันสมัย ดังนั้น หากการภาคการเกษตร และโรงงานหีบน้ำมันปาล์มดิบมีการจัดการที่เหมาะสม ก็อาจจะช่วยในการลดปริมาณเหล็กลงได้

ในตัวอย่างน้ำมันปาล์มดิบไม่พบทองแดง แต่กลับพบในน้ำมันปาล์มดิบที่กำลังจัดกัมด้วยกรดซิตริก และน้ำมันปาล์มดิบที่กำลังจัดกัมด้วยกรดซิตริกร่วมกับกรดฟอสฟอริก ซึ่งตามมาตรฐานต้องไม่เกิน 0.1 พีพีเอ็ม (มาตรฐานผลิตภัณฑ์น้ำมันปาล์มบริโภค U.A.E. STANDARD No. 229/1995 และมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมน้ำมันปาล์มสำหรับบริโภค มอก.288-2535 เรื่องน้ำมันปาล์มที่ผ่านการกำจัดกัม) ซึ่งสาเหตุน่าจะเกิดจากการปนเปื้อนในกรดซิตริก ซึ่งต้องทำการควบคุมคุณภาพของกรดซิตริกที่ใช้ต่อไป

ปรอทตรวจพบในน้ำมันปาล์มดิบที่กำลังจัดกัมด้วยกรดซิตริก แต่พบในปริมาณที่ไม่เกินมาตรฐาน ซึ่งกำหนดไว้ไม่เกิน 0.05 พีพีเอ็ม (มาตรฐานผลิตภัณฑ์น้ำมันปาล์มบริโภค U.A.E. STANDARD No. 229/1995)

สรุปได้ว่าการใช้กรดซิตริกร่วมกับกรดฟอสฟอริก มีประสิทธิภาพในการลดปริมาณโลหะหนักได้ดีที่สุด และเมื่อทำการเปรียบเทียบคุณภาพของน้ำมันที่ผ่านการกำจัดกัม โดยการตรวจหาปริมาณกรดไขมันอิสระ (ตารางที่ 4.2) พบว่ามีความแตกต่างทางสถิติอย่างมีนัยสำคัญที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 ($P \leq 0.05$)

ตารางที่ 4.2 ค่าความเป็นกรดในน้ำมันปาล์มดิบและน้ำมันปาล์มดิบที่กำลังจัดกัม

ชนิดของน้ำมัน	ค่าความเป็นกรด*
น้ำมันปาล์มดิบที่รับเข้า	10.11 ± 0.06
น้ำมันปาล์มดิบหลังวันรับ 1 เดือน	11.57 ± 0.06
น้ำมันปาล์มดิบหลังวันรับ 1 เดือนที่กำลังจัดกัมด้วยกรดซิตริก	12.37 ± 0.12
น้ำมันปาล์มดิบหลังวันรับ 1 เดือนที่กำลังจัดกัมด้วยกรดฟอสฟอริก	12.75 ± 0.11
น้ำมันปาล์มดิบหลังวันรับ 1 เดือนที่กำลังจัดกัมด้วยการใช้กรดผสมระหว่างซิตริกผสมกับกรดฟอสฟอริก	12.76 ± 0.06

* ค่าเฉลี่ยจากการทดลอง 3 ซ้ำ $\pm$ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน

4.3.2 ผลการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการสกัด โดยพิจารณาจากอัตราเร็วของใบกวนผสม สัดส่วนปริมาณน้ำมันปาล์มดิบต่อเฮกเซน และอุณหภูมิ

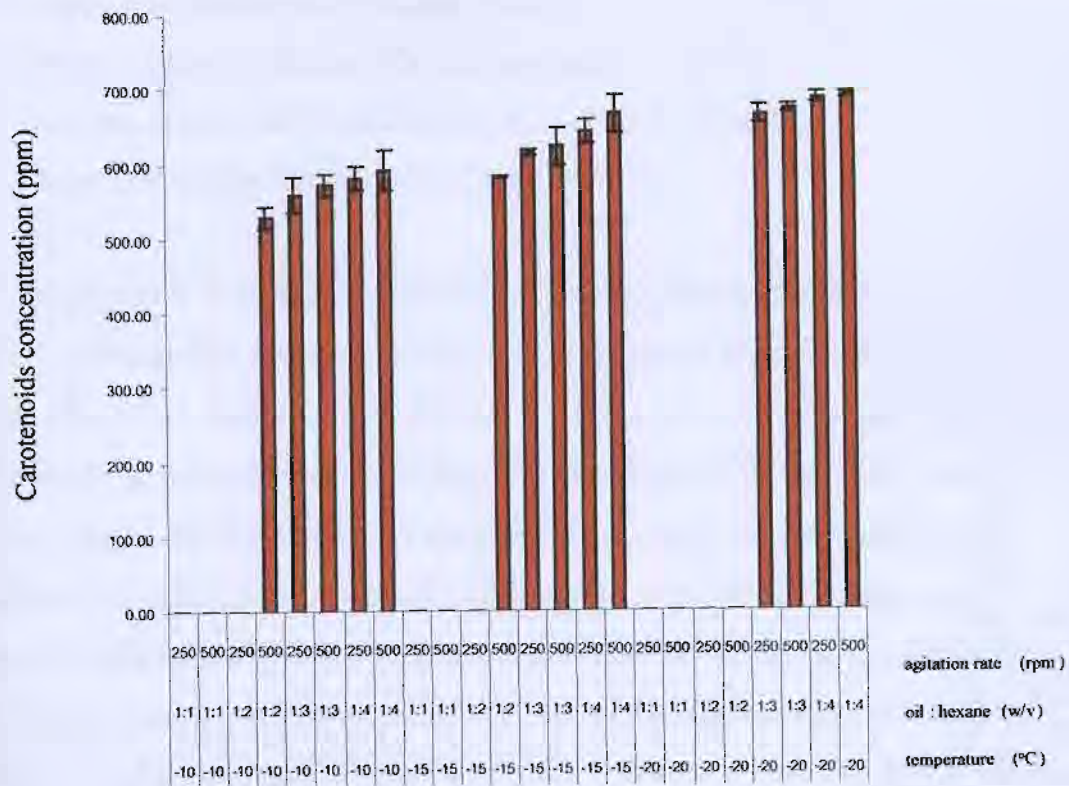
4.3.2.1 ความเข้มข้นของแคโรทีนอยด์

การศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อกระบวนการสกัดแคโรทีนอยด์จากน้ำมันปาล์มดิบ ด้วยเครื่องสกัดที่ออกแบบขึ้น ได้ทำการศึกษาปัจจัย 3 ปัจจัยคือ อัตราเร็วในการกวนผสม 2 ระดับ คือ 250 และ 500 รอบต่อนาที สัดส่วนของน้ำมันปาล์มดิบต่อเฮกเซน 4 ระดับคือ 1:1, 1:2, 1:3 และ 1:4 (น้ำหนักต่อปริมาตร) และอุณหภูมิ 3 ระดับ คือ -10, -15 และ -20 องศาเซลเซียส

การเปรียบเทียบความเข้มข้นของแคโรทีนอยด์ ที่สกัดได้จากเครื่องสกัดที่ออกแบบขึ้น ในสภาวะที่มี อุณหภูมิ อัตราส่วนเฮกเซนต่อน้ำมันปาล์มดิบ อัตราเร็วใบกวนผสม แสดงในภาพที่ 4.9 ซึ่งแสดงให้เห็นว่า แคโรทีนอยด์ที่สกัดได้จะมีความเข้มข้นมากขึ้น (มีความแตกต่างทางสถิติอย่างมีนัยสำคัญที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 ($P \leq 0.05$)) เมื่อระดับอุณหภูมิที่ใช้ลดลง และใช้อัตราส่วนเฮกเซนเพิ่มขึ้น ซึ่งจากผลการทดลองที่ได้จะสอดคล้องกับผลที่ได้จากการทดลองที่ 4.2.1 ซึ่งพบว่า การใช้อุณหภูมิต่ำกว่า -20 องศาเซลเซียส นั้นค่าเกินความจำเป็นและเป็นการเพิ่มต้นทุนการผลิต การใช้อัตราส่วนเฮกเซนต่อน้ำมันปาล์มดิบ ที่เพิ่มมากขึ้นเป็น 1: 4 (น้ำหนักต่อปริมาตร) จะไม่คุ้มค่าในการลงทุน เนื่องจากจะได้แคโรทีนอยด์เพิ่มขึ้นไม่มาก ส่วนการใช้อัตราการกวนผสมที่ 500 รอบต่อนาที จะมีประสิทธิภาพในการสกัดแคโรทีนอยด์มากกว่าการใช้อัตราการกวนผสมที่ 250 รอบต่อนาที

ภาพที่ 4.9 ไม่ได้แสดงผลของบางสภาวะ เนื่องจากปริมาณของเฮกเซนที่ใช้มีปริมาณน้อยเกินไป ทำให้ของผสมระหว่างน้ำมันปาล์มดิบกับเฮกเซน เกิดการแข็งตัวทั้งหมด และติดค้างอยู่ในเครื่องสกัด

ผลการวิเคราะห์ค่าความแตกต่างของค่าเฉลี่ย ความเข้มข้นของแคโรทีนอยด์ที่สกัดได้ ที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 แสดงในตาราง ก5 ในภาคผนวก



ภาพที่ 4.9 ผลของอุณหภูมิ สัดส่วนเฮกเซน และอัตราเร็วในการกวน ต่อความเข้มข้นของแคโรทีนอยด์ที่สกัดได้

จากการนำค่าความเข้มข้นของแคโรทีนอยด์ที่สกัดได้ อุณหภูมิที่ใช้ในการสกัด (-10, -15 และ -20 องศาเซลเซียส) อัตราเร็วในการกวนผสม (250 และ 500 รอบต่อนาที) และ อัตราส่วนระหว่างน้ำมันปาล์มดิบต่อเฮกเซน [1:1, 1:2, 1:3 และ 1:4 (น้ำหนักต่อปริมาตร)] ไปสร้างสมการถดถอย เพื่อหาความสัมพันธ์ โดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูป SPSS (Statistical Package for the Social Science) จะได้สมการความสัมพันธ์ ดังนี้

$$PPM = 350.914 - 10.409TEMP + 30.737RATIO + 3.680 \times 10^{-12}RPM \dots\dots\dots(1)$$

โดยมีค่า $R^2 = 0.980$

PPM = ความเข้มข้นของแคโรทีนอยด์ (พีพีเอ็ม)

TEMP = อุณหภูมิที่ใช้ในการสกัด (องศาเซลเซียส)

RATIO = สัดส่วนน้ำมันปาล์มดิบต่อเฮกเซน (น้ำหนักต่อปริมาตร)

RPM = อัตราเร็วของการกวนผสม (รอบต่อนาที)

จากสมการที่ (1) ปัจจัยที่มีผลต่อความเข้มข้นของแคโรทีนอยด์ที่สกัดได้ เรียงลำดับจากมากที่สุดไปน้อยที่สุด คืออัตราส่วนน้ำมันปาล์มดิบต่อเฮกเซน อุณหภูมิที่ใช้ในการสกัด และอัตราเร็วของการกวนผสม สมการที่ได้มีค่า $R^2 = 0.980$ แสดงว่าความสัมพันธ์ที่ได้เกือบจะเป็นเส้นตรง และความเข้มข้นของแคโรทีนอยด์สูงที่สุดที่สกัดได้ คือ 689 พีพีเอ็ม โดยใช้อัตราส่วนน้ำมันปาล์มดิบต่อเฮกเซน 1:4 อุณหภูมิที่ใช้ในการสกัด -20 องศาเซลเซียส และอัตราเร็วของการกวนผสม 500 รอบต่อนาที แต่ที่อัตราส่วน 1:4 (น้ำหนักต่อปริมาตร) จากการสังเกตพบว่า ผลึกไขมันที่ได้จะมีขนาดเล็กมาก ซึ่งกรองแยกออกได้ยากมาก ถึงแม้ว่าจะใช้ระบบการกรองแบบสุญญากาศก็ตาม และยังมีผลึกไขมันตกค้างในเครื่องสกัดมากกว่าปกติอีกด้วย แต่ในทางกลับกัน ที่อุณหภูมิที่ใช้ในการสกัด เป็น -10 และ -15 องศาเซลเซียส จะได้ผลึกไขมันที่มีขนาดใหญ่กว่า และสามารถกรองออกได้ง่ายกว่า

4.3.2.2 ปริมาณของแคโรทีนอยด์รวมที่แยกได้

ปริมาณแคโรทีนอยด์ที่สกัดได้ เมื่อคิดเป็นร้อยละ เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสม สามารถคำนวณได้ดังสมการ (2)

$$YIELD = (100 \times B) / A \dots \dots \dots (2)$$

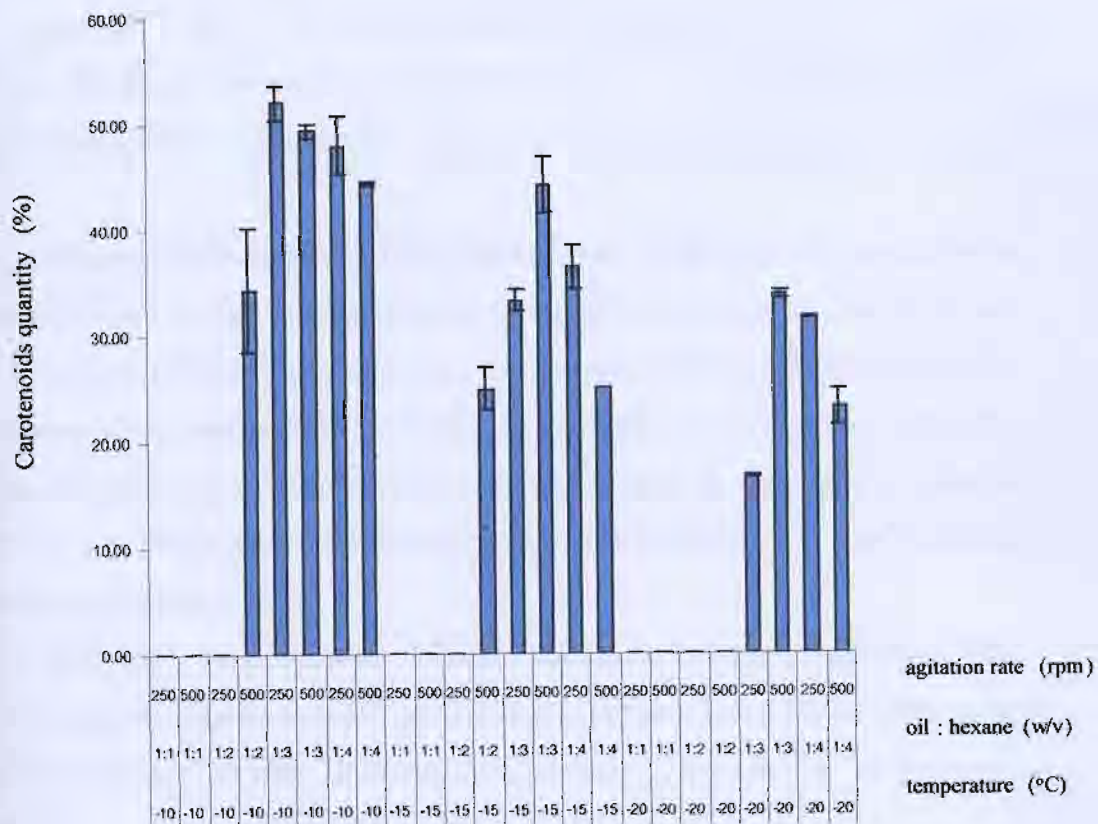
YIELD = ปริมาณแคโรทีนอยด์ที่แยกได้ร้อยละ

A = น้ำมันปาล์มดิบ (กรัม) x ความเข้มข้นของแคโรทีนอยด์ที่สกัดได้ของน้ำมันปาล์มดิบ(พีพีเอ็ม)

B = ปริมาณของเหลวผสมที่กรองแยกได้ (กรัม) x ความเข้มข้นของแคโรทีนอยด์ที่สกัดได้ของเหลวผสมที่กรองแยกได้(พีพีเอ็ม)

การเปรียบเทียบปริมาณแคโรทีนอยด์ที่สกัดได้ ที่สภาวะต่างๆของการสกัด คือ อุณหภูมิที่ใช้ในการสกัด (-10, -15 และ -20 องศาเซลเซียส) อัตราเร็วในการกวนผสม (250 และ 500 รอบต่อนาที) และ อัตราส่วนระหว่างน้ำมันปาล์มดิบต่อเฮกเซน (1:1, 1:2, 1:3 และ 1:4) แสดงในภาพที่ 4.10 และผลต่างทางสถิติที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 ของค่าเฉลี่ยของปริมาณ

แคโรทีนอยด์ที่สกัดได้ แสดงในตารางที่ 6 ในภาคผนวก ก ซึ่งพบว่าปริมาณแคโรทีนอยด์ที่สกัดได้ เมื่อใช้อัตราส่วนระหว่างน้ำมันปาล์มดิบต่อเฮกเซนเป็น 1:3 (น้ำหนักต่อปริมาตร) จะมากกว่า ที่อัตราส่วนระหว่าง น้ำมันปาล์มดิบต่อเฮกเซนเป็น 1:4 (ยกเว้นที่อัตราส่วน 1:4 ใช้อัตราเร็วใบกวน 250 รอบต่อนาที และใช้อุณหภูมิเป็น -15 และ -20 องศาเซลเซียส จะมีค่าสูงกว่า) ปริมาณแคโรทีนอยด์ที่สกัดได้ เมื่อใช้อัตราส่วนน้ำมันปาล์มดิบ ต่อเฮกเซนเป็น 1:4 และอุณหภูมิที่ลดต่ำลง จะทำให้โครงสร้างของผลึกไขมันเปลี่ยนแปลงไป คือจะมีขนาดผลึกเล็กมาก จึงทำให้ ปริมาณแคโรทีนอยด์ที่สกัดได้มีค่าลดลง เพราะแคโรทีนอยด์จะถูกดูดซับไว้ในโครงสร้างของผลึกไขมันที่มีขนาดเล็กนี้



ภาพที่ 4.10 ผลของอุณหภูมิ อัตราส่วนน้ำมันปาล์มดิบต่อเฮกเซน และอัตราเร็วในการกวน ต่อ ปริมาณของแคโรทีนอยด์ที่สกัดได้

จากการนำปริมาณแคโรทีนอยด์ที่สกัดได้ อุณหภูมิที่ใช้ในการสกัด (-10, -15 และ -20 องศาเซลเซียส) อัตราเร็วใบกวนผสม (250 และ 500 รอบต่อนาที) และ อัตราส่วนระหว่างน้ำมันปาล์มดิบต่อเฮกเซน (1:1, 1:2, 1:3 และ 1:4) ไปสร้างสมการถดถอย เพื่อหาความ

สัมพันธ์ โดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูป SPSS (Statistical Package for the Social Science) ความสัมพันธ์ที่ได้ แสดงดังสมการที่ (3)

$$YIELD = 59.358 + 2.043TEMP + 2.667RATIO - 6.84 \times 10^{-12}RPM \dots\dots\dots(3)$$

โดยมีค่า $R^2 = 0.604$

YIELD = ปริมาณแคโรทีนอยด์ที่แยกได้ร้อยละ

TEMP = อุณหภูมิที่ใช้ในการสกัด (องศาเซลเซียส)

RATIO = สัดส่วนน้ำมันปาล์มดิบต่อเฮกเซน (น้ำหนักต่อปริมาตร)

RPM = อัตราเร็วของการกวนผสม (รอบต่อนาที)

สมการที่ได้ มีค่า $R^2 = 0.604$ แสดงให้เห็นว่า ปัจจัยต่างๆ เหล่านี้มีความสัมพันธ์กันเกือบจะไม่เป็นเส้นตรง ซึ่งต่างจากสมการความสัมพันธ์ (1) ทั้งนี้เนื่องจากปริมาณของแคโรทีนอยด์ที่สกัดได้ มีผลต่อเนื่องมาจากการเปลี่ยนแปลงของผลึกไขมันดังกล่าวมาแล้ว

ปริมาณแคโรทีนอยด์ที่สกัดได้สูงที่สุดคือร้อยละ 52 เมื่อใช้สภาวะในการสกัดคือ อุณหภูมิที่ใช้ในการสกัด -10 องศาเซลเซียส อัตราเร็วในการกวนผสม 250 รอบต่อนาที และอัตราส่วนระหว่างน้ำมันปาล์มดิบต่อเฮกเซน 1:3 (น้ำหนักต่อปริมาตร) ซึ่งจะมีความเข้มข้นของปริมาณแคโรทีนอยด์ที่สกัดได้ 558 พีพีเอ็ม ซึ่งการสกัดที่ -20 องศาเซลเซียส ใช้อัตราเร็วในการกวนผสม 500 รอบต่อนาที แลใช้อัตราส่วนระหว่างน้ำมันปาล์มดิบต่อเฮกเซน 1:4 (น้ำหนักต่อปริมาตร) จะได้ปริมาณของแคโรทีนอยด์สูงที่สุด คือ 689 พีพีเอ็ม แต่ได้ปริมาณแคโรทีนอยด์เพียงร้อยละ 23.28

