

การเตรียมไฟเบอร์สำหรับสกัดสารปริมาณน้อยโดยใช้เทคนิค โซล-เจล
เพื่อใช้ในการวิเคราะห์น้ำมันหอมระเหยจากพืชตระกูลขิง

PREPARATION OF SPME FIBER USING SOL-GEL TECHNIQUE FOR
ANALYSIS OF ESSENTIAL OIL FROM ZINGIBERACEAE

อุบล ฤกษ์อำ
UBON RERK-AM

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาเคมี

บัณฑิตวิทยาลัย

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

พ.ศ. 2547

ISBN 974-9708-14-8

การเตรียมไฟเบอร์สำหรับสกัดสารปริมาณน้อยโดยใช้เทคนิค โซล-เจล
เพื่อใช้ในการวิเคราะห์น้ำมันหอมระเหยจากพืชตระกูลขิง

PREPARATION OF SPME FIBER USING SOL-GEL TECHNIQUE FOR
ANALYSIS OF ESSENTIAL OIL FROM ZINGIBERACEAE



อุบล ฤกษ์อำ
UBON RERK-AM

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาเคมี
บัณฑิตวิทยาลัย
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

พ.ศ. 2547

ISBN 974-9708-14-8

เลขหมู่.....
เลขทะเบียน.....51637
วัน,เดือน,ปี 26.0.ค. 2547



PREPARATION OF SPME FIBER USING SOL-GEL TECHNIQUE FOR
ANALYSIS OF ESSENTIAL OIL FROM ZINGIBERACEAE

UBON RERK-AM

A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENT FOR THE DEGREE OF
MASTER OF SCIENCE IN CHEMISTRY
SCHOOL OF GRADUATE STUDIES
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG
2004
ISBN 974-9708-14-8

COPYRIGHT 2004

SCHOOL OF GRADUATE STUDIES

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การเตรียมไฟเบอร์สำหรับสกัดสารปริมาณน้อยโดยใช้เทคนิคโซล-เจล เพื่อใช้ในการวิเคราะห์น้ำมันหอมระเหยจากพืชตระกูลขิง
นักศึกษา	นางสาวอุบล ฤกษ์อำ
รหัสประจำตัว	44065506
ปริญญา	วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชา	เคมี (เคมีวิเคราะห์)
พ.ศ.	2547
อาจารย์ผู้ควบคุมวิทยานิพนธ์	ผศ.ดร. สุวรรณ ไชยสิทธิ์

บทคัดย่อ

ไฟเบอร์ Solid-Phase Microextraction 2 ชนิด เตรียมโดยใช้วิธี sol-gel ซึ่งผิวด้านนอกของ fused silica fiber เคลือบด้วยชั้น sol-gel ของ polydimethylsiloxane (PDMS) และ polyethylene glycol (PEG) โดยทำการวิเคราะห์ด้วย FT-IR ลักษณะพื้นที่ผิวและความหนาของชั้นฟิล์มบางพอลิเมอร์เมื่อวัดและวิเคราะห์ด้วย SEM มีค่าประมาณ 10 ไมโครเมตร เมื่อนำไฟเบอร์ทั้งสองชนิดไปวิเคราะห์ด้วย TGA พบว่ามีความคงทนต่อความร้อนได้มากกว่า 280 °C สารสกัดที่ได้นำเข้าช่องฉีดสารตัวอย่างของ GC-MS และ GC-FID ด้วย SPME-holder ที่ได้สร้างขึ้นโดยสามารถเปลี่ยนไฟเบอร์ได้ง่าย เมื่อนำไฟเบอร์ทั้งสองชนิดไปสกัดสารมาตรฐานน้ำมันหอมระเหยผสมของ limonene, γ -terpinene, safrole และ thymol พบว่ามีค่าขีดจำกัดในการตรวจวัด 0.08-1.00 นาโนกรัม/มิลลิลิตร ขีดจำกัดในการตรวจวิเคราะห์ปริมาณ 0.25-3.33 นาโนกรัม/มิลลิลิตร ค่า reproducibility มีค่าร้อยละ 2.79-7.90 (n=5) ช่วงความสัมพันธ์ที่เป็นเส้นตรงอยู่ในช่วง 1.0-500 นาโนกรัม/มิลลิลิตร และค่า reproducibility ของไฟเบอร์ต่อไฟเบอร์ชนิดเดียวกัน มีค่าร้อยละ 18.92-35.77 สัมประสิทธิ์การพาร์ติชันของทั้งสองไฟเบอร์ต่อสารประกอบที่ใช้ในการวิเคราะห์มีค่าต่ำมากซึ่งขึ้นอยู่กับอุณหภูมิ เวลาที่ใช้ในการสกัด ชนิดของสารประกอบที่ต้องการวิเคราะห์และชนิดของฟิล์มบางพอลิเมอร์ที่เคลือบบนไฟเบอร์ ซึ่งในงานวิจัยนี้ นำเทคนิค SPME (โดยใช้ไฟเบอร์ที่ผลิตได้ทั้งสองชนิด คือ sol-gel PEG และ solgel PDMS), Purge and Trap และ วิธีการต้มกลั่นมาใช้ในการสกัดสารหอมระเหยจากส่วนของเหง้า ราก ใบ และ ดอก ของ กระชายเหลือง กระชายแดง เปราะหอม และ กระชายดำ ซึ่งเป็นพืชที่อยู่ในตระกูลขิง พบว่าไฟเบอร์ทั้งสองชนิดสามารถสกัดสารหอมระเหยในกลุ่ม monoterpene

hydrocarbon, monoterpene oxygenate, sesquiterpene hydrocarbon, sesquiterpene oxygenate, aliphatic hydrocarbon และ ester ได้ดี

Thesis Title	Preparation of SPME Fiber using Sol-Gel Technique for Analysis of Essential Oil from Zingiberaceae.
Student	Miss Ubon Rerk-am
Student ID	44065506
Degree	Master of Science
Programme	Chemistry (Analytical Chemistry)
Thesis Advisor	Asst. Prof. Dr. Suwan Chaiyasith

ABSTRACT

Two type of solid-phase microextraction (SPME) fibers were prepared by the sol-gel method which is outer surface of fused silica fiber coated with a bonded sol-gel layer of PDMS and PEG. The coating was analyzed with FT-IR. A surface and thickness of polymer coating were investigated by scanning electron microscope (SEM). The thickness of fiber was approximate 10 μm . The thermal stability of fiber was measured by TGA. It was found that the fiber could stand more than 280 °C. The extracted analytes were transferred to GC-MS and GC-FID injector using an in-house-designed SPME-Holder which is easily changed SPME fiber. Detectection limit of two fiber was investigated using a standard essential oil mixture of limonene, γ -terpinene, safrole and thymol. Limits of detection for all compounds are 0.08-1.00 ng/ml and Limits of Quantitation 0.25-3.33 ng/ml , reproducibility was from 2.79 to 7.90 % (n=5). Linear ranges were found to be 1-500 ng/ml and reproducibility of fiber-to-fiber was 11.04-35.62 %. The partition coefficient (K) of fiber for all compounds was very low. It depends on temperature and time in extraction process, type of compounds and type of polymer coating. In this study, two SPME fibers, Purge and Trap technique and Hydro-distillation method were used to extraction volatile oil compounds from rhizome, root, leaf and flower of Zingiberaceae, *Boesenbergia pandurata* (Roxb.) Schltr., *Boesenbergia rotunda* (Linn.) Mansf., *Kaempferia galanga* Linn. and *Kaempferia parviflora* Wall. The extraction efficiency of both SPME fibers was excellent for all compounds of monoterpene

hydrocarbon, monoterpene oxygenate, sesquiterpene hydrocarbon, sesquiterpene oxygenate, aliphatic hydrocarbon, and ester.

