

การแยกสารประกอบฟีนอลในผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อน
ของน้ำมันจากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์

SEPARATION OF PHENOLIC COMPOUNDS FROM THERMAL CRACKED PRODUCT
OF CASHEW NUT SHELL LIQUID



บัณฑิตย์ ศรีสังข์งาม

BUNDIT SRISUNGNGAM

กพ.
บ 2627
2548

เลขหมู่.....
เลขทะเบียน.....60860
วัน,เดือน,ปี.....6 ก.ค. 2549

b. 11590956
i.....

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาวิศวกรรมปิโตรเคมี
บัณฑิตวิทยาลัย
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
พ.ศ. 2548
ISBN 974-15-1410-7

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**SEPARATION OF PHENOLIC COMPOUNDS FROM THERMAL CRACKED PRODUCT
OF CASHEW NUT SHELL LIQUID**



**A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENT FOR THE DEGREE OF
MASTER OF ENGINEERING IN PETROCHEMICAL ENGINEERING
SCHOOL OF GRADUATE STUDIES
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG**

2005

ISBN 974-15-1410-7

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



COPYRIGHT 2005

SCHOOL OF GRADUATE STUDIES

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บัณฑิตวิทยาลัย
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ใบรับรองวิทยานิพนธ์

หัวข้อวิทยานิพนธ์ การแยกสารประกอบฟีนอลในผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อนของ
น้ำมันจากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์

SEPARATION OF PHENOLIC COMPOUNDS FROM THERMAL
CRACKED PRODUCT OF CASHEW NUT SHELL LIQUID

ชื่อนักศึกษา นายบัณฑิต ศรีสังข์งาม

รหัสประจำตัว 43061209

ปริญญา วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชา วิศวกรรมปิโตรเคมี

อาจารย์ผู้ควบคุมวิทยานิพนธ์ รศ.ดร.ไพศาล นาคพิพัฒน์

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์		ลายมือชื่อ
รศ.ดร.อัญชลีพร	วาริทสวัสดิ์ หล่อทองคำ	อ.อ.ดร. ก.วิ.ดร. น.วิ.ดร.
อาจารย์บุญชัย	โชติวิริยวานิชย์	
ดร.พรสวรรค์	กาญจนวนิชย์กุล	พล.จ.ดร. ท.จ.ดร. น.วิ.ดร.
รศ.ดร.ประกอบ	กิจไชยา	
รศ.ดร.ไพศาล	นาคพิพัฒน์	

วัน/เดือน/ปี ที่สอบ 21 ธันวาคม 2547 เวลา 11.30-13.30 น.

สถานที่สอบ ณ อาคาร 12 ชั้น 4 (ห้อง E12-403)

บัณฑิตวิทยาลัยรับรองแล้ว

(ผศ.ดร.จารุวัตร เจริญสุข)
คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย

วันที่.....เดือน.....พ.ศ.....

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อวิทยานิพนธ์ การแยกสารประกอบฟีนอลในผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการแตกตัว
ด้วยความร้อนของน้ำมันจากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์

นักศึกษา นายบัณฑิต ศรีสังข์งาม

รหัสประจำตัว 43061209

ปริญญา วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชา วิศวกรรมปิโตรเคมี

พ.ศ. 2548

อาจารย์ผู้ควบคุมวิทยานิพนธ์ รศ.ดร.ไพศาล นาคพิพัฒน์

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการแยกสารประกอบฟีนอลในผลิตภัณฑ์ของเหลวที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อนของน้ำมันจากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์จนถึงอุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ผลิตภัณฑ์ของเหลวนี้เมื่อนำไปกลั่นให้บริสุทธิ์จะแยกออกเป็นชั้นของน้ำมันและชั้นน้ำ จากนั้นทำการสกัดสารประกอบฟีนอลออกจากชั้นของน้ำมันด้วยตัวทำละลายผสมเมทานอล-น้ำในอัตราส่วน 80:20 โดยปริมาตร วิเคราะห์หาปริมาณของสารประกอบฟีนอลในผลิตภัณฑ์โดยเทคนิคโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูงแบบกลับเฟส (RP-HPLC) โดยให้ UV ดีเทคเตอร์ตรวจวัดที่ความยาวคลื่นแสง 270 นาโนเมตร เปรียบเทียบโครมาโทแกรมของสารตัวอย่างกับสารละลายมาตรฐานฟีนอลและเมทา-ครีซอลที่ความยาวคลื่นแสงเดียวกัน ผลจากการทดลองพบว่าได้สารฟีนอลและเมทา-ครีซอลในเฟสสกัด 1 มิลลิลิตรเป็น 88% และ 92% โดยน้ำหนัก ตามลำดับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Thesis Title	Separation of Phenolic Compounds from Thermal Cracked Product of Cashew Nut Shell Liquid
Student	Mr. Bundit Srisungngam
Student ID	43061209
Degree	Master of Engineering
Programme	Petrochemical Engineering
Year	2005
Thesis Advisor	Assoc.Prof.Dr.Paisal Nakpipat

ABSTRACT

This research is a study of the separation of phenolic compounds from thermal cracked products of cashew nut shell liquid up to 500°C. The liquid product was purified by distillation and the distillate was separated into two phases ; oil and aqueous phases. Phenols were extracted from the oil phase with the mixture of methanol/water (80:20 v/v). Quantitative determinations of phenols in the products were done by Reversed-Phase High-Performance Liquid Chromatography (RP-HPLC) with UV detector at a wavelength of 270 nm. The results were compared with the standard solutions of phenol and m-cresol at the same wavelength. From the result obtained, the recovery of phenol and m-cresol in 1-ml extracted phase were found to be 88% and 92% by weight, respectively.

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงได้ดี ด้วยความช่วยเหลือของบุคคลหลายท่านและความอนุเคราะห์จากหน่วยงานต่างๆ ผู้วิจัยขอขอบพระคุณ รศ.ดร.ไพศาล นาคพิพัฒน์ อาจารย์ผู้ควบคุมวิทยานิพนธ์ที่ให้คำปรึกษาตลอดระยะเวลาที่ทำงานวิจัยและตรวจทานแก้ไขข้อบกพร่องของวิทยานิพนธ์นี้จนสำเร็จลุล่วงไปด้วยดี ผู้วิจัยรู้สึกซาบซึ้งในความอนุเคราะห์จากท่านและขอกราบขอบพระคุณเป็นอย่างสูง

ขอขอบคุณภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ให้การสนับสนุนในด้านวัสดุอุปกรณ์และสารเคมีต่างๆ ที่ใช้ในงานวิจัย

ขอขอบคุณบริษัท 25 อินดรัสเทรียลโปรดักส์ จำกัด ที่ได้ให้การสนับสนุนด้านวัตถุดิบ น้ำมันจากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ที่ใช้ในงานวิจัย

ขอขอบคุณบริษัท สิทธิพรแอสโซซิเอต จำกัด ที่ให้ความอนุเคราะห์ในด้านเครื่องมือวิเคราะห์ HPLC และให้คำแนะนำวิธีการใช้งานเครื่องมือดังกล่าว

กราบขอบพระคุณ คุณพ่อ คุณแม่ และทุกคนในครอบครัวที่ให้กำลังใจและการสนับสนุนทุนทรัพย์มาโดยตลอด

คุณค่าและประโยชน์ใดๆ อันพึงมีจากวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ ผู้วิจัยขอมอบแด่ผู้มีพระคุณทุกท่าน หากมีข้อผิดพลาดประการใด ผู้วิจัยขอน้อมรับไว้ ณ ที่นี้

บัณฑิตย์ ศรีสังข์งาม

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	II
กิตติกรรมประกาศ.....	III
สารบัญ.....	IV
สารบัญตาราง.....	VII
สารบัญรูป.....	XI
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความสำคัญและที่มาของงานวิจัย.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย.....	1
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย.....	2
1.4 ขั้นตอนและการดำเนินการ.....	2
1.5 ประโยชน์ที่ได้รับจากงานวิจัย.....	2
บทที่ 2 น้ำมันจากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์.....	3
2.1 ความรู้เบื้องต้น.....	3
2.2 น้ำมันจากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์.....	4
2.3 องค์ประกอบทางเคมีของน้ำมันจากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์.....	6
2.4 วิธีการสกัดน้ำมันออกจากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์.....	7
2.5 ประโยชน์ของน้ำมันจากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์.....	8
บทที่ 3 การปรับปรุงคุณภาพน้ำมันจากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์เพื่อใช้ทดแทนน้ำมันเชื้อเพลิง.....	10
3.1 การปรับปรุงคุณภาพน้ำมันโดยวิธีการแตกตัวด้วยความร้อน.....	10
3.1.1 การแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL.....	10
3.1.2 การวิเคราะห์ผลผลิตภัณฑ์น้ำมันด้วยวิธีแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas chromatograph).....	12

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

3.2 การผลิตน้ำมันชีวภาพโดยปฏิกิริยาไพโรไลซิสของเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์.....	15
3.2.1 การทดลองที่อุณหภูมิต่ำ (100-200 องศาเซลเซียส).....	15
3.2.2 การไพโรไลซิสสูญญากาศ (Vacuum pyrolysis).....	16
3.2.3 สมบัติทางกายภาพของน้ำมันจากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์.....	19
บทที่ 4 สารประกอบฟีนอลและการวิเคราะห์.....	21
4.1 สารประกอบฟีนอล.....	21
4.1.1 คุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมี.....	21
4.1.2 แหล่งที่มา (Sources).....	21
4.1.3 มลพิษสำคัญที่ส่งผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อม.....	23
4.1.4 วิธีการวิเคราะห์สารประกอบฟีนอล.....	23
4.2 การสกัดของเหลวด้วยของเหลว.....	24
4.2.1 สัมประสิทธิ์การกระจาย (Distribution coefficient) และค่าการเลือก (Selectivity).....	25
4.2.2 การเลือกตัวทำละลาย.....	26
4.3 การหาปริมาณของสารโดยใช้วิธีดูดกลืนแสงของสารที่มีสี.....	27
4.3.1 การดูดกลืนแสงของสารในช่วงแสงขาว.....	28
4.3.2 หลักการทั่วไปของสเปกโทรโฟโตมิเตอร์.....	29
4.3.3 เครื่องมือสเปกโทรโฟโตมิเตอร์.....	31
4.3.4 การวัดแอมบอร์แบนซ์ของสารละลายเบลงค์ (Blank solution).....	32
4.3.5 กราฟมาตรฐาน.....	32
4.4 โครมาโทกราฟีของเหลวแบบสมรรถนะสูง.....	33
4.4.1 หลักพื้นฐานสำหรับแยกสารโดยวิธีโครมาโทกราฟี.....	33
4.4.2 นิยามของเทอมต่างๆ ที่เกี่ยวข้อง.....	35
4.4.3 อุปกรณ์ HPLC.....	39
4.4.4 เฟสอยู่กับที่ (Stationary phase).....	39
4.4.5 เฟสเคลื่อนที่ (Mobile phase).....	40
4.4.6 ดีเทคเตอร์ (Detector).....	42

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.4.7 การทำคุณภาพวิเคราะห์ (Qualitative analysis).....	42
4.4.8 การทำปริมาณวิเคราะห์ (Quantitative analysis).....	43
4.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	43
บทที่ 5 การดำเนินการวิจัย.....	46
5.1 สารเคมี.....	46
5.2 การศึกษาปฏิกิริยาการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL	46
5.2.1 อุปกรณ์สำหรับการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL	46
5.2.2 วิธีการแตกตัวด้วยความร้อน.....	47
5.2.3 การกลั่นแยกน้ำมันที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL.....	48
5.3 การประมาณค่าหาสารประกอบฟีนอล (Total phenols) ในน้ำมันที่ได้จากการ แตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL.....	49
5.3.1 การสกัดสารประกอบฟีนอลออกจากน้ำมันที่ได้จากการแตกตัวด้วย ความร้อนของ CNSL.....	49
5.3.2 การประมาณค่าหาสารประกอบฟีนอลจากเฟสสกัดโดยวิธีการเทียบสี (Colorimetry).....	50
5.4 การวิเคราะห์หาฟีนอลและเมทา-ครีซอลในผลิตภัณฑ์ด้วยเทคนิค HPLC.....	51
5.4.1 การเตรียมสารตัวอย่าง.....	51
5.4.2 การวิเคราะห์.....	53
บทที่ 6 ผลการวิจัยและการวิเคราะห์ผล.....	55
6.1 ผลจากปฏิกิริยาการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL	55
6.2 การประมาณค่าหาสารประกอบฟีนอลในน้ำมันที่ได้จากการแตกตัวด้วย ความร้อนของ CNSL.....	57
6.2.1 กราฟสารละลายมาตรฐานฟีนอล.....	57
6.2.2 ผลการทดลองหาอัตราส่วนโดยปริมาตรของเมทานอลต่อน้ำที่เหมาะสม สำหรับการสกัดสารประกอบฟีนอล.....	59

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

6.3 ผลการวิเคราะห์หาฟีนอลและเมทา-ครีซอลในผลิตภัณฑ์ของเหลวและก๊าซที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL ด้วยเทคนิค HPLC.....	64
6.3.1 เปรียบเทียบผลการวิเคราะห์สารตัวอย่างกับสารมาตรฐานฟีนอล.....	64
6.3.2 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณฟีนอลและเมทา-ครีซอลในผลิตภัณฑ์ของเหลวและก๊าซที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL	67
6.3.3 เปอร์เซนต์การนำกลับคืน (Recovery) ของฟีนอลและเมทา-ครีซอล.....	67
บทที่ 7 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ.....	69
7.1 สรุปผลการทดลอง.....	69
7.2 ข้อเสนอแนะ.....	70
เอกสารอ้างอิง.....	71
ภาคผนวก ก รายละเอียดของสารประกอบฟีนอลที่เป็นสารมลพิษอันดับต้นทั้ง 11 ชนิด.....	75
ภาคผนวก ข เทคนิคต่างๆ ที่ใช้ในการหาปริมาณของสารตัวอย่าง.....	79
- Normalization method.....	79
- Internal standard method.....	82
- External standard method.....	84
- Standard addition method.....	85
ภาคผนวก ค โคโรมาโทแกรมของสารตัวอย่าง แสดงรีเทนชันไทม์ (RT) ของพีก พื้นที่พีก ความสูงพีกและปริมาณสาร (ส่วนในล้านส่วน)	88
ประวัติผู้เขียน.....	101

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 องค์ประกอบของเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์.....	5
2.2 คุณสมบัติทางกายภาพของ CNSL จากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ 3 สายพันธุ์ ตามมาตรฐานของ Indian standard institution (IS 840-1964).....	5
2.3 มาตรฐานน้ำมันจากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์.....	7
3.1 ผลิตกัณฑ์จากกระบวนการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL (ในหน่วยกรัม).....	11
3.2 คุณสมบัติทางกายภาพของน้ำมันดิบ CNSL และผลิตกัณฑ์จากกระบวนการแตกตัว ด้วยความร้อนของ CNSL.....	12
3.3 องค์ประกอบโดยประมาณของเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ (CNS) และน้ำมันจากเปลือก เมล็ด (De-oiled CNS) ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส	17
3.4 ปริมาณธาตุที่เป็นองค์ประกอบของเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์และน้ำมันจากเปลือก ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส.....	17
3.5 คุณสมบัติทางกายภาพของน้ำมัน CO1 และ CO2.....	20
4.1 ความสัมพันธ์ระหว่างการดูดกลืนสีและสีส่วนเติมเต็ม.....	29
4.2 อนุภาคที่ใช้บรรจุในคอลัมน์โครมาโทกราฟีแบบกลับเฟสในเชิงพาณิชย์.....	41
4.3 สมบัติทั่วไปของเฟสเคลื่อนที่ทางโครมาโทกราฟี.....	41
4.4 ลักษณะของดีเทคเตอร์ทางโครมาโทกราฟี.....	43
6.1 ปริมาณผลิตกัณฑ์จากการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL จนถึงอุณหภูมิ 500 ^o ซ	55
6.2 ปริมาณผลิตกัณฑ์จากการกลั่น.....	55
6.3 ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของฟีนอลกับค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 500 นาโนเมตร.....	58
6.4 ผลการสกัดโดยใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของเมทานอลต่อน้ำ 0:100 (การทดลองที่ 1).....	59
6.5 ผลการสกัดโดยใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของเมทานอลต่อน้ำ 0:100 (การทดลองที่ 2).....	60
6.6 ผลการสกัดโดยใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของเมทานอลต่อน้ำ 20:80 (การทดลองที่ 1).....	60
6.7 ผลการสกัดโดยใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของเมทานอลต่อน้ำ 20:80 (การทดลองที่ 2).....	60
6.8 ผลการสกัดโดยใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของเมทานอลต่อน้ำ 40:60 (การทดลองที่ 1).....	61
6.9 ผลการสกัดโดยใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของเมทานอลต่อน้ำ 40:60 (การทดลองที่ 2).....	61
6.10 ผลการสกัดโดยใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของเมทานอลต่อน้ำ 60:40 (การทดลองที่ 1).....	61

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง (ต่อ)

ตารางที่	หน้า
6.11 ผลการสกัดโดยใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของเมทานอลต่อน้ำ 60:40 (การทดลองที่ 2).....	62
6.12 ผลการสกัดโดยใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของเมทานอลต่อน้ำ 80:20 (การทดลองที่ 1).....	62
6.13 ผลการสกัดโดยใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของเมทานอลต่อน้ำ 80:20 (การทดลองที่ 2).....	62
6.14 ผลของตัวทำละลายต่อการสกัดสารประกอบฟีนอลออกจากน้ำมันที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL (การทดลองที่ 1).....	63
6.15 ผลของตัวทำละลายต่อการสกัดสารประกอบฟีนอลออกจากน้ำมันที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL (การทดลองที่ 2).....	63
6.16 ผลการวิเคราะห์หาฟีนอลและเมทา-ครีซอลในผลิตภัณฑ์ของเหลวและก๊าซที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL ด้วยเทคนิค HPLC.....	67
6.17 เปรียบเทียบการนำกลับคืนของฟีนอลและเมทา-ครีซอลในกระบวนการสกัด (การทดลองที่ 1).....	68
6.18 เปรียบเทียบการนำกลับคืนของฟีนอลและเมทา-ครีซอลในกระบวนการสกัด (การทดลองที่ 2).....	68

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 สูตรโครงสร้างของสารประกอบใน CNSL.....	6
2.2 ปฏิกริยาดีคาร์บอกซิเลชัน.....	6
3.1 ชุดอุปกรณ์สำหรับการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL	11
3.2 โครมาโทแกรมของตัวอย่างน้ำมันที่ 1.....	13
3.3 โครมาโทแกรมของตัวอย่างน้ำมันที่ 2.....	13
3.4 โครมาโทแกรมของตัวอย่างน้ำมันที่ 3.....	14
3.5 โครมาโทแกรมของน้ำมันดีเซล.....	14
3.6 เปอร์เซ็นต์น้ำมันจากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์เมื่อให้ความร้อนระหว่างอุณหภูมิ 105-200 องศาเซลเซียส.....	16
3.7 ปริมาณผลิตภัณฑ์จากปฏิกิริยาการแตกตัวด้วยความร้อนของน้ำมันจากเปลือกเมล็ดมะม่วง หิมพานต์ระหว่างอุณหภูมิ 400-600 องศาเซลเซียส.....	18
3.8 การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของน้ำมันที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อนของน้ำมันจากเปลือก เมล็ดมะม่วงหิมพานต์ระหว่างอุณหภูมิ 400-600 องศาเซลเซียส.....	18
4.1 สูตรโครงสร้างของสารประกอบฟีนอล 11 ชนิด.....	22
4.2 การสกัดของเหลวด้วยของเหลว.....	25
4.3 การดูกลิ่นแสงของสารละลายอินทรีย์.....	31
4.4 ส่วนประกอบอย่างง่ายของสเปกโทรโฟโตมิเตอร์.....	32
4.5 การแยกสารผสมในคอลัมน์โครมาโทกราฟีอย่างง่ายและโครมาโทแกรมที่แสดงถึงพีคของ ส่วนประกอบที่ถูกแยกออกมา.....	34
4.6 ความสูงของพีคและความกว้างของพีค Gaussian.....	37
4.7 การแยกโมเลกุลโครมาโทกราฟี.....	38
4.8 ไดอะแกรมของ HPLC.....	40
5.1 ชุดอุปกรณ์สำหรับการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL	48
5.2 ชุดกลั่นน้ำมันที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL.....	49
5.3 เครื่องสเปกโทรโฟโตมิเตอร์.....	51
5.4 แผนผังการเตรียมสารตัวอย่าง.....	52
5.5 เครื่องวิเคราะห์ HPLC.....	54
5.6 คอลัมน์ที่ใช้วิเคราะห์.....	54

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับงานเพื่อการศึกษเท่านั้น เมื่ออนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
6.1 รูปแสดง (ก) CNSL (ข) น้ำมันที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL และ (ค) กาก.....	56
6.2 กราฟ TGA ของ CNSL.....	57
6.3 กราฟสารละลายมาตรฐานฟินอล.....	59
6.4 เปรียบเทียบโครมาโทแกรมของสารตัวอย่างกับสารมาตรฐานฟินอล.....	64
6.5 กราฟความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงของฟินอลในช่วง 0-1000 มิลลิกรัมต่อลิตร.....	66
6.6 กราฟความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงของเมทา-ครีซอลในช่วง 0-1000 มิลลิกรัมต่อลิตร.....	66
ข.1 ลักษณะของกราฟมาตรฐาน.....	80
ข.2 External standard calibration plot.....	85
ข.3 โครมาโทแกรม (ก) ของสารตัวอย่างซึ่งมีสาร 3 ชนิด (ข) ของสารตัวอย่างเมื่อเติมสารมาตรฐานตัวที่ 2 และ 3 ลงไป.....	86
ข.4 Standard addition calibration curve.....	87

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของงานวิจัย

ปัจจุบันพลังงานที่มนุษย์นำมาใช้ประโยชน์ได้แก่พลังงานที่ได้มาจากฟอสซิลเป็นส่วนใหญ่ เช่น น้ำมันดิบ ถ่านหิน และก๊าซธรรมชาติ ซึ่งแหล่งพลังงานเหล่านี้มีปริมาณจำกัด โดยเฉพาะประเทศไทยขาดแคลนทรัพยากรด้านพลังงานปิโตรเลียม ทำให้ต้องพึ่งพาการนำเข้าเชื้อเพลิงจากต่างประเทศเป็นหลัก ซึ่งในแต่ละปีคิดเป็นมูลค่ามหาศาล ดังนั้นการหาแหล่งพลังงานทดแทนจึงมีความจำเป็นอย่างยิ่ง จากการศึกษาที่ผ่านมาพบว่าการนำน้ำมันพืชหลายชนิดมาใช้เป็นแหล่งพลังงานทดแทน เช่น น้ำมันละหุ่ง น้ำมันมะพร้าว และน้ำมันปาล์ม สำหรับมะม่วงหิมพานต์ นอกจากจะใช้ประโยชน์จากส่วนต่างๆ ของต้นและเมล็ดแล้ว ยังสามารถนำน้ำมันจากเปลือกเมล็ดไปใช้ในอุตสาหกรรมสี ผ้าเบรค วารนิช แล็คเกอร์ กาว และอาจใช้เป็นวัตถุดิบในการผลิตฟีนอล-ฟอร์มาลดีไฮด์เรซิน การนำน้ำมันจากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ (Cashew Nut Shell Liquid, CNSL) มาใช้ประโยชน์ด้านพลังงานก็เป็นอีกแนวทางหนึ่ง แต่ต้องคำนึงถึงผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อม เนื่องจากน้ำมันจากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ประกอบด้วยสารเคมีสำคัญ 2 ชนิด คือ กรดอนุคาร์บอิก (Anacardic acid) และคาร์ดอล (Cardol) โครงสร้างของสารทั้งสองชนิดนี้ประกอบด้วยส่วนของฟีนอลและส่วนที่เป็นสายโซ่ไฮโดรคาร์บอน

ในการปรับปรุงคุณภาพน้ำมันจากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์เพื่อใช้เป็นเชื้อเพลิงทดแทน โดยวิธีการแตกตัวด้วยความร้อน (Thermal cracking) ของ CNSL และกลั่นแยกผลิตภัณฑ์ให้บริสุทธิ์ จะได้น้ำมันที่ได้จากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์และน้ำซึ่งมีสารประกอบฟีนอลปะปนอยู่ การนำน้ำมันที่ได้จากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์มาใช้ประโยชน์เป็นเชื้อเพลิงโดยตรงอาจส่งผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อม เพราะสารประกอบฟีนอลเป็นอันตรายต่อสิ่งมีชีวิตและทำความเสียหายต่ออุปกรณ์การผลิต เนื่องจากการเกิดยางเหนียว (Gum) ของสารประกอบฟีนอลจะไปอุดตันในเครื่องจักร ดังนั้นจึงต้องแยกสารประกอบฟีนอลออกก่อนที่จะนำไปใช้งานได้โดยตรง

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1.2.1 เพื่อปรับปรุงคุณภาพของผลิตภัณฑ์น้ำมันที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL โดยการแยกสารประกอบฟีนอลออก โดยใช้วิธีการสกัดด้วยตัวทำละลายผสมเมทานอล-น้ำ

1.2.2 วิเคราะห์หาฟีนอลและเมทา-ครีซอลในผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL โดยใช้เทคนิค HPLC

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

ทำการทดลองแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL จนถึงอุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง กลั่นแยกผลิตภัณฑ์ของเหลวที่ได้ให้บริสุทธิ์และแยกผลิตภัณฑ์น้ำมันออกจากน้ำ คีตาการสกัดสารประกอบฟีนอลออกจากผลิตภัณฑ์น้ำมันด้วยตัวทำละลายผสมเมทานอล-น้ำ โดยใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของเมทานอลต่อน้ำต่างๆ คือ 0:100 20:80 40:60 60:40 และ 80:20 เพื่อหาอัตราส่วนที่เหมาะสมสำหรับการสกัด วิเคราะห์หาฟีนอลและเมทา-ครีซอลในผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL โดยใช้เทคนิค HPLC

1.4 ขั้นตอนและการดำเนินการ

1.4.1 ศึกษาปฏิกิริยาการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL

1.4.2 สกัดสารประกอบฟีนอลออกจากผลิตภัณฑ์น้ำมันที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL ด้วยตัวทำละลายผสมของเมทานอล-น้ำ และประมาณค่าหาอัตราส่วนโดยปริมาตรที่เหมาะสมสำหรับการสกัด

1.4.3 วิเคราะห์หาฟีนอลและเมทา-ครีซอลในผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL โดยใช้เทคนิค HPLC

1.5 ประโยชน์ที่ได้รับจากงานวิจัย

1.5.1 สามารถแยกสารประกอบฟีนอลออกจากผลิตภัณฑ์น้ำมันที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL เพื่อลดความเสียหายต่ออุปกรณ์การผลิตและลดปัญหาสิ่งแวดล้อมที่เกิดขึ้นจากสารประกอบฟีนอลในผลิตภัณฑ์ดังกล่าว

1.5.2 ได้อัตราส่วนโดยปริมาตรที่เหมาะสมของตัวทำละลายผสมเมทานอล-น้ำในการสกัดสารประกอบฟีนอล

1.5.3 สามารถวิเคราะห์หาฟีนอลและเมทา-ครีซอลในผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL โดยใช้เทคนิค HPLC

น้ำมันจากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์

2.1 ความรู้เบื้องต้น [1]

มะม่วงหิมพานต์เป็นพืชพื้นเมืองของบราซิล มีชื่อวิทยาศาสตร์ว่า *Anacardium Occidentale* L. อยู่ในวงศ์ Anacardiaceae ถูกนำเข้ามาในประเทศไทยโดยชาวโปรตุเกสในคริสต์ศตวรรษที่ 16 เป็นพืชเขตร้อนที่เขียวตลอดปี เติบโตที่ระดับความสูงต่ำกว่า 1000 ฟุต และแพร่หลายในเกาะอันดามัน ออฟริกาตะวันออก โมซัมบิก แทนซาเนีย ฟิลิปปินส์และประเทศในเขตร้อนอื่นๆ สำหรับมะม่วงหิมพานต์ในประเทศไทยนั้นไม่มีหลักฐานยืนยันที่แน่นอนว่าเข้ามาตั้งแต่เมื่อไร แต่พอสันนิษฐานได้ว่า ประมาณปีพุทธศักราช 2444 พระยารัษฎานุประดิษฐ์ (คอซิมบี๊ ณ ระนอง) ขณะที่ย้ายตำแหน่งเทศาภิบาลเป็นคนแรกที่น่าเอาเมล็ดมะม่วงหิมพานต์มาจากมาเลเซีย มาปลูกที่จังหวัดตรัง

มะม่วงหิมพานต์เป็นผลไม้เขตร้อนที่มีคุณค่าทางเศรษฐกิจชนิดหนึ่งและเป็นพืชเอนกประสงค์ ทั้งนี้เพราะสามารถนำส่วนต่างๆ ของต้นมาใช้ประโยชน์ได้มากตั้งแต่ ราก ลำต้น เปลือก ใบ ยอดอ่อน ผล น้ำมันจากเปลือกเมล็ด เยื่อหุ้มเมล็ดในและเมล็ดใน แต่ส่วนที่สำคัญที่มีค่าในเชิงการค้าขณะนี้ยังมีเพียงสองส่วน คือ เมล็ดในสำหรับบริโภคเป็นอาหารและน้ำมันจากเปลือกเมล็ด เพื่อประโยชน์ทางการแพทย์และวงการอุตสาหกรรม

ผลจริงของมะม่วงหิมพานต์คือส่วนที่เรียกว่าเมล็ดติดอยู่ตรงปลายก้านดอก ซึ่งประกอบด้วยส่วนที่เรียกว่าเปลือก (Cashew nut shell, CNS) เยื่อหุ้มเปลือก (Cashew testa) และเมล็ดใน (Cashew kernal) เปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์นำมาบีบและสกัดจะได้น้ำมันเหลวข้นสีน้ำตาลเข้มเรียกว่า Cashew Nut Shell Liquid ในน้ำมันจะมีสารหลักๆ สองตัว คือ กรดอนุคาร์ดิก 80-90% และคาร์ดอล ซึ่งเป็นแอลกอฮอล์อีกชนิดหนึ่งอีก 10-20% นอกจากนี้ยังมีอนุพันธ์ต่างๆ ของสารหลักทั้งสองตัวนี้อีกเล็กน้อยผสมอยู่ด้วย น้ำมันที่ได้จะนำไปใช้ในทางการแพทย์โดยจะใช้ทำยาแก้โรคเหน็บชา เลือดคั่ง โรคเท้าช้าง โรคผิวหนังและโรคเท้าแตก ส่วนในทางอุตสาหกรรมนิยมใช้ทำผ้าเบรคและผ้าครัท เพราะมีคุณสมบัติทนต่อความร้อน ทนต่อแรงเสียดทานได้ดี ใช้เป็นฉนวนป้องกันไฟฟ้า กระเบื้อง ยางปูพื้น น้ำมันชักเงา ใช้ในอุตสาหกรรมพลาสติก ผสมกับน้ำมันพืชบางชนิดสามารถทำเป็นกาว ผสมกับน้ำมันก๊าดใช้กำจัดตัวอ่อนยุง เป็นต้น

จะเห็นว่านอกจากนี้เนื้อในของเมล็ดมะม่วงหิมพานต์จะใช้ประโยชน์ในทางอุตสาหกรรมในตลาดโลกแล้ว น้ำมันจากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ก็เป็นส่วนที่มีความสำคัญในเชิงการค้า

อีกด้วย และเป็นที่ยอมรับกันว่า น้ำมันจากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์เป็นแหล่งหนึ่งของฟีนอลที่มีอยู่ตามธรรมชาติ

การนำเอาเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ซึ่งได้จากการกะเทาะเมล็ดในมาสกัดน้ำมันนั้นเป็นการนำเอาเศษเหลือจากการผลิตเนื้อในมาใช้ประโยชน์นั่นเอง ในปัจจุบันโรงงานกะเทาะเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์มีอยู่หลายโรงโดยเฉพาะที่ภาคใต้ของประเทศ ซึ่งส่งผลให้เปลือกที่เหลือจากโรงงานเหล่านี้มีเป็นจำนวนมาก ในอนาคตอันใกล้นี้ น้ำมันจากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์จะเป็นอุตสาหกรรมที่ทำเงินให้กับประเทศ โดยในปัจจุบันอินเดียเป็นประเทศที่ส่งออกน้ำมันจากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์เป็นอันดับหนึ่งของโลก ตลาดนำเข้าที่สำคัญได้แก่ สหรัฐอเมริกา อังกฤษ ญี่ปุ่น ออสเตรเลีย เกาหลีใต้ ฝรั่งเศส เนเธอร์แลนด์ เซเชลล์ โกลโลวาเกีย และเบลเยียม

2.2 น้ำมันจากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์

กองเกษตรเคมี [2] ได้ศึกษากรรมวิธีการผลิต CNSL ผลจากการบีบด้วยเครื่องไฮดรอลิกเพรส (Hydraulic press) ในห้องปฏิบัติการตีวิจัยพืชน้ำมัน พบว่า CNSL เป็นของเหลวสีน้ำตาลคล้ำ เหนียวข้น มีคุณสมบัติไม่ละลายน้ำแต่ละลายได้ดีในตัวทำละลายอินทรีย์ (Organic solvent) ทุกชนิด เป็นสารพิษ ทำให้ผิวหนังพุพองและเปื่อยได้ เมื่อน้ำมันดังกล่าวได้รับความร้อนสูง บางส่วนจะระเหยเป็นไอ มีกลิ่นฉุนจัด กัดเยื่อจุกและนัยน์ตา

Aggarwal [3] พบว่า CNSL มีอยู่ในเปลือกเมล็ดประมาณ 32-34% โดยน้ำหนัก โดยที่เปลือกเมล็ดนี้คิดเป็นประมาณ 67% ของเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ทั้งเมล็ด CNSL จะเป็นตัวป้องกันแมลงโดยธรรมชาติ ไม่ให้เข้าไปทำลายเมล็ดใน (Cashew nut kernel) ซึ่งเป็นส่วนที่มีลักษณะโค้งเล็กน้อย มีเนื้อสัมผัสละเอียด และมีกลิ่นรสเป็นที่ต้องการ อย่างไรก็ตามจากการวิเคราะห์โดยกรมวิทยาศาสตร์บริการ [4] พบว่า CNSL มีอยู่ในเปลือกเมล็ดประมาณร้อยละ 18-30 โดยน้ำหนัก ซึ่งขึ้นอยู่กับพันธุ์ของมะม่วงหิมพานต์ ประเทืองศรี สินชัยศรี [2] รายงานว่า น้ำมันชนิดนี้ประกอบด้วยสารเคมีต่างๆ ดังนี้คือ กรดอนุคาร์บอิก 82% คาร์บอล 13.8% คาร์ดานอล 1.6% และเมทิลคาร์บออล 2.6% โดยน้ำหนัก ซึ่งสารเหล่านี้เมื่อนำไปผสมกับสารเคมีอื่นๆ จะเกิดสารใหม่ขึ้น ซึ่งสามารถนำไปใช้ในอุตสาหกรรมต่างๆ เช่น การผลิตกาว

Tychopoulos และ Tyman [5] แสดงองค์ประกอบของเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ดังตารางที่ 2.1

กองเกษตรเคมีได้ทำการศึกษาคูณสมบัติทางเคมีและกายภาพของ CNSL ดังแสดงในตารางที่ 2.2 จากตารางจะเห็นว่าน้ำมัน CNSL ที่ได้มีค่าอยู่ระหว่าง 18-23% โดยน้ำหนัก โดยปริมาณน้ำมันขึ้นอยู่กับพันธุ์ของมะม่วงหิมพานต์ คูณสมบัติทางเคมีและกายภาพของ CNSL เช่น

ค่าไอโอดีนใช้ทดสอบหาพันธะที่ไม่อิ่มตัวภายในโมเลกุลของ CNSL เพื่อใช้ประโยชน์ในอุตสาหกรรมพอลิเมอร์หรือสารเคลือบ

ตารางที่ 2.1 องค์ประกอบของเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ [1]

องค์ประกอบ (Chemical composition)	ร้อยละโดยน้ำหนัก (%)
ความชื้น	8-10
น้ำมัน CNSL	40-48
โปรตีน	18-20
คาร์โบไฮเดรต	38-40
เส้นใย	1-1.5

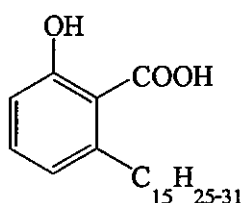
ตารางที่ 2.2 คุณสมบัติทางกายภาพของ CNSL จากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ 3 สายพันธุ์ ตามมาตรฐานของ Indian standard institution (IS 840-1964) [1]

รายการ	ศก.60-1	ศก.60-2	พันธุ์ SKA
น้ำมัน CNSL (% โดยน้ำหนัก)	23.00	18.70	21.10
ความถ่วงจำเพาะที่ 25/25 ^o ซ	0.9845	0.9900	0.9858
ดัชนีหักเหที่ 25 ^o ซ	1.5220	1.5420	1.5245
ค่าไอโอดีน	197	201	196
สารที่ทำให้เกิดสบู่ (Saponifiable matter)	91	95	95
สารที่ไม่ทำให้เกิดสบู่ (Unsaponifiable matter)	0.55	0.54	0.43
การสูญเสียความร้อน (Loss of heating) ที่ 250 ^o ซ 30 นาที	88.38	*	*

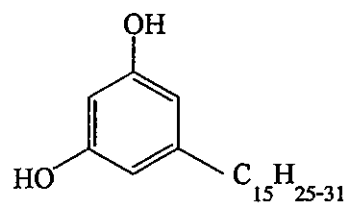
* ไม่รายงานผลการวิเคราะห์

2.3 องค์ประกอบทางเคมีของน้ำมันจากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์

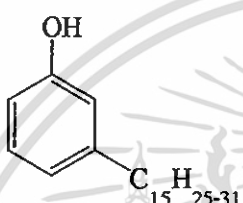
สูตรโครงสร้างสารเคมีที่มีอยู่ใน CNSL คือ



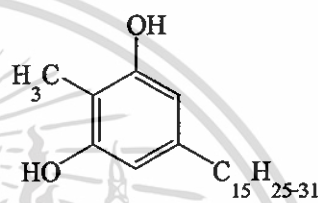
กรดอนาคาร์ดิก



คาร์ดอล



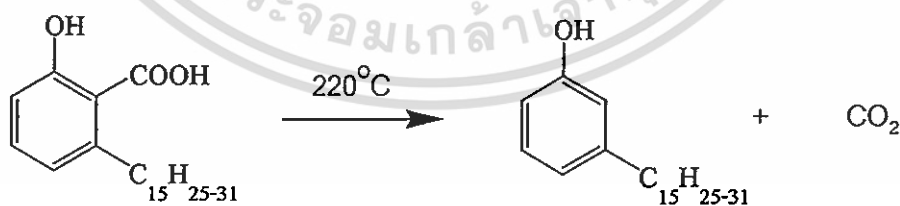
คาร์ดานอล



เมทิลคาร์ดอล

รูปที่ 2.1 สูตรโครงสร้างของสารประกอบใน CNSL [1]

Gonsaves และ Costa [5] กล่าวว่ากรดอนาคาร์ดิกเป็นส่วนประกอบสำคัญของ CNSL และเป็นสารที่มีความคงตัวสูง กรดอนาคาร์ดิกนี้เมื่อถูกความร้อนจะเกิดการดีคาร์บอกซิเลชัน (Decarboxylation) ไปเป็นคาร์ดานอลหรืออนาคาร์ดอล (Anacardol) ปฏิกริยาดีคาร์บอกซิเลชันจะยิ่งเกิดได้ง่ายที่อุณหภูมิสูงถึง 220^oซ