ในปี 2007 Korus และคณะ ได้รายงานว่าความสัมพันธ์ระหว่างไขมันที่แยกได้กับอัตราการกวนผสม ชนิดของตะกั่ว และปริมาณของเอทานอล ในการทำปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ฟิเคชันของน้ำมันเรพซิด สามารถนำไปสร้างสมการความสัมพันธ์ได้ และพบความสัมพันธ์ในเชิงบวก ระหว่างปัจจัยที่ใช้และไขมันที่เปลี่ยนแปลงไป

4.4 การเปรียบเทียบคุณภาพของสีผสมอาหารที่ผลิตได้จากแคโรทีนอยด์ที่สกัดและแคโรทีนอยด์ที่จำหน่ายทางการค้า

4.4.1 คุณภาพของแคโรทีนอยด์ที่สกัดได้

ตัวอย่างแคโรทีนอยด์ที่สกัดได้จากสภาวะที่ใช้คือ อุณหภูมิ -10 องศาเซลเซียส อัตราเร็วในการกวนผสม 250 รอบต่อนาที และ อัตราส่วนระหว่าง น้ำมันปาล์มดิบต่อเฮกเซน 1:3 (น้ำหนักต่อปริมาตร) พบเฮกเซนตกค้าง 62 พีพีเอ็ม (ตารางที่ 4.3) ซึ่งไม่เกินมาตรฐานที่กำหนด

(290พีพีเอ็ม) (Guidance for Industry, Q3C-Tables and List Revision1:Class 2 solvents in pharmaceutical products, (2004)) ไม่พบสารหนู แคดเมียม ตะกั่วปรอท และทองแดง ในทุกตัวอย่าง แต่พบเหล็กปริมาณ 9.41 พีพีเอ็ม ซึ่งลดลงจากปริมาณที่พบในน้ำมันปาล์มดิบ แต่ยังสูงกว่ามาตรฐาน ที่ 5 พีพีเอ็ม (U.A.E. Standard No. 229/1995 and TIS.288-2535) ถึงแม้ว่า ปริมาณเหล็ก จะไม่ลดลงถึงระดับมาตรฐาน แต่ทำให้ทราบว่า กระบวนการสกัดจะช่วยลดเหล็กลงได้ ซึ่งดังที่กล่าวไปแล้วว่า การควบคุมปริมาณเหล็กในน้ำมันปาล์มดิบ มีความจำเป็นในการควบคุมไม่ให้เหล็กในผลิตภัณฑ์สูงเกินมาตรฐาน

ตารางที่ 4.3 ปริมาณโลหะหนักและเฮกเซนตกค้างในน้ำมันปาล์มดิบและผลิตภัณฑ์ที่สกัดที่อุณหภูมิ -10 องศาเซลเซียส อัตราส่วนน้ำมันปาล์มดิบต่อเฮกเซน 1:3 ความเร็วในการกวน 250 รอบต่อนาที

ตัวอย่าง	โลหะหนัก (พีพีเอ็ม) *						Residual
	As	Cd	Pb	Hg	Fe	Cu	hexane*
CPO	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	12.26±0.10	ไม่พบ	-
แคโรทีนอยด์	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	ไม่พบ	9.41±0.02	ไม่พบ	62±0.6

CPO = Crude Palm Oil (น้ำมันปาล์มดิบ)

* ค่าเฉลี่ยจากการทดลอง 3 ซ้ำ ± ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน

4.4.2 ความเข้มข้นของแคโรทีนอยด์ที่สกัดได้

แคโรทีนอยด์ที่สกัดได้ เมื่อผ่านการทำปฏิกิริยาซาปอนนิฟิเคชัน จะได้แคโรทีนอยด์ที่มีความเข้มข้น 216,100 พีพีเอ็ม (ร้อยละ 21.61) ซึ่งขั้นตอนนี้จะสูญเสียแคโรทีนอยด์จากแคโรทีนอยด์ที่สกัดได้ ร้อยละ 43 ซึ่งการสูญเสียจากการทำปฏิกิริยาซาปอนนิฟิเคชัน นี้ สอดคล้องกับการทดลองของ Kimura (1990) แต่ร้อยละการสูญเสียแคโรทีนอยด์ ไม่ได้รายงานไว้ การสูญเสียนี้เกิดเนื่องจากผลของค่าที่ใช้ หรืออาจเกิดจากการเกิดอิมัลชันขณะทำการแยกแคโรทีนอยด์ออกจากปฏิกิริยาซาปอนนิฟิเคชัน ดังนั้นเพื่อเป็นการลดการสูญเสียแคโรทีนอยด์ในระหว่างการทำปฏิกิริยาซาปอนนิฟิเคชัน จะต้องมีการกวนเบาๆในระหว่างการล้างสบู่ เพื่อป้องกันการเกิดอิมัลชัน

ความเข้มข้นของแคโรทีนอยด์ที่ได้นี้ จะมีค่าสูงกว่าวิธีการแยกแคโรทีนอยด์ ที่รายงานโดย Batistella (2000) ซึ่งได้แคโรทีนอยด์ 30,0000 พีพีเอ็ม จากกระบวนการ Molecular distillation จากน้ำมันปาล์มดิบ ซึ่งวิธีการ Molecular distillation นี้มีข้อจำกัดในเรื่องของ การนำน้ำมันที่เหลือกลับไปใช้ใหม่ ซึ่งต่างจากกระบวนการสกัดที่ทำการศึกษา คือ

ผลิตภัณฑ์ที่แยกได้สามารถนำกลับไปเข้าสู่กระบวนการผลิตน้ำมันพืชได้อีก ในปี 1994, Choo ได้รายงานการผลิตแคโรทีนอยด์จากน้ำมันปาล์มดิบโดยใช้วิธีการ Fractionation แต่ความเข้มข้นแคโรทีนอยด์ไม่ได้รายงานไว้

Choo (1994) รายงานว่าเส้นใยที่ผ่านการหีบผลปาล์ม จะมีแคโรทีนอยด์สูง ซึ่งโดยปกติจะนำไปใช้เป็นเชื้อเพลิงในโรงงานหีบน้ำมันปาล์ม จากรายงานกล่าวว่าเส้นใยนี้จะมีน้ำมันคงค้างร้อยละ 5 – 6 ซึ่งสามารถสกัดแคโรทีนได้ 4,000 – 6,000 พีพีเอ็ม แต่ถ้าเป็นเส้นใยจากปาล์มลูกผสมจะได้แคโรทีนสูงถึง 6,000 – 7,000 พีพีเอ็ม ส่วนในใบปาล์มจะมีแคโรทีนอยด์ 1,900 พีพีเอ็ม

4.4.3 สีของสีผสมอาหารที่ผลิตได้จากแคโรทีนอยด์ที่สกัดได้ และแคโรทีนอยด์ทางการค้า

สีแคโรทีนอยด์ที่ละลายได้ในน้ำมัน ที่ความเข้มข้นร้อยละ 1 (น้ำหนักต่อน้ำหนัก) นำไปเจือจางเป็นความเข้มข้น 500.00, 115.26, 86.62, 57.63 และ 28.81 โดยผสมลงในน้ำมันดอกทานตะวัน (ภาพที่ 4.11) สำหรับตัวอย่างของสีทางการค้าที่ละลายได้ในน้ำมัน จะใช้สีที่ผลิตจากเบต้าแคโรทีนเข้มข้นร้อยละ 10 ของบริษัท Sensient Food Colors Germany GmbH & Co. KG นำมาเจือจางเช่นเดียวกัน (ภาพที่ 4.12) พบว่าสีของตัวอย่างทั้ง 2 ชนิดจะออกโทนสีส้มแดง แต่ตัวอย่างของสีที่ผลิตจากแคโรทีนอยด์ที่สกัดได้ จะมีสีเข้มกว่า แต่จะไม่มีความแตกต่างทางสถิติที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95

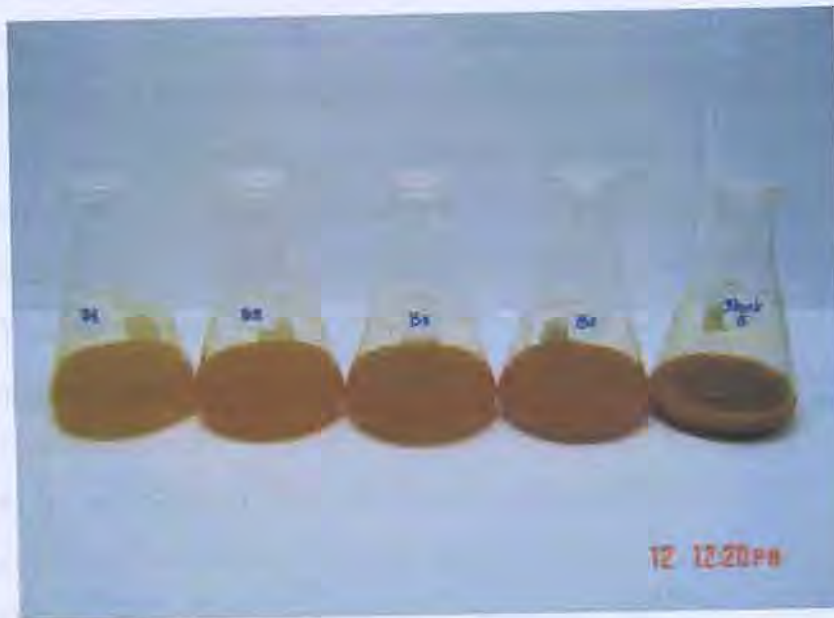
สำหรับการเปรียบเทียบสีจากแคโรทีนอยด์ที่สกัดได้ที่ละลายในน้ำ ที่ความเข้มข้นร้อยละ 1 (น้ำหนักต่อน้ำหนัก) นำไปเจือจางด้วยน้ำกลั่นให้ได้ความเข้มข้น 500.00, 124.53, 93.48, 62.62 และ 31.37 พีพีเอ็ม สำหรับสีทางการค้าที่ใช้จะเป็นเบต้าแคโรทีนเข้มข้นร้อยละ 2 ในรูปอิมัลชัน จากบริษัท Sensient Food Colors Germany GmbH & Co. KG นำมาเจือจางให้ได้ความเข้มข้น 500.00, 100.62, 75.52, 50.24 และ 25.31 พีพีเอ็ม (ภาพที่ 4.13 และ 4.14) ซึ่งลักษณะของสีของแคโรทีนอยด์ที่เตรียมได้จะออกโทนสีส้มแดง แต่สีทางการค้าจะออกโทนเหลืองแดง



ภาพที่ 4.11 สีละลายในน้ำมันที่ผลิตขึ้น ความเข้มข้นจากขวาไปซ้ายเป็น 500, 115.26 , 86.62, 57.63, 28.81 พีพีเอ็ม



ภาพที่ 4.12 สีชนิดที่ละลายในน้ำมันที่จำหน่ายในท้องตลาด ความเข้มข้นจากขวาไปซ้าย 500, 100.82, 75.64, 50.44, 25.35 พีพีเอ็ม



ภาพที่ 4.13 สีสันที่ละลายได้ในน้ำในรูปอีมีชันที่ผลิตขึ้น ความเข้มข้นจากขวาไปซ้าย 500, 124.53, 93.48, 62.62, 31.37 พีพีเอ็ม

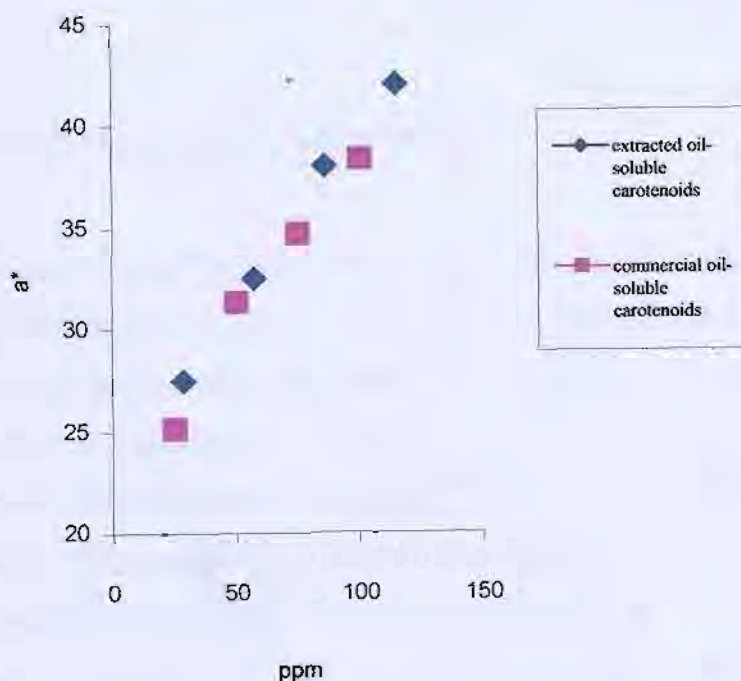


ภาพที่ 4.14 สีสันที่ละลายได้ในน้ำในรูปอีมีชันที่กำหนดในท้องตลาด ความเข้มข้นจากขวาไปซ้าย 500, 100.62, 75.52, 50.24, 25.31 พีพีเอ็ม

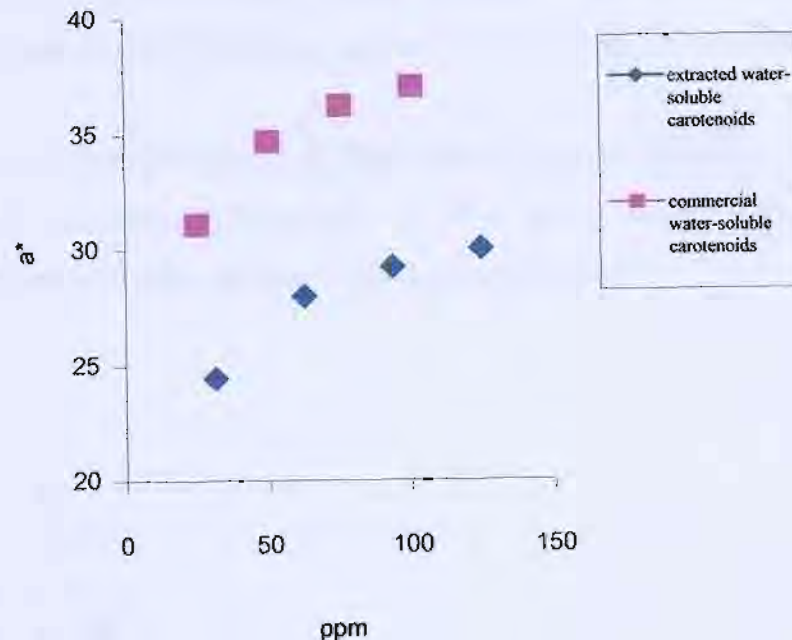
ค่าความเป็นสีแดง (a^*) ของตัวอย่างสีที่เตรียมได้ ที่ละลายในน้ำมัน และตัวอย่างสีทางการค้าที่เตรียมได้ ที่ละลายในน้ำมัน แสดงในภาพที่ 4.15 พบว่าค่า a^* ของทั้ง 2 ตัวอย่างจะมีค่าเพิ่มขึ้น เมื่อมีความเข้มข้นเพิ่มขึ้น แต่ค่า a^* ที่ระดับความเข้มข้นเดียวกันของสีที่เตรียมจะสูงกว่าของสีทางการค้าเล็กน้อย ซึ่งสอดคล้องกับที่สังเกตเห็นด้วยตา

สำหรับค่า a^* ของสีที่ละลายได้ในน้ำ พบว่าสีจากตัวอย่างที่เตรียมขึ้น จะมีค่าต่ำกว่าสีทางการค้า (ภาพที่ 4.16) โดยความแตกต่างของโทนสีของตัวอย่างที่ละลายในน้ำ เกิดเนื่องจากองค์ประกอบของสีทั้ง 2 ชนิดมีความแตกต่างกัน โดยตัวอย่างที่เตรียมขึ้นจากแคโรทีนอยด์ที่สกัดได้ มีองค์ประกอบหลักเป็นน้ำ กลีเซอริน มอลโตเดกซ์ตริน กัมอาคาเซีย เลซิทีน ไวตามินอี และโซเดียมเบนโซเอท แต่ตัวอย่างทางการค้าจะมีองค์ประกอบหลักเป็น กลีเซอริน โพลีกลีเซอรอลเอสเตอร์ ของกรดไขมัน เลซิทีน ไวตามินอี เมธิลพาราเบน แอสคอร์บิลปาล์มมิเตท และ โปรีปิลพาราเบน

ค่า a^* ของสีที่ละลายได้ในน้ำมัน มีความแตกต่างกันเล็กน้อย แม้ว่าตัวอย่างที่เตรียมขึ้นจากแคโรทีนอยด์ที่สกัดได้ จะใช้น้ำมันดอกทานตะวันเป็นองค์ประกอบหลัก เช่นเดียวกับสีทางการค้า แต่สิ่งสำคัญที่ทำให้เกิดความแตกต่างของค่า a^* คือสีที่ปรากฏในแคโรทีนอยด์ที่สกัดได้ เป็นแคโรทีนอยด์ผสมของแอลฟาแคโรทีน เบต้าแคโรทีน แกมมาแคโรทีน โลโคพีน และแซนโทฟิล (Sundram และคณะ, 2003) แต่สีที่อยู่ในตัวอย่างทางการค้า เกิดจากเบต้าแคโรทีนเพียงอย่างเดียว



ภาพที่ 4.15 เปรียบเทียบค่า a^* ของสีชนิดที่ละลายในน้ำมันจากแคโรทีนอยด์ที่สกัดได้ และสีทางการค้า



ภาพที่ 4.16 เปรียบเทียบค่า a^* ของสีชนิดที่ละลายในจากแคโรทีนอยด์ที่สกัดได้ และสีทางการค้า

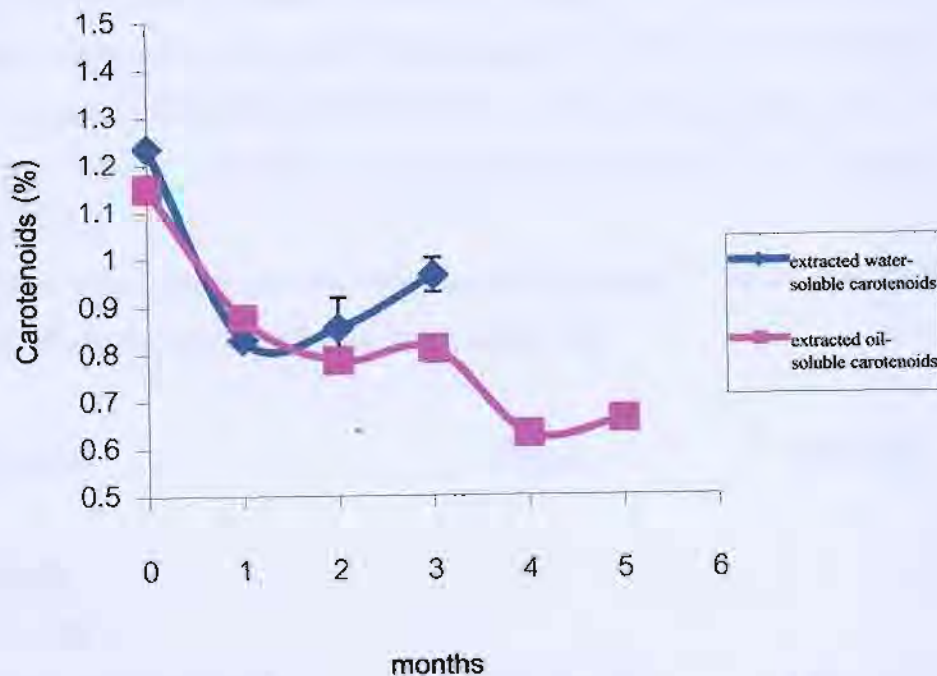
4.5 อายุการเก็บของสีจากแคโรทีนอยด์ที่สกัดได้