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จลุล่วงได้อย่างดีด้วยคำปรึกษาแนะนำจาก ผศ.ดร. สุวรรณ ไชยสิทธิ์ ซึ่งเป็นอาจารย์ผู้ควบคุมวิทยานิพนธ์ ผู้วิจัยรู้สึกซาบซึ้งในความอนุเคราะห์จากท่านและขอขอบพระคุณเป็นอย่างสูง

ขอขอบพระคุณ ดร. วิบูลย์ ประดิษฐ์เวียงคำ ดร. สุวรรณี จรรยาพูน และ ดร. พนา โลหะทรัพย์ทวี ที่ให้ข้อคิดเห็นและข้อเสนอแนะตลอดจนช่วยตรวจรายละเอียดต่าง ๆ ในวิทยานิพนธ์ฉบับนี้

ขอขอบคุณฝ่ายเภสัชและผลิตภัณฑ์ธรรมชาติ สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย ที่ให้ความอนุเคราะห์ค่าใช้จ่าย สารเคมี อุปกรณ์ เครื่องมือ และสถานที่สำหรับการวิจัย และขอขอบคุณศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติที่ให้ทุนอุดหนุนการวิจัยพัฒนาและวิศวกรรมประจำปี 2545 เป็นค่าใช้จ่ายในการทำการศึกษาวิจัยนี้

ขอขอบพระคุณนายทวีศักดิ์ สุนทรธรรณศาสตร์ ผู้อำนวยการฝ่ายเภสัชและผลิตภัณฑ์ธรรมชาติ นางศิรินันท์ ทับทิมเทศ ดร. ศิริเพ็ญ จิริเกษม ดร.ชวลีรัตน์ บรรจงลิขิตกุล นายพงศธร หลิมศิริวงศ์ นางสาววิภาพร พัฒเวทย์ นางสาวพรเพ็ญ ศิริดำรงค์ นางสาวเดือนดา เสมาทอง นางเพ็ญใจ เสมาทอง และ พี่ ๆ น้อง ๆ ทุกท่านในฝ่ายเภสัชและผลิตภัณฑ์ธรรมชาติ นายดำรงศักดิ์ เจษฎาภัทรกุล เพื่อน ๆ น้อง ๆ นักศึกษาปริญญาโท ภาควิชาเคมี และนางสาวอรอุมา เกตุชาติ และนักวิทยาศาสตร์จากศูนย์เครื่องมือคณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังที่คอยให้คำปรึกษา ความช่วยเหลือ และกำลังใจตลอดช่วงเวลาในการทำวิจัย และขอขอบคุณนายวิมลทรัพย์ส่งสุข ที่กรุณาช่วยเขียนแบบ SPME holder และนายดำรงชัย สิทธิสำอางค์ ที่กรุณาสร้าง water bath สำหรับใช้ในการทำการวิจัยจนสำเร็จลุล่วงเป็นอย่างดี

สุดท้ายขอกราบขอบพระคุณบิดา มารดา และบุคคลในครอบครัวเป็นอย่างสูงที่คอยให้ความช่วยเหลือและเป็นกำลังใจอย่างดีมาตลอดจนสำเร็จการศึกษา

คุณค่าและประโยชน์อันใดที่เกิดจากวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ ผู้วิจัยขอมอบแด่ผู้มีพระคุณทุกท่าน

อุบล ฤกษ์อำ

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	III
กิตติกรรมประกาศ.....	V
สารบัญ.....	VI
สารบัญตาราง.....	XI
สารบัญรูป.....	XIV
รายการคำย่อและสัญลักษณ์.....	XVI
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและแรงจูงใจในการทำการวิจัย.....	1
1.2 ความมุ่งหมายและวัตถุประสงค์.....	2
1.3 ขอบเขตในการทำการวิจัย.....	3
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	5
2.1 หลักการของ Solid-Phase microextraction (SPME).....	5
2.2 หลักการของกระบวนการ sol-gel.....	7
2.3 หลักการของ Purge and Trap.....	13
2.4 น้ำมันหอมระเหย.....	14
2.5 พืชหอมที่ใช้ในการวิจัย.....	16
2.5.1 กระชายเหลือง.....	16
2.5.2 กระชายแดง.....	18
2.5.3 เปราะหอม.....	19
2.5.4 กระชายดำ.....	20
2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องในการทำการวิจัย.....	22

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
บทที่ 3 การดำเนินการวิจัย.....	21
3.1 สารเคมี และอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย.....	24
3.1.1 สารเคมี.....	24
3.1.2 เครื่องมือ และอุปกรณ์.....	24
3.2 วิธีการทดลอง.....	25
3.2.1 วิธีเตรียม SPME fiber.....	24
3.2.2 การศึกษาคุณลักษณะของไฟเบอร์.....	27
3.2.3 ขั้นตอนการหาค่าขีดจำกัดในการตรวจวัด (limits of detection, LODS), ขีดจำกัดในการตรวจวิเคราะห์ปริมาณ (limits of quantitation, LOQs), ค่า reproducibility และช่วงความสัมพันธ์ที่เป็นเส้นตรง (linear range) และ สัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (correlation coefficient, r^2).....	28
3.2.4 การหาค่าสัมประสิทธิ์การพาร์ติชัน (partition coefficient).....	30
3.2.5 การสกัดสารหอมระเหยจากพืชสดด้วย SPME.....	30
3.2.6 การกลั่นน้ำมันหอมระเหย และวิเคราะห์องค์ประกอบ.....	31
3.2.7 การสกัดและวิเคราะห์องค์ประกอบของสารหอมระเหยด้วย Purge and Trap/GC-FID.....	32
3.2.8 การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยโดยใช้เทคนิค GC-MS.....	33
3.2.9 การเปรียบเทียบประสิทธิภาพในการสกัดสารหอมระเหยโดยใช้ไฟเบอร์ ทั้งสองชนิดกับเทคนิค Purge and Trap และ น้ำมันหอมระเหยที่ได้จาก วิธีการต้มกลั่น โดยใช้เทคนิค GC-FID.....	34
บทที่ 4 ผลและวิจารณ์ผลการทดลอง.....	35
4.1 ผลการศึกษาคุณลักษณะของไฟเบอร์.....	35

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

4.2 ผลการหาขีดจำกัดในการตรวจวัด (limits of detection, LODs), ขีดจำกัดในการตรวจวิเคราะห์ปริมาณ (limits of quantitation, LOQs), reproducibility, ช่วงความสัมพันธ์ที่เป็นเส้นตรง (linear range) และสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (correlation coefficient, r^2).....	42
4.3 ผลการหาค่าสัมประสิทธิ์การพาร์ติชัน (partition coefficient).....	46
4.4 ผลการสกัดน้ำมันหอมระเหยจากส่วนของเหง้า และรากของกระชายเหลือง กระชายแดง เปราะหอม และกระชายดำโดยใช้วิธีการต้มกลั่น.....	47
4.5 ผลการวิเคราะห์ห้องค้ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยจากวิธีการต้มกลั่น และ SPME โดยใช้ไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG ด้วยเทคนิค GC-MS.....	48
4.6 ผลการวิเคราะห์ห้องค้ประกอบทางเคมีและเปรียบเทียบประสิทธิภาพในการสกัด สารหอมระเหยจากวิธีการต้มกลั่น Purge and Trap technique และ SPME โดยใช้ไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG ด้วยเทคนิค GC-FID.....	67
บทที่ 5 บทสรุปและข้อเสนอแนะ.....	76
5.1 สรุปผลการวิจัย.....	76
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	77
เอกสารอ้างอิง.....	78
ภาคผนวก ก.....	84
ก.1 IR-spectrum ของ PDMS, PEG, MTOS และ PMHS ซึ่งเป็นสารบริสุทธิ์ที่ใช้เป็น สารตั้งต้นในการเตรียมเฟสอยู่กับที่โดยใช้วิธี sol-gel.....	84
ก.2 Isotherm และสภาวะที่ใช้ในการหาพื้นที่ผิวโดยใช้ BET surface analysis.....	86
ก.3 การวิเคราะห์ห้องค้ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยโดยใช้วิธี GC-FID.....	88
ก.4 การหาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการสกัดสาร (sample purge temperature) โดยใช้เทคนิค Purge and Trap โดยทำการวิเคราะห์ด้วย GC-FID.....	92