กรดอนาคาร์ดิก

คาร์ดานอล

รูปที่ 2.2 ปฏิกริยาดีคาร์บอกซิเลชัน [1]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

CNSL ที่ผลิตด้วยวิธีการสกัดด้วยตัวทำละลาย จะมีคุณสมบัติต่างจากที่ได้จากการเกิดปฏิกิริยาดีคาร์บอกซิเลชัน CNSL ที่จำหน่ายอยู่ในปัจจุบันมีมาตรฐานที่ใช้ทั่วไปสองมาตรฐาน คือ มาตรฐาน BP และมาตรฐาน IRVINGTON ดังแสดงในตารางที่ 2.3

ตารางที่ 2.3 มาตรฐานน้ำมันจากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ [1]

รายการ	มาตรฐาน BP	มาตรฐาน IRVINGTON
1. สิ่งสกปรกร้อยละโดยน้ำหนัก	ไม่เกิน 1.0	ไม่เกิน 1.0
2. ความถ่วงจำเพาะที่ 25 ^o ซ	0.955 - 0.975	0.943 - 0.968
3. ความหนืดที่ 25 ^o ซ (เซนติพอยต์)	ไม่เกิน 600	ไม่เกิน 600
4. ค่าไอโอดีน	ไม่น้อยกว่า 220	-
5. ความชื้นร้อยละโดยน้ำหนัก	ไม่เกิน 1.0	-
6. เถ้าร้อยละโดยน้ำหนัก	ไม่เกิน 1.0	-
7. สารที่ระเหยเป็นไอได้ร้อยละโดยน้ำหนัก	-	ไม่เกิน 2.0
8. เวลาการพอลิเมอไรเซชัน (Polymerization Hardening Time) (นาที)	7.5 -16.0	-
9. เวลาการเกิดเจล (Gel Time) (นาที)	-	ไม่เกิน 7

2.4 วิธีการสกัดน้ำมันออกจากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ [1, 7]

การสกัด CNSL อาจใช้เฉพาะเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์หรือใช้ทั้งเมล็ด ถ้าใช้เฉพาะเปลือกมีวิธีที่ใช้อยู่ 3 วิธี คือ วิธีการบีบหรืออัดเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ วิธีสกัดด้วยความร้อน และวิธีสกัดด้วยตัวทำละลาย แต่ถ้าใช้เมล็ดจะนิยมใช้วิธีการสกัดด้วยความร้อนเท่านั้น เพราะวิธีนี้ช่วยในการกะเทาะเอาเมล็ดในออกมาได้ง่ายขึ้น และช่วยลดการปนเปื้อนในน้ำมัน CNSL ที่ไหลออกมา

2.4.1 การบีบหรือการบีบอัดด้วยเครื่องอัด เช่น ไฮดรอลิกเพรส หรือ สกรูว์เพรส (Screw press) วิธีนี้ยังคงมีน้ำมันเหลือในกากประมาณร้อยละ 4-5 ของน้ำหนักกาก

วิธีนี้เป็นการบีบหรืออัดเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ด้วยเครื่องอัด ทำให้น้ำมันในเปลือกเมล็ดไหลออกมา ก่อนอัดเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ ต้องเลือกเศษผงต่างๆ ออกให้หมด นิยมนำเปลือกไปคั่วก่อนประมาณ 20 นาที เพื่อให้น้ำมันในเปลือกไหลออกมามาก อาจต้องนำน้ำมัน CNSL ที่ได้จากการอัดหรือบีบนี้ไปกรองเอาเศษผงออกอีกครั้ง นำน้ำมัน CNSL นี้ไปเคี่ยวด้วยความร้อนประมาณ 200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เพื่อให้น้ำมันบริสุทธิ์ยิ่งขึ้น CNSL ที่ได้เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จะเหลวกว่าตอนก่อนเคียว ขั้นตอนนี้ต้องควบคุมอุณหภูมิให้คงที่ที่ 200 องศาเซลเซียส และต้องระวังไม่ให้ CNSL ลุกไหม้ไฟเกิดอันตราย

2.4.2 การสกัดด้วยความร้อน เช่น การอบด้วยไอน้ำร้อนที่อุณหภูมิ 250 องศาเซลเซียส วิธีการสกัด CNSL ด้วยความร้อนแบ่งออกเป็น 2 วิธี คือ

(1) บรรจุเปลือกเมล็ดไว้ในภาชนะทรงกระบอก แล้วผ่านไอน้ำที่มีความร้อนประมาณ 200-250 องศาเซลเซียส ลงไปประมาณ 2-3 นาที ก็จะได้น้ำมัน CNSL ออกมา วิธีนี้จะได้น้ำมัน CNSL ออกมา ร้อยละ 7-12 ของน้ำหนักเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์

(2) การจุ่มเปลือกเมล็ดลงไปในภาชนะที่เคียวน้ำมัน CNSL อยู่จนเดือด ความร้อนจะทำให้ CNSL ไหลซึมออกมาภายนอก วิธีนี้จะได้น้ำมัน CNSL ร้อยละ 6-12 ของน้ำหนักเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์

2.4.3 การสกัดด้วยตัวทำละลาย

ตัวทำละลายที่ใช้เป็นชนิดที่สามารถละลายไขมันได้ เช่น เฮกเซน (Hexane) วิธีนี้ต้องอาศัยเทคนิคและความชำนาญสูง เสี่ยงต่อการเกิดอันตรายเพราะสารละลายเหล่านี้มีสมบัติไวไฟ นำเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์มากำจัดเศษผง หั่นเปลือกเมล็ดให้เป็นชิ้นเล็กๆ จากนั้นเปลือกจะถูกนำมาให้ความร้อนเพื่อกำจัดความชื้นส่วนเกินและทำให้เซลล์พองตัว เพื่อให้การไหลของ CNSL ง่ายขึ้น แล้วส่งเข้าเครื่องสกัด ตัวทำละลายจะละลาย CNSL ออกจากเซลล์เปลือกที่สกัดและแยกตัวทำละลายออกแล้วจะถูกใช้เป็นเชื้อเพลิง หลังจากนั้นทำการกลั่นผลิตภัณฑ์ที่ได้โดยตัวทำละลายจะระเหยกลายเป็นไอและกลั่นตัวภายในเครื่องควบแน่นแล้วไหลกลับสู่ระบบอีกครั้งหนึ่ง ข้อดีของวิธีนี้คือ จะทำให้น้ำมันมีคุณภาพดีและได้ประสิทธิภาพในการผลิตสูง แต่ข้อเสียคือเครื่องมือราคาแพงและเสี่ยงต่อการระเบิด

2.5 ประโยชน์ของน้ำมันออกจากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ [1]

จากรายงานของสำนักงานอุตสาหกรรมจังหวัดภูเก็ต ได้กล่าวถึงประโยชน์ของ CNSL ดังนี้

2.5.1 ใช้ทำกาวชนิดคัส เมื่อผสมของเหลวที่ได้จากการสกัดกับเคซีน (Casein) จะได้กาวชนิดที่มีคุณสมบัติสามารถแข็งตัวทั้งในสภาพให้และไม่ให้ความร้อน กาวสำหรับไม้อัด และถ้าเติมสารเพิ่มความแข็งแรง (Hardener) เช่น คอปเปอร์คลอไรด์ (CuCl_2) ลงไป จะทำให้กาวเพิ่มคุณสมบัติต้านกันน้ำ กาวประเภทนี้อาจเตรียมได้จากการพอลิเมอไรเซชันของ CNSL กับฟีนอลหรือยูเรียกับฟอร์มัลดีไฮด์และโซดาไฟ

2.5.2 ใช้ทำน้ำยาเคลือบไม้อัด โดยใช้ CNSL ผสมกับโซเดียมโอเลอเอทจะได้สารที่ใช้ทาเคลือบลงบนแผ่นไม้อัด แล้วพ่นทับด้วยสารละลายโซดาไฟ 4% ที่มีฟอร์มัลดีไฮด์ปนอยู่ด้วย เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

นำไปอบที่อุณหภูมิไม่เกิน 110 องศาเซลเซียส จะได้ฟิล์มเคลือบที่มีความยืดหยุ่นตัวสูง เหนียว ไม่ลอกและเปราะง่าย และ CNSL ที่ผสมกับโซเดียมโอเลอเอท เมื่อเติมไททาเนียมออกไซด์ สามารถใช้ในอุตสาหกรรมกระดาษได้

2.5.3 ใช้ทำสีทาโลหะ CNSL ผสมกับฟอร์มาลินและน้ำมันชักแห้ง เป็นสีทาโลหะที่สามารถป้องกันฤทธิ์กัดกร่อนของน้ำเค็ม ฤทธิ์กรดต่างได้ดี

2.5.4 ใช้ปรับปรุงคุณภาพผลิตภัณฑ์ต่างๆ ใน CNSL มีสารอนุภาคคาร์บอนอยู่เล็กน้อยประมาณ 1.5% โดยน้ำหนัก ถ้าสกัดสารตัวนี้ออกมาแล้วผสมในเนื้ออย่างสังเคราะห์ จะช่วยเพิ่มคุณสมบัติในการเก็บรักษาผลิตภัณฑ์ยางให้ดีขึ้น

2.5.5 ใช้ทำน้ำยาแช่หนังฟอก ผสม CNSL ลงในน้ำยาฟอกหนัง จะช่วยให้หนังที่ฟอกแล้วมีคุณสมบัติดีขึ้น ทนทานต่อฤทธิ์ทำลายของสารต่างๆ

2.5.6 ใช้ในอุตสาหกรรมทำผ้าเบรคและผ้าครัชรถยนต์ สารใน CNSL ใช้ทำยางลดแรงเสียดสีในอุปกรณ์ใช้งานที่ต้องสัมผัสพื้นผิวบ่อยๆ เช่น ผ้าเบรค แผ่นครัชในรถยนต์ ฯลฯ ได้ดี จากรายงานของสำนักงานอุตสาหกรรมจังหวัดภูเก็ตปี 2532 พบว่า CNSL ที่ประเทศต่างๆ ส่งเข้าปริมาณถึง 80-90% ถูกนำไปใช้ในอุตสาหกรรมดังกล่าวนี้ เนื่องจาก CNSL จะช่วยให้สารต่างๆ เกาะกันได้ดีขึ้น มีความยืดหยุ่น สามารถทนความร้อนที่เกิดจากการเสียดทานเวลาเบรค ผ้าเบรคและผ้าครัชจะคงทนไม่สึกง่าย และมีประสิทธิภาพในการห้ามล้อ

2.5.7 ใช้เป็นส่วนผสมของสีเคลือบชนิดต่างๆ สีจะมีความทนทานต่อสภาพแวดล้อม เช่น ความชื้น ได้ดียิ่งขึ้น

2.5.8 ใช้เป็นส่วนผสมของน้ำมันวาร์นิช (Varnish) และแลคเกอร์ (Lacquer) จะทำให้วาร์นิชและแลคเกอร์ที่ได้มีคุณสมบัติดีขึ้น น้ำยาเคลือบจะมีความยืดหยุ่น ติดแน่นไม่ลอกหลุด ไม่แตกหักหรือเปราะง่ายเมื่อแห้ง น้ำมันวาร์นิชหรือแลคเกอร์ใช้ทาเรือ เคลือบแห อวน จักรเย็บผ้า จักรยานยนต์ หรือใช้ทำไม้กันปลวก

2.5.9 ใช้เป็นส่วนผสมของเรซิน พลาสติก สายพาน กาว กระเบื้อง ยางปูพื้น และผลิตภัณฑ์ประเภทยางชนิดต่างๆ

2.5.10 ใช้ในทางการแพทย์ ทางด้านการแพทย์ศัลยกรรมตกแต่งใช้เป็นยาลอกฝ้า กระที่ผิวหนัง ใช้เป็นยารักษาโรคเรื้อน โรคเท้าช้าง วัณโรคผิวหนัง โรคหูด ตาปลา และโรคเท้าแตก

2.5.11 ใช้ประโยชน์ทางด้านเกษตร กองเกษตรเคมีได้พัฒนาสูตรที่เข้ามาตรฐานในการใช้ปราบศัตรูพืชซึ่ง ได้แก่ แมลงและเชื้อจุลินทรีย์ที่ทำลายพืชและผลิตผลเกษตร นอกจากนี้ยังใช้กำจัดตัวอ่อนของยุงด้วย

บทที่ 3

การปรับปรุงคุณภาพน้ำมันจากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ เพื่อใช้ทดแทนน้ำมันเชื้อเพลิง

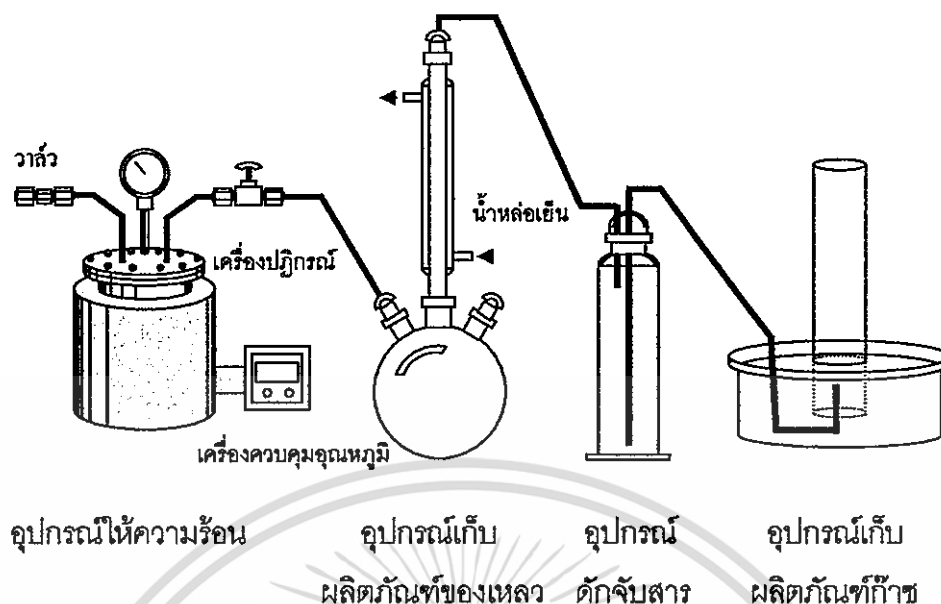
3.1 การปรับปรุงคุณภาพน้ำมันโดยวิธีการแตกตัวด้วยความร้อน [7-8]

เปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์เป็นผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการผลิตมะม่วงหิมพานต์ในภาคใต้ ภาคตะวันออก และภาคตะวันออกเฉียงเหนือของประเทศไทย ภายในเปลือกเมล็ดมีของเหลวที่เรียกว่า CNSL สามารถนำมาปรับปรุงให้เป็นเชื้อเพลิงได้โดยกระบวนการแตกตัวด้วยความร้อน จะให้ผลิตภัณฑ์ของเหลวและก๊าซสำหรับใช้ประโยชน์เป็นเชื้อเพลิงได้

CNSL ที่ใช้เป็นวัตถุดิบได้จากการหีบเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิก ลักษณะเป็นของเหลวหนืดสีน้ำตาลดำ มีกลิ่นฉุนเล็กน้อย เมื่อให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 100-200 องศาเซลเซียส ของเหลวนี้จะมีความหนืดลดลง

3.1.1 การแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL

ซึ่ง CNSL 100 กรัม ใส่ลงในเครื่องปฏิกรณ์ที่ทำจากเหล็กปริมาตร 1 ลิตร เติมตัวเร่งปฏิกิริยา Molecular sieve 5A จำนวน 20 กรัม ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ปิดฝาเครื่องปฏิกรณ์ให้แน่นและทำเป็นบรรยากาศเฉื่อยด้วยก๊าซไนโตรเจนที่อัตรา 75 มิลลิลิตร ต่อ นาที เป็นเวลา 20 นาที ปิดท่อนำก๊าซไนโตรเจน ปิดวาล์วเครื่องปฏิกรณ์ และใส่เครื่องปฏิกรณ์ในอุปรกรณ์ให้ความร้อน (Heating mantle) จากนั้นต่อท่อสารตัวอย่างก๊าซเชื่อมกับชุดเก็บผลิตภัณฑ์ ดังแสดงในรูปที่ 3.1 ให้ความร้อนกับเครื่องปฏิกรณ์จนถึงอุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส โดยใช้เวลา 1 ชั่วโมง 30 นาที แล้วคงไว้อีก 30 นาที กระบวนการนี้จะใช้เวลาทั้งสิ้น 2 ชั่วโมง ซึ่งเพียงพอสำหรับปฏิกิริยาการแตกตัวที่สมบูรณ์ ผลิตภัณฑ์ของเหลวจะถูกควบแน่นในภาชนะเก็บผลิตภัณฑ์ของเหลว (Liquid product collector) ขณะที่ผลิตภัณฑ์ก๊าซจะถูกเก็บรวบรวมโดยการแทนที่น้ำ ซึ่งน้ำหนักของผลิตภัณฑ์ของเหลวและกากในเครื่องปฏิกรณ์ คำนวณน้ำหนักผลิตภัณฑ์ก๊าซจากสมดุลมวลสาร และนำผลิตภัณฑ์ของเหลวไปกลั่นให้บริสุทธิ์



รูปที่ 3.1 ชุดอุปกรณ์สำหรับการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL [8]

ผลการสกัด CNSL จากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์โดยใช้เครื่องอัดไฮดรอลิก จะได้ CNSL ประมาณ 18-20% โดยน้ำหนักเปลือก เมื่อนำน้ำมันนี้ไปแตกตัวด้วยความร้อน จะได้ผลิตภัณฑ์ของเหลวประมาณ 85% โดยน้ำหนักของ CNSL เมื่อนำของเหลวนี้ไปกลั่น ให้ผลิตภัณฑ์จากการกลั่นประมาณ 13.4% ของน้ำหนักผลิตภัณฑ์ของเหลว ซึ่งแยกออกเป็น 2 ชั้น คือ ชั้นน้ำมันประมาณ 6.5% และชั้นน้ำประมาณ 6.9% ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 ผลิตภัณฑ์จากกระบวนการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL (ในหน่วยกรัม) [8]

จำนวนตัวอย่าง	กาก	ของเหลวควบแน่น	ผลิตภัณฑ์ก๊าซ	ของเหลวจากการกลั่น	
				ชั้นน้ำมัน	ชั้นน้ำ
1	25.47	84.92	9.61	5.15	5.50
2	25.51	85.05	9.44	5.82	6.48
3	27.66	82.70	9.64	5.37	5.43
เฉลี่ย	26.21	84.22	9.59	5.45	5.80

ผลการวิเคราะห์คุณสมบัติทางกายภาพ พบว่าผลิตภัณฑ์ของเหลวและก๊าซจะมีกลิ่นฉุนมากกว่าน้ำมันดิบ CNSL ผลิตภัณฑ์ของเหลวมีสีน้ำตาลอ่อนและความหนืดลดลง เมื่อสัมผัส

กับอากาศเป็นเวลาหลายวันสีจะคล้ำลง และมีการละลายคล้ายกับน้ำมันดิบ CNSL ผลการวิเคราะห์คุณสมบัติทางกายภาพแสดงในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 คุณสมบัติทางกายภาพของน้ำมันดิบ CNSL และผลิตภัณฑ์จากกระบวนการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL [8]

คุณสมบัติทางกายภาพ	น้ำมันดิบ	ผลิตภัณฑ์	
		ของเหลวจากการกลั่น	ก๊าซ
สี	น้ำตาลแกมดำ	น้ำตาลอ่อน	ไม่มีสี
กลิ่น	ฉุน	ฉุนมาก	ฉุนมาก
ความหนืด (เมื่อเปรียบเทียบกับน้ำ)	สูง	สูงกว่าน้ำเล็กน้อย	-
การละลายในน้ำ	ไม่ละลาย	ไม่ละลาย	ไม่ละลาย
คลอโรฟอร์ม	ละลาย	ละลาย	-
เฮกเซน	ละลาย	ละลาย	-
การติดไฟ	ติดไฟ	ติดไฟ	ติดไฟ

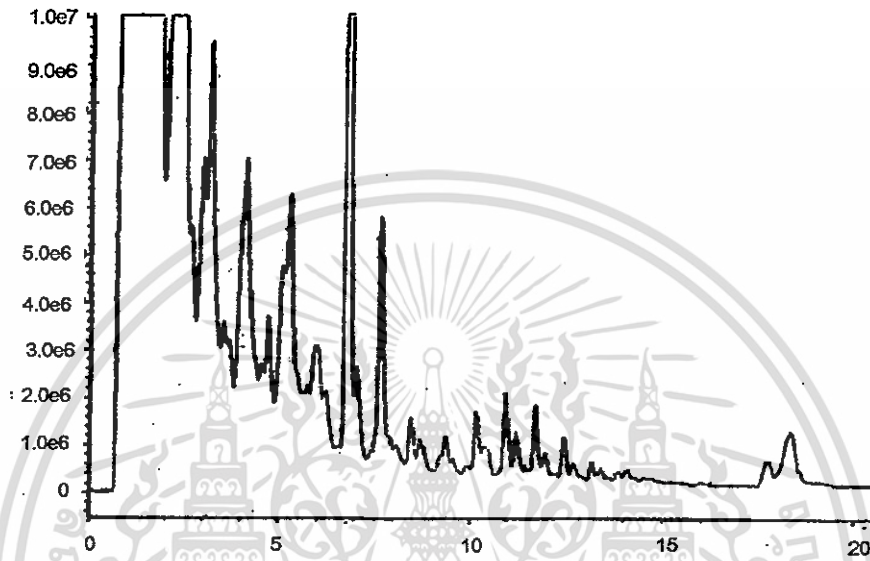
3.1.2 การวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์น้ำมันด้วยวิธีแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatograph) ผลิตภัณฑ์ของเหลวที่ได้จากการกลั่นประกอบด้วยชั้นน้ำและชั้นน้ำมัน หลังจากแยกชั้นน้ำออกแล้ว วิเคราะห์ผลิตภัณฑ์น้ำมันด้วยวิธีแก๊สโครมาโทกราฟี

สภาวะของการวิเคราะห์

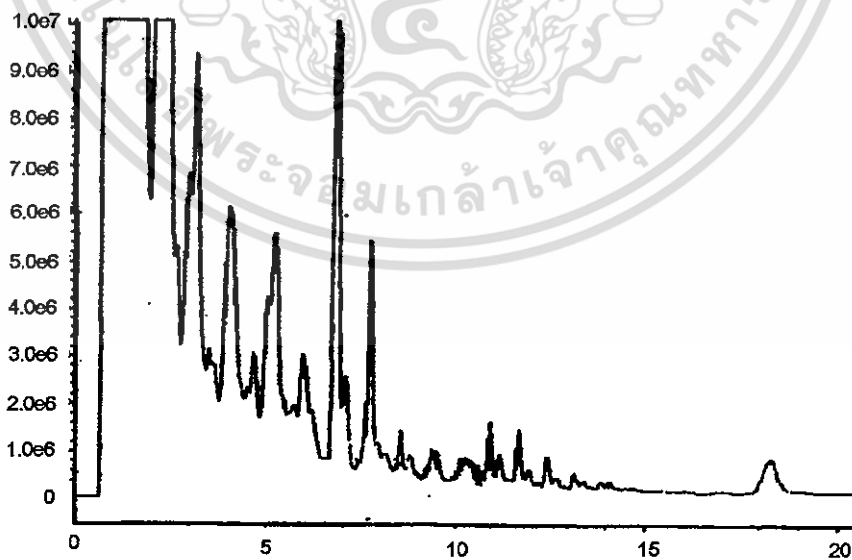
เครื่องวิเคราะห์:	HP-6890
คอลัมน์:	ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1/4 นิ้ว ยาว 4 นิ้ว บรรจุด้วย 3% OV-225
อุณหภูมิของคอลัมน์:	โปรแกรม 100-240 ^o ซ ในอัตรา 12 ^o ซ ต่อนาที
ก๊าซพา:	ไนโตรเจนในอัตรา 3.62 มิลลิลิตรต่อนาที
ปริมาณสารฉีด:	1 ไมโครลิตร
อุณหภูมิอินเจ็คเตอร์:	250 ^o ซ
ดีเทคเตอร์:	FID
อุณหภูมิดีเทคเตอร์:	250 ^o ซ
ตัวทำละลาย:	เฮกเซน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ผลิตภัณฑ์น้ำมันแต่ละตัวอย่างจะถูกวิเคราะห์ด้วยวิธีแก๊สโครมาโทกราฟี และได้โครมาโทแกรมดังแสดงในรูป 3.2-3.4 เปรียบเทียบโครมาโทแกรมกับน้ำมันดีเซล (รูป 3.5) พบว่าโครมาโทแกรมของสารตัวอย่างมีพีคของสารประกอบไฮโดรคาร์บอนอยู่ในช่วง C_{14} - C_{19} หรือมีจุดเดือดในช่วง 250 - 340 องศาเซลเซียสเช่นเดียวกับของน้ำมันดีเซล

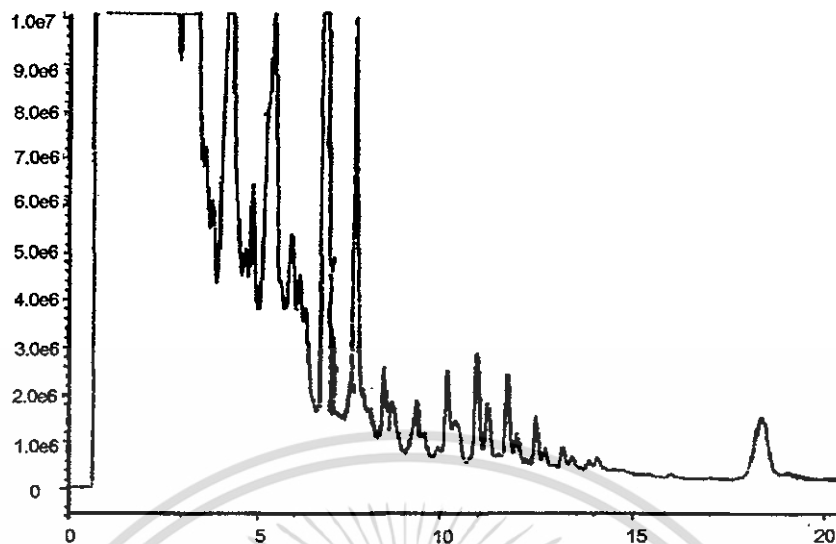


รูปที่ 3.2 โครมาโทแกรมของตัวอย่างน้ำมันที่ 1 [8]

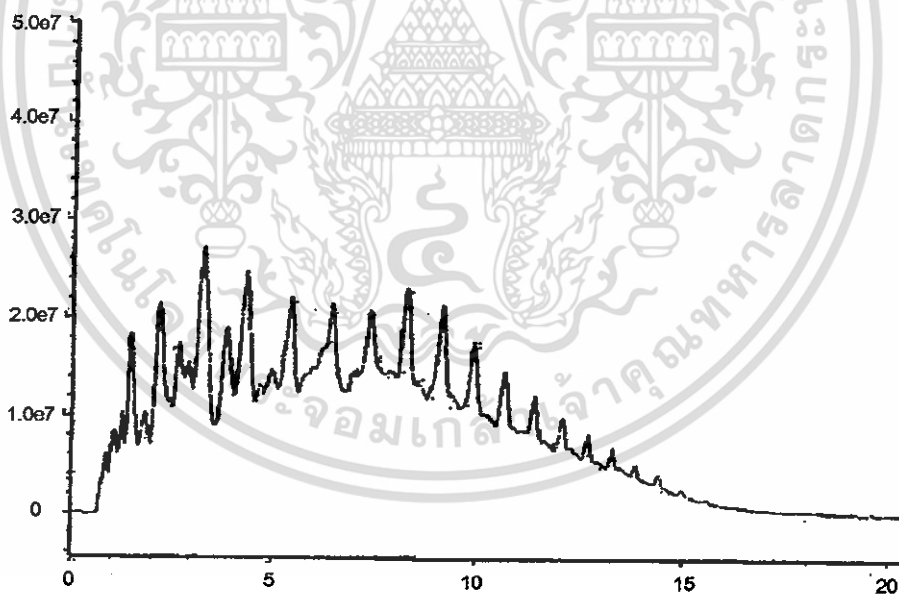


รูปที่ 3.3 โครมาโทแกรมของตัวอย่างน้ำมันที่ 2 [8]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.4 โครมาโทแกรมของตัวอย่างน้ำมันที่ 3 [8]



รูปที่ 3.5 โครมาโทแกรมของน้ำมันดีเซล [8]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.2 การผลิตน้ำมันชีวภาพโดยปฏิกิริยาไพโรไลซิสของเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ [9]

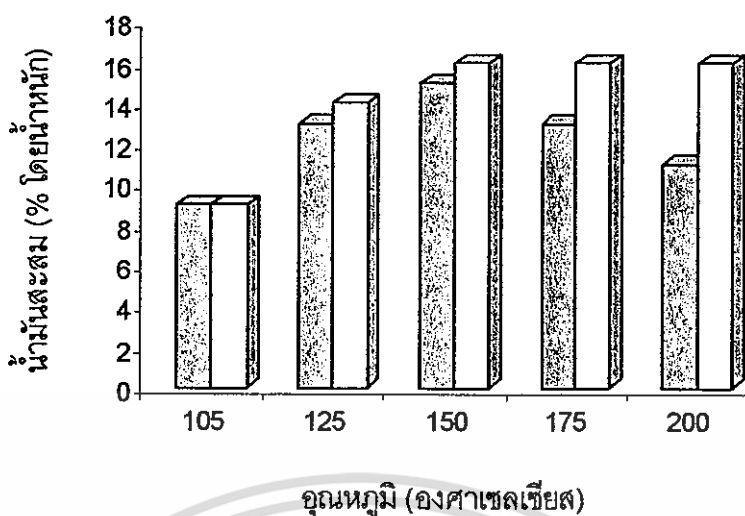
Piyali Das และ Anuradda Ganesh ได้ศึกษาการกระจายตัวของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากปฏิกิริยาไพโรไลซิสในระบบสุญญากาศแบบเบดนิ่ง (Packed bed vacuum pyrolysis unit) ของเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์เพื่อผลิตน้ำมันชีวภาพ และศึกษาถึงความเป็นไปได้ในการนำมาใช้เป็นน้ำมันเชื้อเพลิง

ในการศึกษานี้จะใช้เปลือกของเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ที่ได้จากเมือง Pondicherry ซึ่งอยู่ทางตอนใต้ของประเทศอินเดีย โดยนำมาตากแดดเป็นเวลา 2-3 วัน เพื่อให้มีปริมาณความชื้นระหว่าง 8-10% โดยน้ำหนัก

3.2.1 การทดลองที่อุณหภูมิต่ำ (100-200 องศาเซลเซียส)

ชั่งน้ำหนักของเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ใส่ในจานแก้ว 2 ใบ แล้วนำไปวางไว้ในเตาอบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เพิ่มอุณหภูมิของเตาอบครั้งละ 25 องศาเซลเซียส จนถึงอุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส โดยคงไว้ในแต่ละอุณหภูมิเป็นเวลา 2 ชั่วโมง สำหรับจานแรกจะต้องแยกน้ำมันที่ไหลออกมาทุกๆ อุณหภูมิออก ชั่งน้ำหนักและเก็บแยกไว้ ส่วนในจานที่สองไม่ต้องแยกน้ำมันออก นำมาชั่งและวางกลับเข้าไปในตู้อบ

รูปที่ 3.6 แสดงปริมาณของผลิตภัณฑ์น้ำมันสะสม (Cumulative oil) ที่อุณหภูมิ 100-200 องศาเซลเซียส ในกรณีที่แยกน้ำมันออกทุกๆ ช่วงอุณหภูมิ จะพบว่าหลังจากอุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส ปริมาณของผลิตภัณฑ์น้ำมันเกือบจะไม่เพิ่มขึ้นอีก สำหรับในกรณีที่ไมแยกน้ำมันออกในแต่ละช่วงอุณหภูมิ พบว่าปริมาณของน้ำมันจะเพิ่มขึ้นจนถึงอุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เช่นเดียวกับกรณีแรกและเกิดการสูญเสียน้ำมันบางส่วนระเหยกลายเป็นไอในแต่ละช่วงอุณหภูมิ หลังจากอุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส ปริมาณของผลิตภัณฑ์น้ำมันจะลดลง ดังนั้นที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส จึงถูกเลือกใช้เป็นอุณหภูมิที่เหมาะสม (Optimum temperature) น้ำมันที่อุณหภูมิต่ำกว่า 150 องศาเซลเซียสนี้จะถูกแยกเก็บรวบรวมไว้ เรียกว่าน้ำมัน CO1



รูปที่ 3.6 เปอร์เซ็นต์น้ำมันจากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์เมื่อให้ความร้อนระหว่างอุณหภูมิ 105-200 องศาเซลเซียส [9]

3.2.2 การไพโรไลซิสสุญญากาศ (Vacuum pyrolysis)

นำเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ที่แยกน้ำมันออกแล้วที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส มาซึ่งน้ำหนัก วิเคราะห์หาองค์ประกอบโดยประมาณ (Proximate analysis) และวิเคราะห์หาธาตุ (Ultimate analysis) ดังแสดงในตารางที่ 3.3 และ 3.4 แล้วนำไปศึกษาการกระจายตัวของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อนในสภาวะสุญญากาศแบบเบดนิ่ง (Packed bed vacuum pyrolysis unit) โดยใช้เครื่องปฏิกรณ์สเตนเลสสตีล 304 ขนาดท่อเบอร์ 10 มีความยาว 600 มิลลิเมตร ให้ความดันเริ่มต้น 5 kPa ระหว่างอุณหภูมิ 400-600 องศาเซลเซียส โดยเพิ่มอุณหภูมิกำลังละ 50 องศาเซลเซียส แล้ววิเคราะห์หาการกระจายตัวของผลิตภัณฑ์ที่ได้ในแต่ละอุณหภูมิ สารระเหย (Volatile matters) จากปฏิกิริยาไพโรไลซิสจะถูกควบแน่นในภาชนะควบแน่นที่สภาวะบรรยากาศจนถึงการควบแน่นในอ่างน้ำแข็งอุณหภูมิ 5-7 องศาเซลเซียส ของเหลวที่ถูกควบแน่นจะถูกเก็บรวบรวมไว้ แยกเป็นส่วนที่เผาไหม้ได้โดยตรงเรียกว่าน้ำมัน CO₂ และส่วนที่เผาไหม้ไม่ได้ซึ่งประกอบด้วยน้ำและสารอินทรีย์โมเลกุลเล็ก

ตารางที่ 3.3 องค์ประกอบโดยประมาณของเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ (CNS) และน้ำมันจากเปลือกเมล็ด (De-oiled CNS) ที่อุณหภูมิ 150 เซลเซียส [9]

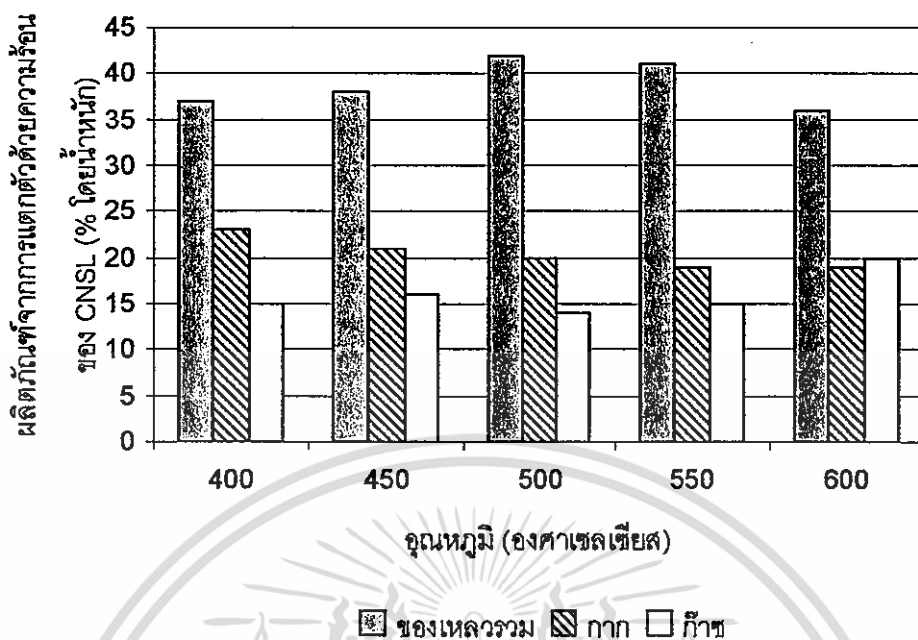
องค์ประกอบ	CNS (% โดยน้ำหนัก)	De-oiled CNS (% โดยน้ำหนัก)
ความชื้น	10.43	–
สารระเหย	69.31	58.00
คาร์บอนคงตัว	19.26	19.20
เถ้า	1.00	0.9

ตารางที่ 3.4 ปริมาณธาตุที่เป็นองค์ประกอบของเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์และน้ำมันจากเปลือกเมล็ดที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส [9]

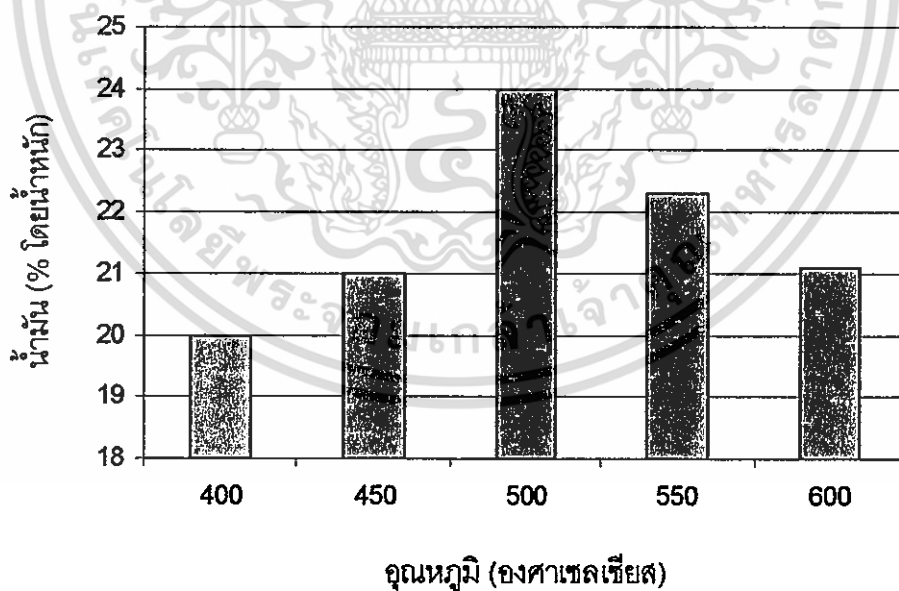
ธาตุ	CNS (% โดยน้ำหนัก)	De-oiled CNS (% โดยน้ำหนัก)
คาร์บอน	48.7	34.63
ไฮโดรเจน	6.96	4.95
ไนโตรเจน	0.36	0.36
ออกซิเจน	42.96	34.22

ผลการกระจายตัวของผลิตภัณฑ์ในกระบวนการไพโรไลซิสของน้ำมันจากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ที่อุณหภูมิต่างๆ แสดงดังรูปที่ 3.7 ได้ผลิตภัณฑ์ของเหลวรวม 37% โดยน้ำหนักที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส ถึงมากที่สุด 42% โดยน้ำหนักที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส และลดลงเป็น 36% โดยน้ำหนักที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ส่วนที่เป็นกาก (Char) ประมาณ 19-23% โดยน้ำหนักในช่วงอุณหภูมิ 400-600 องศาเซลเซียส จะมีปริมาณกากมากที่สุดที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส และผลิตภัณฑ์ก๊าซ 14-20% โดยน้ำหนัก โดยเกิดก๊าซมากที่สุดที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส รูปที่ 3.8 แสดงปริมาณน้ำมันจากการแตกตัวด้วยความร้อนของน้ำมันจากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์กับอุณหภูมิของการไพโรไลซิส จะได้ผลิตภัณฑ์น้ำมันมากที่สุดที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส จากรูปที่ 3.7 ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ปริมาณของเหลวรวมลดลง ซึ่งเป็นผลมาจากเกิดการแตกตัวด้วยความร้อน ทำให้ได้ปริมาณก๊าซเพิ่มขึ้น จากการศึกษาทั้งหมดจึงเลือกอุณหภูมิที่ 500 องศาเซลเซียสเป็นอุณหภูมิที่เหมาะสม เพราะเป็นสภาวะที่ให้ปริมาณของผลิตภัณฑ์น้ำมันสูงสุด และน้ำมันที่ได้ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส จะถูกใช้อ้างอิงเป็นน้ำมัน CO2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.7 ปริมาณผลผลิตกัณฑ์จากการปฏิบัติการแตกตัวด้วยความร้อนของน้ำมันจากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ระหว่างอุณหภูมิ 400-600 องศาเซลเซียส [9]