ตัวอย่างของสีที่เตรียมได้จากแคโรทีนอยด์ที่สกัดได้ทั้งชนิดที่ละลายในน้ำมัน และละลายได้ในน้ำที่มีความเข้มข้นร้อยละ 1 (น้ำหนักต่อน้ำหนัก) ได้เก็บไว้ในขวดสีชา และเก็บที่อุณหภูมิ 30 ± 2 องศาเซลเซียส ที่ความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 60 ± 5 (ICH, 2001) เพื่อศึกษาผลของระยะเวลาการเก็บต่อความคงตัวของสี ภาพที่ 4.17 แสดงการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของแคโรทีนอยด์ในสีที่เตรียมทั้งชนิด ที่มีความเข้มข้นร้อยละ 1 (น้ำหนักต่อน้ำหนัก) พบว่าสีที่ละลายได้ในน้ำมันจะมีการสูญเสียแคโรทีนอยด์ในอัตราร้อยละ 10 ต่อเดือน และที่เวลาการเก็บนาน 5 เดือน มีผลทำให้ปริมาณแคโรทีนอยด์ลดลงเหลือร้อยละ 50

Ronald และ Eitenmiller (1999) รายงานว่าแคโรทีนอยด์จะสูญเสียจากปฏิกิริยาออกซิเดชัน ดังนั้นในการเตรียมสีเพื่อจำหน่ายทางการค้า จึงควรมีการเติมสารแอนตีออกซิแดนต์ เพื่อเพิ่มความคงตัวของสีให้มากขึ้น

ในกรณีของสีที่ละลายได้ในน้ำ ปริมาณแคโรทีนอยด์จะลดลงอย่างรวดเร็วใน 26 วันแรก และหลังจากนั้นจะลดลงอย่างช้าๆ แต่สีเกิดการแยกชั้น และพบเชื้อราเมื่อเก็บไว้เป็นเวลา 1 เดือน ดังนั้น ในการเตรียมสีที่ละลายได้ในน้ำควรใช้แกสไนโตรเจน พ่นลงไปผิวหน้าของสีในบรรจุภัณฑ์ เพื่อป้องกันการเจริญของจุลินทรีย์ และควรมีการปรับเปลี่ยนสูตร เช่น มีการเติมสารให้ความคงตัว เช่น โพลีกลีเซอรอลเอสเทอร์ ของกรดไขมัน ซึ่งจะช่วยป้องกันการแยกชั้นได้

สีทางการค้าซึ่งเป็นเบต้าแคโรทีนที่ละลายในน้ำมันและละลายในน้ำ ที่ผลิตโดยบริษัท BASF corporation จะมีอายุการเก็บ 12 เดือน และ 6 เดือนตามลำดับ แต่ไม่มีรายละเอียดเกี่ยวกับการสลายตัวของสี (BASF Technical bulletin, 2001)



ภาพที่ 4.17 การเปลี่ยนแปลงปริมาณแคโรทีนอยด์ของสีชนิดที่ละลายได้ในน้ำมัน และ ละลายได้ในน้ำ ที่เก็บที่อุณหภูมิ 30 ± 2 องศาเซลเซียส ความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 60 ± 5

4.6 การประเมินต้นทุนของการผลิตสีจากแคโรทีนอยด์ที่สกัดได้

แคโรทีนอยด์ที่เตรียมจากน้ำมันปาล์มดิบ ที่ใช้สภาวะที่ดีที่สุดในการสกัด คือ อุณหภูมิที่ใช้ในการสกัด -10 องศาเซลเซียส อัตราเร็วใบกวนผสม 250 รอบต่อนาที และ อัตราส่วนระหว่าง น้ำมันปาล์มดิบต่อเฮกเซน 1:3 (น้ำหนักต่อปริมาตร) และใช้ปฏิกิริยา ซาปอนนิฟิเคชัน เพื่อให้ไขมันชั้นชั้น แลนำไปผลิตเป็นสีที่มีความเข้มข้นร้อยละ 1 (น้ำหนักต่อน้ำหนัก) ได้ใช้เป็นตัวอย่างในการประเมินต้นทุนการผลิต โดยสิ่งที่นำมาใช้ในการ ประเมินได้แก่ ราคาวัตถุดิบ และราคาสารเคมีที่ใช้ ราคาขายของแคโรทีนอยด์จะใช้ที่ 5,000 บาทต่อกิโลกรัม ซึ่งเป็นราคาต่ำสุดที่ขายในท้องตลาด (ราคาได้จากบริษัท Sensient Food Colors Germany GmbH & Co. KG of Thailand) แต่ค่าสาธารณูปโภคพื้นฐานจะไม่นำมาคิด เนื่องจากจะเปลี่ยนแปลงตามปริมาณการผลิต ซึ่งสรุปได้ว่า ค่าวัตถุดิบและสารเคมีที่ใช้ในการ ผลิตแคโรทีนอยด์เข้มข้น 1% ปริมาณ 1 กิโลกรัม เท่ากับ 2,189 บาท ซึ่งที่ราคาขาย 5,000 บาท ต่อกิโลกรัม จะมีส่วนต่าง 2,811 บาท ซึ่งหากคำนวณจากน้ำมันปาล์มดิบ 100 กิโลกรัม จะได้ ว่าต้นทุนการผลิตแคโรทีนอยด์ที่ความเข้มข้นร้อยละ 1 (น้ำหนักต่อน้ำหนัก) คือ 1,968 บาท ซึ่งที่ราคาขายขาย 5,000 บาทต่อกิโลกรัม จะขายได้ 4,495 บาท และได้กำไรจากการขาย 2,527 บาท (ตารางที่ 4.4)

การประเมินต้นทุนของการผลิตแคโรทีนอยด์เข้มข้นร้อยละ 1 (น้ำหนักต่อน้ำหนัก) ที่ผลิตได้จากน้ำมันปาล์มดิบ 100 กิโลกรัม มีรายละเอียด ดังนี้

วัตถุดิบ / สารเคมี	ปริมาณ	ราคา (บาท)
น้ำมันปาล์มดิบ		
<u>ขั้นตอนการสกัด</u>		
น้ำมันปาล์มดิบ (18 บาท/กิโลกรัม)	100 กิโลกรัม	1,800
น้ำมันปาล์มดิบที่นำกลับมาใช้ได้ (ร้อยละ 52.79)	52.79 กิโลกรัม	950.22
<u>ขั้นตอนซาปอนนิฟิเคชัน</u>		
	-	-
ค่าใช้จ่ายรวม		849.78
เฮกเซน		
<u>ขั้นตอนการสกัด</u>		
เฮกเซน (22 บาท/ลิตร)	300 ลิตร	6,600
<u>ขั้นตอนซาปอนนิฟิเคชัน</u>		
เฮกเซน (22 บาท/ลิตร)	47.21 ลิตร	1,038.62

เฮกเซน ที่นำกลับมาใช้ได้ (ร้อยละ95)	329.85 ลิตร	7,256.70
ค่าใช้จ่ายรวม		381.92

เอธิลแอลกอฮอล์ร้อยละ 95

<u>ขั้นตอนการสกัด</u>	-	-
<u>ขั้นตอนชาวปอนนิฟิเคชัน</u>		
เอธิลแอลกอฮอล์ (13 บาท/ลิตร)	188.85 l	2,455.05
เอธิลแอลกอฮอล์ ที่นำกลับมาใช้ได้ (ร้อยละ95)	179.41 l	2,332.33
ค่าใช้จ่ายรวม		122.72

โซเดียมไฮดรอกไซด์

<u>ขั้นตอนการสกัด</u>	-	-
<u>ขั้นตอนชาวปอนนิฟิเคชัน</u>		
โซเดียมไฮดรอกไซด์ (13 บาท/กิโลกรัม)	47.21 กิโลกรัม	613.73
ค่าใช้จ่ายรวม		613.73

ค่าสาธารณูปโภค ไม่นำมาคิด

ค่าใช้จ่ายรวมทั้งหมด 1,968.15

<u>ผลิตภัณฑ์/ ผลิตภัณฑ์ได้</u>	<u>ปริมาณ</u>	<u>ราคา (บาท)</u>
ผลิตภัณฑ์ดี (5,000 บาท/กิโลกรัม)	0.899 กิโลกรัม	4,495
กลิ่นเชอรีน		ไม่นำมาคิด
สมุนไพร		ไม่นำมาคิด
ราคารวม		4,495

หมายเหตุ ปริมาณดีที่ผลิตได้ 0.899 กิโลกรัม คิดจาก น้ำมันปาล์มดิบ 100 กิโลกรัม จะได้แคโรทีนอยด์เข้มข้น 558 พีพีเอ็ม จำนวน 47.21 กิโลกรัม (ได้ผลึกไขมัน 52.79 กิโลกรัม) และเมื่อนำแคโรทีนอยด์เข้มข้น 558 พีพีเอ็ม ไปทำปฏิกิริยาชาวปอนนิฟิเคชัน จะได้แคโรทีนอยด์

เข้มข้นร้อยละ 10.48 ซึ่งเมื่อทำให้มีความเข้มข้นเป็นร้อยละ 1 (น้ำหนักต่อน้ำหนัก) จะได้สียที่มีน้ำหนัก 896.66 กิโลกรัม

ตารางที่ 4.4 ประเมินค่าใช้จ่ายในการเตรียมแคโรทีนอยด์เข้มข้นร้อยละ 1 (น้ำหนักต่อน้ำหนัก) โดยใช้น้ำมันปาล์มดิบ 100 กิโลกรัม

มูลค่า (คิดค่อน้ำมันปาล์มดิบ 100 กิโลกรัม)					
ปัจจัยต้นทุนการผลิต	ราคา (บาท)	สีจากแคโรทีนอยด์ที่ได้		ผลิตผลพลอยได้	
		ปริมาณ (กิโลกรัม)	ราคา (บาท)	ชนิดของสาร	ปริมาณ (กิโลกรัม)
น้ำมันปาล์มดิบ	849.78	0.899	4,495	กลีเซอริน	ไม่ได้คำนวณ
เฮกเซน	381.92			สบู่	ไม่ได้คำนวณ
โซเดียมไฮดรอกไซด์	613.73			น้ำมันที่สามารถนำกลับไปทำ	52.79
เอทิลแอลกอฮอล์	122.72			น้ำมันบริโภคได้อีก	
ไฟฟ้า+น้ำ	ไม่ได้คำนวณ				
ราคารวม	1,968.15		4,495		

หมายเหตุ

- 1) ค่าใช้จ่ายของสารเคมี คำนวณในกรณีที่สมารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้ร้อยละ 95
- 2) ราคาแคโรทีนอยด์คำนวณจากราคา 5,000 บาทต่อกิโลกรัม

ผลิตผลพลอยได้จากกระบวนการสกัดแคโรทีนอยด์ คือ ผลึกไขมัน กลีเซอริน และสบู่ ซึ่งผลึกไขมันสามารถนำไปใช้ในอุตสาหกรรมน้ำมันบริโภคได้อีก [สุริยา อิชานันท์ บริษัทหุมพรอุตสาหกรรมน้ำมันปาล์ม จำกัด (มหาชน)] ในขณะที่ กลีเซอริน และสบู่สามารถนำไปทำให้บริสุทธิ์ เพื่อใช้ในอุตสาหกรรมสุขภาพ (Process for extracting and concentrating taheebo life tea, 2006) นอกจากนี้การผลิตในระดับอุตสาหกรรมจะสามารถนำเฮกเซนกลับมาใช้ได้มากกว่าร้อยละ 99 [สุริยา อิชานันท์ บริษัทหุมพรอุตสาหกรรมน้ำมันปาล์ม จำกัด (มหาชน)] ดังนั้นมูลค่าที่ได้รับจริงจึงสูงกว่าที่ประเมินไว้ข้างต้น

เอกสารอ้างอิง

- กัณณพนธ์ โล่ห์เพชรรัตน์. 2538. การสกัดเบต้าแคโรทีนจากน้ำมันปาล์ม. ภาควิชาเทคโนโลยีทางอาหาร. คณะวิทยาศาสตร์. จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- ธีระ เอกสมทราเมษฐ์, ชัยรัตน์ นิลนนท์, ธีระพงศ์ จันทรมิขม, ประกิจ ทองคำ และ วรณา เกื้อวาริน. 2546. คู่มือปาล์มน้ำมันและการจัดการสวน. คณะทรัพยากรธรรมชาติ. มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์.
- นิธิยา รัตนพานนท์. 2544. การขจัดสารเจือปนในไขมันและน้ำมัน. วิทยาศาสตร์การอาหารของไขมันและน้ำมัน. คณะอุตสาหกรรมเกษตร. มหาวิทยาลัยเชียงใหม่.
- วรรณฯ ตั้งเจริญชัย. 2531. ท่านจะใช้คาโรทีนออกไซด์ในเครื่องดื่มได้อย่างไร. วารสารอาหาร, ปีที่ 18, ฉบับที่ 2, 126-130.
- สุริยา ออยชานันท์ บริษัทหุมพรอุตสาหกรรมน้ำมันปาล์ม จำกัด มหาชน. เก็บข้อมูล 2546.
- อนุศตรา นวมถนอม และบุญดา เทตะโยธิน. 2539. การสกัดเบต้าแคโรทีนจากน้ำมันปาล์มและการทำให้บริสุทธิ์. ภาควิชาเคมี. คณะวิทยาศาสตร์. จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- Abou, E., Maati S. and Ellatif E. 1992. Studies on carotenoid pigments isolated from petals of calendula officinalis as food colouring agents. University of Alexandria (Food science symposium). Egypt, 140-149.
- Adhikari, C., Proctor A. and Blyholder G. 1997. An infrared spectroscopy study of lipid adsorption from hexane onto an acid-activated bleaching clay. Journal of the American oil chemists society, 74: 1265-1268.
- Anderson L., "Extraction of carotenoid pigments from shrimp processing waste" US patent number 3906112, 1975.
- AOAC. 2000. Official methods of analysis of AOAC international, 17th ed. AOAC international. Maryland. USA.
- BASF technical bulletin. 2001. Natural colour bulletin. BASF corporation. New Jersey.
- Batistella, C. and Wolf M. 1998. Recovery of carotenoids from palm oil by molecular distillation. Computer and chemical engineering, 22: 53-60.
- "Beta-carotene provides healthy potential in food colouring" [online] Available http://www.foodingredientsfirst.com/newsmaker_article.asp?fSite=AR283&nw=fs&siz (28 November 2006).
- Blaizot, P., "Carotenoid from palm oil" US patent number 2652433, 1953.

- Boehm, V. and Bitsch R. 1997. Isomer specific carotenoid analyses of fruit and vegetable juices. *Zeitschrift fuer ernahrungswissenschaft*, 36: 78.
- "Boiling point fuels" [online] Available <http://www.EngineeringToolBox.com> (8 February 2007).
- Burke J. 1984. Solubility parameters: theory and application. Appeared in the AIC book and paper group annual, 3: 13-58.
- Choo Y. 1994. Palm oil carotenoids. *Food and nutrition bulletin*, 15: 2.
- Cocero, M., Gonzalez, S., Perez S. and Alonso E. 2000. Supercritical extraction of unsaturated products. Degradation of β -carotene in supercritical extraction processes. *The journal of supercritical fluids*, 19: 39-44.
- Colorcon technical bulletin. 2004. Colour bulletin. Colorcon Co. Ltd. Pennsylvania.
- Delgado, F. and Paredas O. 1997. Effects of enzymatic treatments on carotenoid extraction from marigold flowers (*Tagetes erecta*). *Food Chemistry*, 58: 255-258.
- Desai, B. and Dubash P. 1994. Recovery of carotenes from crude palm oil by adsorption method. *Journal of food science and technology. India*, 31: 60-61.
- Dontas, S., Liodakis S. and Parissakis G. 1998. Isolation of palm oil carotenoids using preparative liquid chromatography. *Rivista Italiana EPPOS*, 9: 29-39.
- "DSM: biggest slice of carotenoid market" [online] Available <http://www.Confectionerynews.com/news/ng.asp?n=60476-dsm-biggest-slice> (3 December 2006).
- Eckey E. "Carotenoid concentrates from palm oil" US Patent number 2460796, 1943.
- Fernandez, M., Sanroma V., De Bloos D. and Ferrater M. "Process for preparing carotenoid pigments" US patent number 5998678, 1999.
- "GC and GC/MS applications in the essential chromatography catalog of Agilent technologies" [online] Available <http://www.agilent.com/chem/supplies> (11 March 2004).
- Ghazi A. 1999. Extraction of beta carotene from orange peels. *Die nahrung*, 43: 274-277.
- Godoy, H. and Rodriguez D. 1998. Carotenoid composition of brazilian nectarine (*Prunus persica*). *Journal of fruits vegetables and nuts*, 57: 73-79.
- Goh, S., Choo Y. and Ong A. 1985. Minor constituents of palm oil. *Journal Am Oil Chemical Society*, 62: 237-240.
- Graves, F. and Gallaher D. "Extraction of carotenoids from natural sources" US patent number 5510551, 1996.

- "Guidance for industry, Q3C-Tables and List Revision I: Class 2 solvents in pharmaceutical products" [online] Available <http://www.fda.gov/ohrms/dockets/98fr/01b-0431-gdl0001.pdf> (11 March 2004).
- Haberkorn, H., Rauschenberger V., Bohn H., Horn D., Auweter H. and Lueddecke E. "Production of carotenoid preparations in the form of coldwater-dispersible powders, and the use of the novel carotenoid preparations" US patent number 5998678, 1999.
- Hama, N., Tanaka Y., Yogo Y. and Okabe T. "Carotenes-containing concentration" JP Patent number 61109764, 1986.
- Hara, N., Hama I., Izumimoto H. and Nakamura. "Treatment of natural fats and oil for carotene recovery" JP Patent number 6305074, 1988.
- Harold, E. and Purcell A. 1967. Carotenoid pigments of peanut oil. *Journal Am Oil Chemistry Society*, 44: 328-330.
- Heidlas, J., Cully J., Wiesmueller J. and Vollbrecht L. 1997. Process for extraction of natural carotenoid colourants. German federal republic patent application.
- Heidlas, J., Huber G. and Cully J. 1996. Process for extraction of carotenoid pigments from natural materials. German federal republic patent application.
- "Health life" [online] Available <http://saksiri.hypermart.net/health/color.html> (18/08/2545).
- Hills, CB., "Extraction of anti-mutagenic pigments from algae and vegetables" US patent number 4851339, 1989.
- Hoffmann La Roche. "Carotenoid preparations suitable for colouring foodstuffs and animal feeds and a process for the manufacture" GB patent number 803077, 1958.
- Hong, S., Jang E., Kim S. and Park J. "Extraction method for preparation of carotene" KR patent number 9704413, 1997.
- Ibuki, M., Imamura Y., Nishimoto T., and Kubota H. 1996. Oil with high carotene content. *Trends in food science and technology*, 7:135.
- "ICH guidance for industry, Q1A: Stability testing of new drug substances and products revision 1, August 2001" [online] Available <http://www.fda.gov/cder/guidance/index.htm> (22 January 2005).
- Inakuma, T., Yasumoto M., Koguchi M. and Kobayashi T. 1998. Effect of drying methods on extraction of lycopene in tomato skin with supercritical carbon dioxide. *Journal of the Japanese society for food science and technology*, 45: 740-743.

- Ig Farbenindustrie Ag. "Improvements in the extraction of lipoids and other substances having the character of fats from animal and vegetable organisms" GB patent number 435798, 1935.
- Ihl, M., Shene C., Schenermann E. and Bifani V. 1994. Correlation for pigment content through colour determination with tristimulus values in a green leafy vegetable, Swiss chard. *Journal of the science of food and agriculture*, 66: 527-531.
- Kajadphai, A., Taungbodhitham, G., Jones P., Mark L. and David R. 1997. Evaluation of extraction method for the analysis of carotenoids in fruits and vegetables. *Food chemistry*, 63: 577-584.
- Katsumi T. and Rikagaku K. "A process for the extraction of the fat-soluble vitamin" GB patent number 220697, 1924.
- Kimura, M., Rodriguez D. and Godoy H. 1990. Assessment of the saponification step in the quantitative determination of carotenoids and provitamins A. *Food chemistry*, 33: 985-992.
- Kitaoka, M., Kiyota T. and Tsubokura A., "Process for extraction of carotenoids from bacterial cells" EP patent number 0719866, 1996.
- Korus, R., Dwight S., Narendra B., Charles L. and David C. (No date). "Tranesterification process to manufacture ethyl ester of rape oil" [online] Available http://journeytoforever.org/biofuel_library/EthylEsterofRapeOil.pdf (22 January 2007).
- Lee, H., and Castle W. 2001. Seasonal changes of carotenoid pigments and colour in Hamlin, Eartygold, and Budd blood orange juices. *Journal of agricultural and food chemistry*, 877-882.
- Luiz, F., Georg M., Angela A., Meireles T. and Gerd B. 1999. Supercritical extraction of carotenoids and lipids from buriti (*Mauritia flexuosa*), A Fruit from the amazon region. *The journal of supercritical fluids*, 14: 247-256.
- Luiz, F., and M. Angela A. Meireles. 2000. Modeling the extraction of carotene and lipid. *The journal of supercritical fluids*, 18: 35-47.
- Mamuro, H., Kubota Y. and Shiina H. "Carotene concentrates" JP patent number 61282357, 1986.
- Manuf de Machines Auxiliaires. "Process for the cold extraction of fish oils" GB patent number 306020, 1929.