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

ภาคผนวก ข.....	94
ข.1 โครมาโทแกรมผลการวิเคราะห์ห้องค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยในน้ำมันหอมระเหยที่ได้จากวิธีการต้มกลั่น และจากการสกัดด้วย SPME (ไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG) โดยใช้ GC-MS ในกระชายเหลือง.....	94
ข.2 โครมาโทแกรมผลการวิเคราะห์ห้องค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยในน้ำมันหอมระเหยที่ได้จากวิธีการต้มกลั่น และจากการสกัดด้วย SPME (ไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG) โดยใช้ GC-MS ในกระชายแดง.....	99
ข.3 โครมาโทแกรมผลการวิเคราะห์ห้องค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยในน้ำมันหอมระเหยที่ได้จากวิธีการต้มกลั่น และจากการสกัดด้วย SPME (ไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG) โดยใช้ GC-MS ในเปราะหอม.....	104
ข.4 โครมาโทแกรมผลการวิเคราะห์ห้องค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยในน้ำมันหอมระเหยที่ได้จากวิธีการต้มกลั่น และจากการสกัดด้วย SPME (ไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG) โดยใช้ GC-MS ในกระชายดำ.....	109
ข.5 โครมาโทแกรมผลการวิเคราะห์ห้องค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยในน้ำมันหอมระเหยที่ได้จากวิธีการต้มกลั่น จากการศึกษาด้วย SPME (ไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG) และ Purge and Trap โดยใช้ GC-FID ในกระชายเหลือง.....	114
ข.6 โครมาโทแกรมผลการวิเคราะห์ห้องค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยในน้ำมันหอมระเหยที่ได้จากวิธีการต้มกลั่น จากการศึกษาด้วย SPME (ไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG) และ Purge and Trap โดยใช้ GC-FID ในกระชายแดง.....	118
ข.7 โครมาโทแกรมผลการวิเคราะห์ห้องค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยในน้ำมันหอมระเหยที่ได้จากวิธีการต้มกลั่น จากการศึกษาด้วย SPME (ไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG) และ Purge and Trap โดยใช้ GC-FID ในเปราะหอม.....	122
ข.8 โครมาโทแกรมผลการวิเคราะห์ห้องค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยในน้ำมันหอมระเหยที่ได้จากวิธีการต้มกลั่น จากการศึกษาด้วย SPME (ไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG) และ Purge and Trap โดยใช้ GC-FID ในกระชายดำ.....	126

ภาคผนวก ค

ค.1 การคำนวณขีดจำกัดในการตรวจวัด.....	129
ค.2 การหาค่า Reproducibility.....	136
ค.3 การคำนวณหาค่าสัมประสิทธิ์การพาร์ติชัน (partition coefficient, K).....	140
ค.4 ขั้นตอนการหาปริมาณของฟิล์มบางพอลิเมอร์ที่เคลือบบน fused silica fiber.....	143
ค.5 การหาปริมาณร้อยละของผลผลิตของน้ำมันหอมระเหย.....	145
ประวัติผู้เขียน.....	147

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 แสดงส่วนประกอบสารเคมี และหน้าที่ของสารเคมีที่นำมาใช้ในการเตรียมไฟเบอร์.....	8
sol-gel SPME	
4.1 เปรียบเทียบ FT-IR สเปกตรัมที่สำคัญ ๆ ของสารตั้งต้น และผลิตภัณฑ์ที่ได้จากปฏิกิริยา การเกิด sol-gel.....	35
4.2 ปริมาณพื้นที่ผิว ความหนาของชั้นฟิล์มบางพอลิเมอร์ และปริมาตรของไฟเบอร์.....	37
4.3 ตารางเปรียบเทียบช่วงความสัมพันธ์ที่เป็นเส้นตรง (linear range), ขีดจำกัดในการตรวจวัด (LODs), ขีดจำกัดในการตรวจวิเคราะห์ปริมาณ (LOQs), ค่า reproducibility (%RSD) และสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (r^2) ของไฟเบอร์ sol-gel PEG ในการสกัดสารมาตรฐาน limonene, γ -terpinene, safrole และ thymol.....	44
4.4 ตารางเปรียบเทียบช่วงความสัมพันธ์ที่เป็นเส้นตรง (linear range), ขีดจำกัดในการตรวจวัด (LODs), ขีดจำกัดในการตรวจวิเคราะห์ปริมาณ (LOQs), ค่า reproducibility (%RSD) และสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (r^2) ของไฟเบอร์ sol-gel PDMS ในการสกัดสารมาตรฐาน limonene, γ -terpinene, safrole และ thymol.....	44
4.5 ตารางเปรียบเทียบค่า reproducibility ของไฟเบอร์ต่อไฟเบอร์ ของไฟเบอร์ sol-gel PEG และ sol-gel PDMS ในการสกัดสารมาตรฐาน limonene, γ -terpinene, safrole และ thymol.....	45
4.6 เปรียบเทียบค่าสัมประสิทธิ์การพาริตีชันของสารมาตรฐาน limonene, γ -terpinene, safrole และ thymol ในแต่ละเฟส.....	47
4.7 แสดงผลการสกัดน้ำมันหอมระเหยจากส่วนของเหง้า และรากของ กระชายเหลือง กระชายแดง เปราะหอม และ กระชายดำ.....	47
4.8 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยจากเหง้าและรากของกระชายเหลือง จากการสกัดด้วยวิธีการต้มกลั่น, sol-gel PDMS SPME และ sol-gel PEG SPME โดยใช้ GC-MS.....	50
4.9 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยจากใบและดอกของกระชายเหลือง จากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG SPME โดยใช้ GC-MS.....	52

สารบัญตาราง (ต่อ)

ตารางที่	หน้า
4.10 ผลการวิเคราะห์ห้องค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยจากเหง้าและรากของกระชายแดงจากการสกัดด้วยวิธีการต้มกลั่น, sol-gel PDMS SPME และ sol-gel PEG SPME โดยใช้ GC-MS.....	53
4.11 ผลการวิเคราะห์ห้องค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยจากใบและดอกของกระชายแดงจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG SPME โดยใช้ GC-MS.....	56
4.12 ผลการวิเคราะห์ห้องค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยจากเหง้าและรากของเปราะหอมจากการสกัดด้วยวิธีการต้มกลั่น, sol-gel PDMS SPME และ sol-gel PEG SPME โดยใช้ GC-MS.....	58
4.13 ผลการวิเคราะห์ห้องค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยจากใบและดอกของเปราะหอมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG SPME โดยใช้ GC-MS.....	60
4.14 ผลการวิเคราะห์ห้องค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยจากเหง้าและรากของกระชายดำจากการสกัดด้วยวิธีการต้มกลั่น, sol-gel PDMS SPME และ sol-gel PEG SPME โดยใช้ GC-MS.....	63
4.15 ผลการวิเคราะห์ห้องค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยจากใบและดอกของกระชายดำจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG SPME โดยใช้ GC-MS.....	66
4.16 การเปรียบเทียบองค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยจากเหง้าและรากของกระชายเหลืองระหว่างวิธี การต้มกลั่น, Purge and Trap และ SPME โดยใช้ไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG ด้วย GC-FID.....	68
4.17 การเปรียบเทียบองค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยจากเหง้าและรากของกระชายแดงระหว่างวิธี การต้มกลั่น, Purge and Trap และ SPME โดยใช้ไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG ด้วย GC-FID.....	69
4.18 การเปรียบเทียบองค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยจากเหง้าและรากของเปราะหอมระหว่างวิธี การต้มกลั่น, Purge and Trap และ SPME โดยใช้ไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG ด้วย GC-FID.....	70