รูปที่ 3.8 การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของน้ำมันที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อนของน้ำมันจากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ระหว่างอุณหภูมิ 400-600 องศาเซลเซียส [9]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.2.3 สมบัติทางกายภาพของน้ำมันจากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์

การศึกษาคณสมบัติทางกายภาพของน้ำมัน CO1 และ CO2 โดยการทดสอบตามวิธีมาตรฐานแสดงไว้ในตารางที่ 3.5 พบว่าน้ำมันเหล่านี้มีค่าความร้อน (Calorific value) สูงกว่าค่าความร้อนที่ได้จากน้ำมันชีวมวลอื่นๆ (Waste, Hemp และ Sunflower) ซึ่งมีค่าอยู่ระหว่าง 16-19 MJ kg⁻¹ นอกจากนี้ค่าความร้อนที่ได้จาก CO2 มีค่าสูงพอๆ กับค่าความร้อนของน้ำมันเชื้อเพลิงจากปิโตรเลียมซึ่งมีค่าประมาณ 42-47 MJ kg⁻¹ มีเปอร์เซ็นต์ของธาตุออกซิเจนต่ำและจุดวาบไฟ (Flash point) สูง ซึ่งชี้ว่าน้ำมันชนิดนี้สามารถเก็บไว้ได้ที่อุณหภูมิห้อง มีการละลายได้ดีกับน้ำมันดีเซลและเมทานอลได้ 100% ซึ่งเป็นปัจจัยหนึ่งในการพิจารณาใช้เป็นสารเชื้อเพลิง แม้ว่าจะมีค่าความหนืดสูงที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส แต่ความหนืดจะลดลงเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น



ตารางที่ 3.5 คุณสมบัติทางกายภาพของน้ำมัน CO1 และ CO2 [9]

คุณสมบัติ	น้ำมัน CO1	น้ำมัน CO2
ค่า	0.01	0.01
(ASTM D482)		
ความชื้น	3.5	3
(ASTM D1744)		
ความหนาแน่นที่ 28 ^o ซ (kg m ⁻³)	0.993	0.987
(ASTM D4052-86 and IP 365/84)		
ความหนืด (cSt) ที่		
30 ^o ซ	159	166
60 ^o ซ	33	39
80 ^o ซ	17	16
(ASTM D445-88 and IP 71/87)		
จุดวาบไฟ (°ซ)	180	164
(ASTM D93 and IP 34/88)		
จุดไหลเท (°ซ)	-5	-5
(ASTM D97-87 and IP 15/67)		
องค์ประกอบธาตุ		
(% โดยน้ำหนัก)		
คาร์บอน	76.4	79.9
ไฮโดรเจน	10.5	11.8
ไนโตรเจน	< 0.2	< 0.2
ออกซิเจน	12.9	8.1
ค่าความร้อน (MJ kg ⁻¹)	33	40
(ASTM D240)		
ปริมาณของแข็ง (% โดยน้ำหนัก)	0	0
(ที่ไม่ละลายในเมทานอล)		
การละลาย (% โดยปริมาตร)		
เฮกเซน	100	73
เมทานอล	100	100
อะซีโตน	100	100
ดีเซล (หมุนเร็ว)	100	100

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

สารประกอบฟีนอลและการวิเคราะห์

4.1. สารประกอบฟีนอล [10 - 12]

สารประกอบฟีนอลเป็นกลุ่มของสารประกอบอะโรมาติกที่มีสมบัติเป็นกรดอ่อน มีลักษณะเฉพาะคือ มีหมู่ไฮดรอกซี (-OH) เชื่อมต่อกับอะตอมของคาร์บอนในวงแหวนอะโรมาติก สามารถเกิดปฏิกิริยาการแทนที่อะตอมไฮโดรเจนบนวงแหวนอะโรมาติกด้วยหมู่แทนที่ต่างๆ เช่น หมู่คลอไร (Chloro-) หมู่เมทิล (Methyl-) และหมู่ไนโตร (Nitro-) ดังแสดงในรูปที่ 4.1 จะพบว่าสารประกอบฟีนอลที่มีสูตรอย่างง่ายที่สุด คือ ฟีนอล มีสูตรทั่วไปคือ C_6H_5OH

4.1.1 คุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมี

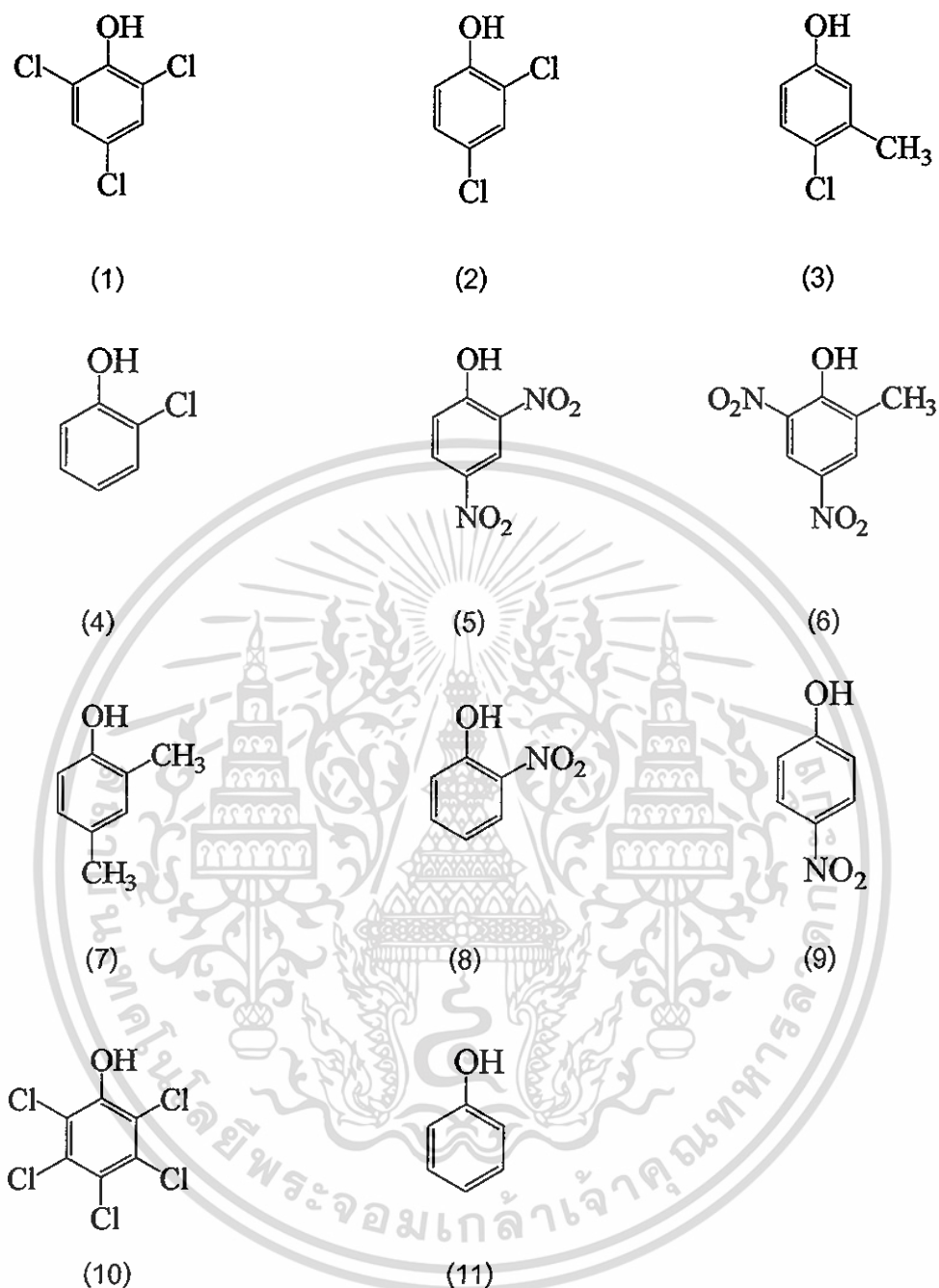
สารประกอบฟีนอลละลายได้ดีในตัวทำละลายอินทรีย์ส่วนใหญ่ เช่น อะโรมาติกไฮโดรคาร์บอน (Aromatic hydrocarbons) คีโตน (Ketones) อีเทอร์ (Ethers) กรด (Acids) และฮาโลจีเนตไฮโดรคาร์บอน (Halogenated hydrocarbons) แต่มีการละลายได้จำกัดในตัวทำละลายชนิดอะลิฟาติกไฮโดรคาร์บอน (Aliphatic hydrocarbons)

คุณสมบัติทางเคมีของสารประกอบฟีนอลเป็นผลมาจากความเสถียรทางโครงสร้างเรโซแนนซ์ของสารประกอบฟีนอลเอง โดยเฉพาะฟีนอเลตไอออน (Phenolate ion) ด้วยเหตุนี้สารประกอบฟีนอลจึงทำปฏิกิริยาเช่นเดียวกับกรดอ่อน และมีความเป็นกรดเพิ่มขึ้นเมื่อมีหมู่ที่ขาดอิเล็กตรอนภายในโมเลกุล คุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของสารประกอบฟีนอลในรูป 4.1 ให้ไว้ในภาคผนวก ก

4.1.2 แหล่งที่มา (Sources)

สารประกอบฟีนอลเกิดขึ้นได้ทั้งในธรรมชาติและมนุษย์สร้างขึ้น โดยมีกระจายอยู่ในสิ่งแวดล้อมและในระบบนิเวศของสิ่งมีชีวิต เนื่องจากเป็นองค์ประกอบของพืชและของเสียทางอุตสาหกรรม สารประกอบเหล่านี้ส่วนใหญ่ถูกใช้และปลดปล่อยออกจากกระบวนการทางอุตสาหกรรมหลายแห่ง เช่น อุตสาหกรรมผลิตพลาสติก สี ย้อม ยา สารต่อต้านอนุมูลอิสระ และสารฆ่าแมลง เป็นต้น ฟีนอลเป็นผลิตภัณฑ์ข้างเคียง (By product) ที่ได้จากอุตสาหกรรมคาร์บอนและน้ำมัน เป็นของเสียส่วนใหญ่ในการผลิตฟีนอลิกเรซิน (Phenolic resin) ใช้เป็นส่วนผสมในสูตรยา การผลิตสี แลคเกอร์ ยาง หมึก น้ำหอม แทนนิน สี ย้อม และเป็นผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการแตกสลายของแทนนินและลิกนิน สารประกอบไนโตรฟีนอลเป็นผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสลายตัวของสารฆ่าแมลง (Organo-phosphorus pesticides) หลายชนิด สารประกอบคลอโรฟีนอลเป็นสารพิษที่มีความทนทานต่อสภาพแวดล้อม และเป็นสารก่อมะเร็ง (Carcinogen) เกิดจาก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.1 สูตรโครงสร้างของสารประกอบฟีนอล 11 ชนิด [10]

- (1) 2,4,6-trichlorophenol (2) 2,4-dichlorophenol (3) 4-chloro-3-methylphenol
 (4) 2-chlorophenol (5) 2,4-dinitrophenol (6) 4,6-dinitro-2-methylphenol
 (7) 2,4-dimethylphenol (8) 2-nitrophenol (9) 4-nitrophenol (10) Pentachlorophenol
 (11) Phenol

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การสังเคราะห์ทางอุตสาหกรรม หรือเป็นผลิตภัณฑ์ร่วมจากกระบวนการผลิตทางอุตสาหกรรม เช่น น้ำเสียจากกระบวนการผลิตเยื่อกระดาษ ซึ่งจะใช้สารฟอกที่มีส่วนผสมของคลอโรฟีนอล (Chlorophenols) และเคทคอล (Catechols) นอกจากนี้ยังใช้เป็นสารฆ่าแมลงหรือเป็นสารตัวกลาง (Intermediate) ในการผลิตสารฆ่าหญ้าและสารฆ่าแมลง

4.1.3 มลพิษสำคัญที่ส่งผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อม

สารประกอบฟีนอลเป็นสารมลพิษที่ส่งผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อม โดยเฉพาะกับสิ่งแวดล้อมในน้ำ เนื่องจากความเป็นพิษของมัน ในปี 1970 สำนักงานป้องกันสิ่งแวดล้อมของสหรัฐอเมริกา (United States Environmental Protection Agency, U.S.EPA) ได้เสนอรายชื่อของสารประกอบฟีนอลที่ก่อให้เกิดปัญหามลภาวะที่สำคัญ 11 ชนิดดังรูปที่ 4.1 สารประกอบเหล่านี้เป็นพิษต่อสิ่งมีชีวิตในน้ำ และเกิดการสะสมในสิ่งมีชีวิตทางห่วงโซ่อาหาร สารประกอบฟีนอลที่ระดับความเข้มข้นต่ำๆ มีความเป็นพิษและส่งผลต่อการรับรสและกลิ่น ทำให้รสและกลิ่นเปลี่ยนไป ซึ่งเป็นเหตุผลให้มีการวิเคราะห์สารประกอบเหล่านี้ในน้ำดื่มและน้ำผิวดิน

สารประกอบฟีนอลสามารถเข้าสู่สิ่งแวดล้อมได้หลายทาง โดยทางตรง เช่น การปล่อยออกจากอุตสาหกรรมและทางอ้อมโดยเป็นผลิตภัณฑ์ที่เปลี่ยนมาจากธรรมชาติและการสังเคราะห์ทางเคมี

โดยทั่วไปสารประกอบฟีนอลจะไม่ทนทานในสภาพแวดล้อม เช่น อากาศ น้ำทะเล น้ำผิวดิน ดิน หรือในน้ำเสีย สารประกอบเหล่านี้จะเกิดปฏิกิริยาเคมีกับแสงได้อย่างรวดเร็ว และเกิดการย่อยสลายทางชีวภาพโดยใช้ออกซิเจนได้เป็นก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ ส่วนการย่อยสลายโดยไม่ใช้ออกซิเจนจะได้ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์และก๊าซมีเทนเกิดขึ้น มีค่าครึ่งชีวิตหลายชั่วโมงสำหรับการแตกสลายด้วยแสง และหลายชั่วโมงถึงหลายวันสำหรับการย่อยสลายทางชีวภาพโดยใช้ออกซิเจน

4.1.4 วิธีการวิเคราะห์สารประกอบฟีนอล

การวิเคราะห์สารประกอบฟีนอลในตัวอย่างของเหลวมีหลายวิธี วิธีการหาปริมาณของสารโดยใช้วิธีดูดกลืนแสงของสารที่มีสี (Colorimetric analysis) เป็นวิธีการประมาณค่าของสารประกอบฟีนอลทั้งหมด (Total phenols) ซึ่งเกี่ยวข้องกับปฏิกิริยาของฟีนอลกับ 4-amino antipyrine [13 -15] หรือ 3-methyl-2-benzothiazolinone hydrazone [16] สำหรับการหาปริมาณของสารประกอบฟีนอลแต่ละชนิดในสารตัวอย่าง วิธีทางโครมาโตกราฟีเป็นทางเลือกสำหรับใช้เป็นเทคนิควิเคราะห์ เพราะมีความไวและมีประสิทธิภาพในการแยกสูง วิธีวิเคราะห์โดยใช้ GC ร่วมกับดีเทคเตอร์ชนิดต่างๆ เช่น Flame ionization detection (FID) [17], Electron capture detector (ECD) [18], Mass spectrometry (MS) [19-20] โดยทั่วไปการวิเคราะห์หาสารประกอบฟีนอลโดย GC มักจะทำปฏิกิริยาอนุพันธ์กับสารประกอบฟีนอลก่อนการวิเคราะห์ เพื่อให้สารประกอบฟีนอลมีการระเหยได้ง่ายขึ้น สำหรับวิธีวิเคราะห์ด้วย HPLC ใช้ร่วมกับดีเทคเตอร์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ชนิดต่างๆ เช่น Ultraviolet spectrophotometry (UV) หรือ Diode array detection [21-25], Fluorescence detection [26], Electrochemical detection (EC) [27-29], Amperometer [30], และ MS [31] ไม่จำเป็นต้องทำปฏิกิริยานุพันธ์กับสารประกอบฟีนอลก่อนการวิเคราะห์ และเหมาะสมกับสารที่มีค่าการระเหยต่ำ เช่น สารประกอบฟีนอล

สารประกอบฟีนอลมีความเป็นพิษแม้ที่ความเข้มข้นต่ำๆ ดังนั้นจึงต้องมีการตรวจวิเคราะห์ที่ระดับปริมาณน้อยๆ ในการหาปริมาณของสารประกอบฟีนอลในสารตัวอย่าง ขั้นตอนการแยกสารและเพิ่มความเข้มข้น (Preconcentration) ของสารมีความจำเป็นสำหรับใช้ตรวจวิเคราะห์ที่ระดับความเข้มข้นต่ำๆ

การสกัดเป็นเทคนิคที่ใช้แยกสารและเพิ่มความเข้มข้นสาร เช่น การสกัดด้วยของแข็ง-ของเหลว (Solid-phase extraction) การสกัดด้วยเยื่อเลือกผ่าน (Membrane extraction) และการสกัดของเหลวด้วยของเหลว (Liquid-liquid extraction) หรือการสกัดด้วยตัวทำละลาย (Solvent extraction) ในการสกัดด้วยของแข็ง-ของเหลวเป็นวิธีที่สะดวก รวดเร็ว แต่การลงทุนสูง มักเกิดปัญหาการตกค้างสารภายในคอลัมน์ ทำให้มีอายุการใช้งานสั้น สำหรับการสกัดด้วยเยื่อเลือกผ่านเป็นวิธีที่ง่าย สามารถวิเคราะห์สารตัวอย่างได้จำนวนมากต่อชั่วโมง แต่มีการลงทุนที่สูงและเกิดปัญหาการอุดตันในเยื่อเลือกผ่านได้ง่าย ส่วนการสกัดของเหลวด้วยของเหลววิธีนี้เป็นวิธีที่ง่ายและปรับใช้ในอุตสาหกรรมได้ง่าย แต่มีข้อเสียที่ใช้ตัวทำละลายจำนวนมาก ซึ่งแก้ไขได้โดยการกลั่นตัวทำละลายกลับมาใช้ใหม่เพื่อเป็นการประหยัด

4.2 การสกัดของเหลวด้วยของเหลว [32]

การสกัดของเหลวด้วยของเหลวเป็นกระบวนการที่ใช้ในการแยกสารที่ต้องการออกจากของเหลวผสมโดยใช้ตัวทำละลายที่เป็นของเหลว (Solvent) ซึ่งสารที่ต้องการสกัด (Solute) ควรจะละลายในตัวทำละลายได้ดีกว่าสารอื่นที่ไม่ต้องการสกัดที่อยู่ในของเหลวผสม โดยในการสกัดนั้นจะถือว่าของเหลวผสม หรือสารป้อน (Feed) และตัวทำละลายจะไม่ละลายเข้าด้วยกัน หรือจะละลายเข้าด้วยกันบางส่วนเท่านั้น

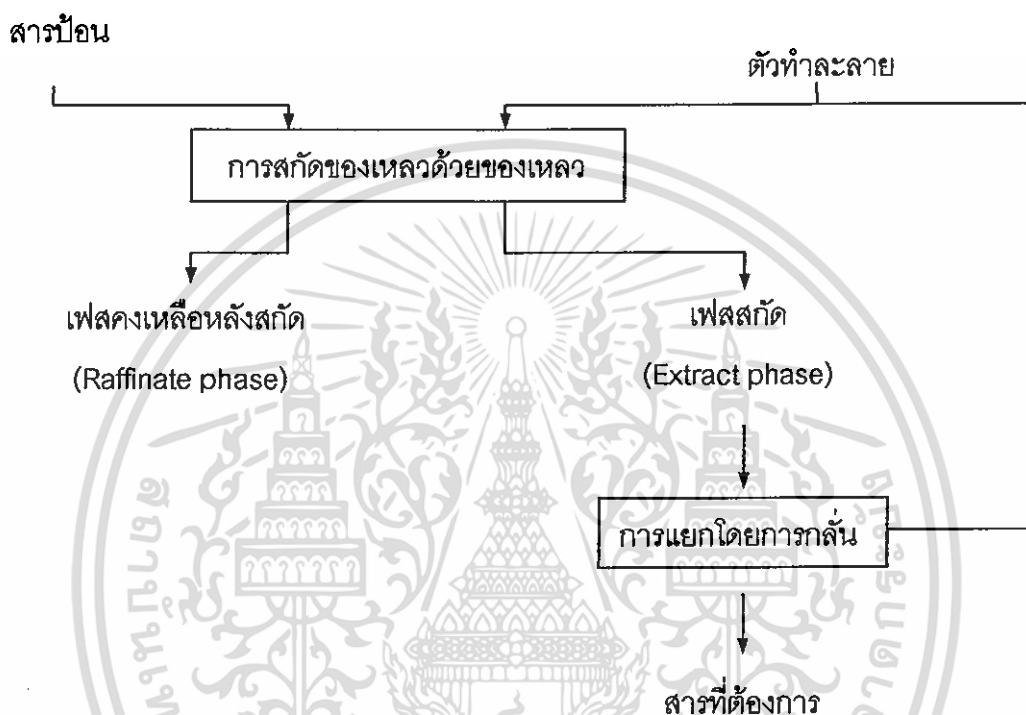
กระบวนการสกัดมีลักษณะดังรูปที่ 4.2 โดยมีขั้นตอนดังนี้

- (1) นำของเหลวผสมระหว่างสารป้อนและตัวทำละลาย มาสัมผัสกันเพื่อให้เกิดการถ่ายโอนมวลของสารที่ต้องการสกัดจากเฟสของสารป้อนมายังเฟสของตัวทำละลาย
- (2) ภายหลังจากสัมผัสกันเป็นเวลานานพอสมควร แยกเฟสทั้งสองออกจากกัน
- (3) แยกตัวทำละลายออกจากเฟสสกัดเพื่อนำกลับไปใช้ใหม่โดยการกลั่น

สารที่ใช้วิธีสกัดของเหลวด้วยของเหลว เช่น

- สารผสมที่มีจุดเดือดใกล้เคียงกันหรือเท่ากัน (Azeotrope)
- สารประกอบที่จะแยกเกิดปฏิกิริยาเมื่อมีอุณหภูมิสูง ทำให้เกิดผลิตภัณฑ์ข้างเคียงที่ไม่ต้องการ

- สารป้อนที่มีความเข้มข้นต่ำ หากแยกด้วยการกลั่นจะเสียค่าใช้จ่ายสูงกว่า



รูปที่ 4.2 การสกัดของเหลวด้วยของเหลว [32]

4.2.1 สัมประสิทธิ์การกระจาย (Distribution coefficient) และค่าการเลือก (Selectivity)

เนื่องจากการสกัดของเหลวด้วยของเหลวเป็นการถ่ายโอนมวล ดังนั้นสมดุลเคมีจึงมีผลต่อการสกัด พารามิเตอร์สมดุลหรือสัมประสิทธิ์การกระจาย คือ อัตราส่วนระหว่างความเข้มข้นของตัวถูกละลายในเฟสสกัดกับความเข้มข้นของตัวถูกละลายในเฟสคงเหลือหลังสกัด

$$k_a = \frac{y_a}{x_a} \quad (4.1)$$

เมื่อ k_a = สัมประสิทธิ์การกระจายของสารประกอบ a
 y_a = ความเข้มข้นของสารประกอบ a ในเฟสสกัด

x_a = ความเข้มข้นของสารประกอบ a ในเฟสคงเหลือหลังสกัด

สิ่งที่ต้องคำนึงถึงเมื่อใช้ตัวทำละลายเฉพาะในการแยกสารประกอบ 2 ชนิดในสารละลายผสมโดยการสกัดของเหลวด้วยของเหลว คือ ค่าการเลือก ($\alpha_{a/b}$) ซึ่งเป็นอัตราส่วนระหว่างสัมประสิทธิ์การกระจายขององค์ประกอบ a ต่อสัมประสิทธิ์การกระจายขององค์ประกอบ b

$$\alpha_{a/b} = \frac{k_a}{k_b} \quad (4.2)$$

เมื่อ $\alpha_{a/b}$ = ค่าการเลือกของตัวทำละลายที่พิจารณา

k_a = สัมประสิทธิ์การกระจายของสารประกอบ a ซึ่งขึ้นอยู่กับตัวทำละลายและสารป้อน

k_b = สัมประสิทธิ์การกระจายของสารประกอบ b ซึ่งขึ้นอยู่กับตัวทำละลายและสารป้อน

สารประกอบ a พิจารณาเป็นสารที่ถูกสกัดที่ต้องการสกัดออกจากสารป้อนโดยวิธีสกัด ส่วนสารประกอบ b เป็นสารที่ต้องการให้เหลืออยู่ในเฟสคงเหลือหลังสกัด

สำหรับการสกัดด้วยตัวทำละลาย ค่า $\alpha_{a/b}$ ต้องมากกว่าหนึ่ง เพราะเมื่อค่าการเลือกสูงจะทำให้ประสิทธิภาพการสกัดสูงขึ้น

4.2.2 การเลือกตัวทำละลาย การเลือกตัวทำละลายที่เหมาะสมสำหรับการสกัด ต้องพิจารณานหลายปัจจัยด้วยกัน คือ

(1) มีสัมประสิทธิ์การกระจายและค่าการเลือกสูง

(2) ตัวทำละลายที่ใช้ต้องมีจุดเดือดที่แตกต่างกับจุดเดือดของตัวถูกละลาย เพราะเมื่อแยกส่วนสกัดออกมาแล้วจะต้องนำเฟสสกัดมาแยกเอาตัวทำละลายออกเพื่อนำตัวทำละลายกลับไปใช้ใหม่

(3) มีความสามารถในการละลายกับสารป้อนต่ำ เพื่อลดการสูญเสียตัวทำละลายในเฟสคงเหลือหลังสกัดให้น้อยที่สุด

(4) มีความหนาแน่นแตกต่างจากสารป้อน ในการสกัดของเหลว 2 เฟส สิ่งที่ทำให้เกิดการแยก (Settling) คือ ความแตกต่างของความหนาแน่น ควรมีความหนาแน่นต่างกันมากกว่า 2% ซึ่งจะทำให้เวลาในการทิ้งไว้ให้แยกชั้น (Settling time) น้อยลง

(5) แรงตึงผิว (Interfacial tension) แรงตึงผิวมีความสำคัญต่อการผสม ถ้าแรงตึงผิวน้อยจะใช้พลังงานน้อยในการกระจายสารให้เป็นหยดเล็กๆ ถ้ามีค่าน้อยมากๆ เช่น น้อยกว่า 1 dyne/cm อาจเกิดอิมัลชัน (Emulsion) ทำให้การแยกชั้นไม่เกิดหรือใช้เวลานาน ในทางกลับกัน ถ้ามีค่าแรงตึงผิวมากคือ ประมาณ 50 dyne/cm ในการกระจายสารหยดเล็กๆ ของสารมีแนวโน้มจะรวมกันเป็นหยดที่ใหญ่ (Re-coalesce) ขึ้น ทำให้ต้องใช้พลังงานมากในการกระจายหยดของสาร

(6) มีความหนืดต่ำ ทำให้กระบวนการสกัดมีการถ่ายโอนมวลสารดี และมีความจุ (Throughput capacity) สูง ความหนืดสามารถเปลี่ยนแปลงได้ตามอุณหภูมิการสกัด หากตัวทำละลายมีคุณสมบัติต่างๆ เหมือนกัน ควรเลือกตัวทำละลายที่มีความหนืดต่ำกว่า

(7) มีการกัดกร่อนต่ำ

(8) มีความไวไฟและความเป็นพิษต่ำ

(9) ราคาถูกและหาได้ง่าย

4.3 การหาปริมาณของสารโดยใช้วิธีดูดกลืนแสงของสารที่มีสี [33]

การวิเคราะห์โดยการวัดการดูดกลืนแสงของสารที่มีสี แต่เดิมเป็นเทคนิคที่ใช้ในการเปรียบเทียบความเข้มข้นของสารที่มีองค์ประกอบเป็นสารที่ต้องการทราบปริมาณในสารละลายกับสีของสารละลายที่ประกอบด้วยสารซึ่งเราทราบความเข้มข้น ต่อมาพบว่าถ้าผ่านแสงที่มีความยาวคลื่นในช่วงแสงอินฟราเรด (Infrared) แสงขาว (Visible light) หรือในช่วงของแสงอัลตราไวโอเล็ต (Ultraviolet) เข้าไปในสารละลาย พบว่าแสงจะถูกดูดกลืน ณ ที่ช่วงความยาวคลื่นที่มีค่าบางค่า ซึ่งขึ้นอยู่กับชนิดของสารที่ละลายในสารละลายนั้น การวัดการดูดกลืนของแสงกระทำได้โดยใช้เครื่องมือวิทยาศาสตร์ เทคนิคการหาปริมาณของสารแบบนี้เรียกว่า แอ็บซอร์ปชันสเปกโทรโฟโตเมตรี (Absorption spectrophotometry) ซึ่งแบ่งออกตามความยาวคลื่นของแสงที่เกี่ยวข้อง ดังนี้

(1) สเปกโทรโฟโตเมตรีในช่วงแสงอินฟราเรด (Infrared spectrophotometry) เกี่ยวกับการดูดกลืนแสงที่อยู่ในช่วงคลื่นระหว่าง 1 ถึง 15 μm

(2) สเปกโทรโฟโตเมตรีในช่วงแสงขาว (Visible spectrophotometry) เกี่ยวกับการดูดกลืนแสงที่อยู่ในช่วงคลื่นระหว่าง 380 ถึง 780 nm

(3) สเปกโทรโฟโตเมตรีในช่วงแสงอัลตราไวโอเล็ต (Ultraviolet spectrophotometry) เกี่ยวกับการดูดกลืนแสงที่อยู่ในช่วงคลื่นระหว่าง 200 ถึง 380 nm

การดูดกลืนของแสงอินฟราเรดจะมีประโยชน์ในการวิเคราะห์สารอินทรีย์เป็นส่วนใหญ่ สำหรับการดูดกลืนแสงขาวและแสงอัลตราไวโอเล็ตส่วนมากจะมีประโยชน์ในการวิเคราะห์สารทางอนินทรีย์เคมี

4.3.1 การดูดกลืนแสงของสารในช่วงแสงขาว

มีสารอินทรีย์และอนินทรีย์จำนวนมากที่สามารถหาปริมาณได้โดยการวัดการดูดกลืนแสงในช่วงแสงขาว หลักที่สำคัญในเรื่องนี้ คือ สารที่ต้องการหาปริมาณจะต้องมีสีหรือสามารถทำปฏิกิริยากับสารอื่นแล้วทำให้เกิดสารที่มีสี ในทางทฤษฎีสารละลายที่มีสีที่ใช้ในการวิเคราะห์ควรมีสมบัติดังนี้

(1) สีของสารควรมีความเข้มมากพอที่จะวัดการดูดกลืนของแสงได้ ถึงแม้สารนั้นจะประกอบด้วยสารที่ต้องการวิเคราะห์เป็นจำนวนเล็กน้อยก็ตาม

(2) สีของสารที่อยู่ในสารละลายจะต้องอยู่ตัวไม่จางลงอย่างรวดเร็ว

(3) สีของสารจะต้องไม่เปลี่ยนแปลงหรือจางลงเมื่อพีเอช (pH) หรืออุณหภูมิของสารละลายเปลี่ยนแปลงไปเล็กน้อย

(4) สารรีเอเจนต์ที่ทำให้เกิดสีกับสารที่เราต้องการวิเคราะห์จะต้องไม่มีสีหรือไม่ดูดกลืนแสงที่มีช่วงคลื่นเดียวกับสารที่มีสีที่เกิดขึ้น

(5) ปฏิกิริยาของรีเอเจนต์ที่ทำให้เกิดสารที่มีสีกับสารที่ต้องการวิเคราะห์ จะต้องให้สารที่มีสีชนิดเดียวเท่านั้น

แสงขาวประกอบด้วยช่วงคลื่นแคบๆ ของสเปกตรัมช่วงแสงที่มีสมบัติเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า ซึ่งแต่ละช่วงคลื่นจะมีสีเฉพาะตัวสามารถมองเห็นด้วยตา ช่วงคลื่นของแสงที่กล่าวมานี้จะมีช่วงคลื่นตั้งแต่ 380 nm (แสงสีม่วง) ถึง 780 nm (แสงสีแดง)

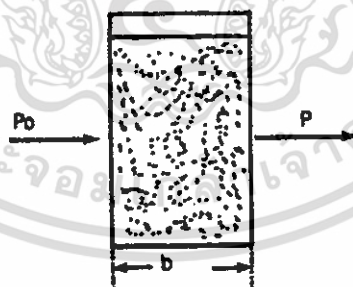
แสงที่ประกอบด้วยแสงที่มีสีทุกสีในช่วงคลื่นของแสงที่มีสีทั้งหมด ตาจะมองเห็นแสงนั้นเป็นแสงสีขาว (White light) แต่ถ้าแสงสีหนึ่งหรือหลายสีถูกนำออกไปจากแสงสีขาว ตามนุษย์จะมองเห็นแสงนั้นมีสีอื่นทันที เราแบ่งสมบัติของแสงตามตาของมนุษย์ดังนี้ ชนิดของสี (Hue หรือ Color) ความเข้มของสี (Color intensity) และความสว่าง (Brightness) แสงสีต่างๆ แบ่งตามช่วงคลื่นดังรูปที่ 4.3 แสงบางสีหรือบางช่วงคลื่นที่ถูกนำออกไปจากแสงสีขาว ผลที่ได้ทำให้ตามองเห็นเป็นแสงอีกสีหนึ่งหรืออีกหลายสีผสมกัน สีของแสงที่ถูกนำเอาออกไปเรียกว่าสีส่วนเติมเต็มที่ถูกดูดกลืนโดยสารและสีของแสงที่เหลือให้ตามองเห็นเรียกว่าสีส่วนเติมเต็มที่เหลือเป็นสีที่มองเห็นด้วยตา แสดงไว้ในตารางที่ 4.1 ความเข้มของแสงสีใดสีหนึ่งจะขึ้นกับสัดส่วนของแสงนั้นต่อสัดส่วนของแสงสีขาวที่มีอยู่ในลำแสง ถ้าสัดส่วนของแสงที่มีสีมากความเข้มของสีนั้นก็ยิ่งมาก ถ้าสัดส่วนของแสงสีนั้นมีน้อยความเข้มของสีนั้นก็ยิ่งน้อยหรือสีจาง (Pale) ความสว่างของแสงหาได้จากกำลังส่องสว่างของลำแสงนั้น (Radiant power)

ตารางที่ 4.1 ความสัมพันธ์ระหว่างการดูดกลืนสีและสีส่วนเติมเต็ม [33]

ช่วงคลื่นของแสงที่ถูกดูดกลืน โดยสาร (นาโนเมตร)	สีส่วนเติมเต็มที่ถูกดูดกลืน โดยสาร	สีส่วนเติมเต็มที่เหลือเป็นสีที่ มองเห็นโดยตา
400 - 435	ม่วง	เหลืองแกมเขียว
435 - 480	น้ำเงิน	เหลือง
480 - 490	เขียวแกมน้ำเงิน	ส้ม
490 - 500	น้ำเงินแกมเขียว	แดง
500 - 560	เขียว	ม่วง (Purple)
560 - 580	เหลืองแกมเขียว	ม่วงแกมน้ำเงิน (Violet)
580 - 595	เหลือง	น้ำเงิน
595 - 650	ส้ม	เขียวแกมน้ำเงิน
650 - 750	แดง	น้ำเงินแกมเขียว

4.3.2 หลักการทั่วไปของสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

เมื่อผ่านลำแสงเข้าไปในเซลล์ที่บรรจุสารละลายจะเกิดการดูดกลืนขึ้นเป็นบางส่วนและพลังงานของแสงก็จะสูญเสียให้แก่สารละลายไปเป็นบางส่วน ดังรูปที่ 4.3 พลังงานของแสงที่ถูกถ่ายเทให้แก่สารซึ่งถูกแสงผ่านจะมากหรือน้อยขึ้นอยู่กับโครงสร้างของโมเลกุลของสารนั้น และขึ้นอยู่กับช่วงคลื่นของลำแสงที่ผ่านด้วย



รูปที่ 4.3 การดูดกลืนแสงของสารละลายอินทรีย์ [33]

กำหนดให้ P_0 = พลังงานของลำแสงที่ตกกระทบเซลล์สารละลาย
 P = พลังงานของลำแสงที่ออกจากเซลล์สารละลาย

พลังงานของลำแสงเป็นปริมาณที่วัดโดยให้แสงตกกระทบกับโฟโตเซลล์ (Photocell) ในหน่วยตรรกวัตต์ อัตราส่วนระหว่างพลังงานของลำแสงที่ออกจากเซลล์และพลังงานของลำแสงที่ตกกระทบบนเซลล์เรียกว่า ความส่องผ่าน (Transmittance, T) ซึ่งจะระบุในลักษณะของร้อยละ (Percent transmittance, $\%T$)

$$T = \frac{P}{P_0} \quad (4.3)$$

ค่าของลอการิทึมฐานสิบของ $\frac{1}{T}$ คือ ค่าแอบซอร์เบ้นซ์ (Absorbance) แทนด้วย A

$$A = \log \frac{1}{T} = -\log T$$

ดังนั้น $A = \log \frac{P_0}{P}$ (4.4)

กำหนดให้ $b =$ ความยาวของเซลล์ที่ลำแสงผ่าน (Optical path length)

$c =$ ความเข้มข้นของสารที่ดูดกลืนแสงในสารละลาย

เราจะได้ความสัมพันธ์ดังต่อไปนี้

ตาม Bouguer's law

$$\log \frac{P_0}{P} = k_1 b \quad (4.5)$$

ตาม Beer's law

$$\log \frac{P_0}{P} = k_2 c \quad (4.6)$$

k_1 เป็นค่าคงที่ ซึ่งขึ้นกับชนิดของสารที่เป็นตัวดูดกลืนแสงในสารละลาย ช่วงคลื่นของแสงที่ผ่าน และความเข้มข้นของสารที่เป็นตัวดูดกลืนแสง

k_2 เป็นค่าคงที่ ซึ่งขึ้นอยู่กับชนิดของสารที่เป็นตัวดูดกลืนแสง ช่วงคลื่นของแสงที่ผ่าน และความยาวของเซลล์ที่ลำแสงผ่าน

จากกฎทั้งสองรวมกันจะได้กฎการดูดกลืนแสงของสารในสารละลายดังนี้

$$\log \frac{P_0}{P} = abc$$

$$A = abc \quad (4.7)$$

$$a = k_1 k_2$$

a เรียกว่า สภาพดูดกลืน (Absorptivity) เมื่อ c มีหน่วยเป็นกรัมต่อลิตร แต่ถ้า c มีหน่วยเป็นโมลต่อลิตร ค่าคงที่นี้จะถูกเรียกว่าสภาพดูดกลืนโมลาร์ (Molar absorptivity) และจะมีหน่วยเป็นลิตรโมล⁻¹ซม.⁻¹ (l mol⁻¹cm⁻¹) ที่ช่วงคลื่นที่กำหนดให้ ซึ่งจะนิยมใช้สัญลักษณ์ ϵ แทน