ภาคผนวก ก

วิเคราะห์ผลทางสถิติ

ตารางที่ ก1 การเปลี่ยนแปลงค่า L^* a^* b^* ของแคโรทีนอยด์ ที่ได้จากการแยกผลึกไขมันออก
ที่สภาวะการสกัดต่างๆ ซึ่งใช้น้ำมันปาล์มดิบที่ผ่านการตกตะกอนเป็นวัตถุดิบ*

อัตราส่วนน้ำมัน ต่อเฮกเซน	อุณหภูมิ ($^{\circ}\text{C}$)	L^*	a^*	b^*
1:1	-10	30.81 ± 0.36	31.32 ± 0.40^f	44.81 ± 0.26
	-15	32.97 ± 0.75	34.07 ± 0.44^g	48.43 ± 0.56
	-20	34.55 ± 0.47	36.02 ± 0.37^h	50.79 ± 0.56
1:2	-10	33.86 ± 1.58	27.80 ± 0.31^b	51.24 ± 0.86
	-15	37.11 ± 0.10	30.00 ± 0.23^c	55.28 ± 0.42
	-20	39.30 ± 0.55	31.10 ± 0.27^f	57.29 ± 0.42
1:3	-10	36.12 ± 0.14	25.99 ± 0.01^a	54.19 ± 0.76
	-15	39.65 ± 0.38	28.43 ± 0.50^c	59.08 ± 0.15
	-20	41.92 ± 1.25	29.38 ± 0.23^d	61.26 ± 0.40

* ค่าเฉลี่ย $\pm$ SD เกิดจากการทดลองซ้ำ 3 ครั้ง. ตัวอักษรที่ต่างกันในกลุ่มเดียวกันจะมีความ
แตกต่างอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ ($P \leq 0.05$)

ตารางที่ ก2 การเปลี่ยนแปลงค่า L^* a^* b^* ของแคโรทีนอยด์ ที่ได้จากการแยกผลึกไขมันออก
ที่สภาวะการสกัดต่างๆ ซึ่งใช้น้ำมันปาล์มดิบที่ไม่ผ่านการตกตะกอนเป็นวัตถุดิบ*

อัตราส่วนน้ำมัน ต่อเฮกเซน	อุณหภูมิ (°C)	L^*	a^*	b^*
1:1	-10	29.27±0.15	32.00±0.22	44.07±0.13
	-15	31.71±1.16	34.75±1.06	48.29±0.62
	-20	34.11±0.91	36.57±0.28	50.39±1.00
1:2	-10	33.40±0.40	28.56±0.52	50.64±0.57
	-15	36.68±0.36	31.28±1.86	55.04±0.55
	-20	38.88±0.58	32.56±0.60	57.66±0.30
1:3	-10	35.17±0.17	27.28±1.47	53.49±0.56
	-15	38.79±0.26	29.39±0.65	57.88±0.12
	-20	40.76±0.25	30.90±0.22	61.00±1.00

* ค่าเฉลี่ย±SD เกิดจากการทดลองซ้ำ 3 ครั้ง. ตัวอักษรที่ต่างกันในกลุ่มเดียวกันจะมีความ
แตกต่างอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ ($P \leq 0.05$)

ตารางที่ ก3 ปริมาณผลึกไขมันที่แยกได้ที่สภาวะการสกัดต่างๆ ซึ่งใช้น้ำมันปาล์มดิบที่ผ่านการตกตะกอนเป็นวัตถุดิบ*

อัตราส่วนน้ำ มันต่อเฮกเซน	ผลึกไขมันที่แยกได้ (%)*		
	อุณหภูมิ -10 °C	อุณหภูมิ -15 °C	อุณหภูมิ -20 °C
1:1	3.17±0.12 ^a	4.12±0.11 ^d	4.75±0.04 ^c
1:2	3.50±0.15 ^b	4.63±0.06 ^e	5.29±0.05 ^g
1:3	3.76±0.09 ^c	5.04±0.09 ^f	5.69±0.10 ^h

*ค่าเฉลี่ย±SD เกิดจากการทดลองซ้ำ 3 ครั้ง.

ตัวอักษรที่ต่างกันจะมีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ ($P \leq 0.05$)

ตารางที่ ก4 ปริมาณผลึกไขมันที่แยกได้ที่สภาวะการสกัดต่างๆ ซึ่งใช้น้ำมันปาล์มดิบที่ไม่ผ่านการตกตะกอนเป็นวัตถุดิบ*

อัตราส่วนน้ำ มันต่อเฮกเซน	ผลึกไขมันที่แยกได้ (%)*		
	อุณหภูมิ -10 °C	อุณหภูมิ -15 °C	อุณหภูมิ -20 °C
1:1	16.24±0.15 ^a	20.66±0.14 ^d	23.99±0.02 ^f
1:2	18.09±0.63 ^b	22.74±0.57 ^e	27.77±0.40 ^g
1:3	19.08±0.69 ^c	24.73±0.62 ^f	30.07±0.04 ^h

*ค่าเฉลี่ย±SD เกิดจากการทดลองซ้ำ 3 ครั้ง.

ตัวอักษรที่ต่างกันจะมีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ ($P \leq 0.05$)

ตารางที่ ก5 ความเข้มข้นของแคโรทีนอยด์ที่สกัดได้ในสภาวะการสกัดต่างๆ*

อัตราส่วนน้ำมันต่อ เฮกเซน	อุณหภูมิ (°C) *	อัตราเร็วใบกวน* (รอบต่อนาที)	ความเข้มข้นของแคโรทีนอยด์ (พีพีเอ็ม) *
1:1	-10	250	0.00 ^a
1:1	-10	500	0.00 ^a
1:1	-15	250	0.00 ^a
1:1	-15	500	0.00 ^a
1:1	-20	250	0.00 ^a
1:1	-20	500	0.00 ^a
1:2	-10	250	0.00 ^a
1:2	-10	500	528.50±14.85 ^b
1:2	-15	250	0.00 ^a
1:2	-15	500	582.00±1.41 ^{c d}
1:2	-20	250	0.00 ^a
1:2	-20	500	0.00 ^a
1:3	-10	250	558.00±24.04 ^c
1:3	-10	500	571.00±15.56 ^{c d}
1:3	-15	250	614.00±4.24 ^{c f}
1:3	-15	500	622.00±25.46 ^{f g}
1:3	-20	250	664.00±12.73 ^{h i}
1:3	-20	500	672.00±5.66 ^j
1:4	-10	250	580.00±15.56 ^{c d}
1:4	-10	500	591.00±26.87 ^{d e}
1:4	-15	250	642.00±16.97 ^{g h}
1:4	-15	500	664.50±24.75 ^{h i}
1:4	-20	250	685.00±7.07 ^j
1:4	-20	500	689.00±4.24 ^j

*ค่าเฉลี่ย±SD เกิดจากการทดลองซ้ำ 3 ครั้ง.

ตัวอักษรที่ต่างกันในกลุ่มเดียวกันจะมีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ
(P≤0.05)

ตารางที่ ๓6 ปริมาณของแคโรทีนอยด์ที่สกัดได้ในสภาวะการสกัดต่างๆ*

อัตราส่วนน้ำมันต่อ เฮกเซน	อุณหภูมิ (°C) *	อัตราเร็วใบกวน (รอบต่อนาที) *	ปริมาณแคโรทีนอยด์ (พีพีเอ็ม) *
1:1	-10	250	0.00 ^a
1:1	-10	500	0.00 ^a
1:1	-15	250	0.00 ^a
1:1	-15	500	0.00 ^a
1:1	-20	250	0.00 ^a
1:1	-20	500	0.00 ^a
1:2	-10	250	0.00 ^a
1:2	-10	500	34.31±5.8 ^{d e}
1:2	-15	250	0.00 ^a
1:2	-15	500	24.98±1.97 ^c
1:2	-20	250	0.00 ^a
1:2	-20	500	0.00 ^a
1:3	-10	250	51.99±1.56 ^h
1:3	-10	500	49.34±0.62 ^{g h}
1:3	-15	250	33.25±1.05 ^{d e}
1:3	-15	500	44.12±2.70 ^f
1:3	-20	250	16.75±0.09 ^b
1:3	-20	500	33.81±0.40 ^{d e}
1:4	-10	250	47.99±2.77 ^g
1:4	-10	500	44.33±0.14 ^f
1:4	-15	250	36.46±2.09 ^c
1:4	-15	500	25.08±0.04 ^c
1:4	-20	250	31.58±0.10 ^d
1:4	-20	500	23.28±1.70 ^c

*ค่าเฉลี่ย±SD เกิดจากการทดลองซ้ำ 3 ครั้ง.

ตัวอักษรที่ต่างกันในกลุ่มเดียวกันจะมีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ
(P≤0.05)

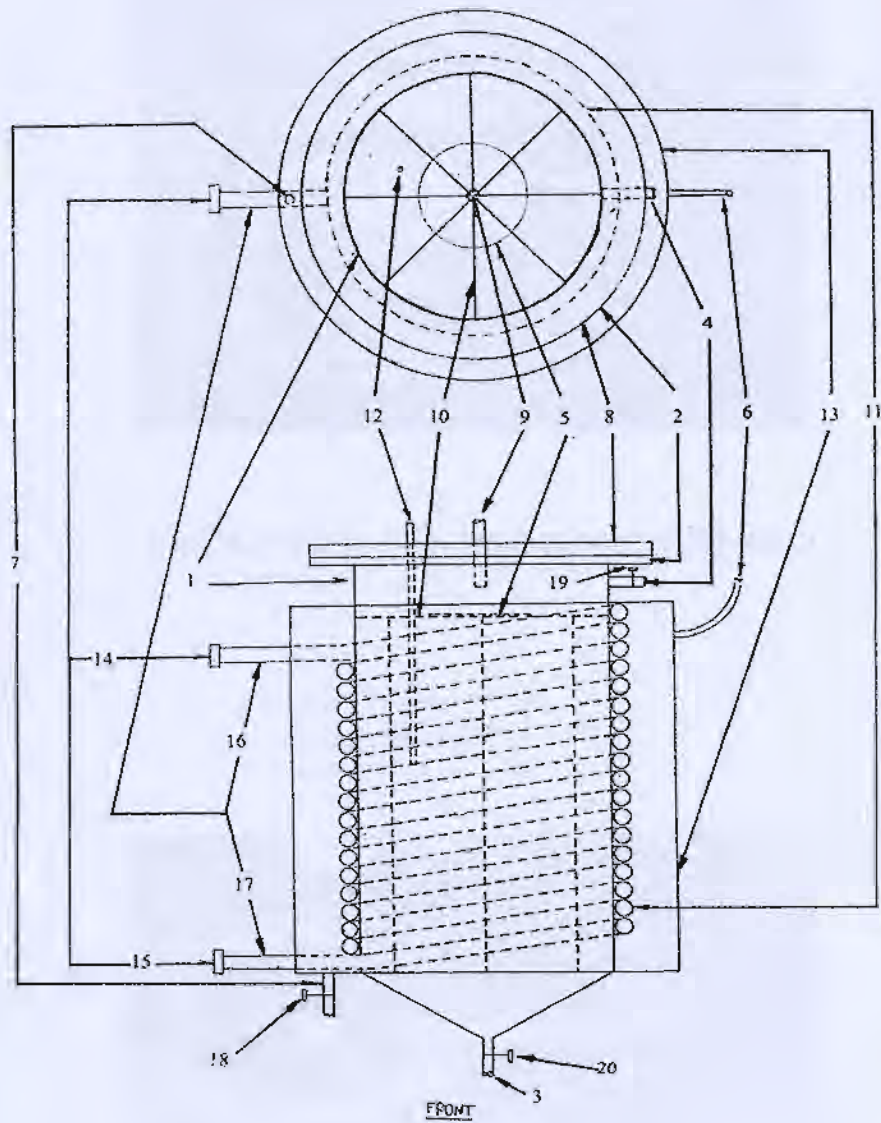
ภาคผนวก ข

ภาพรายละเอียดเครื่องสกัดแคโรทีนอยด์

ภาคผนวก ข

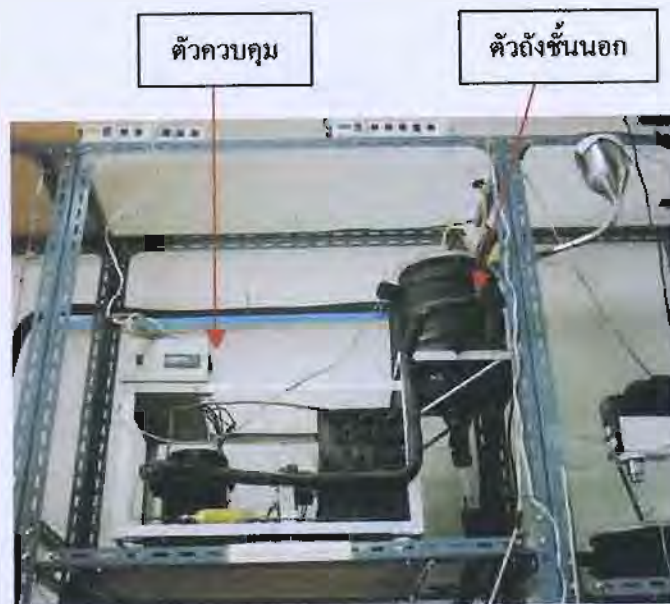
ภาพรายละเอียดเครื่องสกัดแคโรทีนอยด์

TOP



1

ภาพที่ ข 1 ภาพร่างของอุปกรณ์ลดอุณหภูมิไฮดรอน

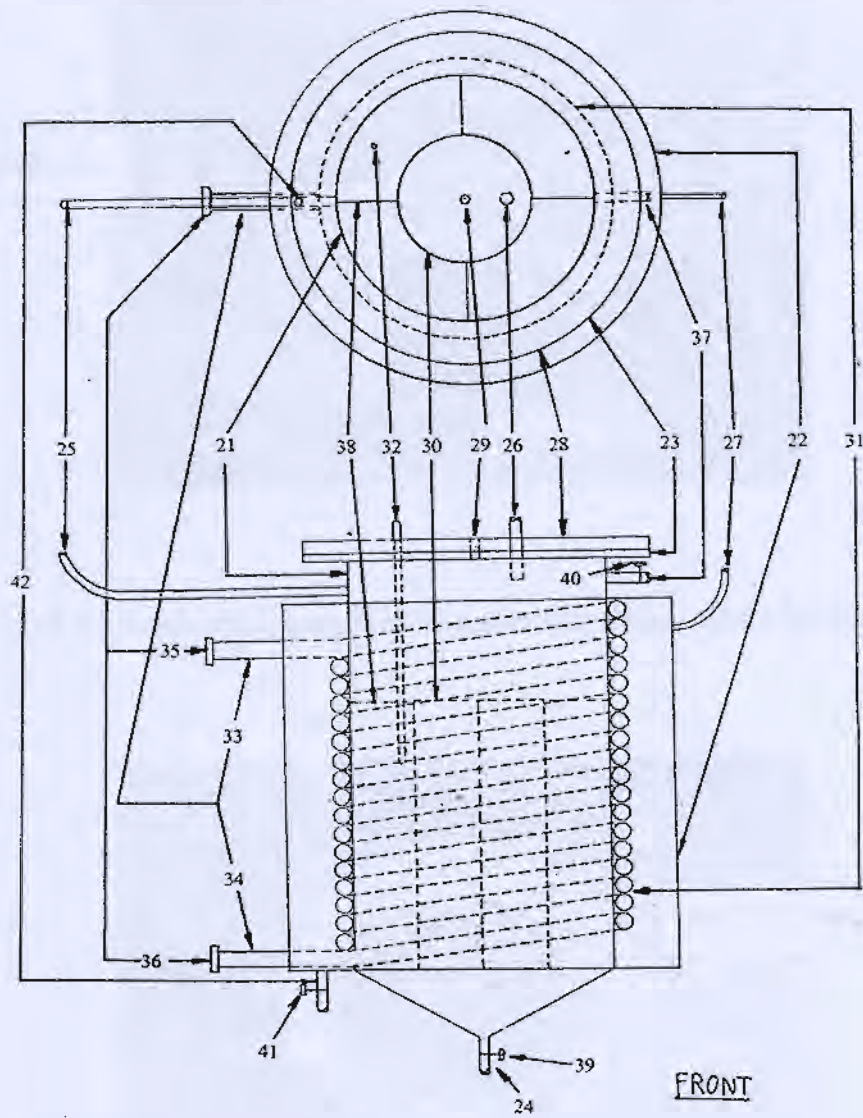


ภาพที่ ข 2 ภาพด้านหน้าของอุปกรณ์ลดอุณหภูมิไฮดรอลิก



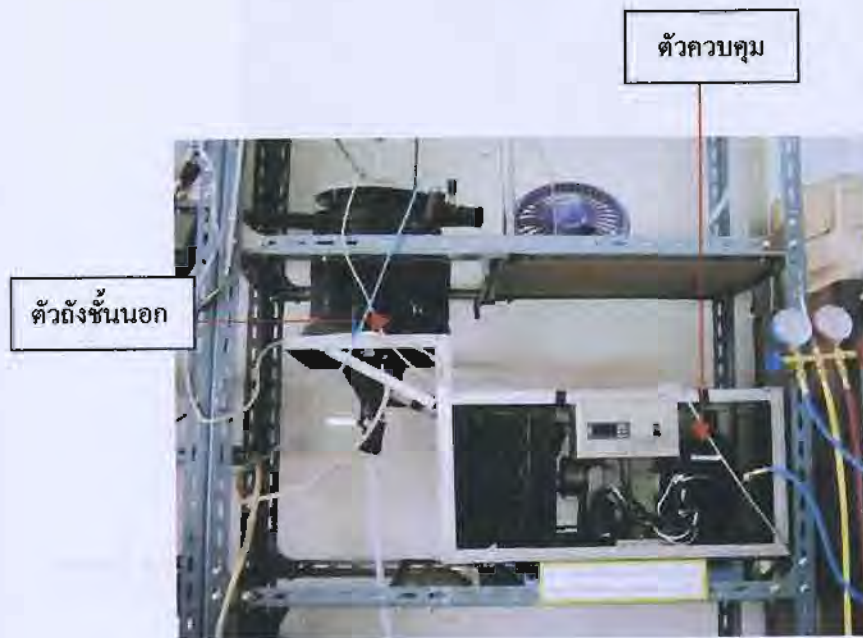
ภาพที่ ข 3 ภาพด้านในของอุปกรณ์ลดอุณหภูมิไฮดรอลิก