สารบัญตาราง (ต่อ)

ตารางที่	หน้า
4.19 การเปรียบเทียบองค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยจากเหง้าและรากของกระชายดำ ระหว่างวิธี การต้มกลั่น, Purge and Trap และ SPME โดยใช้ไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG ด้วย GC-FID.....	72

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 แผนภาพไดอแกรมของเครื่อง Purge and Trap.....	14
2.2 ภาพถ่ายกระชายเหลือง ก. ลักษณะดอก ข. ลักษณะเหง้า และราก.....	17
2.3 ภาพถ่ายกระชายแดง ก. ลักษณะดอก ข. ลักษณะเหง้า และราก.....	18
2.4 ภาพถ่ายเปราะหอม ก. ลักษณะดอก ข. ลักษณะเหง้า และราก.....	19
2.5 ภาพถ่ายกระชายดำ ก. ลักษณะดอก ข. ลักษณะเหง้า และราก.....	21
3.1 แผนภาพโครงสร้าง SPME-Holder.....	26
4.1 FT-IR สเปกตรัม ของ sol-gel PDMS.....	36
4.2 FT-IR สเปกตรัม ของ sol-gel PEG.....	36
4.3 ภาพถ่ายจาก SEM ของไฟเบอร์ sol-gel PDMS ก. ภาพตัดขวางไฟเบอร์ ข. ลักษณะพื้นผิวของไฟเบอร์.....	39
4.4 ภาพถ่ายจาก SEM ของ ไฟเบอร์ sol-gel PEG ก. ภาพตัดขวางไฟเบอร์ ข. ลักษณะพื้นผิวของไฟเบอร์.....	40
4.5 เทอร์โมแกรมของไฟเบอร์ sol-gel PDMS น้ำหนัก 7.416 มิลลิกรัม เผาที่อุณหภูมิ 100-800 °C , 4 °C/นาที ภายใต้บรรยากาศแก๊สไนโตรเจนที่ 20 psi	41
4.6 เทอร์โมแกรมของไฟเบอร์ sol-gel PEG น้ำหนัก 2.050 มิลลิกรัม เผาที่อุณหภูมิ 100-800 °C , 4 °C/นาที ภายใต้บรรยากาศแก๊สไนโตรเจนที่ 20 psi.....	42
4.7 กราฟแสดงการสกัดสารมาตรฐาน limonene, γ -terpinene, safrole และ thymol ที่ความเข้มข้น 320 นาโนกรัม/มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิต่าง ๆ กัน ของไฟเบอร์ sol-gel PDMS ที่เวลา 30 นาที.....	43
4.8 กราฟแสดงการสกัดสารมาตรฐาน limonene, γ -terpinene, safrole และ thymol ที่ความเข้มข้น 320 นาโนกรัม/มิลลิลิตร ที่เวลาต่าง ๆ กัน ของไฟเบอร์ sol-gel PDMS ที่อุณหภูมิ 60 °C.....	43
4.9 กราฟแสดงการสกัดสารระเหย α -copaene, β -elemene, trans-caryophyllene และ germacrene D ในเหง้ากระชายดำ ที่เวลาต่าง ๆ กัน ของไฟเบอร์ sol-gel PDMS ที่อุณหภูมิ 40 °C.....	49

สารบัญรูป(ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.10 กราฟแสดงการสกัดสารระเหย α -copaene, β -elemene, trans-caryophyllene และ germacrene D ในเหง้ากระชายดำ ที่อุณหภูมิต่าง ๆ กัน ของไฟเบอร์ sol-gel PDMS ที่เวลา 60 นาที.....	49

รายการคำย่อและสัญลักษณ์

BET	Brunauer-Emmett-Teller
CAR	Carboxen
CE	Capillary electrophoresis
CEC	Capillary Electrochromatography
C	concentration
CW	Carbowax
DB-5	Capillary column for GC (stationary phase:5%phenylpolysiloxane)
DVB	divinylbenzene
FT-IR	Fourier Transform Infrared Spectroscopy
GC	Gas Chromatography
GC-FID	Gas Chromatography-Flame Ionization Detector
GC-MS	Gas Chromatography-Mass Spectrometry
HP-5	Capillary column for GC (stationary phase:(5%phenyl) methylpolysiloxane)
HPLC	High Performance Liquid Chromatography
LODs	limits of detection
LOQs	limits of quantitation
LC-MS	Liquid Chromatography-Mass Spectrometry
MTOS	Methyl trimethoxysilane
PA	polyacrylate
PDMS	Polydimethylsiloxane
PEG	Polyethylene glycol
PMHS	poly(methylhydrosiloxane)
RSD	Relative Standard Deviation
r^2	Correlation coefficient
SEM	Scanning Electron Microscope

รายการคำย่อและสัญลักษณ์ (ต่อ)

SFC	Supper Critical Fluid Chromatography
SFE	Supper Critical Fluid Extraction
SPE	Solid-Phase Extraction
SPME	Solid-Phase Microextraction
TGA	Thermal Gravimetry Analysis
TFA	trifluoro acetic acid.
V	volume
K	partition coefficient

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและแรงจูงใจในการทำการวิจัย

การสกัดสารตัวอย่างอินทรีย์เพื่อทำการตรวจวิเคราะห์โดยวิธี Gas Chromatography-Mass spectrometry (GC-MS) หรือ Liquid Chromatography-Mass spectrometry (LC-MS) เป็นต้น มีด้วยกันหลายวิธี บางวิธีมีหลายขั้นตอนและต้องใช้เวลามาก ในกรณีที่สารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์เป็นสารตกค้างในสิ่งแวดล้อมซึ่งมีความเข้มข้นที่น้อยมาก ทำให้การตรวจวิเคราะห์มักจะไม่พบ เนื่องจากขั้นตอนการสกัดมีหลายขั้นตอนทำให้เกิดการสูญเสียสารที่ต้องการวิเคราะห์ในขณะทำการสกัดสาร ตัวทำละลายที่ใช้ต้องมีความบริสุทธิ์สูงมิเช่นนั้นจะทำให้เกิดการปนเปื้อนของสารอื่น หรือ matrix effect สูงเป็นเหตุให้มี chromatographic interferences และตัวทำละลายเหล่านี้มีราคาแพงและถูกใช้ให้หมดไปตลอดเวลา เป็นอันตราย และมีความเป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อม ดังนั้นในปัจจุบันจึงได้มีการพัฒนาสร้างเครื่องมือเพื่อใช้ในการเตรียมสกัดสารตัวอย่างขึ้นมาหลากหลายชนิดด้วยกัน สารที่เป็นสารระเหยจะใช้การสกัดสารโดยใช้เทคนิค Headspace, Purge and Trap, Supper Critical Fluid Extraction (SFE) หรือ Solid Phase Microextraction (SPME) สำหรับสารที่ไม่ระเหยจะทำการสกัดด้วยเทคนิค Liquid-Liquid Extraction, Solid Phase Extraction (SPE) หรือ SPME เป็นต้น