4.3.3 เครื่องมือ

สเปกโทรโฟโตมิเตอร์เป็นเครื่องมือที่ใช้วัดการดูดกลืนแสงของสารที่ช่วงคลื่นค่าหนึ่งๆ สเปกโทรโฟโตมิเตอร์มีส่วนประกอบตามรูปที่ 4.4 ประกอบด้วย

ก. แหล่งกำเนิดแสง (Light source) ซึ่งจะเป็นหลอดไฟที่ได้เป็นโลหะทังสเตน (Tungsten filament lamp) ส่งให้กำเนิดแสงในช่วงแสงขาว

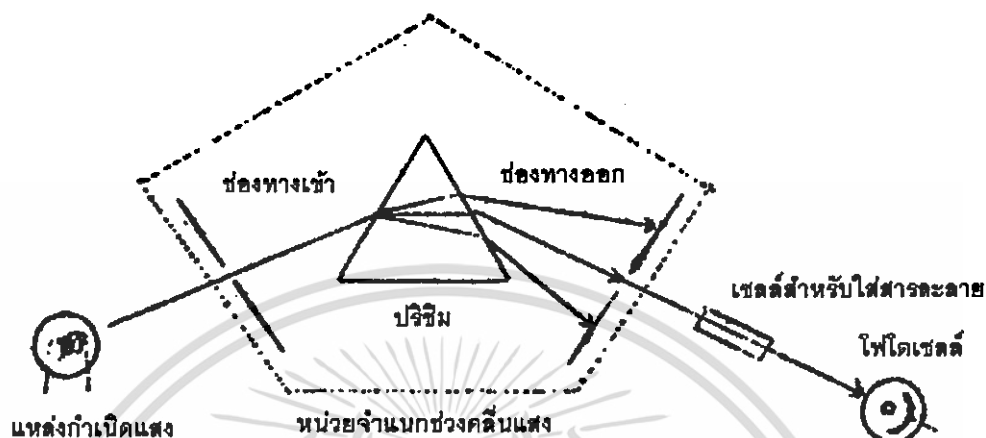
ข. หน่วยจำแนกช่วงคลื่นแสง (Monochromater) ประกอบด้วยปริซึม (Prism) หรือเกรตติง (Grating) บางชนิดอาจใช้แผ่นแก้วกรองแสง (Glass filter)

ค. เซลล์สำหรับใส่สารละลาย (Absorption cell)

เซลล์ที่ใช้ในการวัดแอบซอร์เบ้นซ์ มีความยาวสำหรับแสงผ่านต่างๆ กัน คือ ตั้งแต่ 1 มม. จนถึง 10 ซม. เซลล์อาจจะต้องมีฝาปิดในกรณีใช้ตัวทำละลายเป็นสารที่ระเหยง่าย เซลล์ที่ทำด้วยแก้วมีใช้สำหรับช่วงคลื่นแสงต่ำถึง 350 นาโนเมตร แต่สำหรับในช่วงของแสงอัลตราไวโอเล็ต แก้วจะดูดกลืนแสงที่อยู่ในช่วงอัลตราไวโอเล็ตจึงเปลี่ยนมาใช้เซลล์ที่ทำด้วยซิลิกา (Silica) เซลล์ที่ใช้สำหรับสารละลายแบลงค์และสารละลายที่ต้องวิเคราะห์จะต้องมีลักษณะเหมือนกัน และจะต้องทำความสะอาดทั้งด้านในและด้านนอกโดยเช็ดกับสารละลายผงซักฟอกหรือตัวทำละลายอื่น อย่าใช้มือหรือสารอื่นถูกเซลล์เพราะจะทำให้เป็นรอยโดยเฉพาะอย่างยิ่งด้านที่แสงผ่าน ถ้าด้านในของเซลล์สกปรก เวลาใส่สารละลายจะทำให้เกิดฟองอากาศ หลังจากใส่สารละลายลงไปในเซลล์

แล้ว ควรใช้กระดาษทึบๆ ปิดด้านนอกเซลล์ให้แห้ง วางเซลล์ลงในเครื่องสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ให้ตรงตำแหน่งที่แสงผ่าน

ง. ดีเทคเตอร์ ใช้โฟโตเซลล์



รูปที่ 4.4 ส่วนประกอบอย่างง่ายของสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ [33]

4.3.4 การวัดแอมพลิจูดของสารละลายแบบลบล้าง (Blank solution)

ถ้าใช้ความยาวของเซลล์ (b) คงที่ แอมพลิจูดของสารละลายจะขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของสารที่มีสีในสารละลาย ในทางปฏิบัติค่าแอมพลิจูดของสารละลายที่วัดได้จะรวมถึงปริมาณของแสงที่ดูดกลืนโดยสารรีเอเจนต์ที่เหลือหลังจากปฏิกิริยา (ปกติจะต้องใส่รีเอเจนต์ลงไปมากเกินพอเพื่อแน่ใจว่าสารที่ต้องการวิเคราะห์ทำปฏิกิริยาหายไปเป็นสารที่มีสีหมด) และรวมถึงปริมาณของแสงที่ถูกดูดกลืนโดยสารที่เป็นตัวทำละลาย รวมทั้งปริมาณของแสงที่หักเหหายไปอันเนื่องจากการกระทบกับผนังเซลล์ เพื่อป้องกันผลเสียที่เกิดจากการดูดกลืนแสงโดยสารรีเอเจนต์และตัวทำละลายรวมถึงปริมาณแสงที่หักเหหายไป จะทำการวัดสารละลายแบบลบล้าง สารละลายแบบลบล้างเป็นสารละลายซึ่งประกอบด้วยตัวทำละลายและสารละลายรีเอเจนต์ต่างๆ ที่ยังไม่ใส่สารที่ต้องการวิเคราะห์ลงไป แอมพลิจูดที่ได้จากสารละลายแบบลบล้างนี้เมื่อนำไปลบออกจากค่าแอมพลิจูดของสารละลายที่วิเคราะห์ ผลที่ได้จะเป็นค่าแอมพลิจูดของสารที่มีสีที่ต้องการวิเคราะห์องค์ประกอบ

4.3.5 กราฟมาตรฐาน

กราฟมาตรฐานระหว่างค่าแอมพลิจูดและความเข้มข้นของสารใช้สำหรับหาความเข้มข้นของสารในสารตัวอย่าง ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นและค่าแอมพลิจูดจะเป็นเส้นตรง

4.4 โครมาโทกราฟีของเหลวแบบสมรรถนะสูง

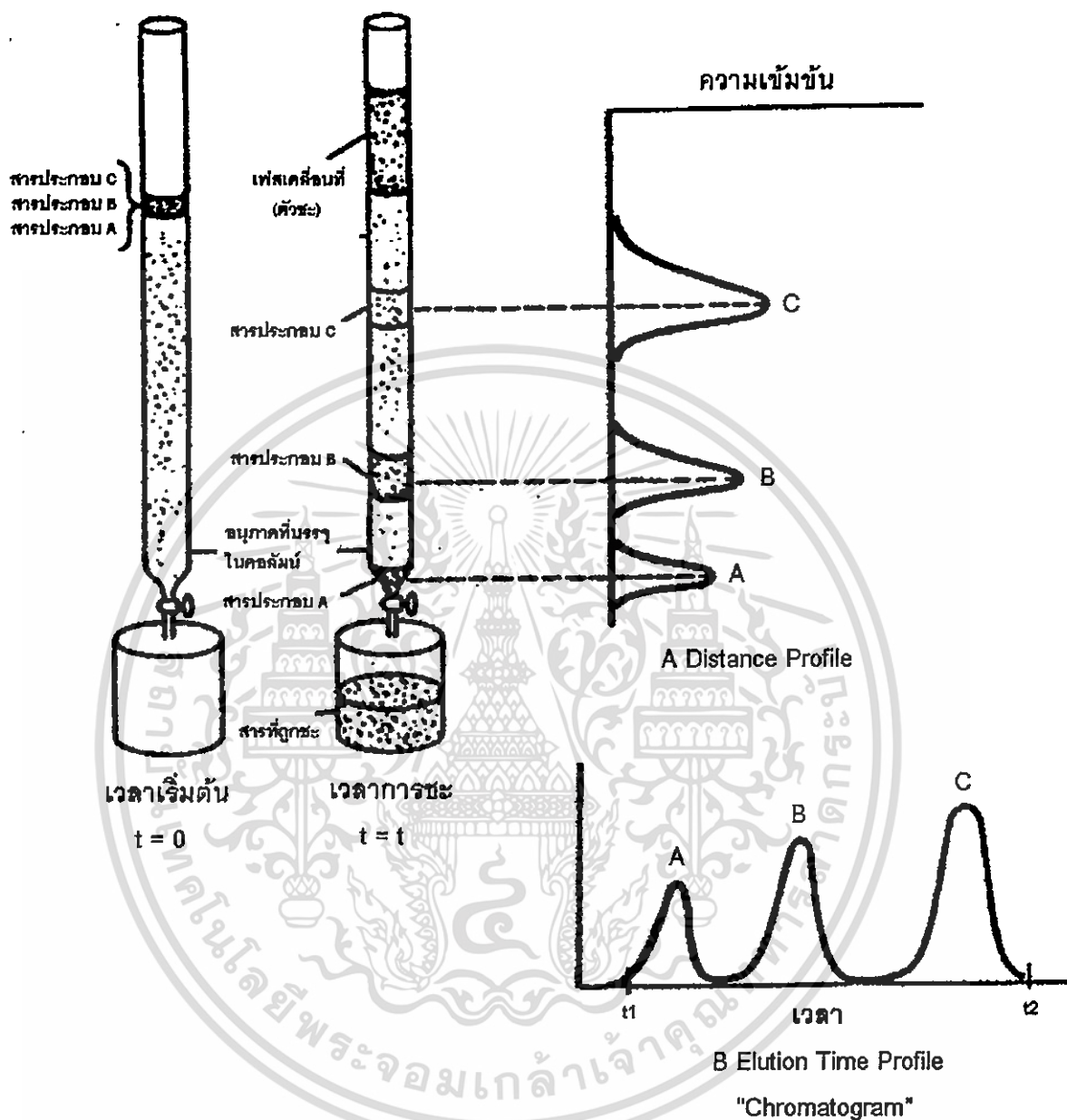
โครมาโทกราฟีของเหลวแบบสมรรถนะสูงเป็นเทคนิควิเคราะห์สารที่นิยมใช้กันอย่างกว้างขวาง เนื่องจากมีความไว (Sensitivity) และสามารถปรับให้หาปริมาณสารได้อย่างถูกต้อง มีความเหมาะสมสำหรับใช้แยกสารที่ระเหยยาก สารที่ไม่เสถียรทางความร้อน และประยุกต์ใช้อย่างกว้างขวางกับสารที่สนใจทางอุตสาหกรรม

ในโครมาโทกราฟีแบบกลับเฟส (Reversed phase chromatography) เฟสอยู่กับที่ซึ่งไม่มีขั้วจะถูกใช้ร่วมกับเฟสเคลื่อนที่ของเหลวที่มีขั้ว การประยุกต์ใช้ HPLC 70-80% นิยมใช้เทคนิคนี้ เพราะเป็นเทคนิคพื้นฐาน เข้าสู่สมดุลเร็ว รีเทนชันไทม์ (Retention time) น่าเชื่อถือ และมีกลไกการแยกที่เข้าใจได้ง่าย

4.4.1 หลักพื้นฐานสำหรับแยกสารโดยวิธีโครมาโทกราฟี [34]

โครมาโทกราฟีเป็นเทคนิคที่ใช้ในการแยกสารตัวอย่างซึ่งมีส่วนประกอบหลายๆ ชนิด การแยกสารโดยวิธีโครมาโทกราฟีนั้น จะอาศัยอัตราการเคลื่อนที่ของสาร (หรือความสามารถในการกระจายของสาร) ระหว่างเฟส 2 เฟส โดยเฟสหนึ่งเป็นตัวสำหรับดูดซับที่เรียกว่า สเตชันนารีเฟส (Stationary phase) หรือเฟสอยู่กับที่ อีกเฟสหนึ่งเป็นตัวทำละลายที่ผ่านไปบนสเตชันนารีเฟส เรียกว่า โมบายเฟส (Mobile phase) หรือเฟสเคลื่อนที่ สารที่จะแยกจะมีความสามารถในการละลายในตัวทำละลาย และมีความสามารถในการดูดซับบนตัวดูดซับต่างกัน พบว่า สารใดละลายได้ดีและถูกดูดซับได้น้อย สารนั้นจะเคลื่อนที่ได้เร็ว ในทางตรงข้ามสารใดละลายได้น้อยและถูกดูดซับได้ดี สารนั้นก็จะเคลื่อนที่ได้ช้า เนื่องจากสารแต่ละสารมีความสามารถในการละลายและดูดซับได้ต่างกัน จึงทำให้อัตราการเคลื่อนที่ (อัตราการกระจาย) ของสารแต่ละสารต่างกัน

สมมติว่ามีของผสมของสาร 3 ชนิด A, B และ C ใส่อยู่ตอนบนของคอลัมน์ดังรูปที่ 4.6 จากนั้นผ่านตัวทำละลายบนคอลัมน์ด้วยอัตราที่คงที่ ถ้าแต่ละสัดส่วนของสารแต่ละชนิดถูกรวบรวมไว้เมื่อออกจากคอลัมน์ เมื่อนำความเข้มข้นของสารแต่ละชนิดที่ได้มาเขียนเป็นกราฟเทียบกับเวลา จะได้กราฟที่เรียกว่าโครมาโทแกรม ดังรูปที่ 4.5 จะเห็นว่าทั้งสาร A, B และ C ถูกแยกออกจากกันอย่างเห็นได้ชัด ในโครมาโทแกรมจะเห็นแบนด์ (Band) หรือพีค (Peak) ของแต่ละสารที่มีความกว้าง (Band broadening) ระยะเวลาที่ใช้ในการชะ (Elutes) สารนั้นออกจากคอลัมน์ เรียกว่า รีเทนชันไทม์

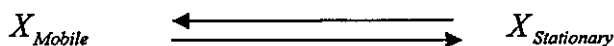


รูปที่ 4.5 การแยกสารผสมในคอลัมน์โครมาโทกราฟีอย่างง่ายและโครมาโทแกรมที่แสดงถึงฟีกของส่วนประกอบที่ถูกแยกออกมา [34]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.4.2 นิยามของเทอมต่างๆ ที่เกี่ยวข้อง [10, 35]

4.4.2.1 Distribution constant (K) ค่าคงที่สมดุลทางเทอร์โมไดนามิกส์หรือสัมประสิทธิ์การกระจาย (K) คือ อัตราส่วนระหว่างความเข้มข้นของตัวถูกละลายในเฟสเคลื่อนที่กับความเข้มข้นของตัวถูกละลายในเฟสที่อยู่กับที่ สำหรับตัวถูกละลาย X จะได้ความสัมพันธ์ดังนี้



สัมประสิทธิ์การกระจายของสาร X คือ

$$K_x = \frac{[X]_s}{[X]_M} = \text{ค่าคงที่} \quad (4.8)$$

เมื่อ $[X]_s$ = ความเข้มข้นของสาร X ในเฟสอยู่กับที่
 $[X]_M$ = ความเข้มข้นของสาร X ในเฟสเคลื่อนที่

4.4.2.2 Retention การแยกจะประสบผลสำเร็จได้ก็ต่อเมื่อสารมีอัตราการเคลื่อนที่ที่แตกต่างกันภายในคอลัมน์ ดังนั้น จากนิยามของสัมประสิทธิ์การกระจายก็คือ การวัดลำดับของสาร X ที่จะถูกยึดหรือทำให้เคลื่อนที่ได้ช้าลง ในทางปฏิบัติแล้วค่าแฟกเตอร์ความจุ (Capacity factor, k') จะเป็นค่าที่เหมาะสมที่จะนำมาใช้มากกว่า และสามารถที่จะหาได้โดยตรงจากโครมาโทแกรม ซึ่งสมการของค่า k' เป็นดังนี้

$$k' = \frac{\text{จำนวนโมลทั้งหมดของสาร X ในเฟสอยู่กับที่}}{\text{จำนวน โมลทั้งหมดของสาร X ในเฟสเคลื่อนที่}}$$

$$= \frac{V_s [X]_s}{V_M [X]_M} = \frac{V_s K_x}{V_M} \quad (4.9)$$

เมื่อ V_s = ปริมาตรของเฟสอยู่กับที่ในคอลัมน์

V_M = ปริมาตรของเฟสเคลื่อนที่ในคอลัมน์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สมการพื้นฐานสำหรับกระบวนการโครมาโทกราฟีที่แสดงความสัมพันธ์ของค่า Retention volume (V_R) กับค่าอื่นๆ คือ

$$V_R = V_M(1 + k') = V_M + V_S K_X \quad (4.10)$$

ค่า V_R หาได้จากโครมาโทแกรม เนื่องจาก $V_R = Ft_R$ ในที่นี้ F คืออัตราการไหลของเฟสเคลื่อนที่ (มิลลิลิตรต่อนาที), t_R คือรีเทนชันไทม์ของพีค และ V_M คือ Void volume (Dead volume หรือ Interstitial volume) โดยที่ t_0 คือเวลาที่โมเลกุลของตัวทำละลายที่ถูกฉีดเข้าไปหรือสำหรับสารที่ไม่ถูกยึดเกาะเดินทางผ่านไปนาคอลัมน์ และ V_M ก็คือปริมาตรทั้งหมดของเฟสเคลื่อนที่ในคอลัมน์ในช่วงเวลาที่กำหนดให้ จากการแทนค่า V_M และ V_R ในสมการข้างบน และเมื่อจัดสมการใหม่ จะได้สมการที่มีประโยชน์มากสำหรับใช้หาค่าแฟกเตอร์ความจุ

$$k' = \frac{(t_R - t_0)}{t_0} \quad (4.11)$$

4.4.2.3 ประสิทธิภาพของคอลัมน์ (Column efficiency)

ประสิทธิภาพของคอลัมน์สามารถพิจารณาได้จากอัตราการขยายตัวของแถบให้กว้างขึ้น เมื่อแถบหรือตัวถูกละลายเคลื่อนไปตามคอลัมน์ หรือเคลื่อนที่ไปตามเพลต โมเลกุลทุกตัวจะเคลื่อนที่ด้วยอัตราเร็วที่แตกต่างกัน การกระจายโมเลกุลจะอยู่ในลักษณะเป็นรูป Gaussian ในทฤษฎีเพลตจะพิจารณาว่าคอลัมน์โครมาโทกราฟีประกอบด้วยชั้นบางๆ หรือเพลตจำนวนมาก (N) ในแต่ละเพลตจะมีตัวถูกละลายอยู่ในสมดุลระหว่างเฟสอยู่กับที่และเฟสเคลื่อนที่ ดังนั้นจำนวนเพลตยิ่งมีค่ามาก คอลัมน์ก็ยิ่งจะมีประสิทธิภาพมาก การเคลื่อนที่ของตัวถูกละลายไปตามคอลัมน์จะถูกพิจารณาว่าเป็นการเคลื่อนย้ายเป็นขั้นๆ จากเพลตหนึ่งไปยังเพลตต่อไป เหมือนการกลิ้งลำดับส่วน ถ้าเพลตทางทฤษฎียิ่งบางมาก (H) จำนวนเพลตยิ่งมีค่ามาก

- จำนวนเพลตทางทฤษฎี (Theoretical plate number, N)

การวัดประสิทธิภาพของคอลัมน์ทางโครมาโทกราฟีส่วนใหญ่เป็นการหาจำนวนเพลตทางทฤษฎี ซึ่งสามารถหาได้จากโครมาโทแกรมโดยใช้สมการต่อไปนี้ [35]

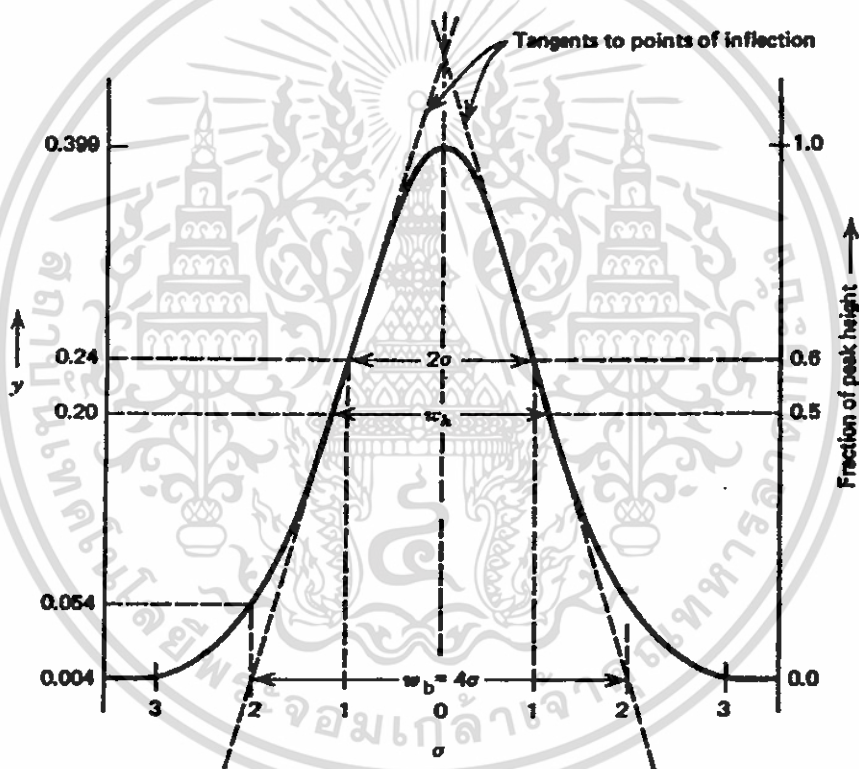
$$N = 16 \left(\frac{t_R}{W_b} \right)^2 \quad (4.12)$$

$$\text{หรือ } N = 5.54 \left(\frac{t_R}{W_h} \right)^2 \quad (4.13)$$

เมื่อ W_b = ความกว้างของฐานพีค

W_h = ความกว้างของพีคที่ครึ่งหนึ่งของความสูง

ความกว้างของฐานพีคหาได้จากการลากเส้นสัมผัสมาตัดเส้น Base line ระยะทางระหว่างจุดตัดทั้งสองก็คือความกว้างของฐานพีค การวัดความกว้างของพีคสามารถทำที่ความสูงบนพีค คือ W_b หรือ W_h ดังแสดงในรูปที่ 4.6



รูปที่ 4.6 ความสูงของพีคและความกว้างของพีค Gaussian [10]

- Plate height

พารามิเตอร์ที่มีประโยชน์อีกตัวหนึ่งที่ใช้ในการวัดประสิทธิภาพของคอลัมน์ คือ Height equivalent to a theoretical plates (HETP, H) เมื่อ H คือ ความสูงทางทฤษฎีของ

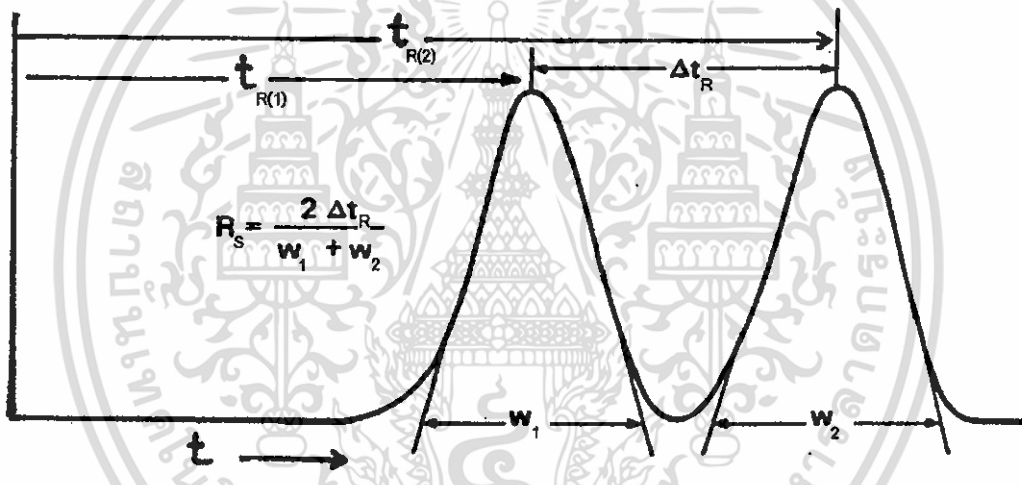
พลตหนึ่งพลต H ยังมีค่าน้อยประสิทธิภาพคอลัมน์จะมีค่ามาก สมการต่อไปนี้เป็นารแสดง ความสัมพันธ์ระหว่างค่า H กับค่าอื่นๆ

$$H = \frac{L}{N} \quad (4.14)$$

เมื่อ L คือ ความยาวของคอลัมน์

ดังนั้น คอลัมน์ที่ดีจะมีค่า N สูง และ H ต่ำ

4.4.2.4 Resolution (R_s) นิยามการแยกแถบ 2 แถบที่อยู่ใกล้กัน คือ ระยะห่างกันของแถบทั้งสองหารด้วยความกว้างเฉลี่ยของแถบทั้งสอง ดังแสดงในรูปที่ 4.7 นั่นคือ



รูปที่ 4.7 การแยกในลิตวิดโครมาโทกราฟี [10]

$$R_s = \frac{\Delta t_R}{\left[\frac{W_1}{2} + \frac{W_2}{2} \right]} = \frac{2\Delta t_R}{[W_1 + W_2]}$$

$$= 2 \frac{|t_{R(2)} - t_{R(1)}|}{[W_1 + W_2]} \quad (4.15)$$

เมื่อ $\Delta t_R = t_{R(2)} - t_{R(1)}$ และ $t_{R(2)} > t_{R(1)}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

W_1 และ W_2 เป็นความกว้างของฐานพีคขององค์ประกอบ 1 และ 2 ตามลำดับ

ถ้า $R_s = 1$ หมายความว่า แถบทั้งสองแยกออกจากกันประมาณ 98% เหลืออีก 2% นั้นเป็นส่วนที่แถบทั้งสองทับกัน ค่า $R_s = 1.5$ แถบทั้งสองแยกออกจากกันประมาณ 99.7% และค่า $R_s > 2$ เหมาะกับการแยกพีคที่ซับซ้อน [35]

ความสัมพันธ์ระหว่าง R_s กับค่า k' N และ α เป็นดังสมการ (4.16)

$$R_s = \left(\frac{1}{4} \right) \left[\frac{\alpha - 1}{\alpha} \right] \sqrt{N} \left[\frac{k'}{1 + k'} \right] \quad (4.16)$$

เมื่อ $N =$ จำนวนเพลตทางทฤษฎี

$\alpha =$ ค่าการเลือก

$$= \frac{t_{R(2)} - t_0}{t_{R(1)} - t_0}$$

4.4.3 อุปกรณ์ HPLC

อุปกรณ์ HPLC ประกอบด้วยส่วนประกอบหลายส่วน ดังแสดงในรูป 4.8 ตัวทำละลายที่ใช้เป็นเฟสเคลื่อนที่จะผ่านออกจากภาชนะที่บรรจุ (Solvent reservoirs) ตามสัดส่วนของตัวทำละลายที่ใช้ โดยถูกส่งไปยังคอลัมน์ทางปั๊มความดันสูง ถ้าองค์ประกอบของเฟสเคลื่อนที่มีเพียงองค์ประกอบเดียวและคงที่ จะเรียกกระบวนการนี้ว่า ไอโซคราติกอีลูชัน (Isocratic elution) ในทางกลับกันถ้าองค์ประกอบของเฟสเคลื่อนที่มีการเปลี่ยนแปลงองค์ประกอบขณะที่แยกสาร จะเรียกกระบวนการนี้ว่า เกรเดียนต์อีลูชัน (Gradient elution) ตัวอย่างของผลที่ใช้แยกจะถูกฉีดที่ส่วนบนของคอลัมน์และถูกชะด้วยตัวทำละลายผ่านตลอดคอลัมน์ที่บรรจุด้วยเฟสอยู่กับที่ สารที่ถูกแยกออกจากคอลัมน์จะเข้าสู่เครื่องตรวจวัดสัญญาณ และผลการตอบสนองจะถูกแสดงโดยเครื่องบันทึก (Recorder) หรือเครื่องรวมรวม (Integrator)

4.4.4 เฟสอยู่กับที่ (Stationary phase)

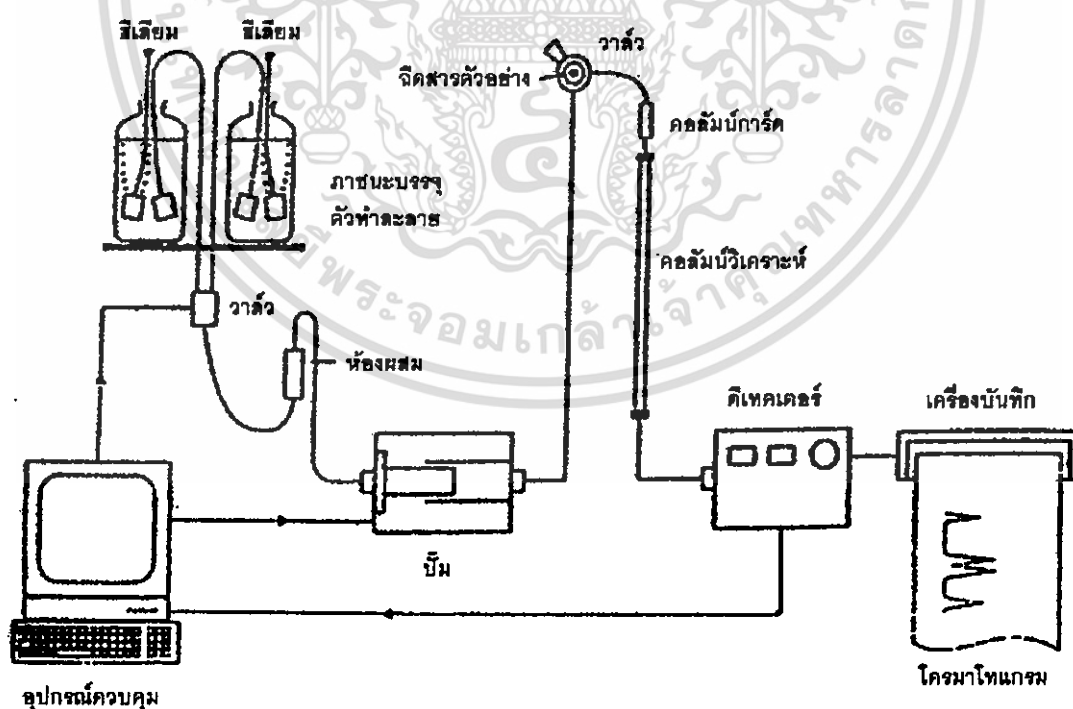
เฟสอยู่กับที่แบบกลับเฟสที่มีใช้กันอย่างกว้างขวางเป็นแบบเฟสของเหลว ในโครมาโทกราฟีแบบกลับเฟสจะใช้เฟสอยู่กับที่ไปทำให้เกิดพันธะทางเคมีกับวัสดุหรืออนุภาคที่ใช้ซิลิกาเป็นตัวพอง (Silica support) ซึ่งอนุภาคชนิดนี้เรียกว่าบอนด์เฟส (Bond-phase) บอนด์เฟสที่นิยมใช้กันมากคือ หมู่อัลคิล เช่น $-\text{CH}_3$, $-\text{C}_4\text{H}_9$, $-\text{C}_8\text{H}_{17}$ หมู่เฟนิล ($-\text{C}_6\text{H}_5$) หมู่ไซยาโน $[(-\text{CH}_2)_3\text{CN}]$

และหมู่อะมิโน $[(-CH_2)_3NH_2]$ ซึ่งให้ค่าการแยกที่เพิ่มขึ้นแบบเอกซโพเนนเชียลกับความยาวของโซ่เฟสอยู่กับที่เหล่านี้มีข้อจำกัดบางอย่างต่อค่าพีเอชของตัวชะที่ใช้ ให้ความเสถียรต่อปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสที่ดีและทนทานต่อตัวชะที่ใช้ภายใต้สภาวะการใช้งาน เฟสอยู่กับที่รูปแบบใหม่เป็นแบบกราฟไฟต์คาร์บอน มีลักษณะเป็นเม็ดแข็งขนาดเล็กที่มีรูพรุนซึ่งเป็นองค์ประกอบของ Poly(divinylbenzyl)styrene โดยจะมีขั้วมากกว่า Octadecyl silane (ODS) และสามารถทนพีเอชในช่วงกว้างคือ pH 1-13 รายชื่อของเฟสอยู่กับที่ต่างๆ ที่ใช้ใน HPLC แบบกลับเฟส แสดงในตารางที่ 4.2

4.4.5 เฟสเคลื่อนที่ (Mobile phase)

ในโครมาโทกราฟีแบบกลับเฟส การเพิ่มความไวในการแยกสารเป็นผลจากการกระทำของเฟสเคลื่อนที่และเฟสอยู่กับที่ต่อตัวถูกละลาย และข้อจำกัดทางเคมีกายภาพของตัวทำละลายกับตัวถูกละลาย

ตัวทำละลายที่เหมาะสมควรมีความหนืดต่ำ เข้ากันได้ดีกับระบบการตรวจวัด โดยไม่รบกวนการวัดของดีเทคเตอร์ และจะต้องสามารถละลายองค์ประกอบของสารตัวอย่างได้อย่างได้อย่างสมบูรณ์ โดยปราศจากการทำปฏิกิริยากับสารที่จะวิเคราะห์ เฟสเคลื่อนที่ที่ใช้ในโครมาโทกราฟีแบบกลับเฟสเป็นตัวทำละลายชนิดมีขั้ว เช่น น้ำร่วมกับตัวทำละลายอะซิโตไนไทรล์ (Acetonitrile) หรือเมทานอล ตารางที่ 4.3 แสดงความมีขั้วและคุณสมบัติอื่นๆ ของตัวทำละลายต่างๆ ที่ใช้ใน HPLC



รูปที่ 4.8 โดอะแกรมของ HPLC [10]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.2 อนุภาคที่ใช้บรรจุในคอลัมน์โครมาโทกราฟีแบบกลับเฟสในเชิงพาณิชย์ [10]

Packing material	Phase	Particle size and shape (μm)	Surface area (m^2g^{-1})	Carbon load (%)	End capping
Lichosorb	C ₈	5,7,10 irregular	250	7 Monomeric	-
Hypersil	C ₈	5,10 spherical	50	3.0 Monomeric	yes
Phenomenex Ibsil	C ₈	3,5,10 spherical	165	7.5 Monomeric	yes
Nucleosil 100	C ₈	3,5,10 spherical	350	9 Monomeric	no
Partisil	C ₈	5,10 irregular	350	8.5 Monomeric	yes
Selectosil	C ₈	3,5,10 spherical	330	8 Monomeric	no
Spherisorb	C ₈	3,5,10 spherical	220	6 Monomeric	yes
Ultremex	C ₈	3,5,10 spherical	200	8 Monomeric	yes
Hypersil	C ₁₈	3,5,10 spherical	170	10.0 Monomeric	yes
Lichosorb	C ₁₈	5,7,10 irregular	500	17 Monomeric	no
Nucleosil 100	C ₁₈	3,5,10 spherical	350	14 Monomeric	yes
Phenomenex Ibsil	C ₁₈	3,5,10 spherical	165	11.0 Monomeric	yes
Selectosil	C ₁₈	3,5,10 spherical	330	13.0 Monomeric	yes
Spherisorb	C ₁₈	3,5,10 spherical	220	7 Monomeric	partial
Ultremex	C ₁₈	3,5,10 spherical	200	13.0 Monomeric	yes
Zorbax	C ₁₈	3,5,7 spherical	330	20 Monomeric	yes

ตารางที่ 4.3 สมบัติทั่วไปของเฟสเคลื่อนที่ทางโครมาโทกราฟี [10]

Solvent	Viscosity (cP)	Polarity index, P'	Eluent strength
Fluoroalkanes	0.4-2.6	< -2	-0.25
Cyclohexane	0.90	0.04	-0.2
n-Hexane	0.30	0.1	0.01
1-Chlorobutane	0.42	1.0	0.26
Carbon tetrachloride	0.90	1.6	0.18
i-Propyl ether	0.38	2.4	0.28
Toluene	0.55	2.4	0.29
Diethyl ether	0.24	2.8	0.38
Tetrahydrofuran	0.46	4.0	0.57
Chloroform	0.53	4.1	0.40
Ethanol	1.08	4.3	0.88
Ethyl acetate	0.43	4.4	0.58
Dioxane	1.2	4.8	0.56
Methanol	0.54	5.1	0.95
Acetonitrile	0.34	5.8	0.65
Nitromethane	0.61	6.0	0.64
Ethylene glycol	16.5	6.9	1.11
Water	0.89	10.2	Large

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.4.6 ดีเทคเตอร์ (Detector)

ดีเทคเตอร์ที่ใช้ในระบบ HPLC เป็นอุปกรณ์วัดปริมาณของสารที่ถูกแยกออกจากคอลัมน์ ข้อมูลขาออก (Output) ที่อ่านได้จากเครื่องตรวจวัดจะเปลี่ยนเป็นสัญญาณทางไฟฟ้า (Electrical signal) ซึ่งจะแปรตามสมบัติบางประการของสารที่จะวิเคราะห์ การเลือกใช้ดีเทคเตอร์จะเลือกตามลักษณะทางเคมีของสารที่จะวิเคราะห์ ชนิดของตัวชี้ที่ใช้ และประเภทของโครมาโทกราฟี การตอบสนองของดีเทคเตอร์จะมีความสัมพันธ์กับปริมาณของสารที่จะวิเคราะห์ที่ถูกแยกออกจากคอลัมน์

ดีเทคเตอร์ของ HPLC ในอุดมคติควรมีลักษณะดังนี้

- (1) มีความไวสูง และให้สัญญาณตอบรับ (Response) ที่คาดคะเนได้
- (2) ให้สัญญาณตอบรับได้กับสารทุกชนิด
- (3) ไม่มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิและอัตราเร็วของการไหลของเฟสเคลื่อนที่
- (4) เชื้อถือได้และง่ายต่อการใช้งาน
- (5) ความสัมพันธ์ของความเข้มข้นและสัญญาณตอบรับของดีเทคเตอร์ควรมีสภาพเชิงเส้น (Linearity) ในช่วงกว้าง
- (6) ไม่ทำลายสารตัวอย่าง
- (7) ให้ข้อมูลเกี่ยวกับคุณภาพวิเคราะห์สำหรับพิกที่ต้องการตรวจสอบ

ลักษณะหน้าที่เบื้องต้นของดีเทคเตอร์ แสดงในตารางที่ 4.4 ตัวอย่างดีเทคเตอร์ที่นิยมใช้วิเคราะห์สารประกอบฟีนอล เช่น UV (Ultraviolet) สามารถตรวจวัดสารได้ที่ระดับความเข้มข้นต่ำๆ มีสภาพเชิงเส้นที่กว้างเหมาะที่จะใช้สร้างกราฟมาตรฐานเปรียบเทียบหาปริมาณจากสารตัวอย่าง ไม่ว่องไวต่ออุณหภูมิและการไหลทำให้โครมาโทแกรมที่ได้มีความคมชัด

4.4.7 การทำคุณภาพวิเคราะห์ (Qualitative analysis)

จุดประสงค์ที่สำคัญของการทำโครมาโทกราฟีคือเพื่อวิเคราะห์ว่าสารตัวอย่างเป็นสารอะไร มีกี่ชนิด โดยทั่วไปในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคโครมาโทกราฟีนั้น มักจะใช้วิธีเปรียบเทียบค่ารีเทนชันไทม์ของสารตัวอย่างกับสารมาตรฐาน โดยเริ่มต้นด้วยการวิเคราะห์สารตัวอย่างก่อนจนได้การแยกดีแล้วจึงใช้สารมาตรฐานวิเคราะห์ที่สภาวะเดียวกันเพื่อเปรียบเทียบ อย่างไรก็ตามการเปรียบเทียบนี้อาจจะเป็นเพียงการให้ข้อมูลขั้นแรกเท่านั้น เพราะสารต่างชนิดกันอาจจะให้ค่ารีเทนชันไทม์เท่ากันได้ ดังนั้นอาจจะต้องวิเคราะห์อีกครั้งหนึ่งโดยการเปลี่ยนสภาวะของการแยก เช่น ใช้คอลัมน์ใหม่ เปลี่ยนตัวทำละลาย และอัตราเร็วของการไหลใหม่ หรือใช้เทคนิคโครมาโทกราฟีอื่นเพื่อเป็นการตรวจสอบ เช่น แก๊สโครมาโทกราฟี ทิน-เลเยอร์โครมาโทกราฟี (Thin layer chromatography, TLC) หรือ เทคนิคสปีกิง (Spiking)

ตารางที่ 4.4 ลักษณะของดีเทคเตอร์ทางโครมาโทกราฟี [10]

ดีเทคเตอร์	ค่าจำกัดในการตรวจวิเคราะห์	สภาพเชิงเส้น	ความไวต่อการไหล	ความไวต่ออุณหภูมิ	การใช้แก๊สเฉื่อย	สารตัวอย่าง
Ultraviolet	$5 \times 10^{-10} \text{ g cm}^{-3}$	$10^4 - 10^5$	ไม่ร้องไห้อ	ต่ำ	ใช่	Conjugated aromatics and heterocyclic compounds
Photo-diode	$> 2 \times 10^{-10}$	$10^4 - 10^5$	ไม่ร้องไห้อ	ต่ำ	ใช่	Conjugated aromatics and heterocyclic compounds
Fluorescence	$\sim 10^{-12}$	$10^3 - 10^4$	ไม่ร้องไห้อ	ต่ำ	ใช่	Vitamins and steroids
Infrared	10^{-6}	$\sim 10^3$	ไม่ร้องไห้อ	ต่ำ	ใช่	Carbonyl and aliphatic
Refractive index	5×10^{-7}	$10^3 - 10^4$	ไม่ร้องไห้อ	$\pm 10^4 \text{ } ^\circ\text{C}$	ไม่ใช่	Universal
Conductometric	10^{-8}	$10^3 - 10^4$	ร้องไห้อ	$\pm 1 \text{ } ^\circ\text{C}$	ไม่ใช่	Ionic substances
Electrochemical	10^{-12}	$10^4 - 10^5$	ร้องไห้อ	$\pm 1 \text{ } ^\circ\text{C}$	ไม่ใช่	Catecholamines electroactive
Radioactivity	50 cpm ^{14}C	$\sim 10^3$	ไม่ร้องไห้อ	เล็กน้อย	ใช่	Labelled compounds
Mass spectrometry	10^{-10}	10^4	ไม่ร้องไห้อ	ไม่ร้องไห้อ	ใช่	Universal
Transport FID	5×10^{-7}	$10^4 - 10^5$	ไม่	ไม่	ใช่	Oxidisable hydrocarbons

หมายเหตุ : cpm = count rate per min.