TOP



2

ภาพที่ ข 4 ภาพร่างของอุปกรณ์ผสมเฮกเซนกับน้ำมันปาล์มดิบที่กำลังจัดกันแล้ว



ภาพที่ ข 5 ภาพด้านหน้าของอุปกรณ์ผสมเฮกเซนกับน้ำมันปาล์มดิบที่กำลังจัดกัมแล้ว

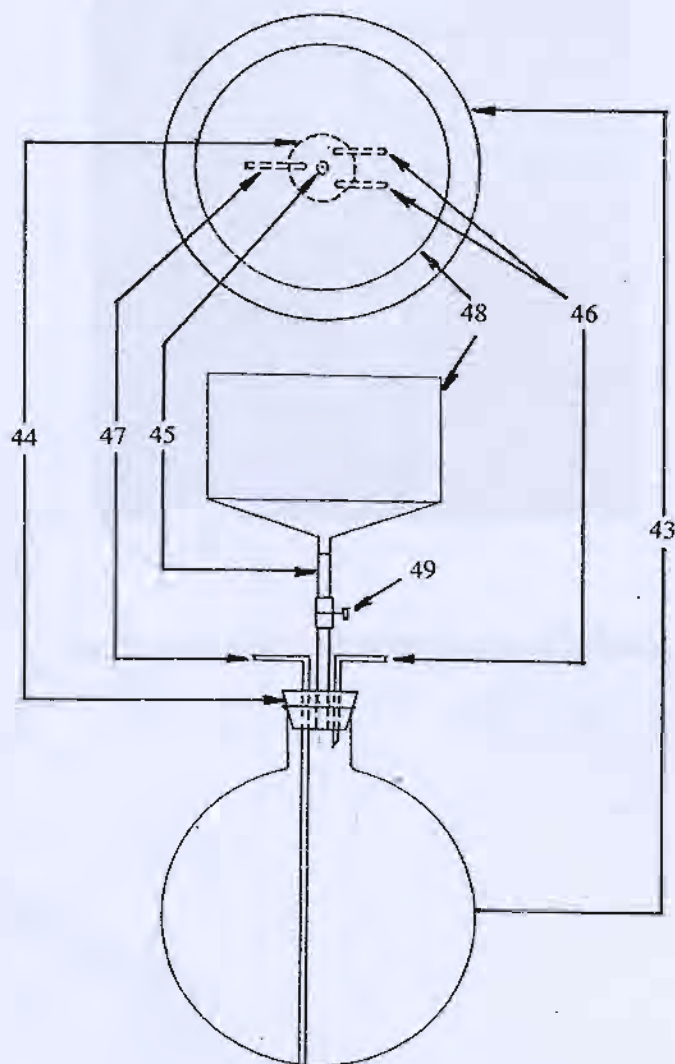


ภาพที่ ข 6 ภาพด้านในของอุปกรณ์ผสมเฮกเซนกับน้ำมันปาล์มดิบที่กำลังจัดกัมแล้ว



ภาพที่ ข 7 ใบกวนผสมของอุปกรณ์ผสมเฮกเซนกับน้ำมันปาล์มดิบที่กำลังจัดกัมแล้ว

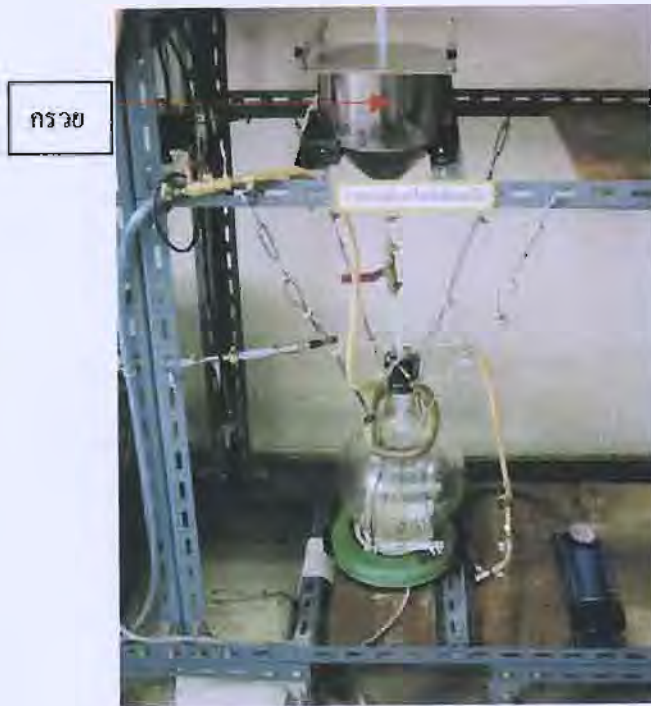
Top



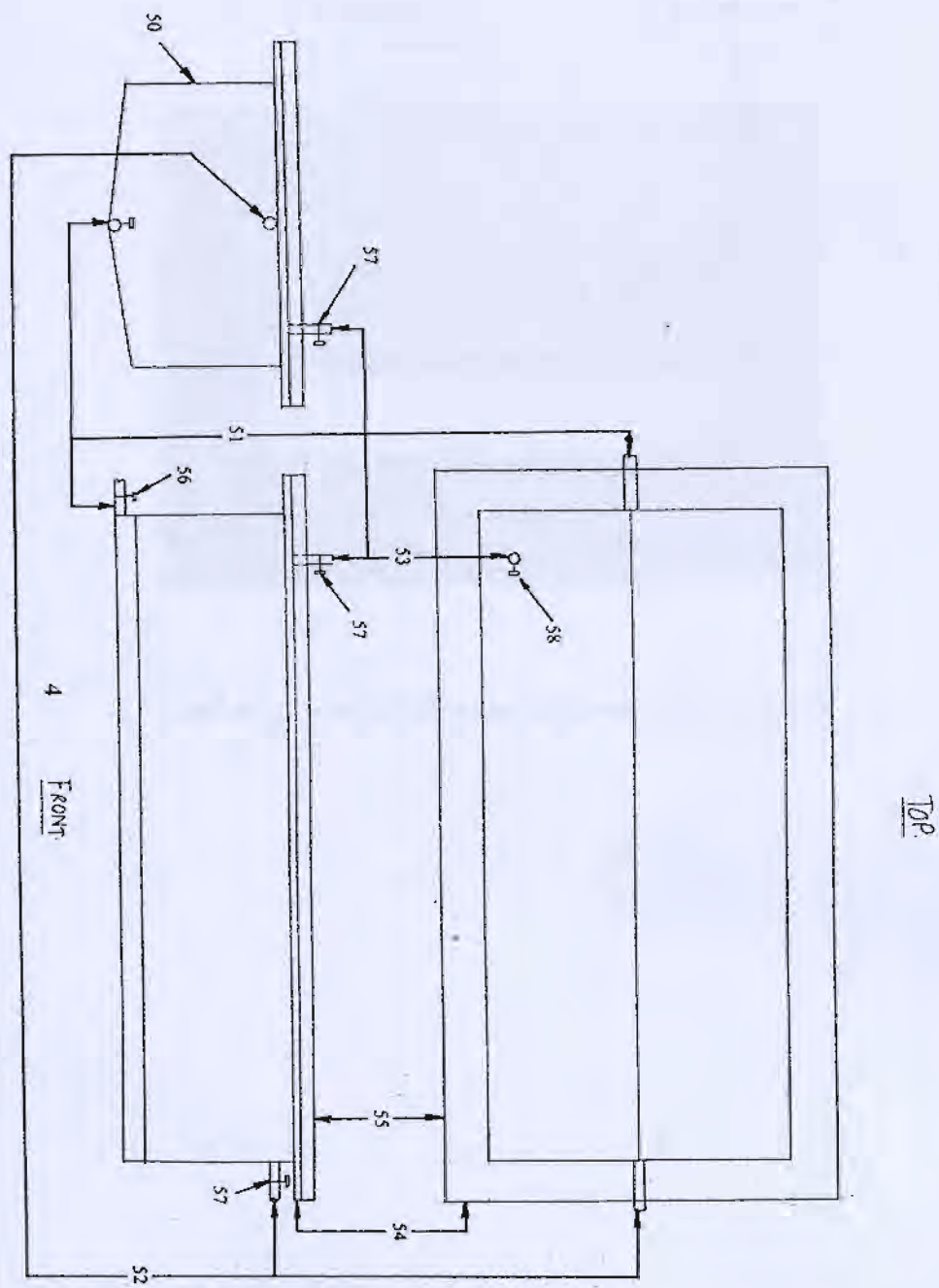
FRONT

3

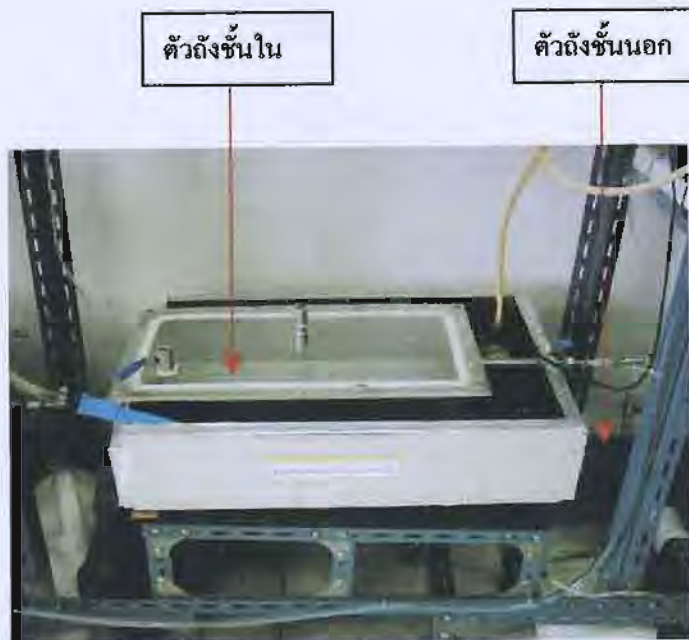
ภาพที่ ข 8 ภาพร่างของอุปกรณ์แยกผลึกไขมัน



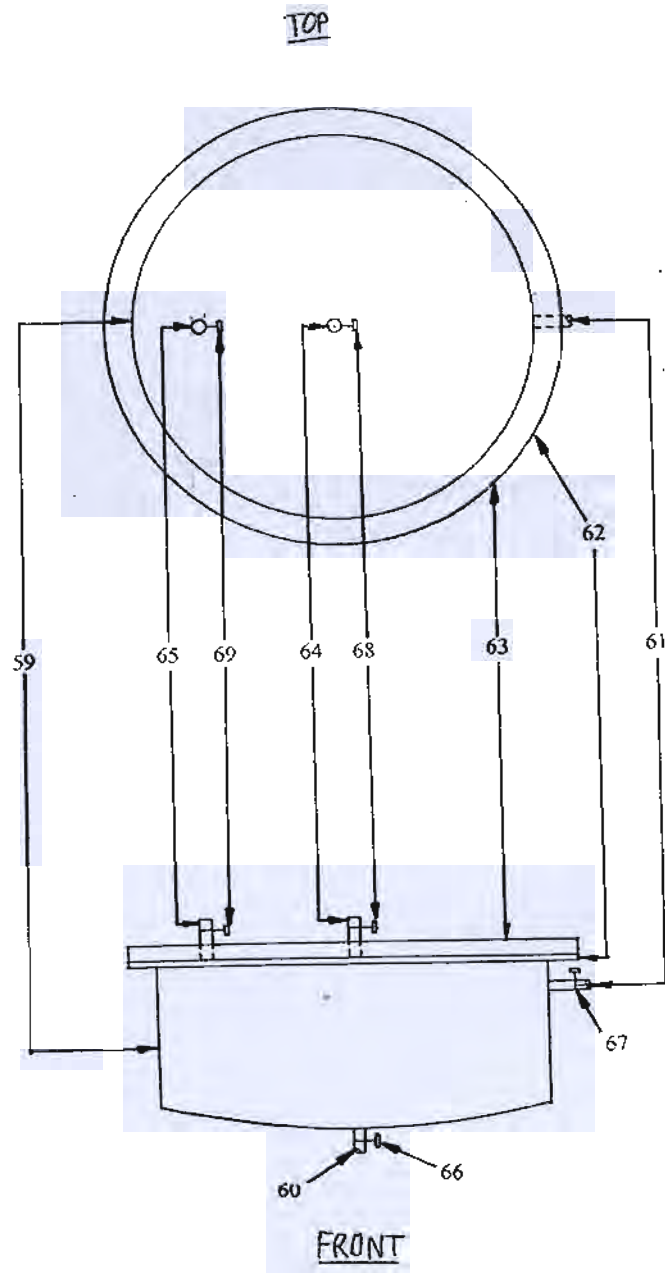
ภาพที่ ข 9 ภาพด้านหน้าของอุปกรณ์แยกผลิตภัณฑ์ปิโตรเลียม



ภาพที่ ข 10 ภาพร่างของอุปกรณ์แลกเปลี่ยนความร้อน



ภาพที่ ข 11 ภาพด้านหน้าของอุปกรณ์แลกเปลี่ยนความร้อน

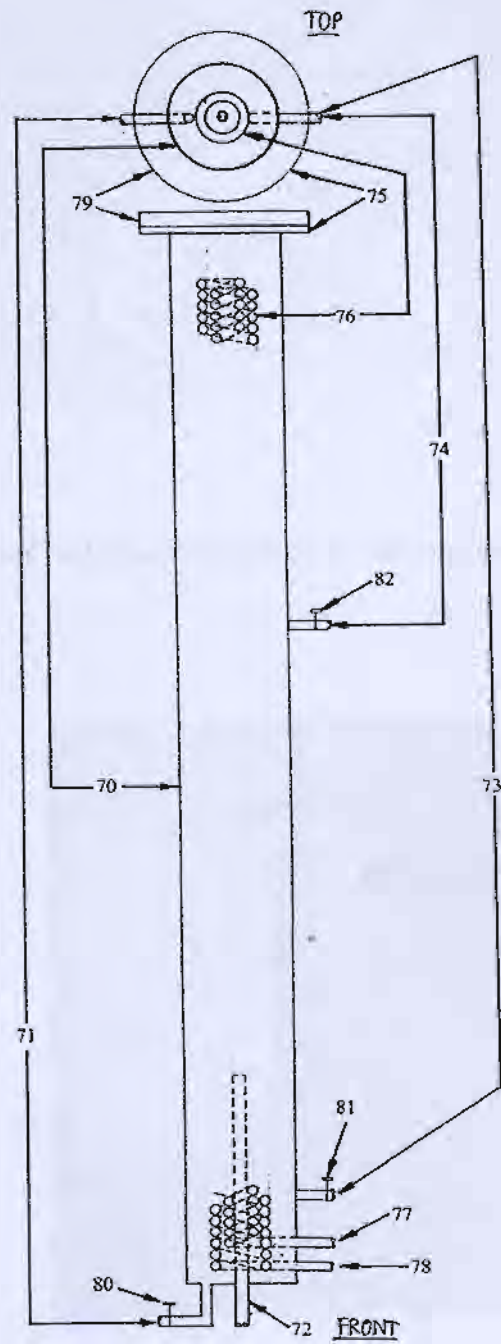


5

ภาพที่ ข 12 ภาพร่างของอุปกรณ์ระเหยเฮกเซน



ภาพที่ ข 13 ภาพด้านหน้าของอุปกรณ์ระเหยเฮกเซน



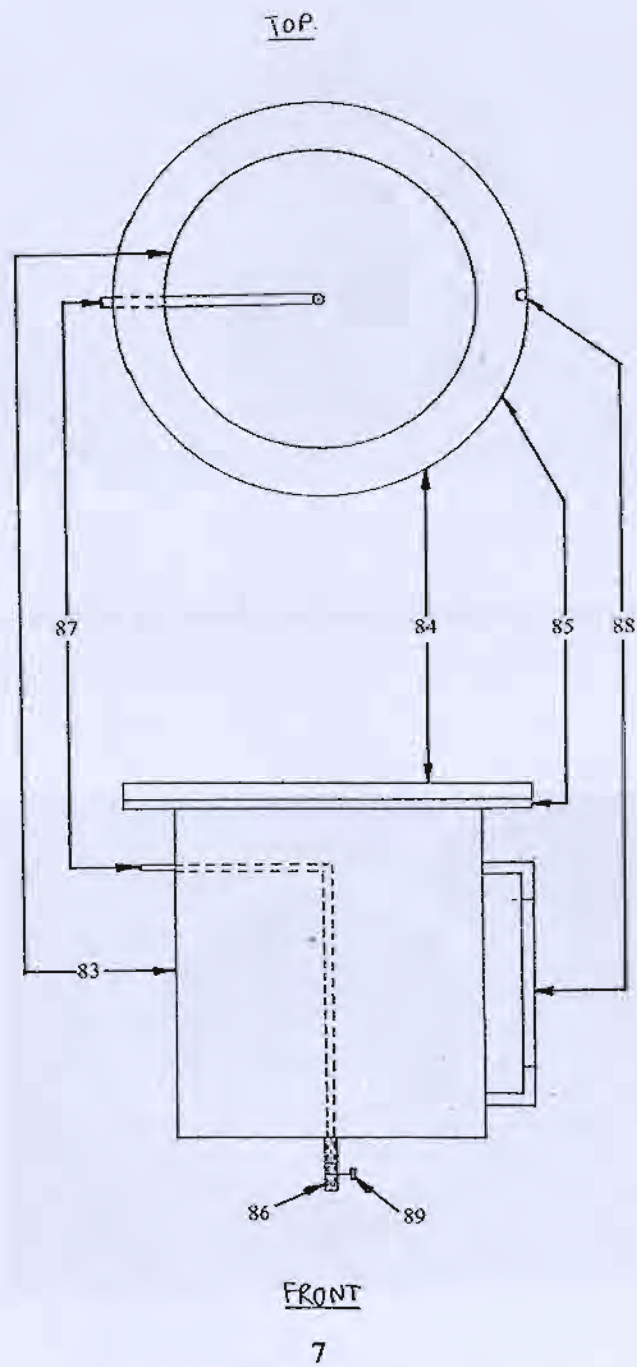
ภาพที่ ข 14 ภาพร่างของอุปกรณ์ความแน่นสกรู



ภาพที่ ข 15 ภาพด้านในของอุปกรณ์ควมแน่นเฮกเซน



ภาพที่ ข 16 ภาพด้านหน้าของอุปกรณ์ควมแน่นเฮกเซน



ภาพที่ ข 17 ภาพร่างของอุปกรณ์รวมรวมเอกสาร



ภาพที่ ข 18 ภาพด้านหน้าของอุปกรณ์รวบรวมเฮกเซน



ภาพที่ ข 19 ภาพด้านในของอุปกรณ์รวบรวมเฮกเซน



ภาพที่ ข 20 ภาพของอุปกรณ์สุญญากาศ

คำอธิบายหมายเลขในภาพร่างอุปกรณ์

1 ชุดอุปกรณ์ลดอุณหภูมิเฮกเซน

- 1 ตัวถังชั้นใน
- 2 ป่าแสดคนเลศ
- 3 ท่อทางระบายเฮกเซน
- 4 ท่อเติมเฮกเซน
- 5 แผ่นกระจายเฮกเซน
- 6 ท่อเติมโปร ไปลิน ไกลคอลกับน้ำ
- 7 ท่อถ่ายสารหล่อเย็นผสมระหว่าง โปร ไปลิน ไกลคอลกับน้ำที่ผ่านออกมาจากตัวถังชั้นนอก
ไปหล่อเย็นในคอยล์ของอุปกรณ์ควบแน่นเฮกเซน
- 8 ฝาอะครีลิก
- 9 ท่อน้ำเฮกเซนที่ใช้แล้วและผ่านการควบแน่นกลับเข้าสู่อุปกรณ์
- 10 ครีบกั้นกระจายความเย็น
- 11 คอยล์ความเย็น
- 12 แท่งส่งผ่านความเย็น
- 13 ตัวถังชั้นนอก
- 14 หัวแฟร์ท่อทางเข้าน้ำยาทำความเย็น
- 15 หัวแฟร์ท่อทางออกน้ำยาทำความเย็น
- 16 ท่อทางเข้าน้ำยาทำความเย็น
- 17 ท่อทางออกน้ำยาทำความเย็น
- 18 วาล์วท่อถ่ายสารหล่อเย็นผสมระหว่าง โปร ไปลิน ไกลคอลกับน้ำที่ผ่านออกมาจากตัวถังชั้น
นอกไปหล่อเย็นในคอยล์ของอุปกรณ์ควบแน่นเฮกเซน
- 19 วาล์วท่อเติมเฮกเซน
- 20 วาล์วท่อทางระบายเฮกเซน

2 ชุดอุปกรณ์ผสมเฮกเซนกับน้ำมันปาล์มดิบที่กำจัดกัมแล้ว

- 21 ตัวถังชั้นใน
- 22 ตัวถังชั้นนอก
- 23 ป่าสแตนเลส
- 24 ท่อทางระบายเฮกเซนลงสู่อุปกรณ์แยกผลึกไขมัน
- 25 ท่อส่งเฮกเซนออกมาจากอุปกรณ์ที่ใช้ในการแช่เย็นเฮกเซน
- 26 ทางเข้าน้ำมัน
- 27 ท่อเดิม โพร ไปลิน ไกลคอลกับน้ำ
- 28 ฝาอะครีลิก
- 29 ทางเข้าแกนใบกวนเครื่องกวนผสม
- 30 ท่อควบคุมทิศทางการกวนผสม
- 31 คอยล์ความเย็น
- 32 แท่งส่งผ่านความเย็น
- 33 ท่อทางเข้าน้ำยาทำความเย็น
- 34 ท่อทางออกน้ำยาทำความเย็น
- 35 หัวแฟร์ท่อทางเข้าน้ำยาทำความเย็น
- 36 หัวแฟร์ท่อทางออกน้ำยาทำความเย็น
- 37 ท่อควบคุมอากาศเข้าหรือออกจากอุปกรณ์
- 38 ครีบบังคับท่อควบคุมทิศทางการกวนผสม
- 39 วาล์วท่อทางระบายเฮกเซนลงสู่อุปกรณ์แยกผลึกไขมัน
- 40 วาล์วท่อควบคุมอากาศเข้าหรือออกจากอุปกรณ์
- 41 วาล์วท่อถ่ายสารหล่อเย็นผสมระหว่าง โพร ไปลิน ไกลคอลกับน้ำ
- 42 ท่อถ่ายสารหล่อเย็นผสมระหว่าง โพร ไปลิน ไกลคอลกับน้ำ

3 ชุดอุปกรณ์แยกผลึกไขมัน

- 43 ตัวถังอุปกรณ์เป็นทรงกลม
- 44 ฝาข้างสังเคราะห์
- 45 ท่อ PTFE ที่มาจากกรวยกรองสแตนเลส
- 46 ท่อแก้วร่วมกับท่อยาง Latex เพื่ออัดอากาศเข้าและดูดอากาศออก
- 47 ท่อส่งสารผสมไปยังอุปกรณ์แลกเปลี่ยนความร้อน