ปัจจุบันได้มีการนำเทคนิคของ SPME ไปใช้ในการสกัดสารตัวอย่างทางด้านสิ่งแวดล้อม, อาหาร, ผลิตภัณฑ์ธรรมชาติ, ยา, ทางด้านเทคโนโลยีชีวภาพ และพิษวิทยา [1,2,3,4,5] ซึ่งมีอุปกรณ์ที่ใช้ในเทคนิคของ SPME และไฟเบอร์มีจำหน่ายทางการค้าหลายชนิด ในการเลือกสารที่ทำหน้าที่เป็นเฟสอยู่กับที่ (stationary phase) ที่มาเคลือบบน fused silica fiber ขึ้นอยู่กับชนิดของสารที่ต้องการสกัดและวิเคราะห์ สำหรับเทคนิคหรือขั้นตอนในการเคลือบนั้นมีหลายวิธี สำหรับไฟเบอร์ polydimethylsiloxane (PDMS) [6] ที่มีจำหน่ายนั้นจะใช้ PDMS ที่เป็นสารประกอบไม่มีขั้ว (nonpolar) มาเคลือบโดยเกิด cross-link แบบปกติ ซึ่งไฟเบอร์ชนิดนี้ไม่ทนต่อตัวทำละลายไม่มีขั้วเช่น เฮกเซน และเริ่ม bleeding ที่อุณหภูมิ > 200 °C จึงทำให้ตัวไฟเบอร์นี้ มีค่า reproducibility, อายุการใช้งาน และมีขีดจำกัดในการตรวจวัด (limits of detection, LODs) ที่ต่ำ และประสิทธิภาพในการสกัดขึ้นอยู่กับชั้นความหนาของฟิล์มบางพอลิเมอร์ที่เคลือบ ความร้อนที่ใช้ในการ desorption < 250 °C ความหนาของชั้นฟิล์มบางพอลิเมอร์ต้องสูงมาก (~ 100 ไมโครเมตร) ทำให้ต้องใช้เวลาในการสกัดและขั้นตอน desorption นาน (เนื่องจากความหนาของชั้นพอลิเมอร์ที่เคลือบอยู่บนผิวหน้าของ fused silica fiber มีผลต่อประสิทธิภาพในการสกัด คือ เมื่อมี

ความหนาแน่นจะทำให้สกัดสารได้มากและต้องใช้เวลาเพื่อให้ สารเข้าไปดูดซับหรือเกิดการพาร์ติชัน (partition) ได้อย่างสมบูรณ์ ต้องใช้เวลาในการ desorption นานและต้องใช้อุณหภูมิที่สูง ทั้งนี้เนื่องมาจากการถ่ายโอนมวล (mass transfer) ของสารที่ต้องการวิเคราะห์)

สำหรับในงานวิจัยนี้นำเทคนิคของ sol-gel มาใช้ในกระบวนการเตรียมไฟเบอร์ SPME โดยผลิต sol-gel polydimethylsiloxane (PDMS) และ sol-gel polyethylene glycol (PEG) ขึ้นมาเพื่อใช้ในการสกัดสารหอมระเหยจากกระชายเหลือง กระชายแดง กระชายดำ และเปราะหอม โดยที่ไฟเบอร์ SPME ที่ได้จะมีประสิทธิภาพในการสกัด มีพื้นที่ผิวและมีความพรุนสูงมากขึ้นทำให้สารดูดซับ และหรือเกิดการพาร์ติชันได้มากขึ้น จึงสามารถลดความหนาของชั้นพอลิเมอร์ได้ ทำให้ลดเวลาในการสกัด, desorption และไฟเบอร์ที่ได้นี้จะทนต่อความร้อนในการ desorption ในส่วนของช่องฉีดสารตัวอย่าง (injection port) ของ GC ได้สูงขึ้น เมื่อทำการเปรียบเทียบกับเครื่องมือชนิดอื่น ๆ ที่ใช้หลักการเดียวกัน คือ เครื่อง Headspace เครื่อง Purge and Trap และ SFE ที่นิยมนำมาใช้ในการสกัดสารต่าง ๆ หรือน้ำมันหอมระเหย และสารบางชนิดที่ระเหยได้น้อย ซึ่งเป็นเครื่องมือที่มีราคาสูง และต้องนำเข้าจากต่างประเทศเท่านั้น และเครื่องมือเหล่านี้มีขนาดค่อนข้างใหญ่ยากต่อการเคลื่อนย้าย ส่วนเทคนิคของ SPME เป็นเทคนิคที่ไม่ใช้ตัวทำละลายในขั้นตอนของการสกัดสารที่มีปริมาณน้อย อุปกรณ์ที่ใช้ไม่ซับซ้อน สามารถผลิตขึ้นใช้เองได้ ขนาดเล็กสามารถเคลื่อนย้ายได้ง่าย สามารถใช้ได้กับเครื่อง GC ทุกยี่ห้อ และใช้กับการสกัดสารได้หลายประเภท และไฟเบอร์ sol-gel SPME ที่ผลิตได้นี้ เมื่อคิดจากต้นทุนในการผลิตพบว่าไม่สูงมากนัก เมื่อเปรียบเทียบกับราคาของเครื่องมือ และผลิตภัณฑ์สำเร็จรูป

ในปัจจุบันนี้ได้มีการนำเทคนิคและวิธีของ sol-gel มาใช้ในการทำเซรามิก, ผลิตแก้วที่มีรูปร่างต่าง ๆ กัน แล้วแต่ประโยชน์ของการใช้งาน เช่น thin film coating, ceramic fiber, microporous inorganic membrane, monolithic ceramic, แก้วต่าง ๆ [7,8] และยังมีมีการนำมาใช้ในการเตรียมคอลัมน์ใน High Performance Liquid Chromatography (HPLC) [9], Gas Chromatography (GC) [10], Capillary electrophoresis (CE) [11] และ Capillary Electrochromatography (CEC) [12] เป็นต้น

ในการทำการวิจัยนี้ไฟเบอร์ที่ผลิตได้ทั้งสองชนิดคือ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG นำมาใช้ในการสกัดสารหอมระเหยพร้อมวิเคราะห์ห้องค์ประกอบทางเคมีโดยใช้ GC-MS และ GC-FID โดยเปรียบเทียบกับผลที่ได้จากเทคนิคของ Purge and Trap และน้ำมันหอมระเหยที่ได้จากวิธีการต้มกลั่นจากพืชทั้งสิ้นชนิด คือ กระชายเหลือง กระชายแดง เปราะหอม และ กระชายดำ

1.2 ความมุ่งหมายและวัตถุประสงค์

1. เตรียมไฟเบอร์ sol-gel PDMS และไฟเบอร์ sol-gel PEG และศึกษาสภาวะที่เหมาะสมเพื่อนำมาใช้ในการสกัดน้ำมันหอมระเหยจากพืชทั้ง 4 ชนิด คือกระชายเหลือง กระชายแดง กระชายดำ และเปราะหอม
2. เปรียบเทียบประสิทธิภาพในการสกัดสารหอมระเหยจากพืชตัวอย่าง โดยใช้ไฟเบอร์ SPME ที่ได้ผลิตขึ้นกับวิธีต้มกลั่นและเทคนิค Purge and Trap
3. เพื่อวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีที่สำคัญของน้ำมันหอมระเหยของพืชตัวอย่าง
4. ศึกษาคุณสมบัติของไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG SPME ในการตรวจวัด

1.3 ขอบเขตในการวิจัย

1. สร้างตัว SPME holder พร้อมทั้งผลิตไฟเบอร์ SPME ด้วยวิธี sol-gel โดยใช้ PDMS และ PEG เป็นเฟสอยู่กับที่
2. ศึกษาคุณลักษณะของไฟเบอร์ ด้วยเครื่อง FT-IR, SEM, TGA และ Autosorb โดยใช้โปรแกรม BET
3. ศึกษาคุณสมบัติของไฟเบอร์ SPME ในการตรวจวัดสารมาตรฐาน limonene, γ -terpinene, safrole และ thymol เพื่อหาขีดจำกัดในการตรวจวัด, ขีดจำกัดในการตรวจวิเคราะห์ ปริมาณ, reproducibility และช่วงความสัมพันธ์ที่เป็นเส้นตรง
4. ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมและทำการสกัดสารหอมระเหยด้วยไฟเบอร์ SPME ที่ผลิตได้พร้อมวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีจากพืชตัวอย่าง โดยใช้เทคนิค GC-MS และ GC-FID
5. สกัดน้ำมันหอมระเหยโดยใช้วิธีการต้มกลั่นจากพืชทั้ง 4 ชนิด และนำไปวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี โดยใช้เทคนิค GC-MS และ GC-FID
6. ทำการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยที่ได้จากการสกัดด้วยวิธีการต้มกลั่นและไฟเบอร์ SPME ทั้งสองชนิดโดยใช้เทคนิค GC-MS
7. เปรียบเทียบประสิทธิภาพในการสกัดสารหอมระเหยโดยวิธีการต้มกลั่น SPME และ Purge and trap จากพืชทั้ง 4 ชนิด โดยใช้เทคนิค GC-FID