4.4.8 การทำปริมาณวิเคราะห์ (Quantitative analysis)

หลังจากวิเคราะห์เชิงคุณภาพแล้ว ถ้าต้องการจะทำปริมาณวิเคราะห์จำเป็นต้องมีอุปกรณ์ที่สามารถอ่านค่าบางอย่างได้ เช่น อัตราการดูดกลืนแสง ค่าการนำไฟฟ้า เป็นต้น เพื่อนำไปทำปริมาณวิเคราะห์ ดังนั้นเครื่องลึควิดโครมาโทกราฟีจะต้องมีเครื่องบันทึก หรือเครื่องรวบรวมเพื่อใช้คำนวณพื้นที่ของพีค หรือความสูงของพีค

ในการวิเคราะห์โดยทั่วไป วิธีที่จะใช้ในการคำนวณหรือหาปริมาณของสาร คือ การทำกราฟมาตรฐานเปรียบเทียบ (Calibration curve) ซึ่งใช้วิธีต่างๆ กัน คือ Normalization method, External standard method, Internal standard method และ Standard addition method ในงานวิจัยนี้จะใช้วิธี External standard method เพราะเป็นเทคนิคที่ไม่ยุ่งยาก วิธีการวิเคราะห์ใช้การทำกราฟมาตรฐานเปรียบเทียบจากสารมาตรฐานที่ใช้ความเข้มข้นต่างๆ กันกับความสูงของพีคหรือพื้นที่พีค การหาปริมาณของสารตัวอย่างทำการวิเคราะห์โดยใช้สภาวะเดียวกันกับสารมาตรฐาน ความสูงของพีคหรือพื้นที่พีคที่ได้จะนำไปอ่านค่าหาปริมาณสารตัวอย่างจากกราฟมาตรฐานเปรียบเทียบของสารมาตรฐานได้เลย

4.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

J.F.Van Staden และ H.E.Britz [15] ศึกษาการสกัดแยกสารประกอบฟีนอลออกจากน้ำมันของบริษัท Sasol ในแอฟริกาใต้ด้วยเยื่อเลือกผ่านชนิด Passive hydrophilic spectrapor

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

และวิเคราะห์หาสารประกอบฟีนอลด้วยวิธีการเทียบสีที่เกิดจากปฏิกิริยาระหว่างสารประกอบฟีนอล และ 4-อะมิโนแอนทราควิโนนในสภาวะเบสและมี $K_2S_2O_8$ เป็นตัวออกซิไดส์ ตรวจวัดด้วยเครื่องสเปกโทโฟโตมิเตอร์ที่ความยาวคลื่นแสง 500 นาโนเมตร ผลการทดลองสามารถหาสารประกอบฟีนอลในตัวอย่างน้ำมันด้วยอัตรา 12 ตัวอย่างต่อชั่วโมง มีค่าเปอร์เซ็นต์ Relative standard deviation (%RSD) น้อยกว่า 1.3% ให้ค่าจำกัดในการตรวจวิเคราะห์ (Detection limit) สำหรับฟีนอล 0.09 มิลลิกรัมต่อลิตร ออโท-ครีซอล 0.18 มิลลิกรัมต่อลิตร และเมทา-ครีซอล 0.02 มิลลิกรัมต่อลิตร

Garcia Sanchez และคณะ [28] ศึกษาการสกัดแยกสารประกอบฟีนอลออกจากน้ำมันดิบ (Brass River Light, Iran Light และ Maya) โดยใช้เยื่อเลือกผ่านชนิดซิลิโคนและวิเคราะห์หาสารประกอบฟีนอลด้วยเทคนิค HPLC และใช้ Electrochemical detector ในการตรวจสอบ ผลการทดลองสามารถแยกสารประกอบฟีนอลจากตัวอย่างน้ำมันดิบ โดยมี %RSD ของ 2,4-dimethylphenol และ 2,5-dimethylphenol 3.0% และของ 3,4-dimethylphenol 6.7%

Carlos Amen-Chen และคณะ [20] ศึกษาการแยกสารประกอบฟีนอลออกจากน้ำมันดินที่ได้จากการไพโรไลซิสไม้ยูคาลิปตัส โดยใช้วิธีการสกัดด้วยสารละลายไซโตลิมไฮดรอกไซด์และเอทิลอะซิเตท การวิเคราะห์หาสารประกอบฟีนอลทำโดยใช้เทคนิค GC/MS และเตรียมตัวอย่างโดยทำอนุพันธ์อะเซทิลของสารประกอบฟีนอลก่อนการวิเคราะห์ ผลการทดลองแยกสารประกอบฟีนอลที่พีเอช 9.5, 10.5 และ 11.3 พบว่าการแยกจะมีประสิทธิภาพมากขึ้นเมื่อใช้สภาวะที่เป็นด่างสูงๆ และให้การนำกลับคืนของสารประกอบฟีนอลอย่างสมบูรณ์ที่พีเอช 12-13

Danielle Ryan และคณะ [21] ศึกษาการนำกลับคืนของสารประกอบฟีนอลจาก *Olea europaea* โดยใช้วิธีการสกัดด้วยตัวทำละลายผสมของเมทานอล-น้ำในอัตราส่วน 50:50 โดยปริมาตร เปรียบเทียบการสกัดและไฮโดรไลซิสด้วยกรดและเบส ผลการทดลองพบว่าหลังจากสกัดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง วิธีการสกัดและไฮโดรไลซิสด้วยกรดจะได้ปริมาณของสารประกอบฟีนอล Hydroxy tyrosol glucoside เพิ่มขึ้นเป็น 50 เท่าของการสกัดและไฮโดรไลซิสด้วยเบส

Filippo M. Pirisi และคณะ [22] ศึกษาการแยกสารประกอบฟีนอลออกจากน้ำมันมะกอก (Virgin olive oils) โดยเปรียบเทียบวิธีการสกัดระหว่างการสกัดด้วยของแข็ง-ของเหลว (C_{18} cartridge) และการสกัดด้วยของเหลว-ของเหลว (เมทานอล-น้ำ 60:40 โดยปริมาตร) การวิเคราะห์หาสารประกอบฟีนอลใช้เทคนิคคลิควิดโครมาโทกราฟี ตรวจวัดด้วย UV ที่ความยาวคลื่นแสง 225 นาโนเมตร ผลการทดลองพบว่าทั้งสองวิธีให้ปริมาณของสารประกอบฟีนอลไม่ต่างกัน แต่วิธีการสกัดด้วยของแข็ง-ของเหลวใช้เวลาในการวิเคราะห์น้อยกว่าวิธีการสกัดด้วยของเหลว-ของเหลว ครั้งหนึ่ง

Filippo M. Pirisi และคณะ [25] ศึกษาการแยกสารประกอบฟีนอลจากน้ำมันมะกอกโดยใช้วิธีการสกัดด้วยของแข็ง-ของเหลว โดยใช้ตัวชะคือสารละลายผสม 10^3 โมลของ H_2SO_4 - CH_3CN การวิเคราะห์หาสารประกอบฟีนอลใช้เทคนิค HPLC วัดที่ความยาวคลื่นแสง 225 นาโนเมตร ผลการทดลองให้ค่าการนำกลับคืน 70-105% (S.D. = ± 4 -10%)



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5

การดำเนินงานวิจัย

5.1 สารเคมี

1) น้ำมันจากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ (CNSL) ได้มาจากบริษัท 25 อินดรัสเทรียล โปรตักส์ จำกัด อำเภอสีคิ้ว จังหวัดนครราชสีมา

- 2) เมทานอล 99.8% เกรดวิเคราะห์
- 3) อะซีโตไนโตรล์ เกรดวิเคราะห์ HPLC
- 4) เฮกเซน 99.8% เกรดวิเคราะห์
- 5) 4-อะมิโนแอนทิไพรีน 98% เกรดวิเคราะห์
- 6) โฟแทลเซียมเปอร์ซัลเฟต 99% เกรดวิเคราะห์
- 7) โฟแทลเซียมไฮดรอกไซด์ 85.5% เกรดวิเคราะห์
- 8) ฟีนอล >95% เกรดวิเคราะห์
- 9) เมทา-ครีซอล 99% เกรดวิเคราะห์

5.2 การศึกษาปฏิกิริยาการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL

5.2.1 อุปกรณ์สำหรับการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL ประกอบด้วย เครื่องปฏิกรณ์ อุปกรณ์ให้ความร้อน เครื่องควบคุมอุณหภูมิ และชุดเก็บผลิตภัณฑ์

5.2.1.1 เครื่องปฏิกรณ์ เป็นแบบกะ (Batch reactor) มีลักษณะเป็นรูปทรงกระบอก ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 100 มิลลิเมตร ความสูง 150 มิลลิเมตร พร้อมด้วย

- มาตรวัดความดัน (Pressure gauge) ขนาด 200 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว เพื่อวัดความดันที่เกิดขึ้นภายในเครื่องปฏิกรณ์

- เทอร์โมคัปเปิลแบบ K

- ท่อทางเข้าของก๊าซ มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง $\frac{1}{4}$ นิ้ว ทางเข้าของท่อติดวาล์วควบคุมการเปิดปิด ปลายท่อสอดเข้าไปจนเกือบถึงส่วนล่างของเครื่องปฏิกรณ์

- ท่อทางออกของก๊าซและน้ำมัน มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง $\frac{1}{4}$ นิ้ว ต่อกออกจากเครื่องปฏิกรณ์เข้าสู่ชุดเก็บผลิตภัณฑ์ของเหลว

5.2.1.2 อุปกรณ์ให้ความร้อน มีลักษณะเป็นรูปทรงกระบอก ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 102 มิลลิเมตร สูง 142 มิลลิเมตร สามารถสอดเครื่องปฏิกรณ์เข้าไปได้ ภายนอกทรงกระบอกพันไว้ด้วยขดลวดให้ความร้อนขนาด 1000 วัตต์ จำนวน 2 ชุด และหุ้มฉนวนความร้อนโดยรอบ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ติดตั้งเทอร์โมคัปเปิลที่บริเวณส่วนบนของเครื่องให้ความร้อน เพื่อใช้วัดอุณหภูมิภายในเครื่องให้ความร้อน และส่งสัญญาณไปยังเครื่องควบคุมอุณหภูมิ

5.2.1.3 เครื่องควบคุมอุณหภูมิ ทำหน้าที่รับสัญญาณจากเทอร์โมคัปเปิล เพื่อควบคุมอุณหภูมิของเครื่องให้ความร้อน

5.2.1.4 ชุดเก็บผลิตภัณฑ์ ประกอบด้วย

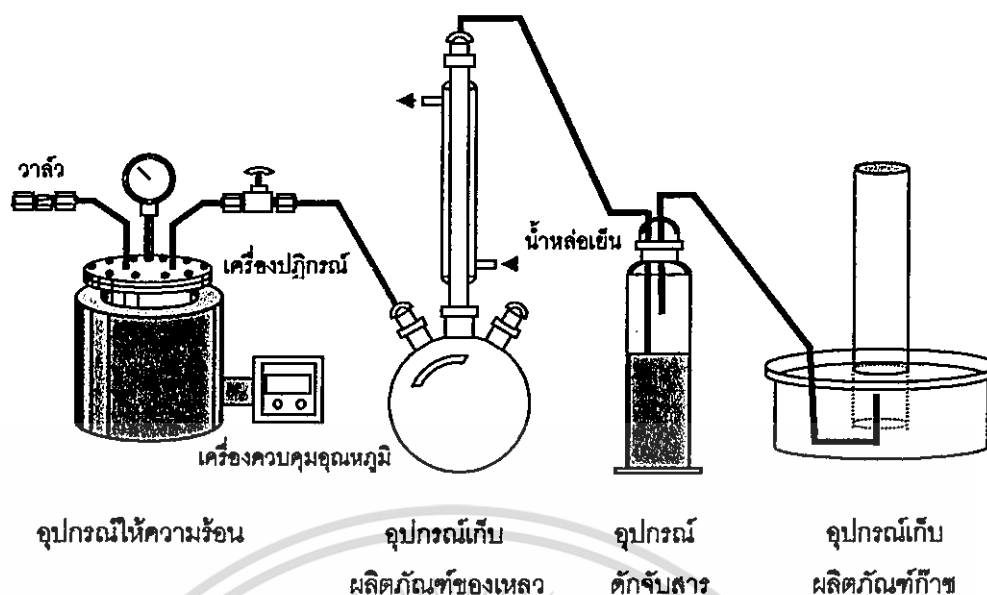
- อุปกรณ์เก็บผลิตภัณฑ์ของเหลว (Liquid product collector) มีลักษณะเป็นขวดแก้วก้นกลมปริมาตร 500 มิลลิลิตร มีช่องต่อกับท่อทางออกของก๊าซและน้ำมัน และอุปกรณ์ควบแน่น (Condenser)

- อุปกรณ์ดักจับสาร (Trap bottle) มีลักษณะเป็นขวดแก้วรูปทรงกระบอกปริมาตร 250 มิลลิลิตร ภายในบรรจุตัวทำละลายเมทานอลปริมาตร 100 มิลลิลิตร และมีท่อทางเข้าที่ต่อมาจากอุปกรณ์ควบแน่นจุ่มอยู่ในตัวทำละลาย และมีท่อทางออกต่อเข้าสู่อุปกรณ์เก็บผลิตภัณฑ์ก๊าซ

- อุปกรณ์เก็บผลิตภัณฑ์ก๊าซ (Gas product collector) มีลักษณะเป็นภาชนะบรรจุน้ำจุ่มอยู่ในอ่างน้ำ เพื่อใช้แทนที่กับก๊าซที่ผ่านมาจากอุปกรณ์ดักจับสาร

5.2.2 วิธีการแตกตัวด้วยความร้อน

ซึ่ง CNSL จำนวน 100 กรัม บรรจุลงในเครื่องปฏิกรณ์ ปิดฝาเครื่องปฏิกรณ์และขันน็อตให้แน่นทุกตัว สวมเครื่องปฏิกรณ์เข้ากับชุดอุปกรณ์ให้ความร้อนที่ต่ออยู่กับเครื่องควบคุมอุณหภูมิ แล้วต่อเข้ากับชุดเก็บผลิตภัณฑ์ดังรูปที่ 5.1 ต่อท่อก๊าซไนโตรเจนเข้ากับท่อทางเข้าของก๊าซพร้อมกับเปิดวาล์ว (Cap valve) ผ่านก๊าซไนโตรเจนเข้าสู่กระบวนการด้วยอัตรา 75 มิลลิลิตรต่อนาทีเป็นเวลา 30 นาที เพื่อทำให้เป็นบรรยากาศเฉื่อย แล้วจึงหยุดการผ่านก๊าซไนโตรเจนและปิดวาล์วก๊าซ ค่อยๆ ให้ความร้อนกับเครื่องปฏิกรณ์ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส ภายใต้ความดันบรรยากาศเป็นเวลา 30 นาที จากนั้นเพิ่มอุณหภูมิครั้งละ 50 องศาเซลเซียส และคงไว้เป็นเวลา 10 นาทีในแต่ละอุณหภูมิ จนถึงอุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส และคงไว้อีก 30 นาที รวมเวลาทั้งสิ้น 2 ชั่วโมง 30 นาที ซึ่งน้ำหนักผลิตภัณฑ์ของเหลวที่อยู่ในขวดแก้วก้นกลม และกากที่เหลืออยู่ในเครื่องปฏิกรณ์ คำนวณหาน้ำหนักก๊าซจากสมการมวลสาร นำผลิตภัณฑ์ของเหลวที่ได้ไปกลั่นให้บริสุทธิ์และแยกน้ำมันออกจากน้ำ



รูปที่ 5.1 ชุดอุปกรณ์สำหรับการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL

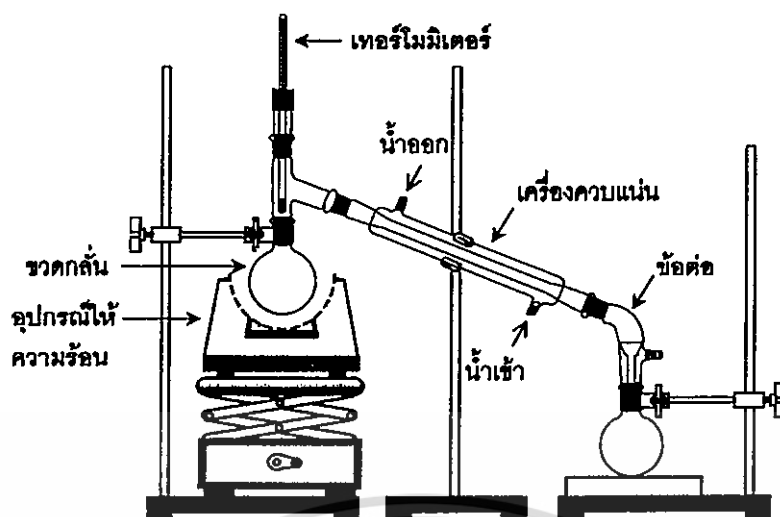
5.2.3 การกลั่นแยกน้ำมันที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL

5.2.3.1 ส่วนประกอบของชุดกลั่นผลิตภัณฑ์น้ำมัน

- อุปกรณ์ให้ความร้อน
- ขวดกั้นกลม ขนาดปริมาตร 250 มิลลิลิตร
- เครื่องควบแน่น
- ข้อต่อเชื่อมส่วนต่างๆ ของชุดกลั่น
- ขวดเก็บผลิตภัณฑ์ของเหลว ขนาด 250 มิลลิลิตร
- เทอร์โมมิเตอร์

5.2.3.2 วิธีการกลั่น

นำผลิตภัณฑ์ส่วนที่เป็นของเหลวบรรจุลงในขวดกั้นกลมขนาด 250 มิลลิลิตร ใส่เศษกระดาษลงไปเล็กน้อยเพื่อป้องกันการเดือดรุนแรง ประกอบชุดกลั่นตามรูปที่ 5.2 ควบคุมอุณหภูมิของเครื่องให้ความร้อน โดยปรับเพิ่มอุณหภูมิครั้งละ 50 องศาเซลเซียส ทุกๆ 15 นาที เวลาที่ใช้ในการกลั่น 2 ชั่วโมง 30 นาที



รูปที่ 5.2 ชุดกลั่นน้ำมันที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL

5.3 การประมาณค่าหาสารประกอบฟีนอล (Total phenols) ในน้ำมันที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL

ผลิตภัณฑ์ของเหลวที่ได้จากการกลั่น มีลักษณะเป็นของเหลว 2 ชั้น โดยชั้นบนเป็นชั้นของน้ำมัน และชั้นล่างเป็นชั้นของน้ำ แยกชั้นน้ำมันออกจากชั้นน้ำด้วยกรวยแยก แล้วจึงนำน้ำมันที่ได้มาสกัดสารประกอบฟีนอลออก และวิเคราะห์หาปริมาณสารประกอบฟีนอลตามลำดับขั้นตอนต่อไป

5.3.1 การสกัดสารประกอบฟีนอลออกจากน้ำมันที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL

ในการแยกสารประกอบฟีนอลออกจากน้ำมัน จะใช้วิธีการสกัดด้วยตัวทำละลายผสมของเมทานอล-น้ำ และศึกษาหาอัตราส่วนที่เหมาะสมของเมทานอลต่อน้ำสำหรับการสกัด

5.3.1.1 วิธีการสกัด

ซึ่งผลิตภัณฑ์น้ำมันที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL ด้วยเครื่องซึ่งละเอียดทศนิยมสี่ตำแหน่ง จำนวน 10 กรัม บรรจุลงในบีกเกอร์ขนาดปริมาตร 50 มิลลิลิตร สกัดน้ำมันด้วยตัวทำละลายผสมของเมทานอล-น้ำ โดยใช้อัตราส่วนผสมเมทานอลต่อน้ำโดยปริมาตรต่างๆ กันเป็น 0:100 20:80 40:60 60:40 และ 80:20 อย่างละ 10 มิลลิลิตร แล้วกวนส่วนผสมดังกล่าวด้วยความเร็ว 1400 รอบต่อนาที เป็นเวลา 10 นาที จากนั้นตั้งทิ้งไว้ให้แยกชั้น แยกชั้นของตัวทำละลาย (เฟสสกัด) ในแต่ละอัตราส่วนเก็บไว้ สกัดชั้นน้ำมันที่เหลือในแต่ละอัตราส่วนซ้ำเป็นครั้งที่ 2 ครั้งที่ 3 และครั้งที่ 4 ด้วยวิธีการเดิม เก็บแยกเฟสสกัดที่ได้ไว้สำหรับประมาณค่าหาปริมาณของสารประกอบฟีนอลต่อไป ทำการทดลองซ้ำ

5.3.2 การประมาณค่าหาสารประกอบฟีนอลจากเฟสสกัดโดยวิธีการเทียบสี (Colorimetry)

ในการประมาณค่าหาปริมาณของสารประกอบฟีนอลในส่วนสกัด จะใช้วิธีการสร้างกราฟสีของสารละลายมาตรฐานฟีนอลซึ่งเตรียมได้จากฟีนอล (C_6H_5OH) และประมาณค่าหาสารประกอบฟีนอลในส่วนสกัดเปรียบเทียบกับกราฟสารละลายมาตรฐานฟีนอลที่สร้างขึ้น

5.3.2.1 การเตรียมสารละลายที่ใช้วิเคราะห์

- สารละลาย 4-อะมิโนแอนทิไพรีน ($C_{11}H_{13}ON_2$) 0.147 โมลาร์ เตรียมโดยละลาย 4-อะมิโนแอนทิไพรีน 3 กรัมในน้ำกลั่น แล้วเจือจางจนได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ถ้าสารละลายขุ่นต้องทำการกรองก่อนใช้ เก็บไว้ในที่มืดและเย็น สารละลายนี้จะคงสภาพอยู่ได้ 2 สัปดาห์

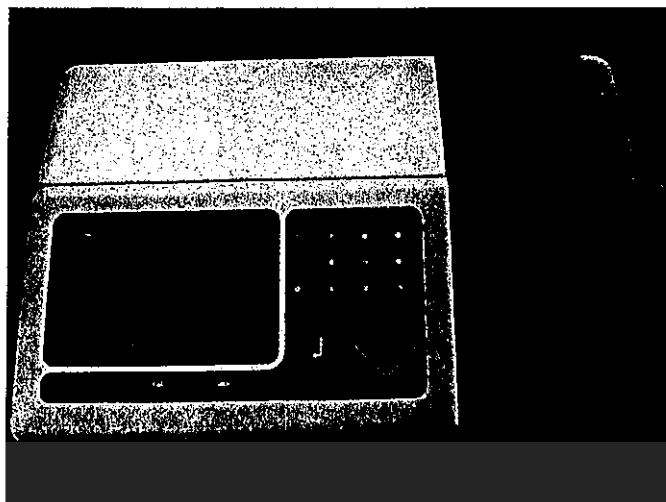
- สารละลายโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต ($K_2S_2O_8$) 0.147 โมลาร์ เตรียมโดยละลายโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต 4 กรัมในน้ำกลั่น แล้วเจือจางจนได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร เก็บไว้ในที่มืดและเย็น สารละลายนี้จะคงสภาพอยู่ได้ 2 สัปดาห์

- สารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) 4 โมลาร์ เตรียมโดยละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ 22.4 กรัมในน้ำกลั่น แล้วเจือจางจนได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร

- สารละลายสต็อกฟีนอล (C_6H_5OH) เตรียมโดยชั่งฟีนอลด้วยน้ำหนักที่ถูกต้อง 100 มิลลิกรัมละลายในน้ำกลั่น แล้วเจือจางจนได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร เก็บไว้ในที่มืดและเย็น สารละลายนี้ควรใช้ภายใน 2 ชั่วโมง

5.3.2.2 การเตรียมกราฟสารละลายมาตรฐานฟีนอล

เตรียมสารละลายมาตรฐานฟีนอลให้มีปริมาณฟีนอล 1 ถึง 7 มิลลิกรัมในน้ำกลั่น ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร โดยเตรียมจากสารละลายสต็อกฟีนอล และทำแบลงค์โดยใช้ น้ำกลั่นแทนสารละลายมาตรฐานฟีนอล ปิเปตสารละลายมาตรฐานฟีนอลและแบลงค์ที่เตรียมขึ้นนี้ อย่างละ 50 มิลลิลิตร ลงในขวดแก้วปริมาตร 125 มิลลิลิตร ปรับสารละลายให้มีพีเอชประมาณ 10.6 ด้วยสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ เติมสารละลาย 4-อะมิโนแอนทิไพรีน ปริมาตร 1 มิลลิลิตร เขย่าสารละลายให้เข้ากัน แล้วเติมสารละลายโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟตอีก 1 มิลลิลิตร เขย่าสารละลายอีกครั้ง ทิ้งไว้ให้เกิดสีเป็นเวลา 10 นาที จากนั้นนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (JENWAY 6405 UVVIS Spectrophotometer) รูปที่ 5.3 ที่ความยาวคลื่นแสง 500 นาโนเมตร สร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของฟีนอลกับค่าการดูดกลืนแสง



รูปที่ 5.3 เครื่องสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

5.3.2.3 การประมาณค่าหาสารประกอบฟีนอลจากส่วนสกัด

นำส่วนสกัดที่ได้ในแต่ละอัตราส่วนปริมาตร 1 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นจนได้ ปริมาตรเป็น 1000 มิลลิลิตร นำสารละลายที่ได้ในแต่ละอัตราส่วนปริมาตร 50 มิลลิลิตร นำไปทำ ปฏิกิริยาให้เกิดสีกับสารละลาย 4-อะมิโนแอนทรีไพรีน เช่นเดียวกับในขั้นตอนการเตรียมกราฟ สารละลายมาตรฐานฟีนอล เปรียบเทียบหาปริมาณของสารประกอบฟีนอลในส่วนสกัดกับกราฟ สารละลายมาตรฐานฟีนอลที่สร้างขึ้น

5.4 การวิเคราะห์หาฟีนอลและเมทา-ครีซอลในผลิตภัณฑ์ด้วยเทคนิค HPLC

ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL หลังจากกลั่นแยกแล้วจะได้น้ำมัน น้ำ และก๊าซ การวิเคราะห์หาฟีนอลและเมทา-ครีซอลในผลิตภัณฑ์ดังกล่าว ต้องเตรียมสารตัวอย่าง ให้บริสุทธิ์ก่อน การเตรียมตัวอย่างน้ำมันทำโดยสกัดด้วยตัวทำละลายผสมเมทานอล-น้ำ ส่วนตัวอย่าง ก๊าซใช้วิธีการดักจับสารประกอบฟีนอลด้วยตัวทำละลายเมทานอล จากนั้นนำส่วนสกัด น้ำ และ สารละลายเมทานอลมาทำให้บริสุทธิ์ก่อนวิเคราะห์ด้วย HPLC โดยมีขั้นตอนต่างๆ ดังนี้

5.4.1 การเตรียมสารตัวอย่าง

- สารตัวอย่างน้ำมันที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL

เตรียมได้ดังรูปที่ 5.4 โดยชั่งน้ำมันที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL ด้วยเครื่อง ชั่งละเอียดจำนวน 10 กรัม สกัดน้ำมันที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL โดยใช้ตัวทำ ละลายผสมเมทานอล-น้ำ ในอัตราส่วน 80 : 20 โดยปริมาตร จำนวน 10 มิลลิลิตร แยกชั้นของตัว เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยญาติให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ทำละลายออกเก็บไว้ สกัดชั้นน้ำมันที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL ซ้ำอีก 3 ครั้ง โดยใช้ตัวทำละลายครั้งละ 10 มิลลิลิตร เก็บรวมรวมชั้นของตัวทำละลายที่สกัดได้ นำไปเซนติฟิวส์ และระเหยตัวทำละลายโดยใช้เครื่องระเหยแบบหมุน (Rotary evaporator) ที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส ภายใต้สภาวะสุญญากาศ นำส่วนที่เหลือละลายในอะซีโตไนไตรล์ปริมาตร 15 มิลลิลิตร และล้างด้วยเฮกเซนปริมาตร 15 มิลลิลิตร จำนวน 3 ครั้ง แยกชั้นของอะซีโตไนไตรล์และระเหยตัวทำละลายด้วยเครื่องระเหยแบบหมุนที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส ภายใต้สภาวะสุญญากาศ นำส่วนที่เหลือเจือจางด้วยเมทานอลจนมีปริมาตร 10 มิลลิลิตร ก่อนวิเคราะห์ HPLC ให้เจือจางสารละลายเมทานอลปริมาตร 1 มิลลิลิตรด้วยเมทานอลจนมีปริมาตร 100 มิลลิลิตร ก่อนฉีดเข้าสู่เครื่องวิเคราะห์ HPLC

- สารตัวอย่างในเฟสน้ำและสารละลายเมทานอล

การวิเคราะห์หาฟีนอลและเมทา-ครีซอลในวัฏภาคน้ำและสารละลายเมทานอลในขวดดักจับก๊าซ เตรียมโดยระเหยตัวทำละลายออก นำส่วนที่เหลือละลายในอะซีโตไนไตรล์ปริมาตร 15 มิลลิลิตร และล้างด้วยเฮกเซนปริมาตร 15 มิลลิลิตร จำนวน 3 ครั้ง แยกชั้นของอะซีโตไนไตรล์และระเหยตัวทำละลายออก นำส่วนที่เหลือเจือจางด้วยเมทานอลจนได้ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ก่อนวิเคราะห์ HPLC



รูปที่ 5.4 แผนผังการเตรียมสารตัวอย่าง [24]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5.4.2 การวิเคราะห์

5.4.2.1 ส่วนประกอบของเครื่องวิเคราะห์ HPLC

รูปที่ 5.5 เครื่องวิเคราะห์ HPLC ผลิตโดยบริษัท Waters ประเทศสหรัฐอเมริกา ประกอบด้วยส่วนสำคัญ คือ

- อุปกรณ์ควบคุมและนำสารเข้าสู่คอลัมน์ Waters 1525
- เครื่องตรวจวัดลำแสงยูวี Waters 2487 Photodiode array detector
- คอลัมน์สำหรับการวิเคราะห์ Symmetry shield RP₁₈ ขนาด 3.9x150 มิลลิเมตร

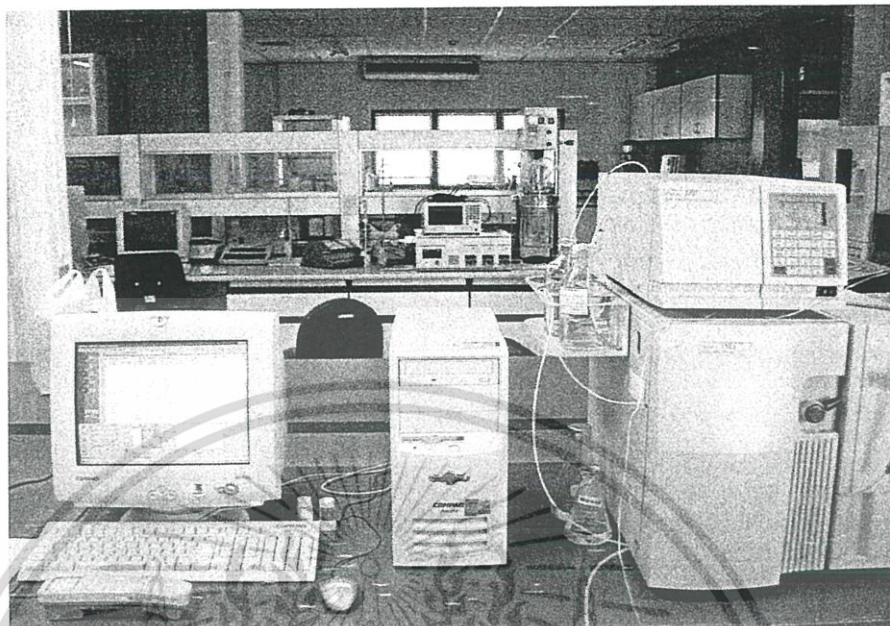
(รูปที่ 5.6)

5.4.2.2 วิธีการวิเคราะห์

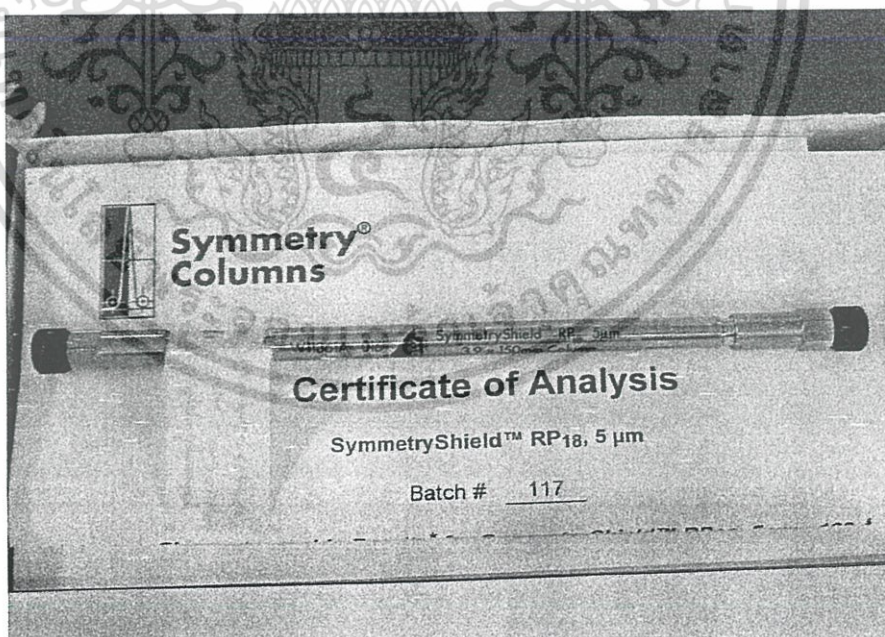
วิเคราะห์สารตัวอย่างที่เตรียมไว้ด้วยเครื่องวิเคราะห์ HPLC โดยฉีดเข้าคอลัมน์ Symmetry shield RP₁₈ การแยกทำโดยการชะด้วยเฟสเคลื่อนที่เมทานอล-น้ำอัตราส่วน 50:50 โดยปริมาตร อัตราการไหล 1 มิลลิลิตรต่อนาที ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส ความดัน 2118 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว ตรวจวัดที่ความยาวคลื่นแสง 270 นาโนเมตร และใช้สารตัวอย่างปริมาตร 5 ไมโครลิตรฉีดเข้าสู่คอลัมน์ ฉีดสารตัวอย่างซ้ำอีก 2 ครั้ง

สภาวะของการวิเคราะห์

คอลัมน์ :	Symmetry shield RP ₁₈ ขนาด 3.9x150 มิลลิเมตร
เฟสเคลื่อนที่ :	50% เมทานอล-น้ำ
อัตราการไหลของเฟสเคลื่อนที่ :	1 มิลลิลิตรต่อนาที
ความยาวคลื่นแสง :	270 นาโนเมตร
อุณหภูมิของคอลัมน์ :	25 องศาเซลเซียส
ความดัน :	2118 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว
ปริมาณสารฉีด :	5 ไมโครลิตร



รูปที่ 5.5 เครื่องวิเคราะห์ HPLC



รูปที่ 5.6 คอลัมน์ที่ใช้วิเคราะห์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 6

ผลการวิจัยและการวิเคราะห์ผล

6.1 ผลจากปฏิบัติการการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL

ปริมาณของผลิตภัณฑ์ต่างๆ ที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL แสดงไว้ในตารางที่ 6.1 และ 6.2

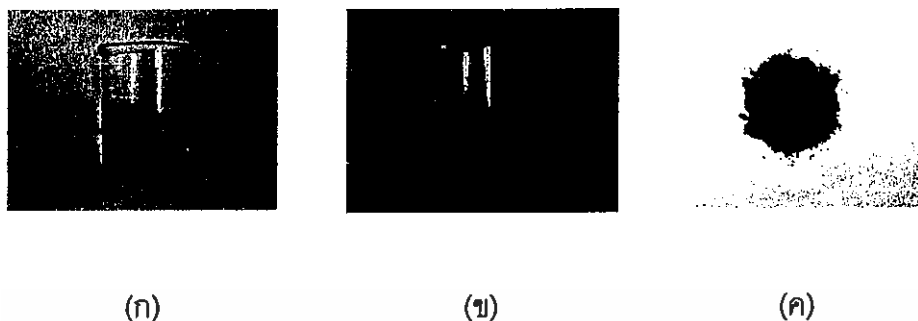
ตารางที่ 6.1 ปริมาณผลิตภัณฑ์จากการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL จนถึงอุณหภูมิ 500^oC

ตัวอย่าง	ผลิตภัณฑ์จากการแตกตัว CNSL (กรัม)		
	ของเหลว	ก๊าซ	กาก
1	76.80	15.53	7.67
2	78.50	13.90	7.60
3	76.33	15.46	8.21
ค่าเฉลี่ย	77.21	14.96	7.83