48 กรวยกรองสแตนเลส

49 วาล์วเปิดและปิดท่อ PTFE ที่มาจากกรวยกรองสแตนเลส

4 ชุดอุปกรณ์แลกเปลี่ยนความร้อน

50 ตัวถังชั้นใน

51 ท่อส่งถ่ายของเหลวผสมจากตัวถังชั้นในไปยังอุปกรณ์ระเหยสูญญากาศ

52 ท่อรับของเหลวผสมที่ผ่านการแยกไขมันออกแล้ว

53 ท่อควบคุมอากาศเข้าหรือออกจากอุปกรณ์

54 บำบัดสแตนเลสหนา

55 ฝาอะคริลิก

56 วาล์วท่อส่งถ่ายของเหลวผสมจากตัวถังชั้นในไปยังอุปกรณ์ระเหยสูญญากาศ

57 วาล์วท่อรับของเหลวผสมที่ผ่านการแยกไขมันออกแล้ว

58 วาล์วท่อควบคุมอากาศเข้าหรือออกจากอุปกรณ์

5 ชุดอุปกรณ์ระเหยเฮกเซน

59 ตัวถังชั้นใน

60 ท่อส่งถ่ายของเหลวผสมจากตัวถังชั้นในที่ผ่านการระเหยเอาเฮกเซนออกแล้วไปยังภาชนะเก็บตัวอย่าง

61 ท่อรับสารผสมที่สกัดได้จากอุปกรณ์แลกเปลี่ยนความร้อน

62 บำบัดสแตนเลสหนา

63 ฝาอะคริลิก

64 ท่อส่งไอเฮกเซนไปยังอุปกรณ์ควบแน่นเฮกเซน

65 ท่อควบคุมอากาศเข้าหรือออกจากอุปกรณ์

66 วาล์วท่อส่งถ่ายของเหลวผสมจากตัวถังชั้นในที่ผ่านการระเหยเอาเฮกเซนออกแล้วไปยังภาชนะเก็บตัวอย่าง

67 วาล์วท่อรับสารผสมที่สกัดได้จากอุปกรณ์แลกเปลี่ยนความร้อน

68 วาล์วท่อส่งไอเฮกเซนไปยังอุปกรณ์ควบแน่นเฮกเซน

69 วาล์วท่อควบคุมอากาศเข้าหรือออกจากอุปกรณ์

6 ชุดอุปกรณ์ควมแน่นเฮกเซน

70 คิวถึง

71 ท่อส่งเฮกเซนที่ถูกควมแน่นกลับ ไปเป็นของเหลวแล้วไปยังอุปกรณ์รวรวมเฮกเซน

72 ท่อรับไอระเหยของเฮกเซน

73 ท่อระบบสุญญากาศ

74 ท่อทางให้อากาศเข้า

75 บ้าสแคนเลสหนา

76 คอยด์สารหล่อเย็นผสมระหว่าง โพร ไปลีน ไกลคอลกับน้ำ

77 ทางเข้าสารหล่อเย็นผสมระหว่าง โพร ไปลีน ไกลคอลกับน้ำ

78 ทางออกสารหล่อเย็นผสมระหว่าง โพร ไปลีน ไกลคอลกับน้ำ

79 ฝาอะครีค

80 วาวล์ท่อส่งเฮกเซนที่ถูกควมแน่นกลับ ไปเป็นของเหลวแล้วไปยังอุปกรณ์รวรวมเฮกเซน

81 วาวล์ท่อระบบสุญญากาศ

82 วาวล์ท่อทางให้อากาศเข้า

7 ชุดอุปกรณ์รวรวมเฮกเซน

83 คิวถึง

84 ฝาอะครีค

85 บ้าสแคนเลส

86 ท่อระบายเฮกเซนออกจากระบบ

87 ท่อนำเฮกเซนกลับเข้าสู่อุปกรณ์ที่ใช้ในการแช่เย็นเฮกเซน

88 ท่อสังเกตระดับแสดงปริมาณเฮกเซน

89 วาวล์ท่อระบายเฮกเซนออกจากระบบ

ภาคผนวก ค

วิธีการวิเคราะห์

1) วิธีการวัดปริมาณแคโรทีนอยด์รวมด้วยวิธีการวัดการดูดกลืนแสง (สเปกโตรโฟโตเมตรี) (Lee and Castle, 2001)

- 1) สแกนหาความยาวคลื่นที่เหมาะสมในการวัดปริมาณแคโรทีนอยด์
- 2) ทำกราฟมาตรฐานเบต้าแคโรทีน
- 3) ชั่งตัวอย่าง 100 มิลลิกรัม (ทศนิยม 4 ตำแหน่ง) ด้วยเครื่องชั่ง analytical balance ละลายในเฮกเซน และปรับปริมาตรจนครบ 25 มิลลิลิตร วัดค่าการดูดกลืนคลื่นแสงที่ 450 นาโนเมตร และคำนวณความเข้มข้น (ไมโครกรัม/มิลลิลิตร) เทียบจากกราฟมาตรฐานเบต้าแคโรทีน

2) สภาพะในการหาปริมาณเฮกเซนตกค้างด้วย GC (GC and GC/MS applications in the essential chromatography catalog of Agilent technologies, 2006)

วิธีการ : ใช้เทคนิคการวิเคราะห์ด้วย GC

เครื่องมือ : Gas Chromatography (GC) ยี่ห้อ Hewlett packard รุ่น HP 6890

Column : HP-INNOWAX (30m x 0.25mm x 0.25 μ m)

สภาวะเครื่องมือ

อุณหภูมิ column : 35°C (4 min), 35-150°C (7°C /min), 150-200°C (15°C /min)

Inlet : 150 °C

Detector : 300 °C (FID)

Flow : 1 ml/min (He)

Split Ratio : 50:1

Injection volume: 1 μ l

การเตรียมตัวอย่าง

- 1) ชั่งสารตัวอย่าง 0.0500 กรัม ละลายใน Methanol (HPLC grade) 3 มิลลิลิตร
- 2) นำสารละลายที่ได้ไปวิเคราะห์ด้วย GC

คำนวณความเข้มข้นเฮกเซนที่ตกค้าง (พีพีเอ็ม)

3) วิธีการวิเคราะห์ Acid value หรือ Free Fatty Acid (นิธิยา, 2001)

- 1) ผสมโคเอทริลอีเทอร์ 25 มิลลิลิตร กับ เอธิลแอลกอฮอล์ 25 มิลลิลิตร เติมน้ำละลาย ฟีนอล์ฟทาเลิน ความเข้มข้น 1 % 1 มิลลิลิตร ทำให้เป็นกลางด้วยการไตเตรดกับสารละลายค่างโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ (ใช้ประมาณ 2-3 หยด)
- 2) ชั่งน้ำมันตัวอย่าง ด้วยน้ำหนักที่แน่นอน (2-5 กรัม) ในฟลasks ขนาด 125 มิลลิลิตร ที่แห้งสนิท
- 3) เติมน้ำละลายผสมจากข้อที่ 1 ลงในน้ำมันตัวอย่าง ไตเตรดด้วย สารละลายค่างโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ จนได้สีชมพูคงตัวอยู่นาน 15 วินาที จดปริมาณค่างที่ใช้ (ไม่ควรใช้ค่างเกิน 10 มิลลิลิตร ถ้าใช้มากกว่า 10 มิลลิลิตร ต้องทดลองใหม่ โดยชั่งน้ำมันตัวอย่างให้น้อยลง)

$$\text{วิธีคำนวณ Acid Value} = (V \times 5.61)/W$$

V = จำนวนมิลลิลิตรของสารละลายโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ ที่ใช้

W = น้ำหนักของน้ำมันตัวอย่างที่ใช้

4) วิธีการวิเคราะห์ arsenic, cadmium, lead, selenium zinc (AOAC official method 986.15, 2000)

1) หลักการ

ตัวอย่างจะถูกย่อยด้วยกรดไนตริก ในระบบปิด Cd และ Pb จะวิเคราะห์โดย anodic stripping voltammetry (ASV) แต่ As, Se, and Zn จะวิเคราะห์โดย atomic absorption spectrophotometry (AAS)

2) อุปกรณ์

2.1) Polarograph.-ที่มีชุด anodic stripping

เครื่องมืออื่นๆ เช่น wax impregnated graphite

2.2) Atomic absorption spectrophotometer.- ที่มีหลอด cathode ของ Zn, As, and Se หรือหลอด As and Se , 3 slot, มี Bolling burner head ขนาด 10 cm, air-C₂H₂ and H₂-N₂-entrained air flames, และ deuterium arc background corrector

2.3) Decomposition vessel.-70 ml.

2.4) Hydride generator. ประกอบด้วย (1) Flat bottom flask.-ชนิด Borosilicate glass, ขนาด 50 ml (Corning No. 5160, หรือเทียบเท่า) (2) Stopper fittings.-สอง รู (1 รูอยู่ตรงกลาง) No. 9 rubber stopper ที่มีขนาดพอดีกับ gas outlet tube ขนาด 100 mm x 1/8 in (3 mm) id เป็นท่อ polyethylene ที่มีรูตรงกลาง ใส่ท่อทางออก แก๊สด้านล่าง ขนาด 1 in (25 mm) ที่มี segment 5/8 in (16 mm) เป็นท่อ polyethylene ที่มีรูด้านล่างขนาด 3 mm สวม ท่อที่มีรู 2 รู ขนาด 75 mm x 1/8 in (3 mm) id เป็นท่อ polyethylene ซึ่งเป็นท่อทางเข้าของ N_2 ปิดด้านล่างด้วย burner และเจาะรูหลายๆรูที่ชิดด้วย gage needle เบอร์ 21 เติร์ม ท่อขนาด 500 mm x 1/16 in (1.5 mm) id เป็นท่อ polyethylene ปิดปลายท่อด้านหนึ่งด้วย septum ต่ออีกด้านหนึ่งเข้ากับ AA spectrophotometer ด้วยท่อ Tygon ขนาด 500 mm โดยมีความยาว 75 mm จาก mixing chamber และ attaching tubing (3) Generator mount.-ประกอบด้วย ท่อขนาด 64 mm x 0.5 in (13 mm) id ที่ต่อไปที่ ring stand ด้วย clamp holder ใช้ extension clamp จับท่อและทำให้ clamp หมุน ได้ 180° เชื่อม rubber stopper ของ hydride generator ไปที่ extension clamp ด้วย stiff wire คอนทำงานให้ใส่ generator flask ระหว่าง extension clamp ใส่ stopper ที่คอ flask จากนั้น จึงเติมตัวอย่างและ sodium borohydride เพื่อที่จะผสมได้อย่าง รวดเร็วและสามารถทำได้ใหม่อย่างรวดเร็ว

2.5) ปิเปต-ขนาด 50 และ 100 μ l (Eppendorf micropipets) หรือเทียบเท่า

3) สารเคมี

ใช้น้ำกลั่น 2 ครั้งล้างเครื่องแก้วผสมกับ HNO_3 [1+1] และตามด้วยน้ำกลั่นอีกครั้งหนึ่ง วิธีการล้างสิ่งเจือปนออกจาก digestion vessels ทำได้โดยล้างออกด้วย reagents ที่ใช้ในการ digestion ล้างด้วยน้ำกลั่น การล้างสิ่งเจือปนนี้มีความจำเป็นมากเพื่อป้องกันการอ่านค่าโลหะหนักที่คลาดเคลื่อน โดยเฉพาะอย่างยิ่งค่าของ Pb

3.1) กรด-(1) Nitric acid-Redistilled (2) Perchloric acid-70%, double vacuum distilled (3) Hydrochloric acid-8 M, เจือจางด้วยกรด HCl 66 ml และปรับ ปริมาตรให้เป็น 100 ml ด้วยน้ำ

3.2) สารละลาย Nitrate-มีค่าโมลาร์เท่ากับสารละลายของ KNO_3 and $NaNO_3$,- ละลาย KNO_3 54.3 g และ $NaNO_3$ 45.7 g ในน้ำใน volumetric flask ขนาด 200 ml โดยปรับปริมาตรให้ครบ 200 ml หยด NH_4OH 1-2 หยด ลงในสารละลาย 25 ml และสกัดด้วย 10 μ g dithizone/ml CCl_4 2 ml จนกระทั่ง ตัวทำละลายที่อยู่ชั้นล่างไม่มีสี

- 3.3) สารละลาย Magnesium- (1) สารละลาย Magnesium chloride-37.5 mg/ml ละลาย MgO , USP, 3.75 g โดยเติม 8 M HCl ที่ละน้อยจนครบปริมาตร 100 ml (2) สารละลาย Magnesium nitrate-75 mg/ml ผสม MgO , USP, 3.75 g ด้วยน้ำ 30 ml เติม HNO_3 ช้าๆ 10 ml ปล่อยให้เย็น เจือจางให้ได้ 50 ml ด้วยน้ำ
- 3.4) สารละลาย Sodium borohydride-4.0 g NaBH_4 /100 ml 4% NaOH .
- 3.5) สารละลาย Potassium iodide-ละลาย KI 20 g ในน้ำ และเจือจางให้ครบ 100 ml เตรียมก่อนใช้
- 3.6) ผงโลหะ -สำหรับ Cd, Pb และ Zn ความบริสุทธิ์ 99.99 + % แต่ Se ความบริสุทธิ์ 99.99%
- 3.7) สารละลาย Cadmium standard-(1) สารละลาย Stock-1 mg/ml ละลาย ผง Cd 1.000 g ใน HNO_3 20 ml (1+1) volumetric flask ขนาด 1 l และปรับปริมาตรให้ครบด้วยน้ำ (2) สารละลาย Working -2 $\mu\text{g/ml}$ เตรียมโดย ปิเปตสารละลาย stock 10 ml ลงใน volumetric flask ขนาด 100 ml และปรับปริมาตรให้ครบด้วยน้ำ ปิเปตสารละลายที่เจือจางแล้ว 2 ml ลงใน volumetric flask ขนาด 100 ml และปรับปริมาตรให้ครบด้วยน้ำ
- 3.8) สารละลาย Lead standard-(1) สารละลาย Stock-1 mg/ml ละลาย ผง Pb 1.000 g ใน HNO_3 20 ml (1+1) ใน volumetric flask ขนาด 1 l และปรับปริมาตรให้ครบด้วยน้ำ (2) สารละลาย Working-5 $\mu\text{g/ml}$ เตรียมโดย ปิเปตสารละลาย stock 1 ml ลงใน volumetric flask ขนาด 200 ml และปรับปริมาตรให้ครบด้วยน้ำ
- 3.9) สารละลาย Zinc standard -(1) สารละลาย Stock-1 mg/ml ละลาย ผง Zn 1.000 g ใน HCl 20 ml (1+1) ใน volumetric flask ขนาด 1 l และปรับปริมาตรให้ครบด้วยน้ำ (2) สารละลาย Working -0.2, 0.5, 1.0 และ 1.5 $\mu\text{g/ml}$ ปิเปตสารละลาย stock 1 ml ลงใน volumetric flask ขนาด 100 ml และปรับปริมาตรให้ครบด้วยน้ำ ปิเปตสารละลายที่เจือจางแล้ว 2, 5, 10 และ 15 ml ลงใน volumetric flask ขนาด 100 ml ซึ่งในแต่ละ flask จะเติม HClO_4 1 ml และ ปรับปริมาตรให้ครบด้วยน้ำ
- 3.10) สารละลาย Arsenic standard-(1) สารละลาย Stock-ละลาย As_2O_3 1.320 g ใน 20% NaOH ในปริมาตรน้อยที่สุด ใน volumetric flask ขนาด 1 l ปรับให้เป็นกรดด้วย HCl (1+1) และปรับปริมาตรให้ครบด้วยน้ำ (2) สารละลาย Working -1, 2, 3, 4, และ 5 $\mu\text{g/ml}$ ปิเปตสารละลาย stock 10 ml ลงใน volumetric flask ขนาด 100 ml และปรับปริมาตรให้ครบด้วยน้ำ ปิเปต 1, 2, 3, 4, and 5 ml สาร

ละลายเจือจางใน volumetric flask ขนาด 100 ml และปรับปริมาตรให้ครบด้วยน้ำ

3.11) สารละลาย Selenium standard -(1) สารละลาย Stock-1 mg/ml ละลาย ผง Se 1.000 g ใน HNO_3 ในปริมาณต่ำที่สุด ใน ปีกเกอร์ ขนาด 200 ml และระเหย ให้แห้ง เติมน้ำ 2 ml และระเหยให้แห้ง ทำซ้ำ 2 ครั้ง ละลายใน HCl (1+9) ใน ปริมาณต่ำที่สุด ใน volumetric flask ขนาด 1 l และปรับปริมาตรให้ครบด้วย HCl (1+9) (2) สารละลาย Working -1, 2, 3, 4, และ 5 $\mu\text{g/ml}$ ปิเปิดสารละลาย stock 10 ml ลงใน volumetric flask ขนาด 100 ml และปรับปริมาตรให้ครบด้วยน้ำ ปิเปิด 1, 2, 3, 4, and 5 ml สารละลายเจือจางใน volumetric flask ขนาด 100 ml และปรับปริมาตรให้ครบด้วยน้ำ

4) การย่อยในระบบปิด

ชั่งตัวอย่าง 0.3 g (น้ำหนักแห้ง) ใส่ลงใน decomposition vessel เติม HNO_3 5 ml ปิดฝา และให้ความร้อนในตู้อบ 150°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นใน hood นำ vessel ออกจาก jacket และ ถ่ายลงใน volumetric flask ขนาด 10 ml เติมน้ำ 4 ml ลงใน vessel ปิดฝา กลับไปมาหลายครั้ง และล้างลงใน flask ปรับ ปริมาตรด้วยน้ำและผสมให้เข้ากัน

5) Hanodic Stripping Voltammetry

(สำหรับ Cd และ Pb)

ปิเปิดตัวอย่างที่ผ่านการย่อยแล้ว 50 ml ลงใน Vycor crucible และเติมสารละลาย nitrate 2 ml ให้ความร้อนอ่อนๆด้วย hot plate เพื่อทำให้แห้ง จากนั้นเพิ่มความร้อนถึงจุดสูงสุด ประมาณ 375°C เกลือ Nitrate จะละลายและ ย่อยสารอินทรีย์ในช่วงเวลา 15-20 นาที ใส่ crucibles ในเตาเผาที่ 450°C เพื่อ oxidize carbonaceous matter ที่เหลือ (10-20 min) การย่อยจะสมบูรณ์เมื่อได้สารละลายใส ทิ้งให้เย็น และเติม HNO_3 (1+1) 1 ml เพื่อที่จะ ละลายของแข็ง และให้ความร้อนบน hot plat ให้แห้ง เพื่อลด carbonates and nitrites และเพื่อควบคุมค่าความเป็นกรด ละลาย HNO_3 0.5 ml (0.5 ml/l) อุณหภูมิบน hot plat เพื่อให้เกิดการละลายเร็วขึ้น ถ่ายลงใน polarographic cell ด้วยน้ำ 5.0 ml ผ่าน O_2 -free N_2 ลงในสารละลายเป็นเวลา 5 นาที

เซต dial สำหรับหาค่า Hg ที่ divisions 4 กวนสารละลายด้วย magnetic stirrer อัตราเร็วคงที่ เลื่อนสวิตช์ไปที่ "Ext. Cell" และจับเวลา 120 วินาที ด้วยนาฬิกาจับเวลา ปิด stirrer และตั้งทิ้งไว้ 30 วินาที กดปุ่ม "Scan" หา peaks ของ Cd และ Pb ที่ -0.57 และ -0.43 V

เติม standard แต่ละชนิดที่ทราบปริมาณแน่นอน เพื่อใช้ทดสอบสารละลายในเซลล์ จาก ปิเปต Eppendorf ควรเติมในปริมาณ 1 x 2 x etc. ของปริมาณโลหะหนักเริ่มต้นในเซลล์ และการเติมแต่ละครั้งไม่ควรเปลี่ยนแปลงไปจากปริมาณเริ่มต้น อย่างมีนัยสำคัญ ภายหลังการเติม ใช้ก๊าซ N_2 ผ่านลงในสารละลาย พลอต μg ของโลหะหนัก ที่เติมลงไปเพิ่มบนแกน x และความสูงของ peak บนแกน y

โลหะหนัก/ μg โลหะหนัก/g ตัวอย่าง = $(M-M')/g$ ตัวอย่าง $\times 10/ml$ ปริมาตรสารละลายที่ใช้

ขณะที่ M และ $M' = \mu g$ ของโลหะหนักจาก standard curve ที่ใช้ทดสอบ ตัวอย่างและblank

6) Atomic absorption Spectrophotometry (สำหรับ As, Se และ Zn)

6.1) Arsenic-ปิเปตตัวอย่าง 50 ml ลงใน round flat-bottom flask และ เติมสารละลาย $Mg(NO_3)_2$ 1 ml ให้ความร้อนด้วย hot plate ด้วยความร้อนต่ำเพื่อให้แห้ง และจึงเพิ่มความร้อนขึ้นถึงสูงสุด ประมาณ $375^\circ C$ นำ flask เข้าเตาเผาที่ $450^\circ C$ เพื่อที่จะ oxidize สารพวก carbonaceous matter และ ทำลาย $Mg(NO_3)_2$ ที่มากเกินไป (≥ 30 min) ทิ้งให้เย็น และละลาย ใน 8 M HCl 2.0 ml เติม 20% KI 0.1 ml เพื่อที่จะ reduce As^{5+} ให้เป็น As^{3+} และตั้งทิ้งไว้ ≥ 2 min. Conduct reagent blank with sample.