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. ได้ทราบขั้นตอน และ สภาวะต่าง ๆ ที่จำเป็นต่อการผลิต SPME fiber
2. สามารถใช้อุปกรณ์บางส่วน เช่น SPME holder และไฟเบอร์ที่สร้างขึ้นในการสกัด สารระเหยชนิดอื่น ๆ ได้แก่ งานทางด้านสิ่งแวดล้อม ผลิตภัณฑ์ยา เครื่องสำอาง ผลิตภัณฑ์ธรรมชาติ และในอุตสาหกรรมอาหารที่มีการเติมกลิ่นสังเคราะห์ (flavour fragrance)

3. ทดแทนการนำเข้าเครื่องมือวิทยาศาสตร์ประเภทเดียวกันนี้ซึ่งมีราคาแพง และช่วยลดการขาดดุลของประเทศ

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 หลักการของ Solid-Phase Microextraction (SPME)

โดยปกติแล้ว Solid-Phase Microextraction (SPME) [13,14] จะถูกนำมาใช้ในการสกัดสารอินทรีย์ทั้งพวกที่ระเหยและไม่ระเหยจากสารตัวอย่างผสมได้ทั้งที่อยู่ในรูปของแข็ง ของเหลว และ ก๊าซ จัดเป็นเทคนิคการวิเคราะห์สารที่มีปริมาณน้อย (trace analysis) และเป็นเทคนิคในการสกัดสารโดยไม่ใช้ตัวทำละลาย โดยสารสกัดที่ได้จะถูกยึดอยู่บนชั้นฟิล์มบางพอลิเมอร์ที่เคลือบบนไฟเบอร์ SPME นำไปแยกและวิเคราะห์ต่อกับ GC, HPLC และ SFC โดยมีการควบคุมความเป็นขั้ว (polarity) ความหนาของชั้นฟิล์มบางพอลิเมอร์ที่เคลือบอยู่บนไฟเบอร์ และสภาวะต่าง ๆ ที่ใช้ในขั้นตอนการสกัด ไฟเบอร์ที่มีจำหน่ายมีอยู่ด้วยกันหลายชนิด เช่น divinylbenzene (DVB), polydimethylsiloxane (PDMS) จัดเป็นไฟเบอร์ชนิดไม่มีขั้วใช้สำหรับสกัดสารในกลุ่มที่ไม่มีขั้ว และ polyacrylate (PA), carbowax (CW) และ carboxen (CAR) จัดเป็นไฟเบอร์ชนิดที่มีขั้ว ใช้สำหรับสกัดสารในกลุ่มมีขั้ว กระบวนการที่สำคัญของ SPME มีอยู่ 2 ขั้นตอนด้วยกันคือ ขั้นตอนคือการพาริตชัน หรือดูดซับของสารที่ต้องการวิเคราะห์ระหว่างสารที่ทำหน้าที่เป็นเฟสอยู่กับที่ (เป็นสารพอลิเมอร์ของสารประกอบอินทรีย์) ที่เคลือบอยู่บนไฟเบอร์ SPME กับสารตัวอย่างผสมคือ ตัวไฟเบอร์จะถูกจุ่มอยู่ในสารละลาย หรือจุ่มอยู่ในไอที่อยู่เหนือสารละลายหรือเฟสแก๊ส (headspace) ในสภาวะสมดุล สารที่ต้องการวิเคราะห์จะถูกสกัดและยึดอยู่บนชั้นของฟิล์มบางพอลิเมอร์ที่เคลือบ (fiber coating) ทำให้สารมีความเข้มข้นเพิ่มสูงขึ้น (preconcentration) ขั้นที่สองคือ ขั้นตอน desorption ของสารที่ยึดอยู่บนไฟเบอร์โดยความร้อนในส่วนของช่องฉีดสารตัวอย่างของ GC สารจะระเหยออกจากไฟเบอร์เข้าสู่คอลัมน์ หรือในส่วนของช่องฉีดสารตัวอย่างของ HPLC แล้วถูกชะด้วยตัวทำละลายที่ทำหน้าที่เป็นเฟสเคลื่อนที่ (mobile phase) เข้าสู่คอลัมน์เพื่อทำการแยกและวิเคราะห์ต่อไป

ขณะที่ทำการสกัดโดยใช้ SPME เมื่อไฟเบอร์จุ่มอยู่ในเฟสแก๊สที่อยู่เหนือสารละลายตัวอย่าง ณ สภาวะสมดุล [15] ปริมาณของสารระเหยเริ่มต้นจะมีการกระจายตัวอยู่ทั้งสามเฟส คือ ฟิล์มบางพอลิเมอร์ที่เคลือบอยู่บนไฟเบอร์ ในไอเหนือสารละลายหรือเฟสแก๊ส และในสารละลายตัวอย่างผสม ดังสมการที่ 2.1

$$C_o V_s = C_f V_f + C_n V_n + C_s V_s \quad (2.1)$$

เมื่อ	C_o	=	ความเข้มข้นเริ่มต้นของสารที่ต้องการวิเคราะห์ที่มีในสารละลายตัวอย่างผสม
	V_s	=	ปริมาตรสารตัวอย่างผสม
	C_f	=	ความเข้มข้นในสภาวะสมดุลของสารที่ต้องการวิเคราะห์ที่มีในฟิล์มบางพอลิเมอร์
	V_f	=	ปริมาตรของฟิล์มบางพอลิเมอร์
	C_h	=	ความเข้มข้นในสภาวะสมดุลของสารที่ต้องการวิเคราะห์ที่มีในเฟสแก๊ส
	V_h	=	ปริมาตรของเฟสแก๊ส
	C_s	=	ความเข้มข้นในสภาวะสมดุลของสารที่ต้องการวิเคราะห์ที่มีในสารละลายตัวอย่างผสม

ที่สภาวะสมดุล สัดส่วนของความเข้มข้นของสารที่มีอยู่ในแต่ละเฟสสามารถอธิบายได้ด้วย ค่าคงที่สมดุล (equilibrium constant) หรือค่าสัมประสิทธิ์การพาร์ติชัน (partition coefficient) ดังสมการ 2.2, 2.3 และ 2.4

$$K_m = C_f / C_h \quad (2.2)$$

$$K_{hs} = C_h / C_s \quad (2.3)$$

$$K_{fs} = C_f / C_s \quad (2.4)$$

เมื่อ K_m , K_{hs} และ K_{fs} คือ สัมประสิทธิ์การพาร์ติชันของสาร ระหว่างไฟเบอร์กับเฟสแก๊ส, ระหว่างเฟสแก๊สกับสารละลายตัวอย่างผสม และระหว่างไฟเบอร์กับสารละลายตัวอย่างผสม ตามลำดับ จากข้อสมมุติฐานดังกล่าวเราจึงสามารถหามวลของสารที่ต้องการวิเคราะห์ที่ถูกดูดซับบนฟิล์มบางพอลิเมอร์ ($n_i = C_f V_f$) ได้ดังสมการ 2.5

$$n_i = (K_{fs} V_f C_o V_s) / (K_{fs} V_f + K_{hs} V_h + V_s) \quad (2.5)$$

จากสมการที่ 2.5 สามารถหาค่าความจุ (capacity) ของไฟเบอร์ ($K_{fs} \times V_f$) และ capacity ของเฟสแก๊ส ($K_{hs} \times V_h$) ได้ ปริมาตรของฟิล์มบางพอลิเมอร์จะมีค่าน้อยมากเมื่อเทียบกับปริมาตรและความเข้มข้นของสารตัวอย่างผสม ดังนั้นจึงสามารถหามวลของสาร ได้ดังสมการ