ตารางที่ 6.2 ปริมาณผลิตภัณฑ์จากการกลั่น

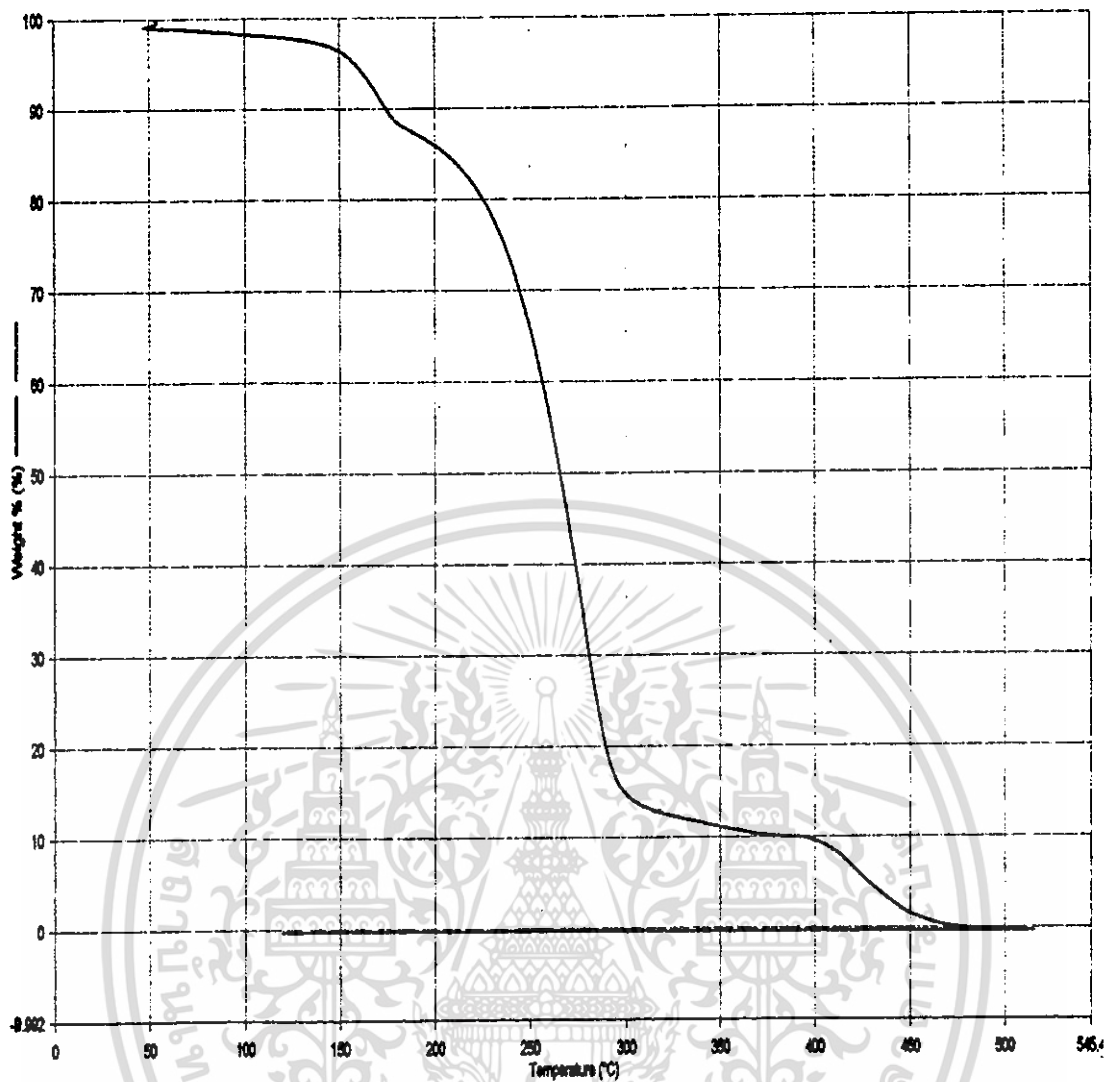
ตัวอย่าง	ผลิตภัณฑ์จากการกลั่นส่วนที่เป็นของเหลว (กรัม)		
	น้ำมัน	น้ำ	กาก
1	64.29	4.51	8.0
2	65.35	3.22	9.93
3	64.51	3.86	7.96
ค่าเฉลี่ย	64.72	3.86	8.63

CNSL ที่ใช้ทดลองมีลักษณะทางกายภาพเป็นของเหลวหนืด สีน้ำตาลแกมดำ มีกลิ่นฉุนเล็กน้อย ไม่ละลายน้ำ แต่ละลายได้ดีในตัวทำละลายอินทรีย์ เมื่อถูกแตกตัวด้วยความร้อน จะให้ผลิตภัณฑ์ของเหลว 77% ก๊าซ 15% และกาก 8% โดยน้ำหนัก ซึ่งผลิตภัณฑ์ของเหลวที่ได้มีลักษณะเป็นน้ำมันและน้ำ มีกลิ่นฉุน เมื่อนำผลิตภัณฑ์ของเหลวนี้ไปกลั่นให้บริสุทธิ์และแยกน้ำออกจากน้ำมัน จะได้น้ำมันสีเหลืองอ่อน มีกลิ่นฉุน และมีสีเข้มขึ้นในเวลาต่อมา ลักษณะทางกายภาพของ CNSL น้ำมันที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL และกาก แสดงดังรูปที่ 6.1



รูปที่ 6.1 รูปแสดง (ก) CNSL (ข) น้ำมันที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL และ (ค) กาก

จากการศึกษาโดยใช้ TGA (Thermogravimetric analysis) แตกตัว CNSL ด้วยอัตรา 5 องศาเซลเซียสต่อนาที ในสภาวะก๊าซไนโตรเจน ระหว่างอุณหภูมิ 50-500 องศาเซลเซียส ให้ผลการแตกตัวดังรูป 6.2 เนื่องจาก CNSL เป็นสารธรรมชาติ มีองค์ประกอบหลัก คือ กรดอนุคาร์ดิก และคาร์ดอล เมื่อเกิดการแตกตัวด้วยความร้อน ในช่วงอุณหภูมิ 50-180 องศาเซลเซียส จะเกิดการระเหยตัวของน้ำที่มีอยู่ใน CNSL ประมาณ 11% โดยน้ำหนัก และเริ่มเกิดปฏิกิริยาดีคาร์บอกซิเลชันของกรดอนุคาร์ดิกไปเป็นคาร์ดานอลที่อุณหภูมิสูงกว่า 180 องศาเซลเซียส สังเกตจากการทดลองมีฟองก๊าซเกิดขึ้น ระหว่างช่วงอุณหภูมิ 180-300 องศาเซลเซียส จะเกิดปฏิกิริยาดีคาร์บอกซิเลชันมากขึ้นและเกิดปฏิกิริยาการแตกของไฮโดรคาร์บอนด้วยความร้อนให้สารประกอบไฮโดรคาร์บอนต่างๆ มวลลดลงอีกประมาณ 74% โดยน้ำหนัก ในช่วงอุณหภูมิ 300-500 องศาเซลเซียส จะเกิดปฏิกิริยาการแตกตัวด้วยความร้อนของสารประกอบไฮโดรคาร์บอนที่มีมวลโมเลกุลขนาดใหญ่ จนกระทั่งปฏิกิริยาเกิดการแตกตัวอย่างสมบูรณ์ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส มวลลดลงอีก 15% โดยน้ำหนัก



รูปที่ 6.2 กราฟ TGA ของ CNSL

6.2 การประมาณค่าหาสารประกอบฟีนอลในผลิตภัณฑ์น้ำมันที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL

ในงานวิจัยนี้จะใช้วิธีการแยกสารประกอบฟีนอลออกจากน้ำมันที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL ด้วยการสกัดของเหลวด้วยของเหลว โดยใช้ตัวทำละลายผสมของเมทานอล-น้ำ และศึกษาผลของอัตราส่วนผสมของตัวทำละลายที่มีต่อการสกัด โดยใช้วิธีการเทียบสีจากกราฟสารละลายมาตรฐานฟีนอลในการประมาณค่าหาปริมาณของสารประกอบฟีนอลจากส่วนสกัด

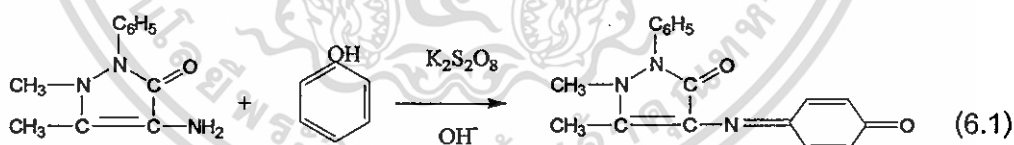
6.2.1 กราฟสารละลายมาตรฐานฟีนอล

ผลการทดลองสร้างกราฟสารละลายมาตรฐานฟีนอล ซึ่งเป็นความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของฟีนอลกับค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 500 นาโนเมตร แสดงในตารางที่ 6.3

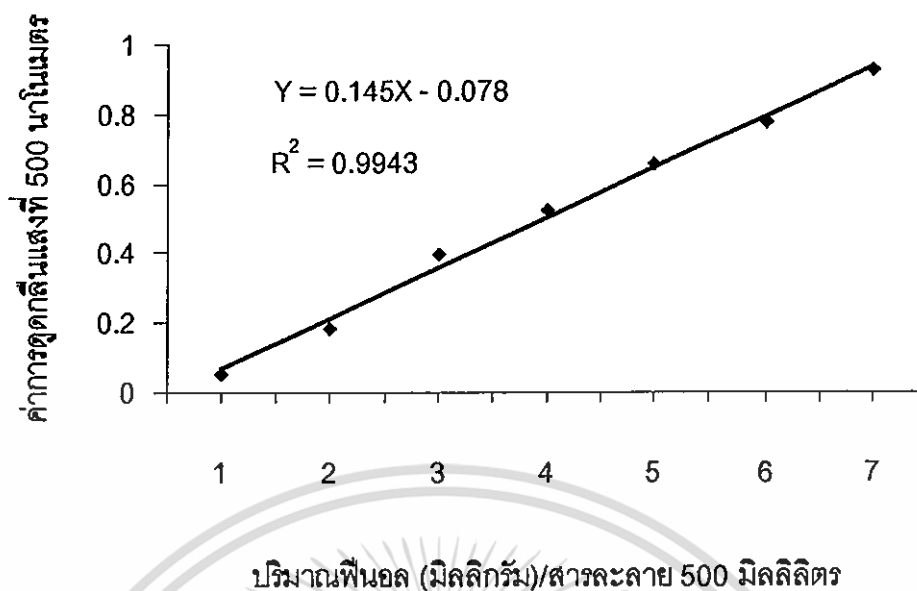
ตารางที่ 6.3 ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของฟีนอลกับค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 500 นาโนเมตร

การทดลอง	ค่าการดูดกลืนแสงของฟีนอลที่ความเข้มข้นต่างๆ						
	1 mg/L	2 mg/L	3 mg/L	4 mg/L	5 mg/L	6 mg/L	7mg/L
1	0.052	0.186	0.395	0.519	0.651	0.784	0.927
2	0.059	0.184	0.398	0.526	0.648	0.779	0.935
3	0.051	0.182	0.395	0.528	0.662	0.764	0.920
ค่าเฉลี่ย	0.054	0.184	0.396	0.524	0.654	0.776	0.927

กราฟสารละลายมาตรฐานฟีนอลที่สร้างขึ้น อาศัยหลักการเทียบสีที่เกิดจากปฏิกิริยาเคมีระหว่างฟีนอลกับ 4-อะมิโนแอนทิไพรีน ที่พีเอชประมาณ 10.6 และมีโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟตเป็นสารออกซิไดส์ ดังแสดงในสมการที่ 6.1 สารประกอบฟีนอลจะเกิดการปลดปล่อยโปรตอน (Deprotonate) ให้ฟีนอลเลตแอนไอออน ซึ่งจะทำปฏิกิริยารวมตัวกับ 4-อะมิโนแอนทิไพรีน เมื่อถูกออกซิไดส์ด้วยโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟตจะได้สารประกอบสีแดงเกิดขึ้นและมีการดูดกลืนแสงได้ดีที่ความยาวคลื่น 500 นาโนเมตร [36] โดยความเข้มของสีที่เพิ่มขึ้นจะเพิ่มตามปริมาณของฟีนอลที่มีอยู่ในสารละลาย แต่เนื่องจากสารประกอบฟีนอลมีหลายชนิด ซึ่งอาจให้สีที่ต่างกัน ดังนั้นจึงใช้ฟีนอลเป็นสารมาตรฐานในการสร้างกราฟสารละลายมาตรฐานและสารประกอบฟีนอลใดๆ ก็จะถูกรายงานในรูปของฟีนอลทั้งสิ้น วิธีการนี้ให้ผลการวิเคราะห์ที่รวดเร็วและเหมาะสมสำหรับนำไปใช้ประมาณค่าหาสารประกอบฟีนอลในสารละลายตัวอย่าง



ในการสร้างกราฟสารละลายมาตรฐานฟีนอล ปริมาณฟีนอลที่เหมาะสมจะอยู่ในช่วง 1 ถึง 7 มิลลิกรัม ที่เจือจางด้วยน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร จะให้ความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงระหว่างความเข้มข้นของฟีนอลกับค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 500 นาโนเมตร โดยปริมาณฟีนอลที่เพิ่มขึ้นจะแปรผันตรงกับค่าการดูดกลืนแสงที่เพิ่มขึ้น ดังรูปที่ 6.3



รูปที่ 6.3 กราฟสารละลายมาตรฐานฟีนอล

6.2.2 ผลการทดลองหาอัตราส่วนโดยปริมาตรของเมทานอลต่อน้ำที่เหมาะสม สำหรับการสกัดสารประกอบฟีนอล

การทดลองจะใช้ตัวทำละลายซึ่งเป็นส่วนผสมของเมทานอล-น้ำในอัตราส่วนโดยปริมาตรต่างๆ กันคือ 0:100 20:80 40:60 60:40 และ 80:20 สำหรับสกัดแยกสารประกอบฟีนอลออกจากน้ำมัน การสกัดจะใช้ตัวทำละลายครั้งละ 10 มิลลิลิตร ทำการสกัด 4 ครั้งต่อเนื่องกัน วัดค่าการดูดกลืนแสงที่ได้ในแต่ละครั้งของการสกัด และทำการทดลองซ้ำเป็นครั้งที่ 2 เพื่อยืนยันผลที่ได้ในครั้งที่ 1 ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 6.4 - 6.13

- อัตราส่วนโดยปริมาตรของเมทานอลต่อน้ำ 0:100

ตารางที่ 6.4 ผลการสกัดโดยใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของเมทานอลต่อน้ำ 0:100 (การทดลองที่ 1)

การสกัดครั้งที่	น้ำหนักน้ำมัน (มิลลิกรัม)	ปริมาตรตัวทำละลายที่ใช้สกัด (มิลลิลิตร)	อัตราส่วน เจือจาง	ค่าการดูดกลืนแสงที่วัดได้
1	10.0021	10	1:1000	0.190
2	10.6873	10	1:1000	0.167
3	10.8074	10	1:1000	0.145
4	10.6239	10	1:1000	0.130

ตารางที่ 6.5 ผลการสกัดโดยใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของเมทานอลต่อน้ำ 0:100 (การทดลองที่ 2)

การสกัด ครั้งที่	น้ำหนักน้ำมัน (มิลลิกรัม)	ปริมาตรตัวทำละลาย ที่ใช้สกัด (มิลลิลิตร)	อัตราส่วน เจือจาง	ค่าการดูดกลืน แสงที่วัดได้
1	10.0099	10	1:1000	0.205
2	10.2005	10	1:1000	0.165
3	10.1385	10	1:1000	0.144
4	10.0187	10	1:1000	0.136

- อัตราส่วนโดยปริมาตรของเมทานอลต่อน้ำ 20:80

ตารางที่ 6.6 ผลการสกัดโดยใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของเมทานอลต่อน้ำ 20:80 (การทดลองที่ 1)

การสกัด ครั้งที่	น้ำหนักน้ำมัน (มิลลิกรัม)	ปริมาตรตัวทำละลาย ที่ใช้สกัด (มิลลิลิตร)	อัตราส่วน เจือจาง	ค่าการดูดกลืน แสงที่วัดได้
1	10.0144	10	1:1000	0.253
2	10.4633	10	1:1000	0.231
3	10.6303	10	1:1000	0.198
4	10.4567	10	1:1000	0.186

ตารางที่ 6.7 ผลการสกัดโดยใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของเมทานอลต่อน้ำ 20:80 (การทดลองที่ 2)

การสกัด ครั้งที่	น้ำหนักน้ำมัน (มิลลิกรัม)	ปริมาตรตัวทำละลาย ที่ใช้สกัด (มิลลิลิตร)	อัตราส่วน เจือจาง	ค่าการดูดกลืน แสงที่วัดได้
1	10.0032	10	1:1000	0.264
2	10.6445	10	1:1000	0.236
3	10.4597	10	1:1000	0.200
4	10.4562	10	1:1000	0.189

- อัตราส่วนโดยปริมาตรของเมทานอลต่อน้ำ 40:60

ตารางที่ 6.8 ผลการสกัดโดยใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของเมทานอลต่อน้ำ 40:60 (การทดลองที่ 1)

การสกัด ครั้งที่	น้ำหนักน้ำมัน (มิลลิกรัม)	ปริมาตรตัวทำละลาย ที่ใช้สกัด (มิลลิลิตร)	อัตราส่วน เจือจาง	ค่าการดูดกลืน แสงที่วัดได้
1	10.0176	10	1:1000	0.430
2	10.9960	10	1:1000	0.414
3	10.7079	10	1:1000	0.364
4	10.5318	10	1:1000	0.315

ตารางที่ 6.9 ผลการสกัดโดยใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของเมทานอลต่อน้ำ 40:60 (การทดลองที่ 2)

การสกัด ครั้งที่	น้ำหนักน้ำมัน (มิลลิกรัม)	ปริมาตรตัวทำละลาย ที่ใช้สกัด (มิลลิลิตร)	อัตราส่วน เจือจาง	ค่าการดูดกลืน แสงที่วัดได้
1	10.0054	10	1:1000	0.421
2	10.7289	10	1:1000	0.393
3	10.0859	10	1:1000	0.362
4	10.0808	10	1:1000	0.304

- อัตราส่วนโดยปริมาตรของเมทานอลต่อน้ำ 60:40

ตารางที่ 6.10 ผลการสกัดโดยใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของเมทานอลต่อน้ำ 60:40 (การทดลองที่ 1)

การสกัด ครั้งที่	น้ำหนักน้ำมัน (มิลลิกรัม)	ปริมาตรตัวทำละลาย ที่ใช้สกัด (มิลลิลิตร)	อัตราส่วน เจือจาง	ค่าการดูดกลืน แสงที่วัดได้
1	10.0147	10	1:2000	0.476
2	10.9464	10	1:1000	0.846
3	10.6321	10	1:1000	0.838
4	9.8225	10	1:1000	0.571

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 6.11 ผลการสกัดโดยใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของเมทานอลต่อน้ำ 60:40 (การทดลองที่ 2)

การสกัด ครั้งที่	น้ำหนักน้ำมัน (มิลลิกรัม)	ปริมาตรตัวทำละลาย ที่ใช้สกัด (มิลลิลิตร)	อัตราส่วน เจือจาง	ค่าการดูดกลืน แสงที่วัดได้
1	10.0006	10	1:2000	0.497
2	10.6973	10	1:1000	0.862
3	10.4451	10	1:1000	0.826
4	10.3869	10	1:1000	0.523

- อัตราส่วนโดยปริมาตรของเมทานอลต่อน้ำ 80:20

ตารางที่ 6.12 ผลการสกัดโดยใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของเมทานอลต่อน้ำ 80:20 (การทดลองที่ 1)

การสกัด ครั้งที่	น้ำหนักน้ำมัน (มิลลิกรัม)	ปริมาตรตัวทำละลาย ที่ใช้สกัด (มิลลิลิตร)	อัตราส่วน เจือจาง	ค่าการดูดกลืน แสงที่วัดได้
1	10.0165	10	1:4000	0.621
2	11.7948	10	1:2000	0.875
3	11.4736	10	1:2000	0.528
4	11.0787	10	1:1000	0.827

ตารางที่ 6.13 ผลการสกัดโดยใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของเมทานอลต่อน้ำ 80:20 (การทดลองที่ 2)

การสกัด ครั้งที่	น้ำหนักน้ำมัน (มิลลิกรัม)	ปริมาตรตัวทำละลาย ที่ใช้สกัด (มิลลิลิตร)	อัตราส่วน เจือจาง	ค่าการดูดกลืน แสงที่วัดได้
1	10.0042	10	1:4000	0.701
2	12.0470	10	1:2000	0.887
3	11.7197	10	1:2000	0.530
4	11.1175	10	1:1000	0.897

เมื่อนำค่าการดูดกลืนแสงจากการทดลองที่ 1 และ 2 ของทุกๆ อัตราส่วนเปรียบเทียบหาปริมาณของสารประกอบฟีนอลจากสมการ $Y = 0.145X - 0.078$ ของกราฟสารละลายมาตรฐานฟีนอล เมื่อ X เป็นปริมาณของสารประกอบฟีนอล (มิลลิกรัม) และ Y เป็นค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 500 นาโนเมตร ผลการหาปริมาณฟีนอลแสดงในตารางที่ 6.14 และ 6.15

ตารางที่ 6.14 ผลของตัวทำละลายต่อการสกัดสารประกอบฟีนอลออกจากน้ำมันที่ได้จากการ
แตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL (การทดลองที่ 1)

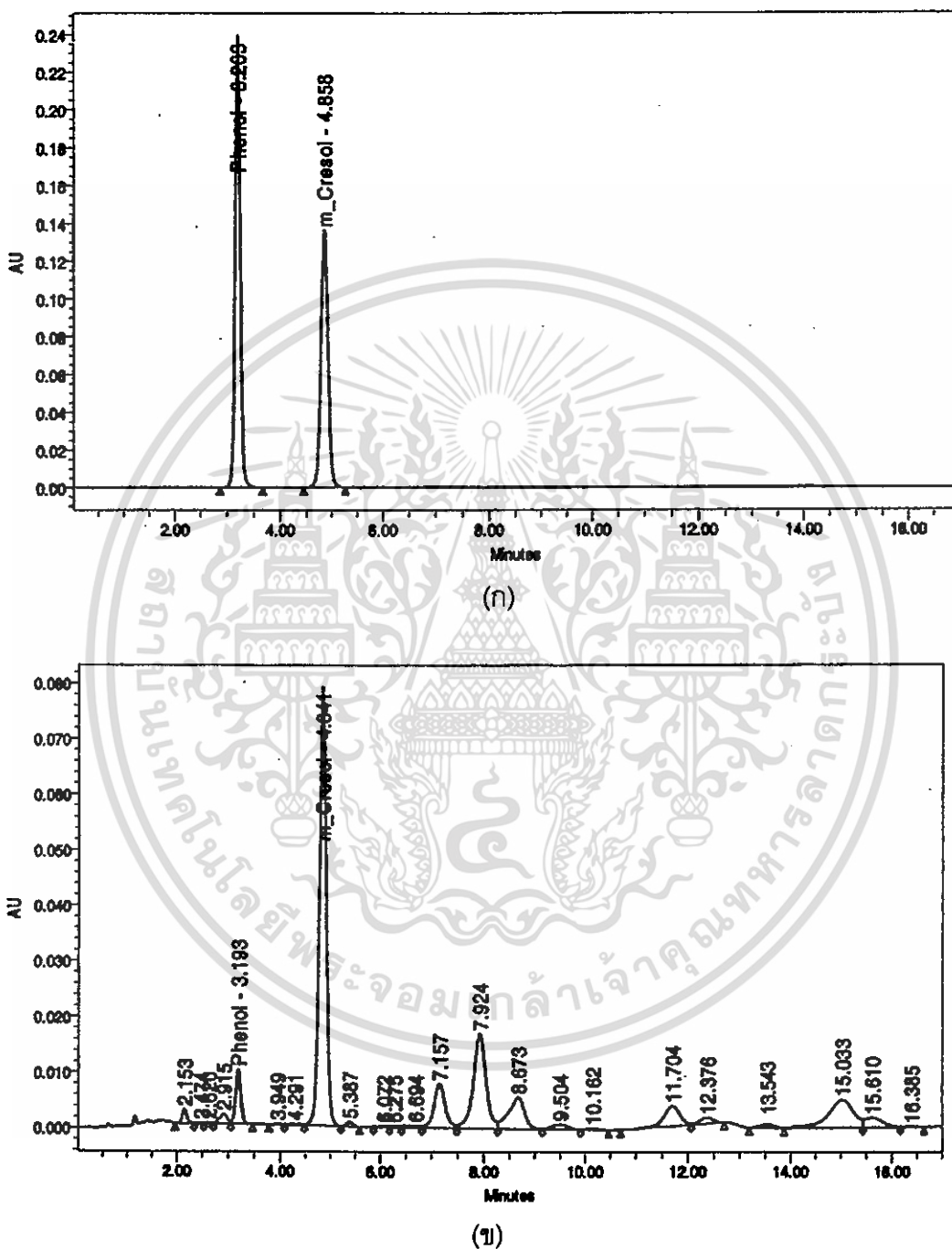
การสกัดครั้งที่	ปริมาณสารประกอบฟีนอล (มิลลิกรัม) / 1 มิลลิลิตรของส่วนสกัด				
	เมทานอล : น้ำ 0 : 100	เมทานอล : น้ำ 20 : 80	เมทานอล : น้ำ 40 : 60	เมทานอล : น้ำ 60 : 40	เมทานอล : น้ำ 80 : 20
1	1.85	2.28	3.50	7.64	19.28
2	1.69	2.13	3.39	6.91	13.14
3	1.54	1.90	3.05	6.32	8.36
4	1.43	1.82	2.71	4.46	6.24

ตารางที่ 6.15 ผลของตัวทำละลายต่อการสกัดสารประกอบฟีนอลออกจากน้ำมันที่ได้จากการ
แตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL (การทดลองที่ 2)

การสกัดครั้งที่	ปริมาณสารประกอบฟีนอล (มิลลิกรัม) / 1 มิลลิลิตรของส่วนสกัด				
	เมทานอล : น้ำ 0 : 100	เมทานอล : น้ำ 20 : 80	เมทานอล : น้ำ 40 : 60	เมทานอล : น้ำ 60 : 40	เมทานอล : น้ำ 80 : 20
1	1.95	2.36	3.44	7.93	21.49
2	1.67	2.17	3.25	7.02	13.31
3	1.53	1.92	3.03	6.23	8.37
4	1.48	1.84	2.63	4.14	6.72

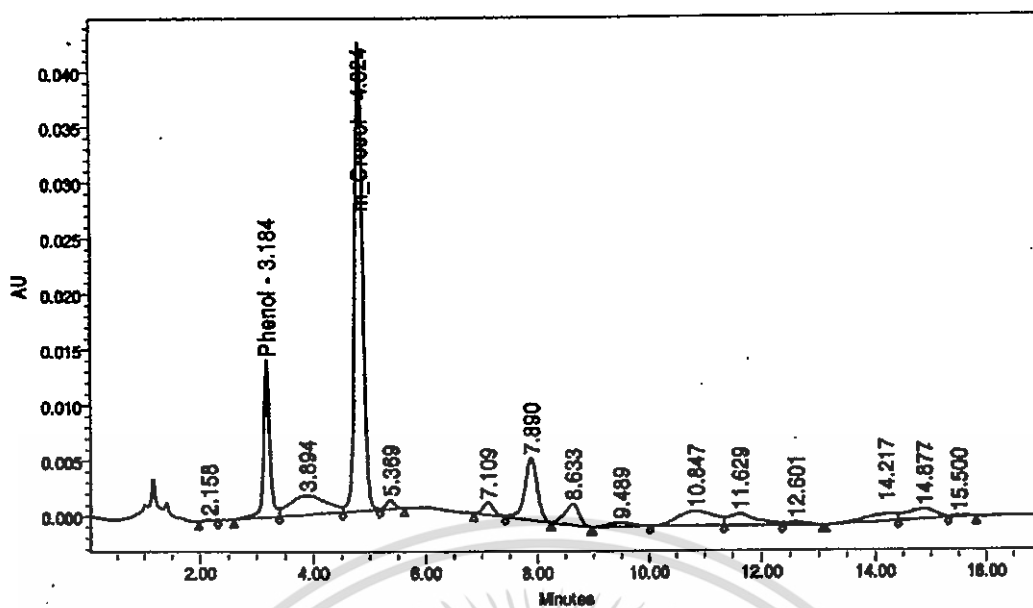
ผลจากการทดลอง พบว่าที่อัตราส่วนเมทานอลต่อน้ำ 80:20 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร จะให้ผลของการสกัดดีที่สุด ทั้งนี้เป็นผลมาจากสารประกอบฟีนอลละลายได้ดีในตัวทำละลายเมทานอลมากกว่าน้ำ โดยปริมาณของสารประกอบฟีนอลที่สกัดได้จะเพิ่มขึ้นตามสัดส่วนของเมทานอลที่เพิ่มขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับการสกัดสารประกอบฟีนอลจากน้ำมันมะกอก (Olive oil) [24, 37] แต่เมื่อสกัดด้วยตัวทำละลายเมทานอลบริสุทธิ์ จะเกิดการรวมตัวกันของน้ำมันที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL และเมทานอลอย่างสมบูรณ์ ทำให้ไม่สามารถสกัดได้

6.3 ผลการวิเคราะห์หาฟีนอลและเมทา-ครีซอลในผลิตภัณฑ์ของเหลวและก๊าซ
 ที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL ด้วยเทคนิค HPLC
 6.3.1 เปรียบเทียบผลการวิเคราะห์สารตัวอย่างกับสารมาตรฐานฟีนอล

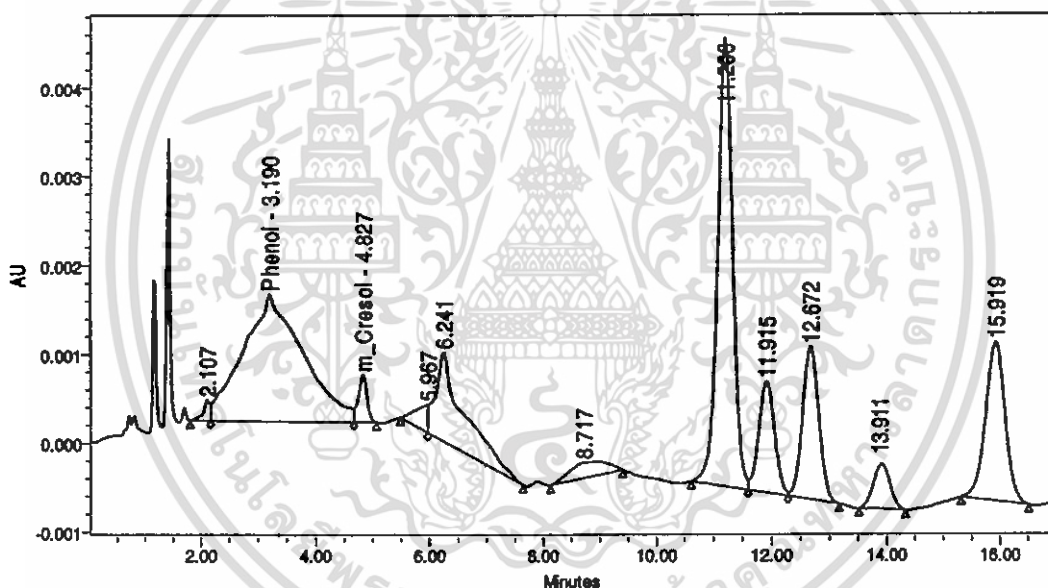


รูปที่ 6.4 เปรียบเทียบโครมาโทแกรมของสารตัวอย่างกับสารมาตรฐานฟีนอล
 (ก) สารมาตรฐานฟีนอลและเมทา-ครีซอล (ข) เฟสสกัดน้ำมัน
 (ค) เฟสสกัดน้ำ (ง) สารละลายเมทานอล (Trap)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



(ก)

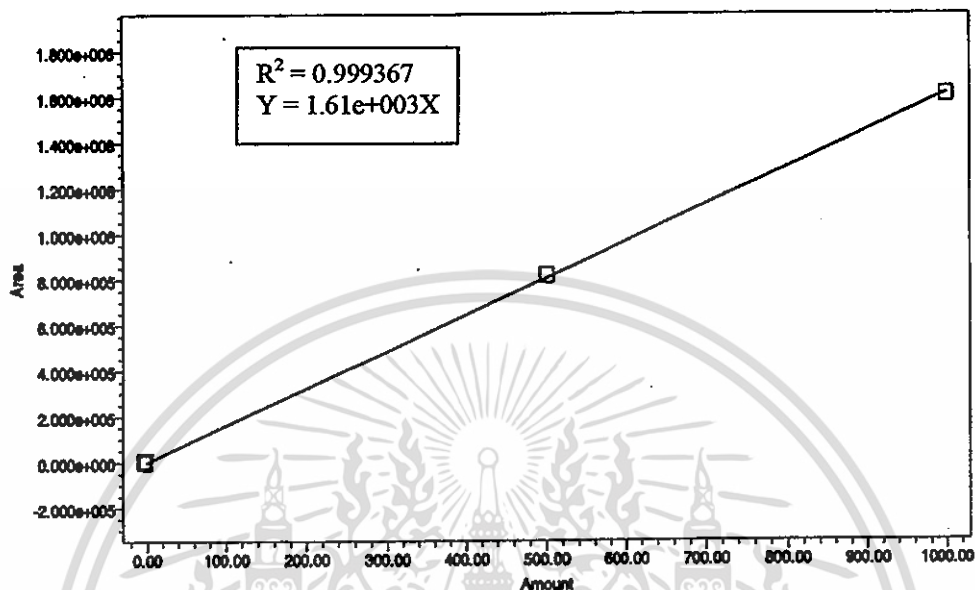


(ง)

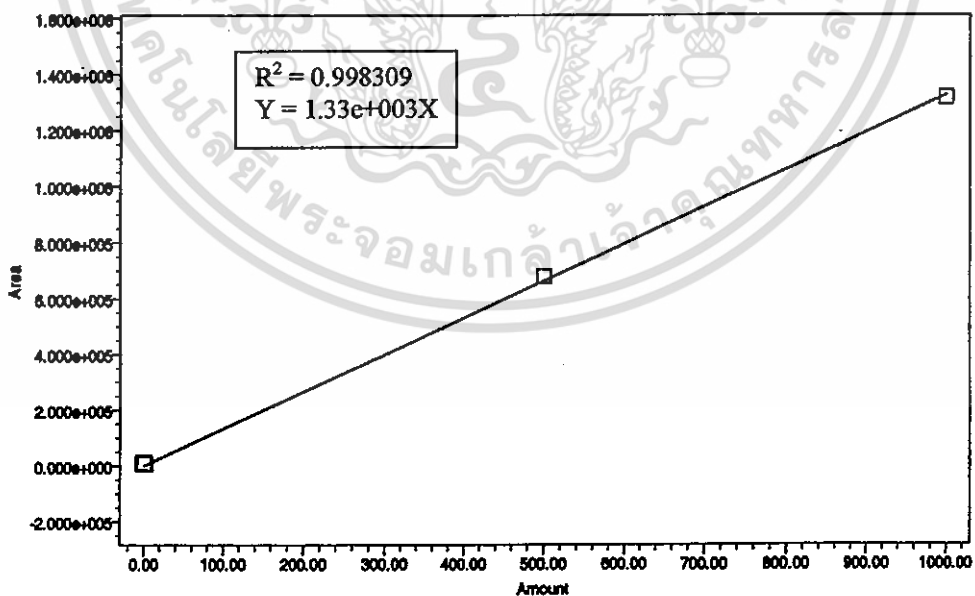
รูปที่ 6.4 (ต่อ)

โครมาโทแกรมของสารมาตรฐานฟีนอลและสารตัวอย่างแสดงดังรูปที่ 6.4 รูป 6.4ก แสดงพีคของสารมาตรฐานฟีนอลและเมทา-ครีซอลในหน่วยมิลลิกรัมต่อลิตรในตัวทำละลายเมทานอล ผลการวิเคราะห์ที่ความยาวคลื่นแสงต่างๆ คือ 240 [37], 270 [38], 278 [37] และ 280 [24] นาโนเมตร จะให้การแยกของพีคที่ดี โดยเฉพาะที่ความยาวคลื่นแสง 270 นาโนเมตร จะให้พีคการดูดกลืนแสงของสารมาตรฐานสูงกว่าค่าความยาวคลื่นแสงอื่นๆ โดยเกิดพีคของฟีนอลที่เวลา 3.203 เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

นาที่ และฟีกของเมทา-ครีซอลที่เวลา 4.858 นาที เมื่อนำมาใช้สร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของฟีนอลและเมทา-ครีซอลกับพื้นที่ของฟีกหรือความสูงของฟีกจะให้ความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงสำหรับใช้วิเคราะห์หาปริมาณฟีนอลและเมทา-ครีซอลได้ ดังรูปที่ 6.5 และ 6.6



รูปที่ 6.5 กราฟความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงของฟีนอลในช่วง 0 -1000 มิลลิกรัมต่อลิตร



รูปที่ 6.6 กราฟความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงของเมทา-ครีซอลในช่วง 0 -1000 มิลลิกรัมต่อลิตร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รูป 6.4ข เป็นโครมาโทแกรมของเฟสสกัดจากน้ำมันที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL โดยวิเคราะห์ที่ความยาวคลื่นแสง 270 นาโนเมตร เมื่อเปรียบเทียบโครมาโทแกรมของเฟสสกัดน้ำมันกับสารมาตรฐานฟินอลและเมทา-ครีซอล พบว่ามีพีคของฟินอลและเมทา-ครีซอลเกิดขึ้น ซึ่งให้เห็นว่าการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL โมเลกุลของ CNSL จะเกิดการแตกตัวให้ฟินอลและเมทา-ครีซอลเกิดขึ้นด้วย และมีปริมาณของเมทา-ครีซอลมากกว่าฟินอล ในส่วนของรูป 6.4ค และรูป 6.4ง เป็นโครมาโทแกรมของเฟสสกัดน้ำและสารละลายเมทานอลในขวดดักจับสาร ผลการวิเคราะห์ที่ความยาวคลื่นแสง 270 นาโนเมตร จะให้พีคของฟินอลและเมทา-ครีซอลเช่นกัน แต่มีปริมาณความเข้มข้นของสารน้อยกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับเฟสสกัดจากน้ำมัน (รูปที่ 6.4ข เป็นโครมาโทแกรมที่เจือจางเฟสสกัดน้ำมันเป็น 10 เท่าของรูป 6.4ค และ 6.4ง)

6.3.2 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณฟินอลและเมทา-ครีซอลในผลิตภัณฑ์ของเหลวและก๊าซที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL

ผลการเปรียบเทียบหาปริมาณจากโครมาโทแกรมของสารตัวอย่างกับสารมาตรฐานฟินอลและเมทา-ครีซอล ให้ผลดังตารางที่ 6.16

ตารางที่ 6.16 ผลการวิเคราะห์หาฟินอลและเมทา-ครีซอลในผลิตภัณฑ์ของเหลวและก๊าซที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL ด้วยเทคนิค HPLC

สารตัวอย่าง	ปริมาณสารประกอบ (มิลลิกรัม)	
	ฟินอล	เมทา-ครีซอล
เฟสสกัดน้ำมัน	419.21	5828.81
เฟสสกัดน้ำ	66.92	310.64
สารละลายเมทานอล (Trap)	64.07	4.32

จากผลการวิเคราะห์ชี้ให้เห็นว่าสารประกอบฟินอลส่วนใหญ่จะมีปะปนอยู่ในเฟสสกัดน้ำมันมากกว่าในเฟสสกัดน้ำและก๊าซ การนำน้ำมันที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL มาใช้ประโยชน์เป็นเชื้อเพลิงจึงต้องแยกสารประกอบฟินอลออกเสียก่อน เพื่อลดผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อมและสาเหตุการอุดตันในอุปกรณ์การผลิต ดังนั้นการสกัดจึงเป็นวิธีการแยกที่วิธีหนึ่งและสามารถนำสารประกอบฟินอลกลับมาใช้ประโยชน์ได้ เช่น การเพิ่มคุณค่าด้วยการนำส่วนสกัดมาแยกให้บริสุทธิ์เพื่อใช้ในรูปของสารเคมี [24]