เตรียม standards โดยใช้ flasks ขนาด 50 ml 6 flasks (แบบเดียวกับที่ใช้กับตัวอย่าง) เติมสารละลาย $MgCl_2$ 2.0 ml และเติมสารละลาย working standard ในอีก 5 flasks 50 μl โดยทำเป็นสแต็ป จะได้สารละลายที่มี As 0, 0.05, 0.1, 0.15, 0.20 และ 0.25 μg เติม 20% KI 0.1 ml ทุก flask ผสม และตั้งทิ้งไว้ ≥ 2 min.

ต่อ generator กับเครื่องมือ และปรับความดัน และอัตราการไหลของ H_2 - H_2 -entrained air flame และใช้ As lamp และปรับ recorder เป็น 20 mm/min

เติมสารละลาย 4% $NaBH_4$ 2.0 ml ใน reagent dispenser ของ generator และใส่ rubber stopper ที่คอของ flask ที่มีตัวอย่าง หรือ standard เมื่อ recorder pen กลับสู่ baseline ดึง stopper ออกจาก flask และล้าง reagent dispenser ด้วยน้ำ และดูดน้ำออก และจึงทำตัวอย่าง หรือ standard ตัวต่อไป

พลอต calibration curve ของ μg ของ As กับค่า A. และหา μg ของ As ในตัวอย่างจาก curve นี้ได้

6.2) Selenium-เตรียมเหมือน Arsenic แต่ใช้ Se lamp และ standard แต่ไม่ต้องเติม สารละลาย KI สารละลาย KI จะไป reduce Se ไปอยู่ในสถานะ elemental state และทำให้สัญญาณขาดหายไป ปิด flask ด้วยกระจกนาฬิกาขนาดเล็กและ ตั้งบน steam bath 10 นาที และทำให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง

6.3) Zinc-ปิเปตตัวอย่าง 1 ml ลงใน Erlenmeyer ขนาด 25 ml และเติม HClO_4 0.1 ml ให้ความร้อนบน hot plate จน HClO_4 เป็นสีขาว ตัวอย่างที่ถูกลบยได้อ่างสมบูรณ์ จะพบว่าจะมีสีใส และสารละลายมีสีจางมาก ถ้าตัวอย่างมีสีดำ เติม HNO_3 0.5 ml และให้ความร้อนจนเป็นสีขาว สุดท้าย ให้ความร้อนเพื่อให้แห้ง แต่ไม่สลายตัว ทิ้งให้เย็นและละลายใน HClO_4 3.0 ml (1+99)

ใช้เครื่องตาม manufacturer's instructions และใช้ air- C_2H_2 flame และวัด A. ของตัวอย่างและ standards เจือจางตัวอย่างด้วย HClO_4 (1+99) ถ้าสารละลายมีความเข้มข้นมากเกินไป พลอต calibration curve ของ μg ของ Zn กับค่า A. และหา μg ของ Zn ในตัวอย่างจาก curve นี้ได้

5) การวิเคราะห์หาทองแดงและเหล็ก (AOAC official method 990.05, 2000)

1) หลักการ

ตัวอย่างที่จะวิเคราะห์จะถูกทำให้ระเหยในเตาเผาชนิด graphite ซึ่งจะต่อกับ AA spectrometer และจะทำการ calibrate ด้วยสารละลาย standard ของสารประกอบอินทรีย์ของ Cu, Fe และ Ni ปริมาณโลหะหนักจะหาได้จากการวัดการดูดกลืนค่า absorbances ที่ตาม wavelength ที่เลือกไว้

2) อุปกรณ์

2.1) Atomic absorption spectrophotometer-ประกอบด้วย peak height mode และ printer หรือ continuous mode และ pen recorder (response เต็มสเกล ในระยะเวลา 0.2 วินาที) มี hollow cathode lamps และ deuterium background corrector Spectrophotometer ควรตั้งไว้ที่ปลอดภัย

2.2) Graphite furnace atomizer และ graphite tubes-ใช้ tubes แบบไม่เคลือบสำหรับการหา Cu และ Ni แต่สำหรับ Fe tubes ที่ใช้จำเป็นต้องเคลือบด้วย Nb โดยใช้ micropipettor เพื่อฉีดสารละลาย Nb 100 μl ใส่ในเตาเผา เริ่มตั้งอุณหภูมิที่ทำให้แห้งที่ 100°C เป็นเวลา 60 วินาที และ atomize ที่ 2700°C เป็นเวลา 5 วินาที ทำซ้ำจนกระทั่ง สารละลาย Nb ถูกฉีดครบ 300 μl และ atomize ที่ 2700°C (เพื่อกำจัด Fe ที่ปนเปื้อน)

2.3) Chromatographic columns-เส้นผ่านศูนย์กลาง คอความสูงมีอัตราส่วน 1:10

2.4) Electric oven-สามารถควบคุม อุณหภูมิได้ที่ $60^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ และสามารถทำอุณหภูมิได้ถึง 150°C .

2.5) ขวด Polyethylene หรือ polypropylene -ขนาด 20 and 50 ml มีฝาปิด และทำให้ขวดไม่มีโลหะหนักเจือปน โดยทำความสะอาดขวดด้วย HNO_3 อุณหภูมิสูงล้างตามด้วยน้ำ และทำให้แห้งในตู้อบที่ 80°C

2.6) Micropipettors-ขนาด 20 and 50 μL . และ pipettor tips

3) สารเคมี

3.1) n-Heptane-Analytical grade

3.2) Light petroleum-Analytical grade จุดเดือด $40-60^{\circ}\text{C}$.

3.3) Aluminium oxide-Chromatographic grade (Merck No. 1077) กระตุ้นโดยให้ความร้อน 150°C เป็นเวลา 14 ชั่วโมงในตู้อบ

3.4) Argon- ความบริสุทธิ์ $\geq 99.9\%$ ถ้าไม่ใช้ argon สามารถใช้ nitrogen แทนได้ (คำเตือน: ที่อุณหภูมิเกินกว่า 2300°C nitrogen จะเปลี่ยนรูปเป็น toxic cyanogens gas ต้องมีการเปิดแก๊สอย่างต่อเนื่องในเตาเผา

3.5) น้ำมันดอกทานตะวัน-ใช้น้ำมันที่ผ่านการทำให้บริสุทธิ์แล้ว ซึ่งจะมีโลหะหนักต่ำมาก เตรียมโดย ละลายน้ำมัน 1 ส่วน ใน light petroleum 3 ส่วน (w/v) เตรียม aluminium oxide column, BC, โดยใช้ activated aluminum oxide น้ำหนักเป็น 2 เท่า ของน้ำมัน ใส่สารละลายน้ำมันลงใน column และล้างตามด้วย light petroleum 5 เท่าโดยปริมาตร ระเหย light petroleum ออกโดยใช้ water bath และใช้ ในโครมาโตกราฟีบริเวณผิวหน้าขณะระเหย (2-5 l/min) สุดท้ายกำจัด light petroleum ที่ตกค้างภายใต้ระบบสุญญากาศ

3.6) Nitric acid-2 M ไม่มี Fe, Ni และ Cu เจือปน

3.7) สารละลาย Niobium-Nb AAS standard ใน aqueous matrix, 1000 mg Nb/l. (Johnson Matthey Co., PO Box 8247, Ward Hill, MA 01835 [Code 88083].)

3.7) สารละลาย Standard -(1) สารละลาย Stock- Fe/kg 10 mg, Ni/kg 10 mg และ Cu/kg 2 mg เตรียมโดย เจือจาง organometallic standards ด้วยน้ำมันดอกทานตะวัน (standards ที่เหมาะสม เช่นจากบริษัท Continental Oil Co., Ponca City, OK [Conostan, 5000 mg/kg] หรือ Merck, D-6100 Darmstadt, Germany [metal in standard oil, 1000 mg/kg].) สารละลาย Stock จะคงตัวในระยะเวลา 1 เดือน (2) สารละลาย working-เตรียมใหม่ทุกวันโดย เจือจางสารละลาย stock ด้วยน้ำมันดอกทานตะวัน ให้ประกอบด้วย Cu, 0.05, 0.1 และ 0.2 mg/kg; Fe, 0.25, 0.5 และ 1.0 mg/kg; Ni, 0.25, 0.5 และ 1.0 mg/kg

4) การวิเคราะห์

4.1) AAS start-up-เปิดสวิตช์ spectrophotometer และ D₂ corrector ตามด้วย manufacturer's instructions เพื่อที่จะปรับ slit ของ lamp ที่ต้องใช้, wavelength, และ amplification wavelengths ที่ใช้ (nm): Cu, 324.7; Fe, 302.1; Ni, 232.0.

ใช้ graphite tube ไม่เคลือบ สำหรับ copper and nickel และ Graphite tube สำหรับหา iron จำเป็นต้องเคลือบด้วย with niobium ใน B(b)

4.2) ส่วนที่ต้องการทดสอบ และ สารละลาย standard ต้องเก็บ ส่วนที่ต้องการทดสอบ และ สารละลาย ในตู้อบ ที่อุณหภูมิ 60°C ก่อนการทดสอบหาค่า และ ต้องเขย่าตัวอย่างก่อนการวิเคราะห์

ถ้าปริมาณโลหะหนักของน้ำมันออกจากช่วงของสารละลาย working standard เจือจางตัวอย่างด้วย น้ำมันคอกอกทานตะวัน เพื่อปรับให้ปริมาณโลหะหนักอยู่ในช่วง

4.3) ขั้นตอน-บันทึก absorbance

ฉีดน้ำมันที่มีโลหะต่ำ 20 µl เข้าสู่เตาเผา graphite เริ่มต้น temperature program และ บันทึกค่า absorbance

ฉีดสารละลาย standard ทั้ง 3 ชนิด 20 µl ที่ต้องการหาในเตาเผา graphite บันทึกค่า absorbance (1) วัดจุดที่เป็นน้ำมัน- ฉีด น้ำมันตัวอย่าง 20 µl เข้าสู่เตาเผา graphite เริ่มต้น temperature program และ บันทึกค่า absorbance (2) วัดจุดที่เป็นไขมัน (mp >40°C)-ขั้นตอนการตั้งอุณหภูมิพิเศษ ; ตั้งเวลาการฉีด 20 วินาที ; ใช้อุณหภูมิ 60°C; แก๊สเริ่มต้นเป็น 0 ml/min ขั้นตอนนี้ จะทำให้ตัวอย่างไขมัน 20 µl หลอมลงไปใน graphite furnace ปลดปล่อย tip ไว้ใน injection แล้วจึงฉีด บันทึกค่า absorbance

4.4) การคำนวณ

วัดความสูงของ บน recorder chart หรืออ่านจาก display หรือ printer เขียน calibration curve โดยพลอต absorbance ของ 3 สารละลาย standard, ปรับ blank อ่านค่าปริมาณโลหะหนัก ของตัวอย่างจาก calibration curve

6) วิธีการวิเคราะห์ปรอท (AOAC official method 971.21, 2000)

1) อุปกรณ์

1.1) Atomic absorption spectrophotometer.-(Instrumentation Laboratory, Inc., 113 Hartwell Ave, Lexington, MA 02173, USA, Model 153[or successors] หรือเทียบเท่า) ประกอบด้วย Hg hollow cathode lamp และแก๊สไหลผ่านเซลล์ ขนาด 25 (id) x 115 mm ซึ่งเป็นชนิด quartz สภาพะการทำงาน: มี wavelength 253.7 nm, ความกว้าง slit 160 μm , lamp current 3 ma, และ sensitivity scale 2.5

1.2) Diaphragm pump.-(Neptune Dyna-Pump หรือเทียบเท่า) เคลือบ diaphragm และชิ้นส่วนภายในของ pump ด้วยสเปรย์ acrylic-type plastic ใช้ 16 gage Teflon tubing สำหรับการเชื่อมต่อทั้งหมด

1.3) Water condenser-ชนิด borosilicate ขนาด 12-18 (id) x 400 mm, standard taper joint (24/40), ประยุกต์ โดยให้เป็นแบบ 6 mm Raschig rings ใส่ condenser ด้วย Raschig rings ให้มีความสูง 100 mm และ ใส่ glass beads บน rings ขนาด เส้นผ่าศูนย์กลาง 4 mm หนา 20 mm

1.4) Gas inlet adapter- standard taper (24/40) เช่น Kontes Glass Co. No. 181000.

1.5) Digestion flask- boiling flask ขนาด 250 ml และมี standard taper joint (24/40)

2) สารเคมี

2.1) สารละลาย Reducing-ผสม H_2SO_4 50 ml ด้วยน้ำ 300 ml ทำให้เย็นที่ อุณหภูมิห้องและ ละลาย NaCl 15 g, hydroxylamine sulfate 15 g และ SnCl_2 25 g ในสารละลาย และปรับปริมาตรให้ครบ 500 ml

2.2) สารละลาย Diluting-ใส่น้ำ 300-500 ml ใน volumetric flask ขนาด 1 l เติม HNO_3 58 ml และ H_2SO_4 67 ml ปรับปริมาตรด้วยน้ำ

2.3) Magnesium perchlorate.-ทำให้แห้งเก็บใน filter flask [คำเตือน $\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$ สามารถระเบิดได้ถ้าสัมผัสกับสารอินทรีย์]

2.4) สารละลาย standard mercury -(1) สารละลาย Stock-1000 $\mu\text{g/ml}$ ละลาย HgCl_2 0.1354 g ในน้ำ 100.0 ml (2) สารละลาย Working-1 $\mu\text{g/ml}$ เจือจางสารละลาย Stock 1 ml ให้ได้ 1 l ด้วย H_2SO_4 0.5 M ต้องเตรียมใหม่ทุกวัน

3) การวัด

ซึ่งส่วนที่ต้องการวิเคราะห์ 5.0 g ใน digestion flask เติม 9 M H_2SO_4 25 ml, 7 M HNO_3 20 ml, สารละลาย 2% sodium molybdate 1 ml, และเติม boiling chips 5-6 ชิ้น ต่อ condenser (ใช้น้ำหล่อเย็น) และให้ความร้อนอ่อนๆ 1 ชั่วโมง หยุดให้ความร้อนและตั้งทิ้งไว้ 15 นาที เติม HNO_3 - HClO_4 (1+1) 20 ml ผ่าน condenser ปิดน้ำหล่อเย็นของ condenser และให้ความร้อนจนเดือดจนกระทั่ง มีสีขาวปรากฏใน flask ให้ความร้อนต่อ 10 นาที

เติมน้ำผ่าน condenser 10 ml ขณะที่มีการเขย่าของเหลวใน flask ค้างต่ออีก 10 นาที หยุดให้ความร้อนและล้าง condenser ด้วยน้ำ 15 ml 3 ครั้ง

ปล่อยให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง ละลายน้ำใส่ลงใน volumetric flask ขนาด 100 ml และปรับปริมาตรให้ครบ คูณสารละลาย 25.0 ml ลงใน digestion flask และปรับปริมาตรให้ครบ 100 ml ด้วยสารละลาย B(b)

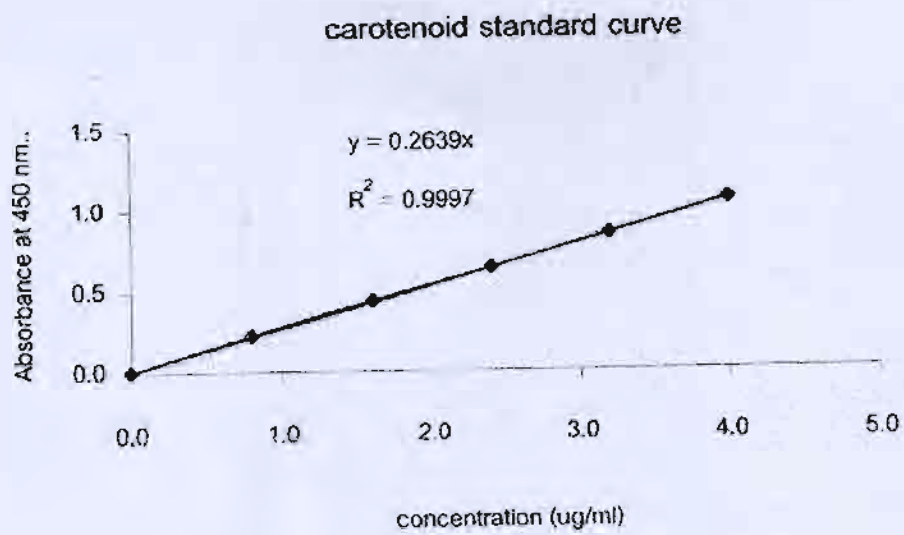
ให้อากาศด้วย pump 2 l ต่อนาที ต่ออุปกรณ์ ยกเว้น gas inlet adapter ขณะที่ pump กำลังทำงาน และ spectrophotometer เป็น 0 เติม สารละลาย reducing 20 ml เชื่อม gas inlet adapter ทันที และให้อากาศเป็นเวลา 3 นาที (ปรับการให้อากาศไปที่สูงสุด A) บันทึก A หยุดให้แรงดันจาก pump และเปิด vent

เตรียม blank และ standard curve โดยเติม Hg 0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, and 1.0 μg ลงใน digestion flask ในแต่ละ flask เติม diluting solution 100 ml สุดท้ายเติม reducing solution และ ให้อากาศ

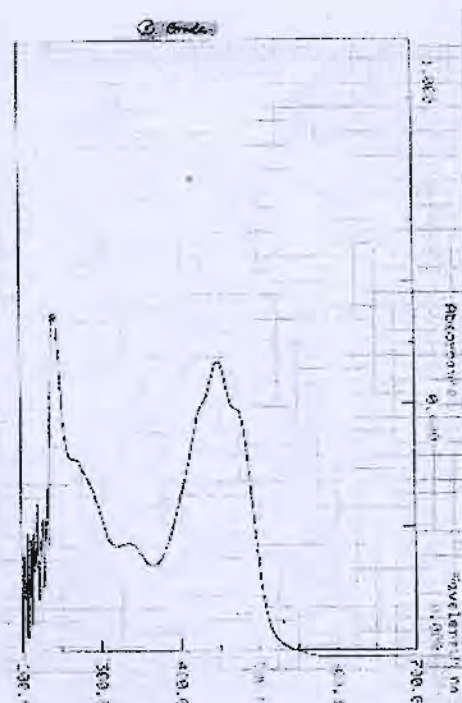
พลอต standard curve ด้วย least squares linear regression ของ A คือ μg ของ Hg หากค่า μg ของ Hg ในตัวอย่างจาก curve ถ้า μg ของ Hg ที่หาได้ต่ำกว่าช่วงของ calibration หาซ้ำโดยใช้ตัวอย่างให้น้อยลง และหา μg รวมของ Hg