$$n = K_{fs} V_f C_o \quad (2.6)$$

เมื่อไฟเบอร์จุ่มอยู่ในเฟสแก๊ส จะเกิดการถ่ายโอนมวลจากสารตัวอย่างผสม (sample matrix) มาสู่ตัวฟิล์มบางพอลิเมอร์ที่เคลือบบนไฟเบอร์ผ่านเฟสแก๊สที่มีการปั่นกวณสารละลายตัวอย่างตลอดเวลา สารที่ต้องการวิเคราะห์จะแพร่ผ่านเข้าไปในชั้นฟิล์มบางพอลิเมอร์ได้เนื่องจากเกิดความแตกต่างของความเข้มข้นของสารที่ต้องการวิเคราะห์ที่อยู่ในส่วนของเฟสแก๊ส และสารตัวอย่างผสม กับตัวฟิล์มบางพอลิเมอร์ อัตราการเกิดการถ่ายโอนมวล สามารถทำการวัดได้จากการแพร่ของสารที่ต้องการวิเคราะห์เข้าไปในฟิล์มบางพอลิเมอร์ โดยทั่วไปแล้วการเข้าสู่สภาวะสมดุลจะมีค่าน้อยกว่า 1 นาที เนื่องจากชั้นฟิล์มที่เคลือบนั้นมีความหนาน้อยคือ 10-100 ไมโครเมตร โดยเฉพาะเมื่อใช้สารตัวอย่างที่เป็นแก๊สซึ่งมีค่าสัมประสิทธิ์ของการแพร่สูง จึงทำให้เข้าสู่สภาวะสมดุลได้ง่าย สำหรับสารตัวอย่างที่เป็นของเหลว หรือสารตัวอย่างที่เป็นของแข็งนำมาทำให้เป็นชิ้นเล็ก ๆ แล้วเติมน้ำลงไป ปั่นกวณด้วยแท่งแม่เหล็ก หรือ sonicate และมีการให้ความร้อนกับสารตัวอย่างเพื่อเป็นการเร่งให้สารที่ต้องการวิเคราะห์เกิดการแพร่และเกิดการถ่ายโอนมวลได้เร็วขึ้น ทำให้ลดเวลาในการสกัด และเพิ่มประสิทธิภาพในการสกัด

2.2 หลักการของกระบวนการ sol-gel

หลักการที่สำคัญของ sol-gel [7,8,16,17,18] คือขั้นตอนการสังเคราะห์สารแขวนลอยของสารประกอบที่เป็นอนุภาคหรือกลุ่ม (cluster) ของของแข็งได้แก่ inorganic metal salts หรือ metal organic เช่น metal alkoxides ทำหน้าที่เป็นสารตั้งต้น เกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสโดยมีกรดหรือด่างเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และเกิดการควบแน่นกลายเป็นอนุภาค (มีขนาด 1~1,000 นาโนเมตร) อยู่ในสารละลายเรียกว่า sol โดยสารละลาย sol ที่ได้นี้จะเปลี่ยนสภาพกลายเป็นเจล (gel) และเมื่อนำเจลที่ได้ไประเหยตัวทำละลายออกภายใต้ความดันบรรยากาศปกติและอุณหภูมิ 25-100 °C จะทำให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่เป็นของแข็งมีความพรุนเรียกว่า xerogel และเมื่อนำไปให้ความร้อนในระบบปิดที่มีอุณหภูมิสูง > 500 °C จะได้ผลิตภัณฑ์เป็นเซรามิกเกิดขึ้น แต่ถ้านำเจลไประเหยตัวทำละลายภายใต้ supercritical condition จะทำให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่เรียกว่า aerogel ที่มีความพรุนสูงถึง 75% มีความหนาแน่นต่ำ และมีพื้นที่ผิวมากกว่า 2,000 ตารางเมตร/กรัม

ส่วนประกอบทางเคมีที่สำคัญเมื่อนำเทคนิค sol-gel มาใช้ในการผลิตไฟเบอร์ SPME [6,19] นั้นไม่ซับซ้อน เป็นการนำสารประกอบทั้งอินทรีย์และอนินทรีย์มาผสมกันเกิดพันธะทางเคมีที่เรียกว่าวัสดุผสมของสารประกอบอินทรีย์-อนินทรีย์ (organic-inorganic hybrid material) มีการใช้ alkoxysilane เป็นสารตั้งต้น (precursor) เช่น methyl trimethoxysilane (MTOS) ทำให้เกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส โดยการเติมน้ำและมีกรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และเติมสารพอลิเมอร์ของสารประกอบอินทรีย์ที่ใช้เป็นเฟสอยู่กับที่ เช่น polyethylene glycol (PEG) ลงไปผสมให้เข้ากันจะทำให้สารละลายของ sol มาสร้างพันธะกับ PEG แล้วทำให้เกิดการควบแน่นภายใต้สภาวะความดัน

บรรยากาศและอุณหภูมิห้อง แล้วนำสารละลายที่ได้ไปเคลือบบน fused silica fiber เทคนิคนี้ช่วยเพิ่มความสามารถในการยึดติดของเฟสอยู่กับที่ให้อยู่บนตัว fused silica fiber ได้ดีและแข็งแรงขึ้น เพราะเกิดพันธะทางเคมีระหว่างสารประกอบอินทรีย์-อนินทรีย์ ทำให้ทนต่อความร้อนและการชะล้างของตัวทำละลาย ส่วนประกอบสารเคมีและหน้าที่ของสารเคมีที่นำมาใช้ในการเตรียมไฟเบอร์ sol-gel SPME สรุปดังตาราง 2.1

ตารางที่ 2.1 แสดงส่วนประกอบสารเคมี และหน้าที่ของสารเคมีที่นำมาใช้ในการเตรียมไฟเบอร์ sol-gel SPME

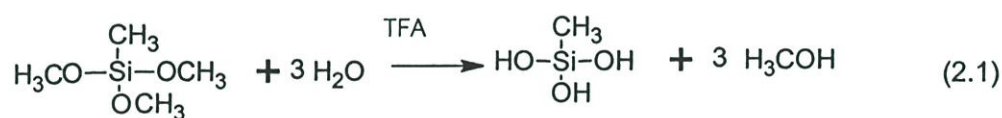
ชื่อสารเคมี	หน้าที่	โครงสร้างทางเคมี
methyl trimethoxysilane (MTOS)	sol-gel precursor	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3\text{O}-\text{Si}-\text{OCH}_3 \\ \\ \text{OCH}_3 \end{array}$
silanol-terminated poly(dimethylsiloxane) (PDMS)	coating stationary phase	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{HO}-(\text{Si}-\text{O})_n-\text{H} \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$
polyethylene glycol (PEG)	coating stationary phase	$\text{HO}-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_m$
poly(methylhydrosiloxane) (PMHS)	Deactivate reagent	$\begin{array}{cccc} \text{CH}_3 & \text{CH}_3 & \text{CH}_3 & \text{CH}_3 \\ & & & \\ -\text{Si}- & \text{O}-\text{Si}- & \text{O}-\text{Si}- & \text{O}-\text{Si}- \\ & & & \\ \text{H} & \text{CH}_3 & \text{CH}_3 & \text{H} \end{array}$
trifluoroacetic acid 95 % (น้ำ 5 %) (TFA)	เร่งปฏิกิริยา	CF_3COOH
methoxy trimethylsilane	End capping	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3\text{O}-\text{Si}-\text{CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$
methylene chloride	ตัวทำละลาย	CH_2Cl_2