6.3.3 เปอร์เซ็นต์การนำกลับคืน (Recovery) ของฟินอลและเมทา-ครีซอล

ประสิทธิภาพของการสกัดวัดได้จากการนำสารกลับโดยการสกัด หรือค่าการนำกลับคืนของสาร ซึ่งหาได้จากปริมาณของสารที่สกัดออกมาต่อปริมาณของสารที่มีอยู่ทั้งหมด

ในการทดลองจะหาค่าการนำกลับคืนของฟีนอลและเมทา-ครีซอลจากปริมาณของฟีนอลและเมทา-ครีซอลที่มีอยู่ในน้ำมันที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL ลบด้วยปริมาณของฟีนอลและเมทา-ครีซอลที่เหลืออยู่หลังจากการสกัดต่อปริมาณของฟีนอลและเมทา-ครีซอลทั้งหมดที่มีอยู่ในน้ำมันที่ได้จากการแตกตัวด้วยความร้อนของ CNSL ซึ่งให้ผลการทดลองดังตารางที่ 6.17 และ 6.18

ตารางที่ 6.17 เปอร์เซนต์การนำกลับคืนของฟีนอลและเมทา-ครีซอลในกระบวนการสกัด
(การทดลองที่ 1)

สารประกอบ (มิลลิกรัม)	สารตัวอย่าง 1 มิลลิลิตรของ		เปอร์เซนต์การนำกลับคืน (% Recovery)
	น้ำมัน	ส่วนคงเหลือหลังสกัด	
ฟีนอล	98.84	16.21	83.59
เมทา-ครีซอล	638.67	6.49	98.98

ตารางที่ 6.18 เปอร์เซนต์การนำกลับคืนของฟีนอลและเมทา-ครีซอลในกระบวนการสกัด
(การทดลองที่ 2)

สารประกอบ (มิลลิกรัม)	สารตัวอย่าง 1 มิลลิลิตรของ		เปอร์เซนต์การนำกลับคืน (% Recovery)
	น้ำมัน	ส่วนคงเหลือหลังสกัด	
ฟีนอล	60.39	4.19	93.05
เมทา-ครีซอล	489.81	74.45	84.80

เปอร์เซนต์การนำกลับคืนของฟีนอลและเมทา-ครีซอลในการทดลองที่ 1

$$\text{เปอร์เซนต์การนำกลับคืนของฟีนอล} = \frac{98.84 - 16.21}{98.84} \times 100 = 83.59\%$$

$$\text{เปอร์เซนต์การนำกลับคืนของเมทา-ครีซอล} = \frac{638.67 - 6.49}{638.67} \times 100 = 98.98\%$$

ดังนั้น เปอร์เซนต์การนำกลับคืนเฉลี่ยของฟีนอล คือ $\frac{83.59 + 93.05}{2} = 88.32\%$

เปอร์เซนต์การนำกลับคืนเฉลี่ยของเมทา-ครีซอล คือ $\frac{98.98 + 84.80}{2} = 91.89\%$

บทที่ 7

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอนแนะ

7.1 สรุปผลการทดลอง

7.1.1 ในการทดลองแตกตัว CNSL ด้วยความร้อนจนถึงอุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส จะได้ผลิตภัณฑ์ของเหลว 77% ก๊าซ 15% และกาก 8% โดยน้ำหนัก ผลิตภัณฑ์ของเหลวที่ได้มีกลิ่นฉุน ความหนืดลดลง เมื่อนำผลิตภัณฑ์ของเหลวนี้ไปกลั่นแยกจะให้ผลิตภัณฑ์น้ำมันประมาณ 65% และสารละลายของน้ำ 4% โดยน้ำหนักของ CNSL เริ่มต้น ผลิตภัณฑ์เหล่านี้จะไม่คงตัวและมีสารประกอบฟีนอลปะปนอยู่

7.1.2 การแยกสารประกอบฟีนอลออกจากผลิตภัณฑ์น้ำมัน ทำได้โดยการสกัดด้วยตัวทำละลายผสมของเมทานอล-น้ำที่อัตราส่วน 80:20 โดยปริมาตร ซึ่งให้ผลของการแยกดีกว่าที่อัตราส่วนอื่นๆ

7.1.3 การวิเคราะห์หาปริมาณของสารประกอบฟีนอลอย่างง่าย สามารถใช้วิธีการประมาณค่าโดยการเทียบสีที่เกิดจากปฏิกิริยาระหว่างสารประกอบฟีนอลและ 4-อะมิโนแอนทราซีน

7.1.4 การวิเคราะห์หาชนิดและปริมาณของสารประกอบฟีนอล สามารถใช้เทคนิค HPLC ในการแยกองค์ประกอบของสารผสมฟีนอลออกจากกัน โดยอาศัยความสามารถของการละลายที่แตกต่างกันของสารประกอบฟีนอลในเฟสเคลื่อนที่และเฟสอยู่กับที่

7.1.5 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค HPLC พบว่ากระบวนการสกัดจะให้ค่าการนำกลับคืนเฉลี่ยของฟีนอล 88% และเมทา-ครีซอลเป็น 92% จากเฟสสกัด 1 มิลลิลิตร

7.2 ข้อเสนอแนะ

7.2.1 ขณะทำการทดลองเกี่ยวกับน้ำมันจากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ ควรสวมอุปกรณ์ป้องกันอันตราย เนื่องจากน้ำมันชนิดนี้มีอันตรายมาก ทั้งทางผิวหนังและทางเดินหายใจ

7.2.2 ขั้นตอนการสกัด ควรระวังการเกิดอิมัลชันระหว่างน้ำมันกับตัวทำละลายเมื่อใช้อัตราส่วนของเมทานอลต่อน้ำที่ 40:60 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร แก้ไขโดยลดจำนวนรอบจากเดิม 1400 รอบต่อนาทีเป็น 1000 รอบต่อนาที และเพิ่มเวลาในการกวนจาก 10 นาทีเป็น 15 นาที

7.2.3 ในขั้นตอนการประมาณค่าหาสารประกอบฟีนอลด้วยวิธีการเทียบสี จะต้องควบคุมพีเอชของสารละลายอยู่ที่ประมาณ 10 -11 และดีที่สุดในที่พีเอช 10.6 ผลจากการทดลองของ J.F. Van Staden และ H.E. Britz ชี้ว่าพีเอชในช่วง 10 -11 จะให้ %RSD ต่ำที่ 1-2% และต่ำที่สุดในที่พีเอช 10.6 ถ้าพีเอชต่ำกว่า 8 4-อะมิโนแอนโทไพรีนที่เหลือจากการทำปฏิกิริยาจะถูกออกซิไดส์ให้สารประกอบสีแดงเกิดขึ้นทำให้ผลการทดลองมีค่ามากเกิดความเป็นจริง

7.2.4 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค HPLC ขั้นตอนการฉีดสารต้องระมัดระวัง เพราะทำให้เกิดฟีกที่ไม่เหมาะสม เช่น การเกิดฟีกที่มีความกว้างหรือมีลักษณะไม่สมมาตร ควรฉีดสารด้วยความรวดเร็ว หรือใช้เครื่องฉีดสารแบบอัตโนมัติ

เอกสารอ้างอิง

- [1] ไวกฤษณ์ ฤทธิจตุตม์. "การสกัดน้ำมันจากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์." วิทยานิพนธ์วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์, มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์. 2538.
- [2] ประเทืองศรี สิ้นชัยศรี. "คุณภาพ องค์ประกอบทางเคมีและการแปรรูปของมะม่วงหิมพานต์" อุตสาหกรรมสาร. ปีที่ 34, ฉบับที่ 7. มกราคม 2534. หน้า 17-27.
- [3] Aggarwal J. Chemistry and uses of cashew nut shell liquid. Hyderabad. 1972.
- [4] อรดี มาลีวรรณ. ประโยชน์ทางอุตสาหกรรมของน้ำมันจากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์. กองสนเทศวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี กรมวิทยาศาสตร์บริการ. 2524.
- [5] Tychopoulos V. and Tyman J.H.P. "Long chain phenols-The thermal and oxidation deterioration of phenolic lipids from the cashew (Anacardium Occidentale) nut shell" J. Sci. Food and Agri. Vol. 52, 1990. pp. 71-83.
- [6] Gonsalves A. M. D' A. R. and Costa A. M. B. S. R. C. S. "Chromatography of cashew nut shell liquid" J. of Chromatography. Vol. 104, 1975. pp. 225-227.
- [7] กฤติกา ไกรยาม และ สุกัลักษณ์ คุณประเสริฐ. "การปรับปรุงคุณภาพน้ำมันจากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์เพื่อใช้ทดแทนน้ำมันเชื้อเพลิง." วิทยานิพนธ์วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์, สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง. 2541.
- [8] Nakpipat P. and Niiyama H. "Diesel Oil from Cashew Nut Shell Liquid." In Regional Symposium on Chemical Engineering 1999. B.P.Smilla Beach Hotel, Songkhla Thailand. November 22-24, 1999. pp.1-6. (P-Bio-53)
- [9] Das P. and Ganesh A. "Bio-oil from pyrolysis of cashew nut shell---a near fuel." Biomass and Bioenergy. Vol.25, 2003. pp.113-117.
- [10] Chaiyasat A. "Simultaneous determination of some phenols in water samples by high performance liquid chromatography after sample pretreatment using solid phase extraction." Master Thesis of Science in Chemistry, Graduate School Chiang Mai University, Chiang Mai University. 2000.
- [11] John M. Patterson and Walter T. Smith Jr. "Phenols." ENCYCLOPEDIA OF ANALYTICAL SCIENCE. 7(1995) : 3928-3936.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [12] Moeder M. "Phenols Analysis in Environmental Samples." *ENCYCLOPEDIA OF ANALYTICAL CHEMISTRY*. 4(2000) : 3101-3124.
- [13] Fiamegos Y., Stalikas C., Pilidis G. "4-Aminoantipyrine spectrophotometric method of phenol analysis : Study of the reaction products via liquid chromatography with diode-array and mass spectrometric detection." *Analytica Chimica Acta*. Vol. 467, January 2002. pp. 105-114.
- [14] Frenzel W. and Krekler S. "Spectrophotometric determination of total phenolics by solvent extraction and sorbent extraction optosensing using flow injection methodology." *Analytica Chimica Acta*. Vol. 310, February 1995. pp. 437-446.
- [15] Van Staden J.F. and Britz H.E. "In-line flow injection extraction-preconcentration through a passive hydrophilic membrane : Determination of total phenols in oil by flow-injection analysis." *Fresenius J Anal Chem*. Vol. 357, August 1997. pp. 1066-1071.
- [16] Setti L., Giuliani S., Spinozzi G., Pifferi P.G. " Laccase catalyzed-oxidative coupling of 3-methyl 2-benzothiazolinone hydrazone and methoxyphenols." *Enzyme and Microbial Technology*. Vol. 25, March 1999. pp. 285-289.
- [17] Liberatore L., Procida G., Alessandro N., Cichelli A. "Solid-phase extraction and gas chromatographic analysis of phenolic compounds in virgin olive oil." *Food Chemistry*. Vol. 73, November 2001. pp. 119-124.
- [18] Bagheri H. and Saraji M. "New polymeric sorbent for the solid-phase extraction of chlorophenols from water samples followed by gas chromatography-electron-capture detection." *Journal of Chromatography A*. Vol. 910, November 2001. pp. 87-93.
- [19] Li D., Oh J.R., Park J. "Direct extraction of alkylphenols, chlorophenols and bisphenol A from acid-digested sediment suspension for simultaneous gas chromatographic-mass spectrometric analysis." *Journal of Chromatography A*. Vol. 1012, June 2003. pp. 207-214.
- [20] Amen-Chen C., Pakdel H., Roy C. "Separation of phenols from *Eucalyptus* wood tar." *Biomass and Bioenergy*. Vol. 13, May 1997. pp. 25-37.
- [21] Ryan D., Lawrence H., Prenzler P.D. "Recovery of phenolic compounds from *Olea europaea*." *Analytica Chimica Acta*. Vol. 445, June 2001. pp. 67-77.

- [22] Pirisi F.M., Cabras P., Cao C.F., Migliorini M., Muggelli M. "Phenolic Compounds in Virgin Olive Oil. 2. Reappraisal of the Extraction, HPLC Separation, and Quantification Procedures." *J. Agric. Food Chem.* Vol. 48, 2000. pp. 1191-1196.
- [23] Murga R., Puiz R., Beltran S., Cabezas J.L. "Extraction of Natural Complex Phenols and Tannins from Grape Seeds by Using Supercritical Mixtures of Carbon Dioxide and Alcohol." *J. Agric. Food Chem.* Vol. 48, 2000. pp. 3408-3412.
- [24] Brenes M., Garcia A., Carcia P., Garrido A. "Rapid and Complete Extraction of Phenols from Olive Oil and Determination by Means of a Coulometric Electrode Array System." *J. Agric. Food Chem.* Vol. 48, 2000. pp. 5178-5183.
- [25] Pirisi F.M., Angioni A., Cabras P., Garau V.L., Bandino G. "Phenolic compounds in virgin olive oils I. Low-wavelength quantitative determination of complex phenols by high-performance liquid chromatography under isocratic elution." *Journal of Chromatography A.* Vol. 768, 1997. pp. 207-213.
- [26] Naassner M., Mergler M., Wolf K., Schuphan I. "Determination of the xenoestrogens 4-nonylphenol and bisphenol A by high-performance liquid chromatography and fluorescence detection after derivatisation with dansyl chloride." *Journal of Chromatography A.* Vol. 945, 2002. pp. 133-138.
- [27] Cardellicchio N., Cavalli S., Piangerelli V., Giandomenico S., Ragone P. "Determination of phenols in environmental samples by liquid chromatography-electrochemistry." *Fresenius J Anal Chem.* Vol. 358, 1997. pp. 749-754.
- [28] Garcia Sanchez M.T., Perez Pavon J. L., Cordero B. M. "Continuous membrane extraction of phenols from crude oils followed by high-performance liquid chromatographic determination with electrochemical detection." *Journal of Chromatography A.* Vol. 766, 1997. pp. 61-69.
- [29] Paterson B., Cowie C.E., Jackson P.E. "Determination of phenols in environmental waters using liquid chromatography with electrochemical detection." *Journal of Chromatography A.* Vol. 731, 1996. pp. 95-102.

- [30] Fernandez Laespada M.E., Perez Pavon J.L., Cordero B.M. "Automated on-line membrane extraction liquid chromatographic determination of phenols in crude oils, gasolines and diesel fuels." *Journal of Chromatography A*. Vol. 852, May 1999. pp. 395-406.
- [31] Perez-Magarino S., Revilla I., Gonzalez-SanJose., Beltran S. "Various applications of liquid chromatography-mass spectrometry to the analysis of phenolic compounds." *Journal of Chromatography A*. Vol. 847, 1999. pp. 75-81.
- [32] Seader J.D. and Henley Ernest J. *Separation Process Principle*. John Wiley & Sons. 1998.
- [33] ศุภชัย ใช้เทียมวงศ์. *ปฏิบัติการเคมีปริมาณวิเคราะห์*. พิมพ์ครั้งที่ 5. กรุงเทพมหานคร : สำนักพิมพ์จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย. 2539.
- [34] นิพนธ์ ตั้งคณานุรักษ์ และคณะ. *เทคนิคการแยกสารโดยวิธีโครมาโทกราฟี*. ม.ป.ท. ม.ป.ป..
- [35] แม้น อมรสิทธิ์ และ อมร เพชรตม. *Principles and Techniques of Instrumental Analysis*. พิมพ์ครั้งที่ 1. กรุงเทพมหานคร : สำนักพิมพ์จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย. 2535.
- [36] สมาคมวิศวกรสิ่งแวดล้อมแห่งประเทศไทย. *คู่มือวิเคราะห์น้ำเสีย*. พิมพ์ครั้งที่ 3. กรุงเทพมหานคร : เรือนแก้วการพิมพ์. 2540.
- [37] Montedoro G., Servili M., Baldioli M., Miniati E. "Simple and hydrolyzable phenolic compounds in virgin olive oil. 1. Their extraction, separation, and quantitative and semiquantitative evaluation by HPLC." *J. Agric. Food Chem*. Vol. 40, no. 9. 1992. pp. 1571-1576.
- [38] Andersson T., Hyotylainen T., Riekkola M. "Analysis of phenols in pyrolysis oils by gel permeation chromatography and multidimensional liquid chromatography." *J. Chromatography A*. Vol. 896, 2000. pp. 343-349.
- [39] เกียรติศักดิ์ อุดมสินโรจน์. *ของเสียอันตราย*. กรุงเทพมหานคร. 2546.

ภาคผนวก ก

รายละเอียดของสารประกอบฟีนอลที่เป็นสารมลพิษอันดับต้นทั้ง 11 ชนิด [39]

1. 2,4,6-trichlorophenol ($C_6H_3Cl_3O$) CAS 88-060-2

มีจุดหลอมเหลว ณ $69^{\circ}C$ มีจุดเดือด ณ $246^{\circ}C$ มีค่าความถ่วงจำเพาะ 1.4901 มีความสามารถระเหยออก ณ 1 มม.ปรอท $76.5^{\circ}C$ สามารถละลายน้ำได้ 800 มก.ต่อลิตร ณ $25^{\circ}C$ และ 2430 มก.ต่อลิตร ณ $96^{\circ}C$ และสามารถละลายได้ด้วย acetone, benzene, carbon tetrachloride, diethyl ether, methanol, toluene พบได้ในโรงงานอุตสาหกรรมที่เกี่ยวกับเคมีอินทรีย์ และยาฆ่าศัตรูพืชและสัตว์ ใช้ในงานรักษาเนื้อไม้และกาว ใช้ในงานทอผ้า พบว่าสามารถย่อยสลายทางชีวภาพได้ เช่น ย่อยสลายในดินแขวนลอยได้หมดใน 5 วัน

2. 2,4-dichlorophenol ($C_6H_4Cl_2O$) CAS 120-83-2

มีจุดวาบไฟ $113^{\circ}C$ มีจุดหลอมเหลว ณ $42-43^{\circ}C$ มีจุดเดือด ณ $209-210^{\circ}C$ มีค่าความถ่วงจำเพาะ 1.383 มีความสามารถระเหยออก ณ 1 มม.ปรอท $53^{\circ}C$ สามารถละลายน้ำได้ 4500 มก.ต่อลิตร ณ $25^{\circ}C$ และสามารถละลายได้ด้วย carbon tetrachloride, benzene, chloroform, diethyl ether, ethanol สารนี้พบได้ในก๊าซที่ออกจากเตาเผาขยะมูลฝอย สารนี้ใช้เป็นสารฆ่าเชื้อโรคในน้ำ โดยไม่ควรมีในน้ำประปาเกิน 2 ไมโครกรัมต่อลิตร สามารถถูกกำจัดได้ด้วยวิธีชีวภาพ และสามารถถูกกำจัดได้ด้วยวิธีกายภาพเคมี เช่น วิธี Photocatalytic oxidation, Pyrolysis และ Adsorption ถ้าไปสัมผัสสารนี้ต้องล้างด้วยสบู่และน้ำทันที

3. 4-chloro-3-methylphenol หรือ p-chloro-m-cresol (C_7H_7ClO) CAS 59-50-7

มีจุดหลอมเหลว ณ $66^{\circ}C$ มีจุดเดือด ณ $235^{\circ}C$ สามารถละลายน้ำได้ 3800 มก.ต่อลิตร ณ $20^{\circ}C$ สามารถละลายได้ด้วย acetone, benzene, chloroform, ethanol, diethyl ether, terpenes เมื่อสัมผัสกับผิวหนังต้องรีบล้างด้วยน้ำและล้างตามด้วย Polyethylene glycol อย่างน้อย 30 นาที สามารถย่อยสลายได้ทางชีวภาพ สามารถถูกดูดซับได้ด้วยถ่านกัมมันต์ประมาณ 124 มก.ต่อกรัมคาร์บอน ใช้เป็นสารฆ่าเชื้อจุลินทรีย์เพื่อรักษาคุณภาพของกาว ยางไม้ หมึก สี หนักร และผ้า

4. 2-chlorophenol หรือ 2-chloro-1-hydroxybenzene (C_6H_5ClO) CAS 95-57-8

มีจุดวาบไฟ $63^{\circ}C$ มีจุดหลอมเหลว ณ $9.3^{\circ}C$ มีจุดเดือด ณ $175^{\circ}C$ มีค่าความถ่วงจำเพาะ 1.263 มีความสามารถระเหยออก ณ 40 มม.ปรอท $82^{\circ}C$ สามารถละลายน้ำได้น้อยกว่า 0.1 กรัมใน 100 กรัม และสามารถละลายได้ด้วย ethanol และ diethyl ether ใช้ในงานผลิตสี ย้อม เป็นสารพิษ เมื่อสูดดมจะเป็นอันตรายต่อชีวิต เมื่อสัมผัสกับผิวหนังต้องรีบล้างด้วยน้ำ สารนี้เมื่อผสมกับดินพบว่าภายใน 14 วันจะถูกกำจัดหมดในปฏิกิริยาดูดซับ สารนี้มีกลิ่นค่อนข้างแรง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5. 2,4-dinitrophenol หรือ 1-hydroxy-2,4-dinitrobenzene หรือ 2,4-DNP ($C_6H_4N_2O_5$)
CAS 51-28-5

มีจุดหลอมเหลว ณ $106-108^{\circ}C$ มีความถ่วงจำเพาะ 1.683 มีความสามารถระเหยออก ณ 2×10^{-5} มม.ปรอท $25^{\circ}C$ สามารถละลายน้ำได้ 5.6 มก.ต่อลิตร ณ $18^{\circ}C$ และสามารถละลายได้ด้วย acetone, carbon tetrachloride, chloroform, benzene, ethanol, pyridine, toluene ใช้ในการผลิตสีย้อม ใช้เป็นสารรักษาเนื้อไม้ ใช้เป็นสารฆ่าแมลง ใช้เป็นตัวชี้วัดค่า pH สามารถพบสารนี้ได้ในอากาศจากบรรยากาศ ดิน น้ำ และตะกอน สารนี้เป็นสารพิษ เมื่อเป็นของแข็งสามารถติดไฟได้เมื่อสัมผัสกับผิวหนังให้รับล้างด้วยสบู่และน้ำมากๆ และรีบพบแพทย์ สารนี้สามารถถูกบำบัดด้วยวิธี Activated sludge และสามารถถูกดูดซับด้วยดินได้บ้างแต่ไม่มากนัก

6. 4,6-dinitro-o-cresol หรือ 4,6-dinitro-2-methylphenol หรือ Dinitrocresol ($C_7H_8N_2O_5$)
CAS 543-52-1

มีจุดหลอมเหลว ณ $87.5^{\circ}C$ มีความสามารถระเหยออก ณ 0.0001 มม.ปรอท $25^{\circ}C$ สามารถละลายน้ำได้ 0.013% ณ $15^{\circ}C$ และสามารถละลายได้ด้วย ether, acetone, chloroform มีลักษณะเป็นปริซึมสีเหลือง มีความเข้มข้นอิ่มตัว 0.001 กรัมต่อลูกบาศก์เมตร ณ $25^{\circ}C$ มีความหนาแน่นไอเท่ากับ 6.84 ใช้เป็นสารฆ่าแมลงและสารกำจัดวัชพืช สารนี้จัดได้ว่าเป็นสารพิษมาก ห้ามถูกผิวหนัง และตา ถ้าเพิ่มความร้อนขึ้นไปจะเกิดระเบิดขึ้น สารนี้สามารถถูกกำจัดได้บ้างด้วยวิธีบำบัดทางชีวภาพ และจะถูกกำจัดได้ด้วยวิธีแสงพบว่าจะใช้เวลาครึ่งชีวิต (Half-life time) ประมาณ 58 วัน

7. 2,4-dimethylphenol ($C_8H_{10}O$) หรือ 2,4-xyleneol CAS 105-67-9

มีจุดวาบไฟ $97^{\circ}C$ มีจุดหลอมเหลว ณ $26^{\circ}C$ มีจุดเดือด ณ $211.5^{\circ}C$ มีค่าความถ่วงจำเพาะ 1.036 สามารถละลายน้ำได้ 39 มก.ต่อลิตร ณ $25^{\circ}C$ และสามารถละลายได้ด้วย ethanol สารนี้ใช้ผลิตสาร Phenolic antioxidants ผลิตยารักษาโรค ผลิตพลาสติกและเรซิน ผลิตสารฆ่าเชื้อโรค ผลิตยาฆ่าแมลง และใช้ในงานอุตสาหกรรมยาง สามารถพบได้ในงานถนนลาดยางมะตอย ใช้เป็นยารักษาโรค ใช้เป็นเชื้อเพลิง ใช้ผลิตพลาสติก ใช้เป็นยาปราบศัตรูพืช และพบในน้ำเสียชุมชน สารนี้สามารถถูกกำจัดได้ด้วยวิธีชีวภาพโดยเฉพาะในระบบเอเอส (Activated sludge) และสามารถถูกกำจัดได้ด้วยวิธีแลกเปลี่ยนประจุ (Ion exchange)

8. 2-nitrophenol หรือ 2-hydroxynitrobenzene ($C_6H_5NO_2$) CAS 88-75-5

มีจุดหลอมเหลว ณ $45^{\circ}C$ มีจุดเดือด ณ $214.5^{\circ}C$ มีค่าความถ่วงจำเพาะ 1.495 มีความสามารถระเหยออก ณ 1 มม.ปรอท $49.3^{\circ}C$ สามารถละลายน้ำได้ 2100 มก.ต่อลิตร ณ $20^{\circ}C$ และสามารถละลายได้ด้วย benzene, diethyl ether, ethanol สารนี้มีลักษณะเป็นเม็ดเล็กๆ สีเหลืองอ่อน สารนี้ใช้เป็นตัววัดพีเอช (pH) สามารถพบได้ในไอเสียรถยนต์ สารนี้สามารถถูกกำจัด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ได้ด้วยวิธีชีวภาพได้บ้าง แต่ใช้เวลามาก พบว่าสารนี้สามารถถูกกำจัดได้ด้วยวิธีแสง (Photolysis) แต่วิธีดูดซับจะเป็นวิธีที่ไม่นิยมใช้ เพราะจะกำจัดได้น้อย

9. 4-nitrophenol หรือ 4-hydroxynitrobenzene ($C_6H_5NO_3$) CAS 100-02-7

มีจุดหลอมเหลว ณ $114^{\circ}C$ มีจุดเดือด ณ $279^{\circ}C$ มีค่าความถ่วงจำเพาะ 1.270 มีความสามารถระเหยออก ณ 0.001 มม.ปรอท $25^{\circ}C$ สามารถละลายน้ำได้ 16 กรัมต่อลิตร ณ $25^{\circ}C$ และสามารถละลายได้ด้วย chloroform, diethyl ether, acetone, ethanol, toluene, pyridine สารนี้มีลักษณะเป็นเกล็ดสีเหลืองหรือไม่มีสี สารนี้ใช้เป็นตัววัดพีเอช และใช้เป็นสารฆ่าเชื้อรา (Fungicide) สามารถพบได้จากการเกิดปฏิกิริยาทางแสง สามารถพบสารนี้ได้ในควันท่อไอเสียรถยนต์ สารนี้ถูกกำจัดได้ด้วยแสงอาทิตย์ เป็นสารอันตรายเมื่อสูดดมเข้าไปจะทำให้ปวดหัว เวียนศีรษะ ถ้าสัมผัสถูกผิวหนังจำเป็นต้องล้างด้วยสบู่และน้ำมากๆ และรีบพบแพทย์

10. Pentachlorophenol (C_6HCl_5O) CAS 87-86-5

มีจุดหลอมเหลว $188-191^{\circ}C$ มีลักษณะเป็นเกล็ดสีขาว สีเทา หรือสีน้ำตาล มีจุดเดือด $309-310^{\circ}C$ มีความถ่วงจำเพาะเท่ากับ 1.987 มีความดันไอ 0.00011 มม. $20^{\circ}C$ มีความหนาแน่นไอ 9.20 มีความสามารถละลายน้ำได้ 5, 14, 35, 85 มก.ต่อลิตร ณ อุณหภูมิ 0, 20, 50 และ $70^{\circ}C$ ตามลำดับ สารนี้มีใช้ในกระบวนการผลิตสารฆ่าแมลง สารกำจัดวัชพืช ยารักษาเนื้อไม้ สามารถพบสารนี้ได้ในบริเวณพื้นที่เกษตรกรรม ไม้ที่ถูกอบน้ำยา และในห้องปฏิบัติการ สารนี้เป็นอันตรายต่อคนและสัตว์ เมื่อถูกผิวหนังให้รีบล้างด้วยน้ำและสบู่หลายๆ ต้องมีชุดป้องกันเมื่อต้องใช้สารนี้ สารนี้จะถูกย่อยสลายได้ด้วยวิธีชีวภาพได้บ้าง และจะถูกย่อยสลายในดินได้มากแต่ใช้เวลากหลายวัน อาจต้องใช้เวลามากกว่า 72 วันขึ้นไปจึงจะถูกกำจัดหมดไป สารนี้จะถูกกำจัดได้ด้วยวิธีแสง ซึ่งพบว่าจะถูกกำจัดลงเหลือครึ่งหนึ่งต้องใช้เวลา 3.5 ชั่วโมง ณ พีเอช 7.3 และใช้เวลา 100 ชั่วโมง ณ พีเอช 3.3 จึงได้พบว่ายังมีพีเอชเพิ่มขึ้นจะช่วยกำจัดสารนี้ด้วยวิธีแสงได้มากขึ้น ได้พบว่าสารนี้ทำให้คนและสัตว์เมื่อสัมผัสกับสารนี้ในจำนวนหนึ่งจะเป็นมะเร็งได้ และพบว่าถ้าในน้ำประปาที่มีความกระด้างมากขึ้นจะทำให้ลดความเป็นพิษของสารนี้ลงเมื่อมีสารนี้เป็นหนึ่งในน้ำประปา

11. Phenol หรือ Benzenol หรือ Carboic acid หรือ Phenylic acid (C_6H_6O) CAS 108-95-2

มีลักษณะเป็นของเหลวไม่มีสีจนถึงสีน้ำตาลดำ มีจุดหลอมเหลว $40.6^{\circ}C$ มีจุดเดือด $181.9^{\circ}C$ มีจุดวาบไฟ $79^{\circ}C$ (เมื่อเปิดภาชนะ) มีความถ่วงจำเพาะ 1.072 มีความสามารถระเหยออก ณ 1 มม.ปรอท $40^{\circ}C$ มีความสามารถละลายน้ำได้ 82 กรัมต่อลิตร ณ $15^{\circ}C$ มีความเข้มข้นอิ่มตัวเท่ากับ 0.77 และ 2.0 กรัมต่อลูกบาศก์เมตร ณ $20^{\circ}C$ และ $30^{\circ}C$ ตามลำดับ สารนี้มีกลิ่นคล้ายยาและกลิ่นไหม้ มีความสามารถละลายได้ด้วย ethanol, diethyl ether, chloroform สารนี้ใช้เป็นสารฆ่าเชื้อโรค (Disinfectant) ใช้ผลิตสารเรซินสังเคราะห์ ใช้ในงานผลิตยารักษาโรค และใช้เป็นสารฆ่าเชื้อแบคทีเรีย สามารถพบได้ในของเสียจากสัตว์ และจากการย่อยสลายน้ำเสียอินทรีย์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สามารถพบได้ในโรงงานผลิตเหล็ก โรงงานฟอกหนัง โรงงานอลูมิเนียม โรงงานหล่อโลหะ โรงงานผลิตยา โรงงานผลิตสีและหมึก และอาจพบได้ในควันบุหรี่ และในควันรถยนต์ สารนี้มีพิษเมื่อสัมผัสถูกผิวหนัง ต้องล้างด้วยน้ำและสบู่ สารนี้สามารถถูกกำจัดได้ด้วยวิธีชีวภาพได้บ้าง อาจเป็นระบบแอกทีฟ (Activated sludge) และระบบถังโปรยกรอง (Trickling filter) สารนี้สามารถถูกกำจัดได้ด้วยแสงยูวี (UV) และแสงอาทิตย์ สารนี้ถูกดูดซับด้วยดินได้น้อย จึงมีการเคลื่อนที่ผ่านชั้นดินได้มากจนอาจเคลื่อนที่ลงไปถึงน้ำใต้ดิน สารนี้สามารถถูกกำจัดได้ด้วยถ่านกัมมันต์คือพบว่าจะถูกดูดซับได้ 0.161 กรัมต่อกรัมถ่านคาร์บอน เช่น น้ำเสียมีสารฟีนอล 1000 มก.ต่อลิตร จะถูกดูดซับเหลือสารฟีนอล 194 มก.ต่อลิตร สารนี้ยังถูกกำจัดได้ด้วยวิธีแลกเปลี่ยนประจุ (Ion exchange)



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ข

เทคนิคต่าง ๆ ที่ใช้ในการหาปริมาณของสารตัวอย่าง [35]

เมื่อผู้วิเคราะห์ได้โครมาโทแกรมแล้วต้องการหาปริมาณของสารเหล่านั้น จึงจำเป็นต้องทราบความสูงของพีคหรือพื้นที่ของพีค ผู้วิเคราะห์จะใช้แบบไหนนั้นขึ้นอยู่กับความต้องการ ความถูกต้องแม่นยำของผู้วิเคราะห์ ในการวิเคราะห์โดยทั่วไป วิธีที่จะใช้ในการคำนวณหรือหาปริมาณของสาร คือ การทำกราฟมาตรฐานเปรียบเทียบ ซึ่งใช้วิธีต่างๆ กัน คือ

1. Normalization method
2. Internal standard method
3. External standard method
4. Standard addition method

1. Normalization method

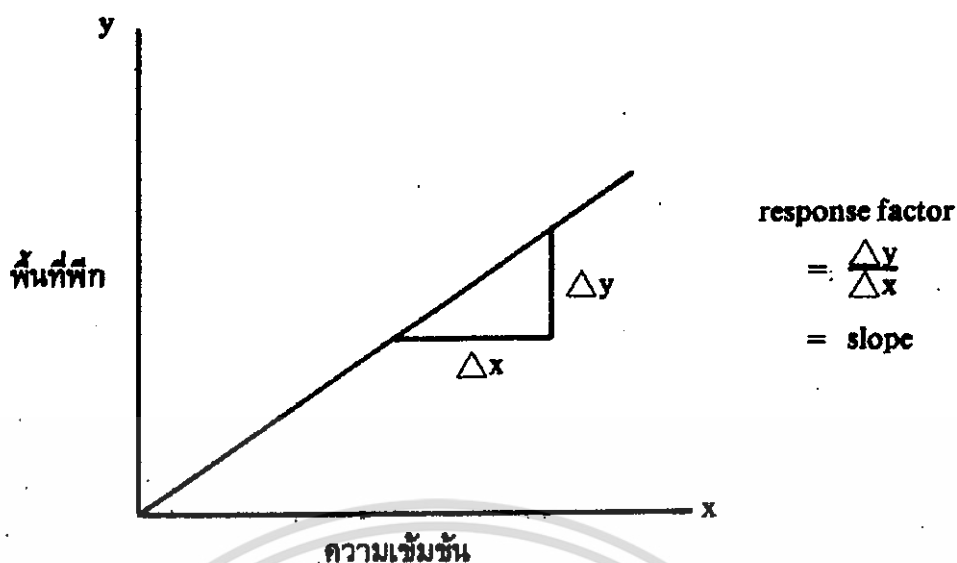
การทำ Normalization มีอยู่ด้วยกัน 2 แบบ คือ

1) การหา Area normalization แบบทั่วไป การจะใช้วิธีนี้ได้ สารที่ทำการวิเคราะห์นั้น จะต้องมีการตอบสนองต่อเครื่องตรวจวัดคล้ายกัน และสารต่างๆ ที่ผสมกันอยู่ในสารตัวอย่าง จะต้องถูกชะออกมาหมด 100% เช่น มีสารผสม A, B, C และ D จากพื้นที่พีคที่ได้ออกมา สามารถคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ของสารแต่ละชนิดได้โดยการคำนวณ

$$\%A = \frac{\text{พื้นที่พีคของ A}}{\text{ผลรวมของพื้นที่พีค}} \times 100$$

$$(A + B + C + D)$$

2) การหา Area normalization โดยใช้แฟกเตอร์การตอบสนอง (Response factor) ของเครื่องตรวจวัดของสารแต่ละชนิดมาคูณกับค่าพื้นที่พีค เพื่อให้พื้นที่พีคเหล่านั้นอยู่ในสภาวะเดียวกัน การหาค่าแฟกเตอร์การตอบสนองของสารแต่ละชนิดสามารถหาได้จากกราฟมาตรฐานเปรียบเทียบ โดยใช้สารที่ทราบปริมาณหรือน้ำหนักแน่นอน 3 ความเข้มข้นมาวิเคราะห์ด้วยลิกนิตโครมาโทกราฟี เพื่อหาพื้นที่พีคออกมา แล้วนำมาเขียนกราฟระหว่างความเข้มข้นกับพื้นที่พีค จะได้กราฟเป็นเส้นตรง ค่าความชันของกราฟนี้ คือ แฟกเตอร์การตอบสนองของสารนั้น ดังแสดงในรูปที่ ข.1



รูปที่ ข.1 ลักษณะของกราฟมาตรฐาน [35]

พื้นที่พิกที่แก้ไขแล้ว (Corrected area) ของสารแต่ละชนิดสามารถคำนวณได้จาก

$$\text{พื้นที่แก้ไขแล้วของสาร} = \frac{\text{พื้นที่พิกของสาร A}}{\text{แฟกเตอร์การตอบสนองของสาร A}}$$

แฟกเตอร์การตอบสนองต่อเครื่องตรวจวัด (R) สามารถอธิบายได้ด้วยความสัมพันธ์ข้างล่างนี้

$$C_i = R_i A_i$$

$$C = \text{ความเข้มข้น}$$

$$R = \text{แฟกเตอร์การตอบสนองต่อเครื่องตรวจวัด}$$

$$A = \text{พื้นที่พิก}$$

วิธีที่ง่ายที่สุดในการหาค่าแฟกเตอร์นี้สามารถทำได้โดยการวิเคราะห์สารละลายมาตรฐานที่มีสารต่างๆ ซึ่งมีความเข้มข้นเท่ากันผสมกันอยู่ เช่น มีสาร 3 ชนิดผสมกันอยู่ เมื่อวิเคราะห์ห่อออกมาได้พื้นที่พิกเป็น A_1 , A_2 และ A_3 ตามลำดับ

$$C_1 = R_1 A_1$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$C_2 = R_2 A_2$$

$$C_3 = R_3 A_3$$

แต่สารทั้งสามมีความเข้มข้นเท่ากัน $C_1 = C_2 = C_3$

$$R_1 A_1 = R_3 A_3$$

$$R_2 A_2 = R_3 A_3$$

$$\frac{R_1}{R_3} = \frac{A_3}{A_1}$$

$$\frac{R_2}{R_3} = \frac{A_3}{A_2}$$

ถ้าให้สารตัวที่ 3 เป็น "norm" โดยกำหนดให้มีค่า $R_3 = 1.00$ ดังนั้น ค่าแฟกเตอร์การตอบสนองสัมพัทธ์ของสารแต่ละชนิดสามารถคำนวณได้โดย

$$R_1 = \frac{A_3}{A_1}$$

$$R_2 = \frac{A_3}{A_2}$$

$$R_3 = \frac{A_3}{A_3} = 1.00$$

เพราะฉะนั้น เมื่อมีสารตัวอย่างที่มีสารต่างๆ ผสมกันอยู่ 3 ชนิด ก็จะสามารถหาความเข้มข้นของสารแต่ละชนิดได้ โดยวัดพื้นที่พิคของสารแต่ละชนิด สมมติว่าได้เป็น A_1^* , A_2^* และ A_3^* ตามลำดับ จากนั้นจะต้องหาค่าแฟกเตอร์การตอบสนองของแต่ละสาร

$$A_1^* R_1 + A_2^* R_2 + \dots A_i^* R_i + \dots A_n^* R_n = A_i^* R_i$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$C_i \% = \frac{A_i R_i}{A_i^* R_i} \times 100$$