การคำนวณ

ความเข้มข้นของ Hg ($\mu\text{g}/\text{kg}$) = $\mu\text{g Hg/g}$ ตัวอย่าง



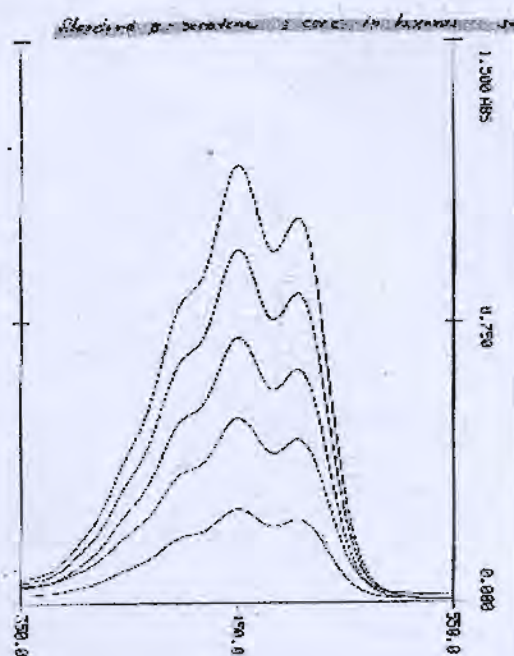
ภาพที่ ค 1 กราฟมาตรฐานเบต้าแคโรทีน



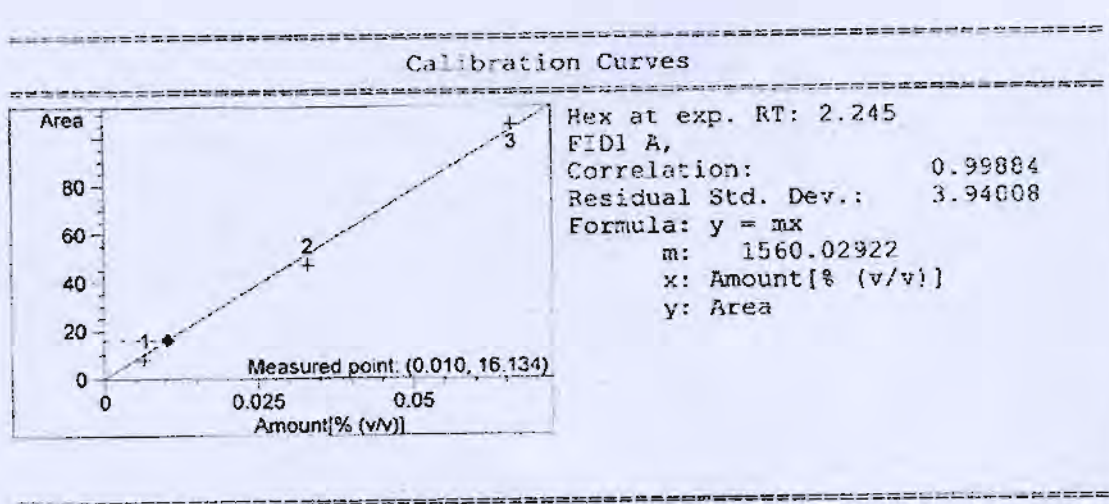
ภาพที่ ค 2 กราฟสแกนหาความยาวคลื่นของแคโรทีนอยด์ในน้ำมันปาล์มดิบ



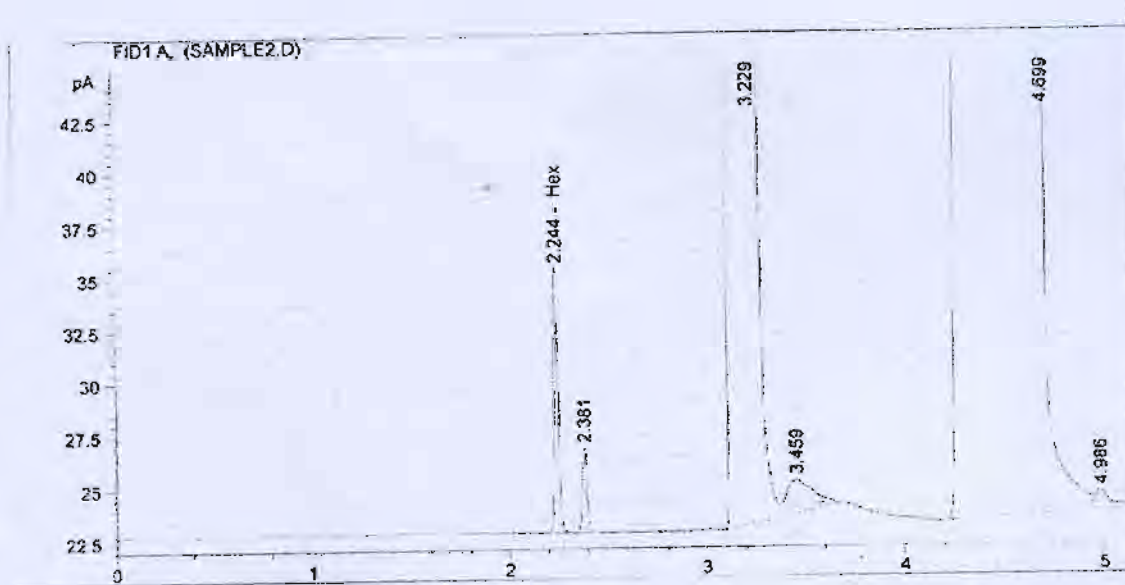
ภาพที่ ค 3 กราฟสแกนหาความยาวคลื่นของแคโรทีนอยด์ในน้ำมันปาล์มดิบที่ผ่านการกำจัด
กัมแล้ว



ภาพที่ ค 4 กราฟสแกนหาความยาวคลื่นของเบต้าแคโรทีนมาตรฐานที่ความเข้มข้นต่างๆ



ภาพที่ ค 5 กราฟมาตรฐานเอกเซนสำหรับหาปริมาณเอกเซนตกค้างในผลิตภัณฑ์



ภาพที่ ค 6 กราฟแสดงปริมาณเอกเซนตกค้างในสารละลายผสมแคโรทีนอยด์ที่แยกเอกเซน
ออกแล้วด้วยอุปกรณ์ระเหยสูญญากาศ

ภาคผนวก ง

วัตถุสืบ



ภาพที่ ง 1 น้ำมันปาล์มดิบ



ภาพที่ ง 2 น้ำมันปาล์มดิบที่กำจัดกัมแล้ว

ภาคผนวก จ

บทความสำหรับการเผยแพร่

กิจกรรมที่เกี่ยวข้องกับการนำผลจากโครงการไปใช้ประโยชน์
ตารางเปรียบเทียบวัตถุประสงค์ กิจกรรมที่วางแผนไว้ และกิจกรรมที่ดำเนินการมา
และผลที่ได้รับตลอดโครงการ

1) บทความสำหรับการเผยแพร่

การสกัดแคโรทีนอยด์จากน้ำมันปาล์มดิบ โดยใช้ตัวทำละลายที่อุณหภูมิต่ำ
เพื่อใช้เป็นสีผสมอาหาร

พัชรินทร์ ระวังัน , สรศักดิ์ เหลี้ยวไชยพันธ์ , ดวงสมร ลิ้มปิติ และ ประมวล ศรีกาหลง
มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

ปัจจุบันผู้บริโภคให้ความสนใจต่อสารที่มาจากธรรมชาติที่มีประโยชน์ต่อสุขภาพ เนื่องจากประสบปัญหาอันตรายจากการใช้สารเคมี อุตสาหกรรมอาหารที่จำเป็นต้องใช้สีเหลืองในการผลิตอาหาร นิยมใช้สารสีจากแคโรทีนอยด์ ซึ่งนอกจากจะให้สีเหลืองที่มาจากธรรมชาติแล้ว แคโรทีนอยด์ยังประกอบด้วยเบต้าแคโรทีนซึ่งเป็นสารเริ่มต้นในการสังเคราะห์วิตามินเอของร่างกาย และเบต้าแคโรทีนยังมีคุณสมบัติเป็นแอนติออกซิแดนท์ ซึ่งมีฤทธิ์ในการต้านอนุมูลอิสระ ปัจจุบันสหรัฐอเมริกามีความต้องการใช้เบต้าแคโรทีนจากธรรมชาติ ถึงปีละ 20-30 ตัน โดยอุตสาหกรรมอาหารสัตว์มีการใช้แคโรทีนอยด์มากที่สุด ซึ่งคาดว่าในปี 2005 การใช้ในอุตสาหกรรมอาหารสัตว์อย่างเดียวจะมีมูลค่าถึง 527 ล้านดอลลาร์ สีจากแคโรทีนอยด์มีราคากิโลกรัมละ 5,000-100,000 บาท ขึ้นอยู่กับปริมาณเบต้าแคโรทีน ปัจจุบันแคโรทีนอยด์ต้องนำเข้าจากต่างประเทศ เพื่อนำไปใช้ในอุตสาหกรรมอาหาร ยา และเครื่องสำอาง

น้ำมันปาล์มประกอบด้วยเบต้าแคโรทีนในประมาณสูงถึงร้อยละ 54 ของปริมาณแคโรทีนอยด์รวม ซึ่งทำให้น้ำมันปาล์มดิบมีสีแดงเข้ม การผลิตน้ำมันปาล์มบริโภคจึงมีการกำจัดสีแดงของแคโรทีนอยด์ออกไป เพื่อให้มีสีอ่อนลง การกำจัดสีทำได้โดยใช้สารดูดซับ และสารดูดซับที่ใช้แล้วจะขายเป็นอาหารสัตว์ หรือใช้ไปถมที่ดิน แต่ในปัจจุบันกฎหมายสิ่งแวดล้อมไม่อนุญาตให้ทิ้งสารดูดซับที่มีสารสีอยู่ในปริมาณเกินกว่าที่กฎหมายกำหนด เนื่องจากเกิดปัญหาต่อสิ่งแวดล้อม ดังนั้น งานวิจัยนี้นอกจากจะได้แคโรทีนอยด์ซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์ที่ตลาดต้องการและมีมูลค่าสูงแล้ว ยังช่วยลดปัญหาสิ่งแวดล้อมจากการใช้สารดูดซับอีกด้วย

การผลิตแคโรทีนอยด์โดยใช้เทคโนโลยีของต่างประเทศ มีข้อจำกัดด้านเทคนิค และราคาของเครื่อง ซึ่งจะสามารถนำมาใช้ได้กับธุรกิจขนาดใหญ่เท่านั้น อีกทั้งยังเป็นนวัตกรรมของต่างประเทศ วิธีการผลิตแคโรทีนอยด์จากน้ำมันปาล์มดิบที่เหมาะสมกับอุตสาหกรรมขนาดกลางหรือย่อยของไทย ควรเป็นเทคโนโลยีระดับพื้นฐาน และมีต้นทุนต่ำ

คณะผู้วิจัยได้คิดค้นเครื่องสกัดแคโรทีนอยด์จากน้ำมันปาล์มดิบที่มีต้นทุนต่ำ ซึ่งมีส่วนหลักในการทำงานคือ ใช้เฮกเซนที่อุณหภูมิต่ำในการสกัดแคโรทีนอยด์ออกมาน้ำมันปาล์มดิบ ซึ่งเครื่องสกัดที่ประดิษฐ์ขึ้นนี้ มีการทำงานที่ไม่ยุ่งยาก ใช้เทคโนโลยีระดับพื้นฐาน สามารถซ่อมบำรุงได้ง่าย ซึ่งอุตสาหกรรมขนาดเล็กก็สามารถนำไปใช้ได้ เครื่องสักร์มีการ

ทำงานในระบบปิด จึงไม่สร้างมลพิษต่อสิ่งแวดล้อม และใช้เฮกเซนซึ่งเป็นสารที่โรงงานสกัดน้ำมันพืชใช้อยู่ทั่วไป โดยเฮกเซนที่ใช้แล้วสามารถหมุนเวียนนำกลับไปใช้ใหม่ได้

จากการศึกษาการสกัดแคโรทีนอยด์จากน้ำมันปาล์มดิบที่กำลังจัดเก็บออกแล้ว โดยใช้เครื่องสกัดแบบที่มีกำลังการผลิตขนาด 7 ลิตร ซึ่งประกอบด้วยอุปกรณ์ 7 ชุด คือ อุปกรณ์ลดอุณหภูมิเฮกเซน ชุดอุปกรณ์ผสมเฮกเซนกับน้ำมันปาล์มดิบ ชุดอุปกรณ์แยกไขมัน ชุดอุปกรณ์แลกเปลี่ยนความร้อน ชุดอุปกรณ์ระเหยเฮกเซน ชุดอุปกรณ์ควบแน่นเฮกเซน และชุดอุปกรณ์รวบรวมน้ำมัน พบว่าสภาวะที่เหมาะสมในการสกัดคือ อุณหภูมิ -10 องศาเซลเซียส สัดส่วนของน้ำมันปาล์มดิบต่อเฮกเซนเท่ากับ 1:3 (น้ำหนักต่อปริมาตร) และอัตราเร็วในการกวน 250 รอบต่อนาที สามารถสกัดแคโรทีนอยด์ที่มีอยู่ในน้ำมันปาล์มดิบได้ 52 % ซึ่งแคโรทีนอยด์ที่สกัดได้มีความเข้มข้น 558 พีพีเอ็ม มีปริมาณโลหะหนักและเฮกเซนที่ตกค้างไม่เกินมาตรฐานความปลอดภัย และสามารถนำไปทำให้เข้มข้นได้มากกว่า 200,000 พีพีเอ็ม

สีจากแคโรทีนอยด์ชนิดที่ละลายในน้ำมันที่ทำการศึกษา มีสีแดงกว่าสีจากเบต้าแคโรทีนที่มีจำหน่ายในท้องตลาดเล็กน้อย ส่วนชนิดที่ละลายในน้ำที่เตรียมในรูปแบบอิมัลชัน จะมีสีแดงอ่อนกว่าเล็กน้อย การเก็บสีชนิดที่ละลายในน้ำมัน ที่อุณหภูมิ 30 ± 2 องศาเซลเซียส ความชื้นสัมพัทธ์ $60 \pm 5\%$ ทำให้ปริมาณแคโรทีนอยด์ลดลงครึ่งหนึ่ง เมื่อเก็บนาน 144 วัน ส่วนสีชนิดที่ละลายในน้ำ มีปริมาณแคโรทีนอยด์ลดลงเล็กน้อย แต่อิมัลชันเบสที่ใช้ยังไม่เหมาะสม เนื่องจากเชื้อราสามารถเจริญได้เมื่อเก็บนาน 30 วัน

จากการวิเคราะห์ความคุ้มค่าในการสกัดแคโรทีนอยด์โดยใช้เครื่องดันแบบ โดยใช้ น้ำมันปาล์มดิบ 100 กิโลกรัม พบว่ามีค่าใช้จ่ายจากค่าน้ำมันปาล์มดิบและค่าสารสกัด รวม 2,189 บาท (ไม่รวมค่าไฟฟ้า และประมาณว่าสารเคมีสามารถหมุนเวียนนำกลับไปใช้ใหม่ได้ 95 %) จะได้สีจากแคโรทีนอยด์มูลค่า 4,495 บาท (คำนวณจากราคาขั้นต่ำ 5,000 บาท ต่อ กิโลกรัม) และยังได้ผลิตภัณฑ์พลอยได้ ได้แก่ กลีเซอริน สบู่ และน้ำมันที่สามารถนำกลับไปทำน้ำมันบริโภคได้ ซึ่งมีมูลค่ารวมกว่า 1,000 บาท ดังนั้นการผลิตแคโรทีนอยด์จากน้ำมันปาล์มดิบ 100 กิโลกรัม จึงมีมูลค่าเพิ่มกว่า 2,526 บาท (ไม่รวมผลิตภัณฑ์พลอยได้) ซึ่งสามารถแข่งขันกับตลาดนำเข้าได้ นอกจากนี้เครื่องสกัดนี้ยังสามารถนำไปประยุกต์ใช้ได้กับสกัดวิตามินตัวอื่นได้อีกด้วย

2) กิจกรรมที่เกี่ยวข้องกับการนำผลจากโครงการไปใช้ประโยชน์

1. ดำเนินการจดสิทธิบัตรเครื่องสกัด
2. บริษัท South city group เลขที่ 258 ซอยพัฒนาการ 30 ถ. พัฒนาการ แขวงสวนหลวง เขตสวนหลวง กรุงเทพฯ 10250 และบริษัทชุมพรน้ำมันพืช 1168/65 ถนนพินิตาเวอร์ถ. พระราม 4 สาทร กรุงเทพฯ 10120 ได้แสดงความจำนงที่จะขอนำเครื่องสกัดวิตามิน ไปขยายขนาดเพื่อผลิตในเชิงพาณิชย์ ขณะนี้อยู่ระหว่างการรวบรวมรายละเอียดที่เกี่ยวข้องซึ่งถ้ามีการนำผลจากโครงการไปใช้ประโยชน์ ประเทศไทยจะสามารถผลิตแคโรทีนอยด์ได้เองก็จะสามารถลดการนำเข้าจากต่างประเทศได้ รวมถึงเป็นการเพิ่มมูลค่าของอุตสาหกรรมน้ำมันปาล์มภายในประเทศ และลดการใช้สารเคมีในโรงงานอุตสาหกรรมที่ผลิตน้ำมันปาล์มเพื่อการบริโภคได้
3. ให้สัมภาษณ์หนังสือพิมพ์ผู้จัดการ คมชัดลึก ไทยรัฐ และได้ลงบทสัมภาษณ์ในหนังสือพิมพ์ผู้จัดการ ในเดือนพฤศจิกายน 2548 และเคลิโนวส์ ในเดือนกรกฎาคม 2549
4. ให้สัมภาษณ์รายการเกษตรศาสตร์ ทางวิทยุ FM 105.5 MHz วันที่ 12 พฤศจิกายน พ.ศ. 2548
5. นำ model ของเครื่องสกัดไปแสดงในงานคนเก่ง ไทยเกร่ง ที่เมืองทองธานี กรุงเทพฯ วันที่ 4-6 พฤศจิกายน พ.ศ. 2548
6. แสดงโปสเตอร์ในงานประชุมวิชาการประจำปี 2549 มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

3) ตารางเปรียบเทียบวัตถุประสงค์ กิจกรรมที่วางแผนไว้ และกิจกรรมที่ดำเนินการมาและผลที่ได้รับตลอดโครงการ

วัตถุประสงค์	กิจกรรมที่วางแผนไว้	กิจกรรมที่ดำเนินการมา	ผลที่ได้รับตลอดโครงการ
1)หาอัตราส่วนปริมาณตัวทำละลายที่ใช้ในกระบวนการสกัด แคลโรทีนอยด์จากน้ำมันปาล์มดิบที่เหมาะสมในระดับห้องปฏิบัติการ	ศึกษาอัตราส่วนระหว่างน้ำมันปาล์มดิบกับเฮกเซนและอุณหภูมิของเฮกเซนที่เหมาะสมในการสกัดแคลโรทีนอยด์จากน้ำมันปาล์มดิบเพื่อใช้ประกอบในการออกแบบ	ปฏิบัติตามกิจกรรมตามที่วางแผนไว้	ได้ผลครบถ้วนตามวัตถุประสงค์
2) สร้างเครื่องดันแบบในการสกัดแคลโรทีนอยด์จากน้ำมันปาล์มดิบ	การออกแบบและสร้างอุปกรณ์ที่ใช้สำหรับกระบวนการสกัดแคลโรทีนอยด์จากน้ำมันปาล์มดิบโดยใช้ตัวทำละลาย เฮกเซนที่อุณหภูมิต่ำ	ปฏิบัติตามกิจกรรมตามที่วางแผนไว้	ได้เครื่องดันแบบในการสกัดแคลโรทีนอยด์จากน้ำมันปาล์มดิบ
3) หาสภาวะที่เหมาะสมในการสกัดแคลโรทีนอยด์จากน้ำมันปาล์มดิบ จากเครื่องสกัดที่สร้างขึ้น	ศึกษาอัตราส่วนปริมาณตัวทำละลายที่ใช้ในกระบวนการสกัด แคลโรทีนอยด์ จากน้ำมันปาล์มดิบ อุณหภูมิ อัตราเร็วของการกวนที่เหมาะสม	ปฏิบัติตามกิจกรรมตามที่วางแผนไว้	ได้สภาวะที่เหมาะสม ในการสกัดแคลโรทีนอยด์จากน้ำมันปาล์มดิบ จากเครื่องสกัดที่สร้างขึ้น
4)หาปริมาณแคลโรทีนอยด์ที่สกัดได้และเปรียบเทียบกับผลิตภัณฑ์ใกล้เคียงที่ผลิตจำหน่ายในเชิงการค้า	ศึกษาเปรียบเทียบสีของแคลโรทีนอยด์ร่วมกับเบต้าแคโรทีนที่ใช้เป็นสีที่มีจำหน่ายในท้องตลาด	ปฏิบัติตามกิจกรรมตามที่วางแผนไว้	ได้ข้อมูลปริมาณแคลโรทีนอยด์ ที่สกัดได้ และเปรียบเทียบค่าสีกับเบต้าแคโรทีนที่ใช้เป็นสีที่มีจำหน่ายในท้องตลาด
5)หาอายุการเก็บของแคลโรทีนอยด์ที่ได้จากการสกัด	ศึกษาอายุการเก็บของผลิตภัณฑ์สีที่ผลิตได้	ปฏิบัติตามกิจกรรมตามที่วางแผนไว้	ทราบอายุการเก็บของผลิตภัณฑ์สีที่ผลิตได้

6)ประเมินราคาต้นทุน การผลิตแควโรทีนอยด์	ประเมินราคาต้นทุนการ ผลิตแควโรทีนอยด์	ปฏิบัติกิจกรรมตามที่วาง แผนไว้	ทราบราคาประเมินต้นทุน การผลิตแควโรทีนอยด์
--	--	-----------------------------------	--