2. Internal standard method

สิ่งสำคัญที่จะต้องพิจารณาในการเลือกเทคนิคนี้ คือ

- 1) สารที่จะใช้เป็น Internal standard จะต้องเป็นสารที่ไม่เป็นองค์ประกอบ หรือมีอยู่ในสารตัวอย่าง
- 2) สารที่เป็น Internal standard จะต้องแยกออกจากสารตัวอย่างได้อย่างสมบูรณ์ (Completely resolved)
- 3) Internal standard จะต้องเป็นสารบริสุทธิ์
- 4) Internal standard จะต้องเป็นสารที่ไม่ทำปฏิกิริยากับสารต่างๆ ที่เป็นองค์ประกอบของสารตัวอย่างนั้น
- 5) Internal standard ที่เติมลงไปนั้น ควรจะมีความเข้มข้นใกล้เคียงกับสารที่ต้องการหาปริมาณ
- 6) Internal standard ที่ใช้ควรจะต้องมีความสัมพันธ์เชิงเส้นตรงในช่วงของความเข้มข้นที่ต้องการวิเคราะห์ ซึ่งควรจะตรวจสอบดูเสียก่อน โดยลองทำการพามาตรฐานเปรียบเทียบ ดู 3-4 ตำแหน่ง

การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้ ใช้วิธีเติมสารมาตรฐานที่เป็นสารต่างชนิดกับสารตัวอย่างซึ่งเรียกว่า Internal standard ลงไปนี้ ต้องคำนึงถึงความเข้มข้นและปริมาตรที่เปลี่ยนแปลงไปด้วย เพราะจะต้องใช้ความสูงของพีคหรือพื้นที่พีคไปเปรียบเทียบกัน เทคนิคนี้ดีตรงที่ว่าสารต่างๆ ที่เป็นองค์ประกอบของสารตัวอย่างไม่จำเป็นที่จะต้องถูกชะออกมาหมดทุกตัว เพียงแต่สารที่สนใจจะวิเคราะห์และ Internal standard ที่เติมลงไปต้องถูกชะออกมาหมด

Internal standard methods ที่นิยมใช้กันมี 3 วิธี คือ

(1) ใช้วิธีที่เรียกว่า Classical method โดยซึ่งสารมาตรฐานแล้วผสมกับสารตัวอย่างที่ทราบน้ำหนักแล้ว

(2) ใช้วิธีที่เรียกว่า Stock solution method วิธีนี้ใช้ได้ดีเมื่อสารตัวอย่างนั้นทำการวิเคราะห์บ่อยๆ สารมาตรฐานจึงเตรียมไว้สำหรับใช้หลายครั้งเรียกว่าสารละลายสต็อก เมื่อทำการวิเคราะห์ก็สามารถปิเปตออกมาผสมกับสารละลายตัวอย่างได้เลย หรืออาจใช้เป็นสารละลายทำให้เจือจาง

(3) ใช้วิธีที่เรียกว่า Calibration plot method คือ ใช้สารละลายมาตรฐานหลายๆ ความเข้มข้น แล้วนำไปวิเคราะห์ เมื่อหาพื้นที่พีคที่แก้ไขแล้วได้ก็นำมาเขียนกราฟความสัมพันธ์กับความเข้มข้นเพื่อใช้หาปริมาณของสารในสารตัวอย่างต่อไป

Classical method การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้ก็คล้ายๆ กับวิธีที่ได้กล่าวมาแล้ว เช่น ถ้ามีสาร 2 ชนิด ผสมกันอยู่ในสารตัวอย่างในปริมาณแตกต่างกัน คือ

$$C_2 = R_2 A_2$$

$$C_1 = R_1 A_1$$

ถ้าสารตัวที่ 2 เป็น Internal standard ดังนั้น $R_2 = 1.00$

$$C_2 = R_2 A_2$$

$$C_1 = R_1 A_1$$

เมื่อเขียนใหม่ให้ $C_2 = C_{st}$ ($st = \text{standard}$)

$$C_1 = C_i \quad (i = \text{สารที่สนใจวิเคราะห์})$$

$$\frac{C_{st} R_1}{C_i} = \frac{A_{st}}{A_i}$$

ถ้าต้องการจะหาค่าแฟกเตอร์การตอบสนองสัมพัทธ์ของสาร i ให้วิเคราะห์สารตัวอย่างที่ทราบความเข้มข้น C_{st} และ C_i เมื่อได้พื้นที่พีคก็จะสามารถคำนวณหาค่า R_i ได้จากสูตร

$$R_i = \frac{C_i A_{st}}{C_{st} A_i}$$

เมื่อทราบค่า R_i ต้องการหาค่า C_i

$$C_i = \frac{A_i C_{st} R_i}{A_{st}}$$

ในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้ วิธีทำให้เกิดความสะดวกก็คือ ใช้ปริมาณของสารเท่ากัน ให้เครื่องตรวจวัดเหมือนกัน จะช่วยลดความผิดพลาดที่อาจเนื่องมาจากเครื่องตรวจวัดไม่เป็นเชิงเส้นได้

Stock solution method ในวิธีนี้สารละลายสต็อกซึ่งประกอบด้วย Internal standard และส่วนประกอบต่างๆ ที่สนใจจะถูกวิเคราะห์ โดยใช้สภาวะเดียวกันกับสารละลายตัวอย่างที่เติม Internal standard ให้มีความเข้มข้นเท่ากับสารละลายสต็อก ความเข้มข้นของสารที่สนใจสามารถคำนวณได้จากสมการ

$$C_i \% = \frac{A_{st} (stock) A_i (anal) C_i \% (stock)}{A_i (stock) A_{st} (anal)}$$

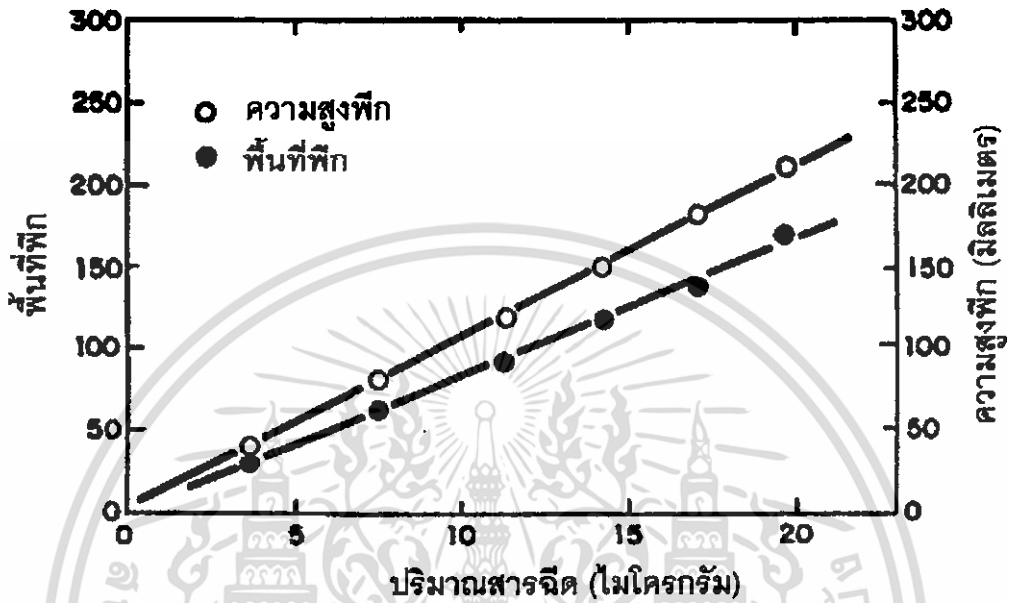
อักษรย่อ	<i>i</i>	หมายถึง สารที่เป็นองค์ประกอบที่สนใจ
	<i>st</i>	หมายถึง Internal standard
	<i>anal</i>	หมายถึง สารละลายตัวอย่าง
	<i>stock</i>	หมายถึง สารละลายสต็อก

เมื่อทราบน้ำหนักของสารตัวอย่างและปริมาตรของสารละลายตัวอย่าง ดังนั้น ความเข้มข้นของสารที่สนใจในสารตัวอย่างสามารถคำนวณได้

Internal standard plot method สำหรับวิธีการนี้ใช้วิธีเตรียมสารละลายของสารมาตรฐานหลาย ๆ ความเข้มข้น โดยประกอบด้วย Internal standard เท่ากันหมด แต่จะมีปริมาณของสารที่สนใจแตกต่างกัน เมื่อนำไปวิเคราะห์หาพื้นที่พีค จะเห็นว่าอัตราส่วนของพื้นที่พีคของสารที่สนใจต่อพื้นที่พีคของ Internal standard จะมีความสัมพันธ์กับอัตราส่วนของน้ำหนักของสารที่สนใจต่อน้ำหนักของ Internal standard เป็นเส้นตรง โดยที่คอลัมน์จะต้องไม่โอเวอร์โหลด (Over load) กราฟที่เขียนขึ้นมานี้ สามารถนำไปใช้หาปริมาณของสารตัวอย่างได้ เมื่อใช้ Internal standard ที่มีปริมาณเท่ากันเติมลงไปในการละลายตัวอย่างแต่ละชนิด แล้วนำของผสมเหล่านั้นไปวิเคราะห์ภายใต้สภาวะเดียวกัน อัตราส่วนของพื้นที่พีคสามารถคำนวณหาได้แล้วนำไปอ่านจากกราฟ แต่ความเข้มข้นของ Internal standard นั้นทราบแล้ว จึงสามารถคำนวณความเข้มข้นของสารตัวอย่างได้

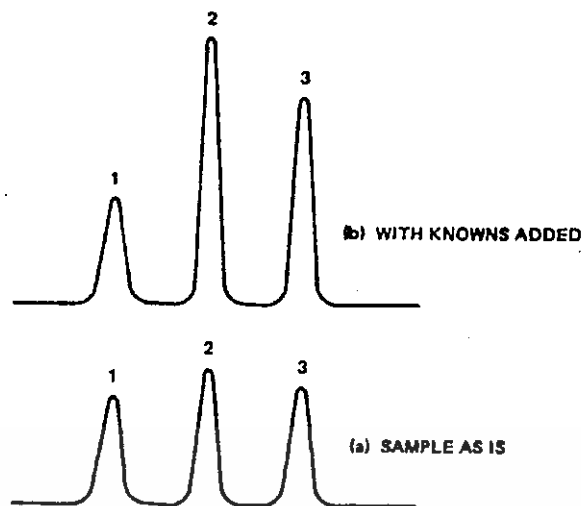
3. External standard methods เทคนิคนี้ไม่ค่อยยุ่งยากเท่า Internal standard method และขึ้นอยู่กับผู้ใช้ที่ต้องการความถูกต้องมากน้อยเพียงใด วิธีการวิเคราะห์ที่ใช้การทำกราฟมาตรฐาน เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เปรียบเทียบจากสารมาตรฐานที่ใช้ความเข้มข้นต่างๆ กันกับความสูงของพีคหรือพื้นที่พีค การหาปริมาณของสารตัวอย่างนั้น ทำการวิเคราะห์โดยใช้สภาวะเดียวกันกับสารมาตรฐาน ความสูงของพีคหรือพื้นที่พีคนำไปอ่านจากกราฟมาตรฐานเปรียบเทียบได้เลย ลักษณะของกราฟมาตรฐานเปรียบเทียบมีลักษณะดังรูปที่ ข.2



รูปที่ ข.2 External standard calibration plot [35]

4. Standard addition method เทคนิคนี้อาจถือได้ว่าเป็นเทคนิครวมกันของ Internal และ External standard methods โดยทั่วไป เทคนิคนี้จะใช้เมื่อเครื่องตรวจวัดให้ผลการวิเคราะห์ไม่เป็นเชิงเส้น และมักจะใช้วิเคราะห์เมื่อสารตัวอย่างมีเพียง 2-3 ชนิดปนกันเท่านั้น โดยครั้งแรกวิเคราะห์สารตัวอย่างก่อนแล้วนำสารตัวอย่างนี้มาเติมสารมาตรฐานที่ทราบปริมาณแน่นอนลงไป แล้ววิเคราะห์ใหม่ ดังแสดงในรูปที่ ข.3 เป็นโครมาโทแกรมของสารตัวอย่างซึ่งมี 3 พีค และต้องการจะหาเพียง 2 พีคหลังเท่านั้น เมื่อเติมสารตัวอย่างที่ 2 และสารตัวที่ 3 ลงไปโดยรู้ปริมาณแน่นอนแล้วนำไปวิเคราะห์ใหม่ได้โครมาโทแกรมตามรูป ข.3(ข)



รูปที่ ข.3 โครมาโทแกรม (ก) ของสารตัวอย่างซึ่งมีสาร 3 ชนิด

(ข) ของสารตัวอย่างเมื่อเติมสารมาตรฐานตัวที่ 2 และ 3 ลงไป [35]

$$X_a = \frac{\text{ความสูงของ } 2a}{\text{ความสูงของ } 1a}$$

$$X_b = \frac{\text{ความสูงของ } 2b}{\text{ความสูงของ } 1b}$$

เมื่อ

- 1a = พีคของสารชนิดที่ 1 ก่อนเติมสารมาตรฐาน
- 2a = พีคของสารชนิดที่ 2 ก่อนเติมสารมาตรฐาน
- 1b = พีคของสารชนิดที่ 1 หลังเติมสารมาตรฐาน
- 2b = พีคของสารชนิดที่ 2 หลังเติมสารมาตรฐาน

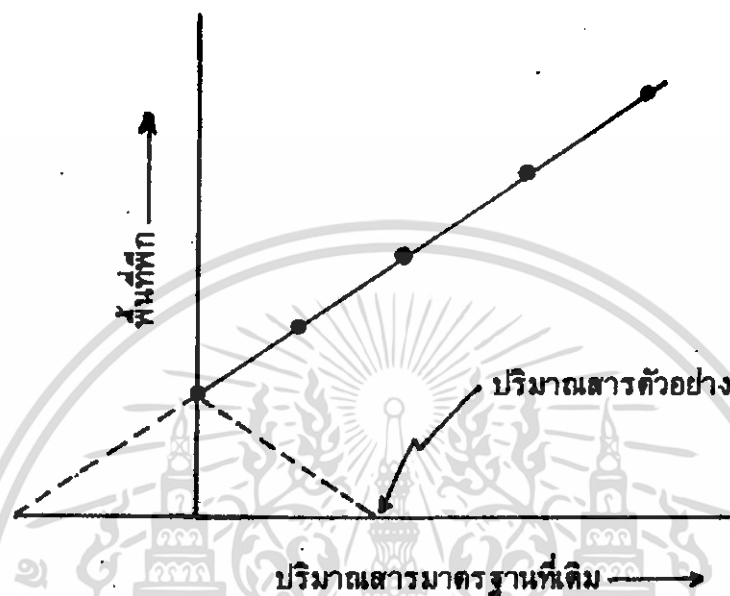
$$X_a - X_b = X_{\text{added}}$$

$$\frac{Y_{\text{added}} X_a}{X_{\text{added}}} = Y_{\text{unknown}}$$

จากสมการนี้เราจะสามารถคำนวณหาปริมาณของสาร Y ได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หรืออาจใช้วิธีทำ Standard addition calibration curve โดยเติมสารมาตรฐานที่มีปริมาณต่างๆ กันลงในสารตัวอย่าง แล้วนำไปวิเคราะห์ใหม่ วัดพื้นที่พีคแล้วเขียนกราฟกับปริมาณของสารมาตรฐานที่เติมลงไป จะได้กราฟดังรูปที่ ๒.4 จุดตัดแกน X คือปริมาณของสารตัวอย่าง



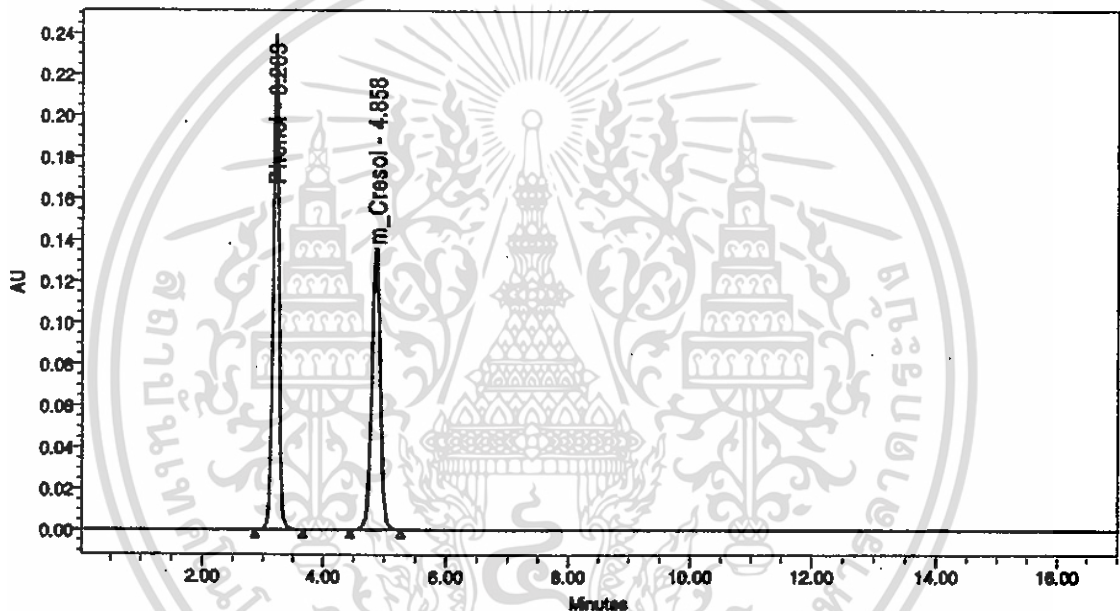
รูปที่ ๒.4 Standard addition calibration curve [35]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ค

โครมาโทแกรมของสารตัวอย่าง แสดงรีเทนชันไทม์ (RT) ของพิก พื้นที่พิก ความสูงพิก และปริมาณสาร (ส่วนในล้านส่วน)

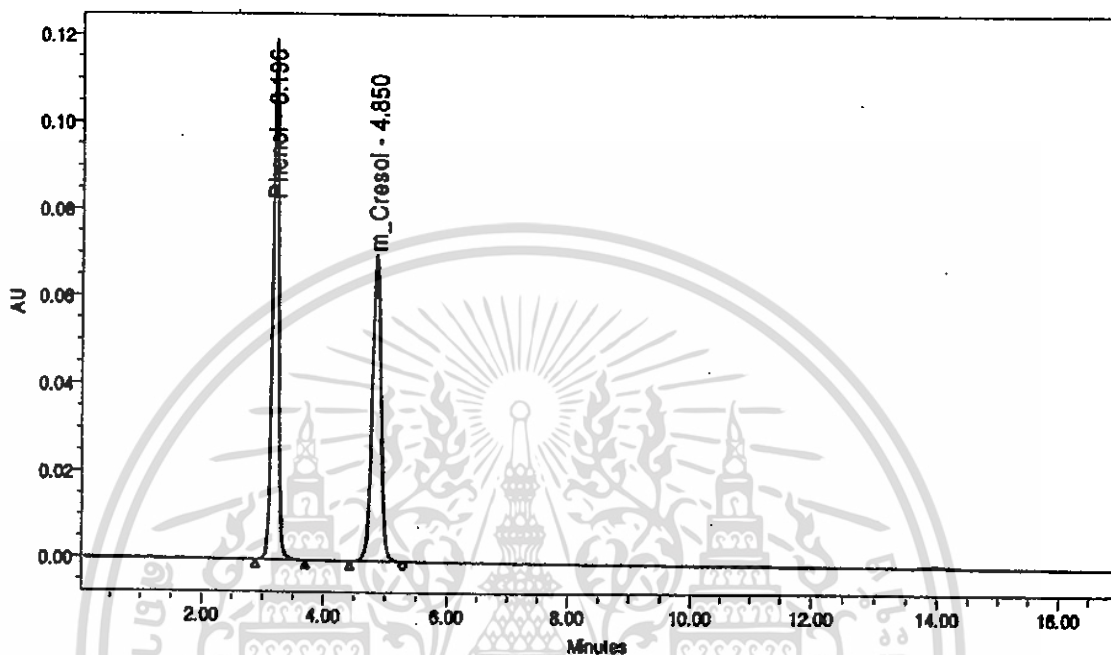
SAMPLE INFORMATION	
Sample Name:	Standard phenols 1000 ppm
Injection Volume:	5.00 µl
Run Time:	17.00 Minutes



	Peak Name	RT (min)	Area (µV × sec)	% Area	Height (µV)	% Height	Amount	Units
1	Phenol	3.203	1607152	54.82	238246	63.39	1000.000	ppm
2	m-Cresol	4.858	1316972	44.92	137213	36.51	1000.000	ppm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

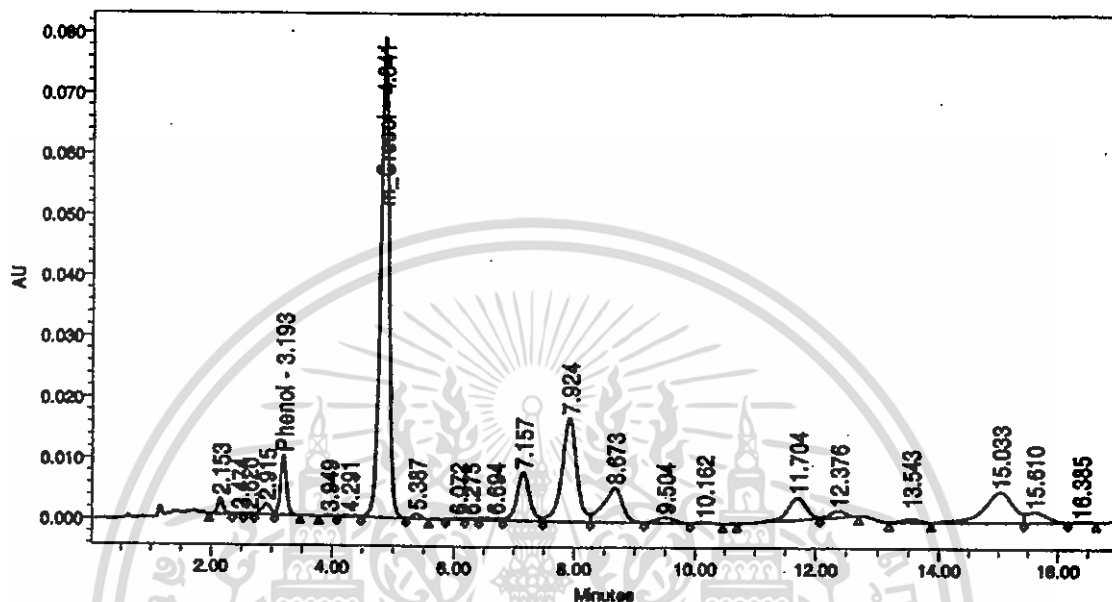
SAMPLE INFORMATION	
Sample Name:	Standard phenols 500 ppm
Injection Volume:	5.00 μ l
Run Time:	17.00 Minutes



	Peak Name	RT (min)	Area (μ V \times sec)	% Area	Height (μ V)	% Height	Amount	Units
1	Phenol	3.196	819249	54.40	118949	62.79	500.000	ppm
2	m-Cresol	4.850	679217	45.10	70106	37.01	500.000	ppm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

SAMPLE INFORMATION	
Sample Name:	Extract phase
Injection Volume:	5.00 μ l
Run Time:	17.00 Minutes



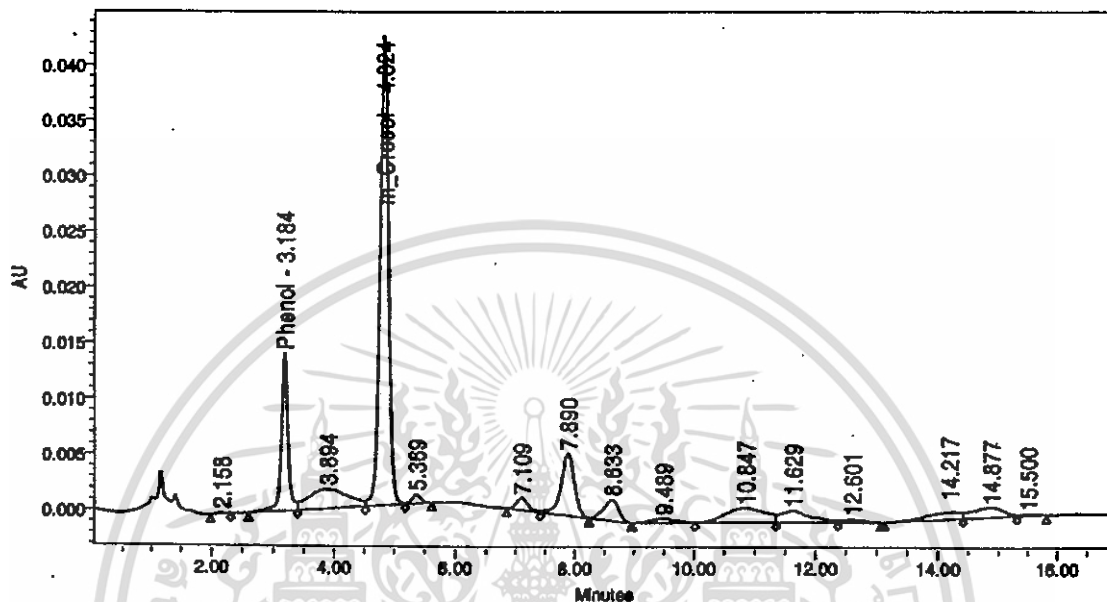
	Peak Name	RT (min)	Area (μ V \times sec)	% Area	Height (μ V)	% Height	Amount	Units
1		2.153	16357	0.91	2551	1.82		
2		2.474	1402	0.08	154	0.11		
3		2.620	1959	0.11	225	0.16		
4		2.915	18584	1.03	1792	1.28		
5	Phenol	3.193	67636	3.77	9798	7.00	41.921	ppm
6		3.949	2177	0.12	216	0.15		
7		4.291	4995	0.28	256	0.18		
8	m-Cresol	4.841	772471	43.01	79307	56.63	582.881	ppm
9		5.387	7735	0.43	841	0.60		
10		6.072	3806	0.21	287	0.20		
11		6.275	3972	0.22	300	0.21		
12		6.694	9034	0.50	444	0.32		

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

	Peak Name	RT (min)	Area ($\mu\text{V} \times \text{sec}$)	% Area	Height (μV)	% Height	Amount	Units
13		7.157	118827	6.62	7935	5.67		
14		7.924	288914	16.09	17049	12.17		
15		8.673	125078	6.96	5651	4.04		
16		9.504	20932	1.17	911	0.65		
17		10.162	4995	0.28	297	0.21		
18		11.704	79112	4.41	3599	2.57		
19		12.376	19890	1.11	1077	0.77		
20		13.543	11285	0.63	595	0.42		
21		15.033	172621	9.61	4967	3.55		
22		15.610	42367	2.36	1699	1.21		
23		16.385	1692	0.09	97	0.07		

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

SAMPLE INFORMATION	
Sample Name:	Water phase
Injection Volume:	5.00 μ l
Run Time:	17.00 Minutes



	Peak Name	RT (min)	Area (μ V \times sec)	% Area	Height (μ V)	% Height	Amount	Units
1		2.158	1539	0.17	161	0.22		
2	Phenol	3.184	107976	11.62	14031	19.35	66.924	ppm
3		3.894	78656	8.47	1740	2.40		
4	m-Cresol	4.824	411683	44.32	42437	58.51	310.642	ppm
5		5.369	8315	0.90	794	1.09		
6		7.109	15143	1.63	1090	1.50		
7		7.890	88201	9.50	5595	7.71		
8		8.633	33546	3.61	1093	2.62		
9		9.489	13088	1.41	392	0.54		
10		10.847	62458	6.72	1318	1.82		
11		11.629	37976	4.09	1063	1.47		

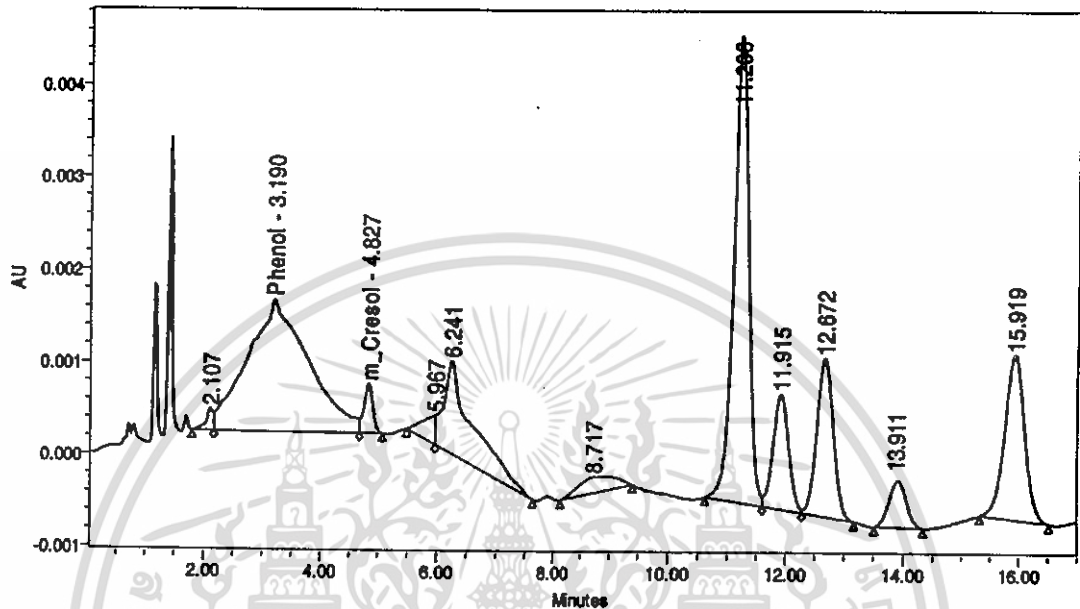
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

	Peak Name	RT (min)	Area ($\mu\text{V} \times \text{sec}$)	% Area	Height (μV)	% Height	Amount	Units
12		12.601	7451	0.80	259	0.41		
13		14.217	26129	2.81	655	0.90		
14		14.877	33601	3.62	902	1.24		
15		15.500	3093	0.33	150	0.21		



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

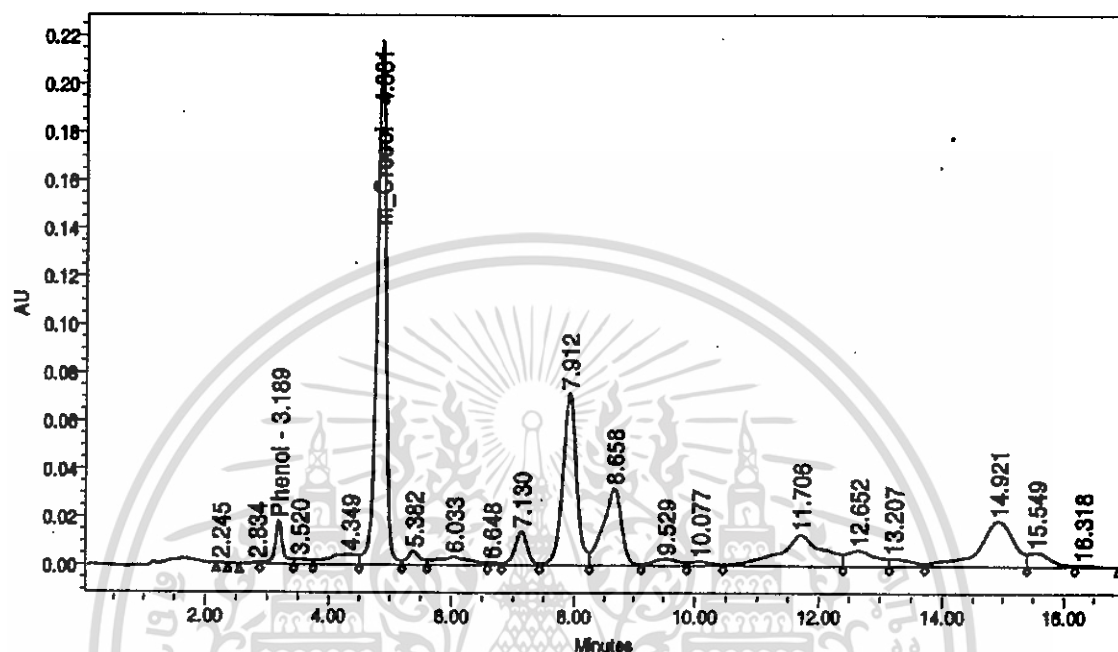
SAMPLE INFORMATION	
Sample Name:	Methanol solution
Injection Volume:	5.00 μ l
Run Time:	17.00 Minutes



	Peak Name	RT (min)	Area (μ V \times sec)	% Area	Height (μ V)	% Height	Amount	Units
1		2.107	2026	0.56	236	1.69		
2	Phenol	3.190	103384	28.83	1430	10.22	64.077	ppm
3	m-Cresol	4.827	5726	1.60	536	3.83	4.321	ppm
4		5.967	4631	1.29	316	2.26		
5		6.241	34129	9.52	1002	7.16		
6		8.717	7797	2.17	174	1.24		
7		11.206	91037	25.39	5051	36.09		
8		11.915	23299	6.50	1246	8.90		
9		12.672	33141	9.24	1715	12.25		
10		13.911	10352	2.89	507	3.62		
11		15.919	43092	12.02	1783	12.74		

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

SAMPLE INFORMATION	
Sample Name:	Oil 1
Injection Volume:	5.00 μ l
Run Time:	17.00 Minutes



Peak	Peak Name	RT (min)	Area (μ V \times sec)	% Area	Height (μ V)	% Height	Amount	Units
1		2.245	1309	0.02	238	0.06		
2		2.834	5529	0.08	731	0.17		
3	Phenol	3.189	159468	2.35	17728	4.19	98.838	ppm
4		3.520	37919	0.56	2173	0.51		
5		4.349	143908	2.12	4234	1.00		
6	m-Cresol	4.831	2171677	31.98	217210	51.32	638.675	ppm
7		5.382	79708	1.17	5691	1.34		
8		6.033	130009	1.91	3407	0.80		
9		6.648	15713	0.23	1204	0.28		
10		7.130	203415	3.00	14047	3.32		
11		7.912	1142291	16.82	71777	16.96		
12		8.658	698460	10.28	32222	7.61		

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นอนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

	Peak Name	RT (min)	Area ($\mu\text{V} \times \text{sec}$)	% Area	Height (μV)	% Height	Amount	Units
13		9.529	84486	1.24	2850	0.67		
14		10.077	44744	0.66	1751	0.41		
15		11.706	638305	9.40	12877	3.04		
16		12.652	218435	3.22	6448	1.52		
17		13.207	78125	1.15	3169	0.75		
18		14.921	770892	11.35	18853	4.45		
19		15.549	152474	2.25	5952	1.41		
20		16.318	14840	0.22	672	0.16		



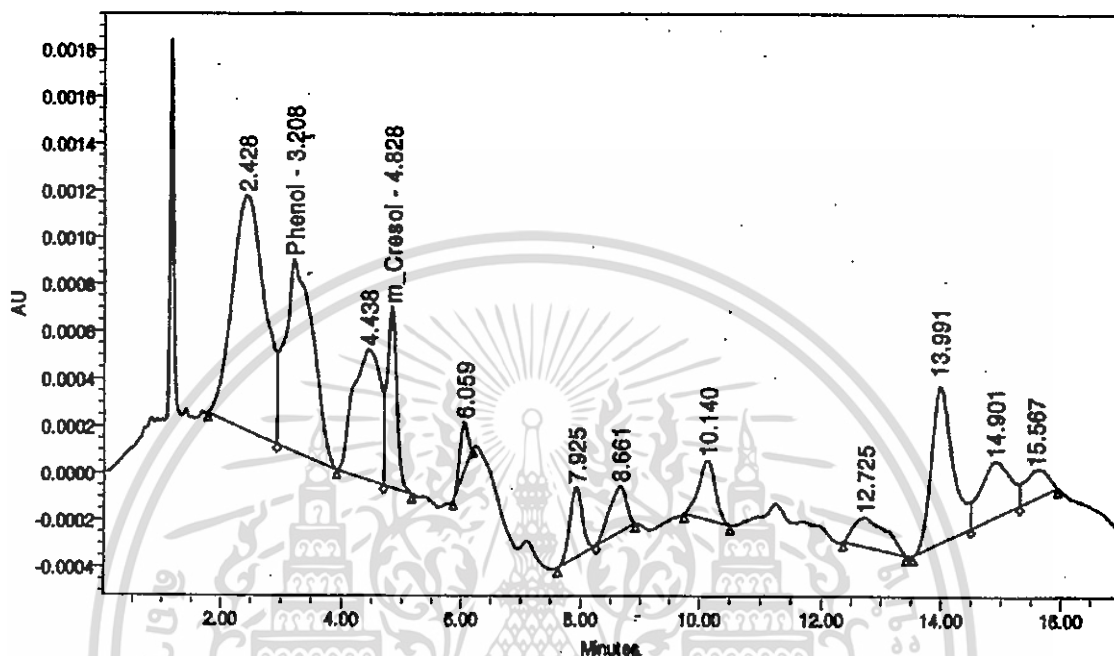
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

	Peak Name	RT (min)	Area ($\mu\text{V} \times \text{sec}$)	% Area	Height (μV)	% Height	Amount	Units
12		9.496	17493	1.10	799	0.67		
13		10.209	41723	2.63	1062	0.88		
14		11.678	78986	4.99	3319	2.76		
15		12.359	30047	1.90	1365	1.14		
16		12.726	16985	1.07	866	0.72		
17		13.531	16535	1.04	730	0.61		
18		13.975	4515	0.29	252	0.21		
19		15.004	120735	7.62	4180	3.48		
20		15.607	38663	2.44	1474	1.23		



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

SAMPLE INFORMATION	
Sample Name:	Raffinate 1
Injection Volume:	5.00 μ l
Run Time:	17.00 Minutes



	Peak Name	RT (min)	Area (μ V \times sec)	% Area	Height (μ V)	% Height	Amount	Units
1		2.428	37289	27.19	996	19.03		
2	Phenol	3.208	26148	19.07	812	15.51	16.214	ppm
3		4.438	17048	12.43	550	10.51		
4	m-Cresol	4.828	8597	6.27	767	14.65	6.496	ppm
5		6.059	1928	1.41	206	3.94		
6		7.925	4268	3.11	299	5.71		
7		8.661	3893	2.84	196	3.74		
8		10.140	4876	3.56	255	4.87		
9		12.725	4895	3.57	124	2.37		
10		13.991	16543	12.09	666	12.72		
11		14.901	8339	6.08	241	4.60		
12		15.567	3298	2.41	123	2.35		

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-นามสกุล	นายบัณฑิตย์ ศรีสังข์งาม
วัน เดือน ปีเกิด	19 สิงหาคม 2515
ที่อยู่	40 ถ.ขุนราม ตำบลท่าพี่เลี้ยง อำเภอเมือง จังหวัดสุพรรณบุรี 72000
ประวัติการศึกษา	2540 วิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาเคมี มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ ประสานมิตร 2540 มนุษยศาสตร์บัณฑิต สาขาสื่อสารมวลชน มหาวิทยาลัยรามคำแหง
ผลงานวิจัย	1) "การปรับปรุงคุณภาพน้ำมันจากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์เพื่อใช้เป็นเชื้อเพลิงทดแทน" การประชุมเสนอผลงานวิจัยระดับบัณฑิตศึกษา ครั้งที่ 1. มิถุนายน 2543. 2) "การแยกสารประกอบฟีนอลในผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสลายน้ำมันจากเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์" วารสารวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่. ฉบับที่ 11, เล่มที่ 3, ตุลาคม - ธันวาคม 2546.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้