2.2.1 ปฏิกริยาที่สำคัญในกระบวนการเคลือบไฟเบอร์โดยใช้เทคนิค sol-gel

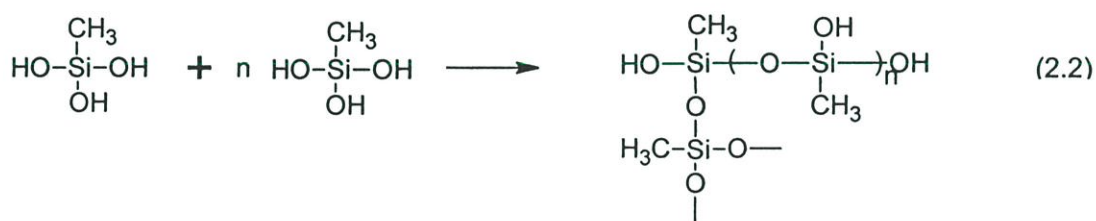
ในขั้นตอนการเตรียม ไฟเบอร์ SPME โดยใช้เทคนิค sol-gel ปฏิกริยาที่สำคัญในกระบวนการคือ

- (1) เกิดปฏิกริยาไฮโดรไลซิสของสารตั้งต้น โดยทั่วไปแล้วจะเป็นสารประกอบประเภท tetraalkoxysilane ซึ่งในการวิจัยครั้งนี้ใช้ methyl trimethoxysiloxane (MTOS) เนื่องจาก MTOS มีข้อดีเหนือสารอื่น ๆ คือ ทำให้แห้งได้เร็ว เมื่อใช้ในการเตรียมฟิล์มบาง หรือ พวก monoliths [6,16,17,18,19] โดยมีกรด TFA เป็นตัวเร่งปฏิกริยา
- (2) เกิดปฏิกริยาการควบแน่นทำให้ได้พอลิเมอร์ที่มีโครงร่างแบบโครงตาข่ายเกิดขึ้นแล้ว ทำปฏิกริยาควบแน่นต่อกับสารที่ทำหน้าที่เป็นเฟสอยู่กับที่ (stationary phase) หลังจากนั้นสารที่ได้จะเกิดการหดตัวหรือแตก (shrinkage หรือ cracking) ในขั้นตอนการทำให้แห้งจากการนำไฟเบอร์ไป condition ภายในช่องฉีดสารตัวอย่างของ GC ดังปฏิกริยาในสมการ

1. ปฏิกริยาไฮโดรไลซิสของสารตั้งต้น

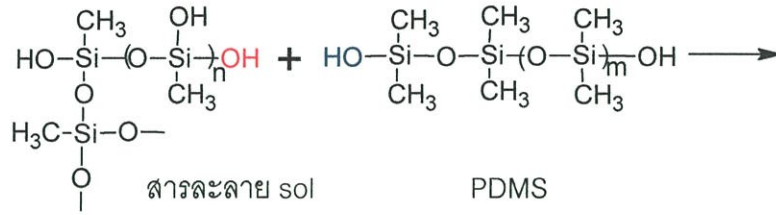


2. เกิดปฏิกริยาควบแน่นของสารทำให้ได้สารพอลิเมอร์ที่มีลักษณะเป็นโครงตาข่ายเป็นแบบ 3 มิติ เกิดขึ้น

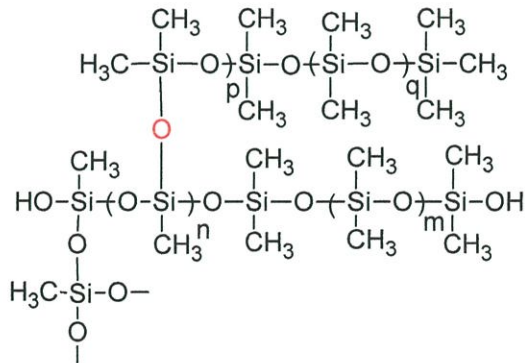
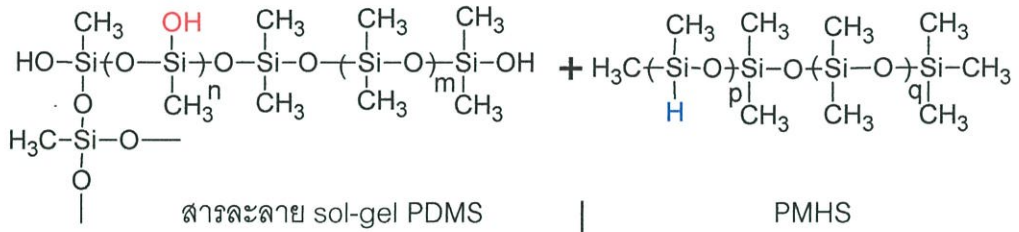
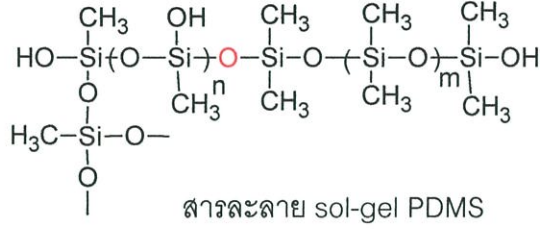


3. เกิดปฏิกริยาการควบแน่นของสาร sol-gel ต่อกับสารพอลิเมอร์ที่ทำหน้าที่เป็นเฟสอยู่กับที่ ในงานวิจัยนี้คือ PDMS และ PEG ซึ่งมีหมู่ OH ที่ปลายของพอลิเมอร์ทำให้เกิดเป็นโครงตาข่ายแบบ 3 มิติ หลังจากนั้นนำ fused silica fiber ซึ่งที่ผิวหน้ามีหมู่ Si-OH มาจุ่มลงในสารละลาย sol ทำให้เกิดปฏิกริยาควบแน่นเกิดเป็นโครงตาข่ายของพอลิเมอร์ทันทีที่บริเวณผิวหน้าของไฟเบอร์ ดังสมการต่อไปนี้

3.1 ปฏิกริยาที่สำคัญในขั้นตอนการเตรียมไฟเบอร์ sol-gel PDMS [6]

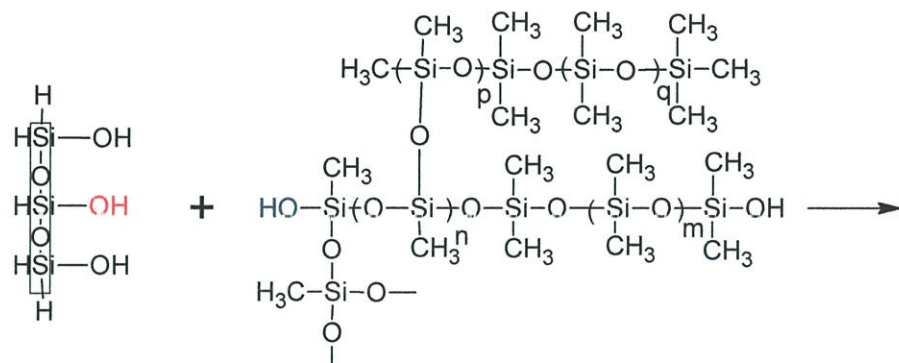


(2.3)



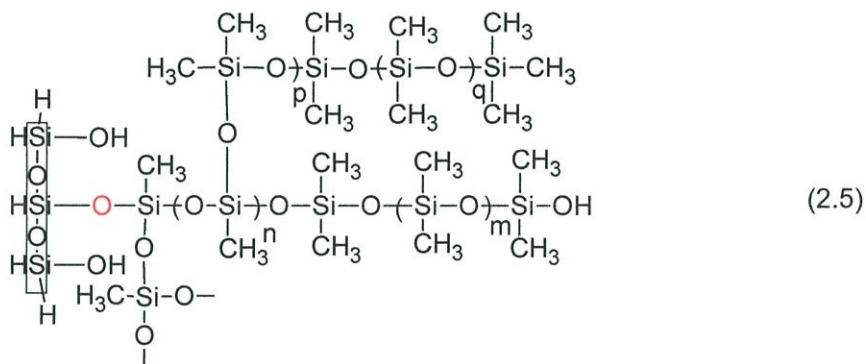
(2.4)

สารละลาย sol-gel PDMS ถูก deactivate ด้วย PMHS

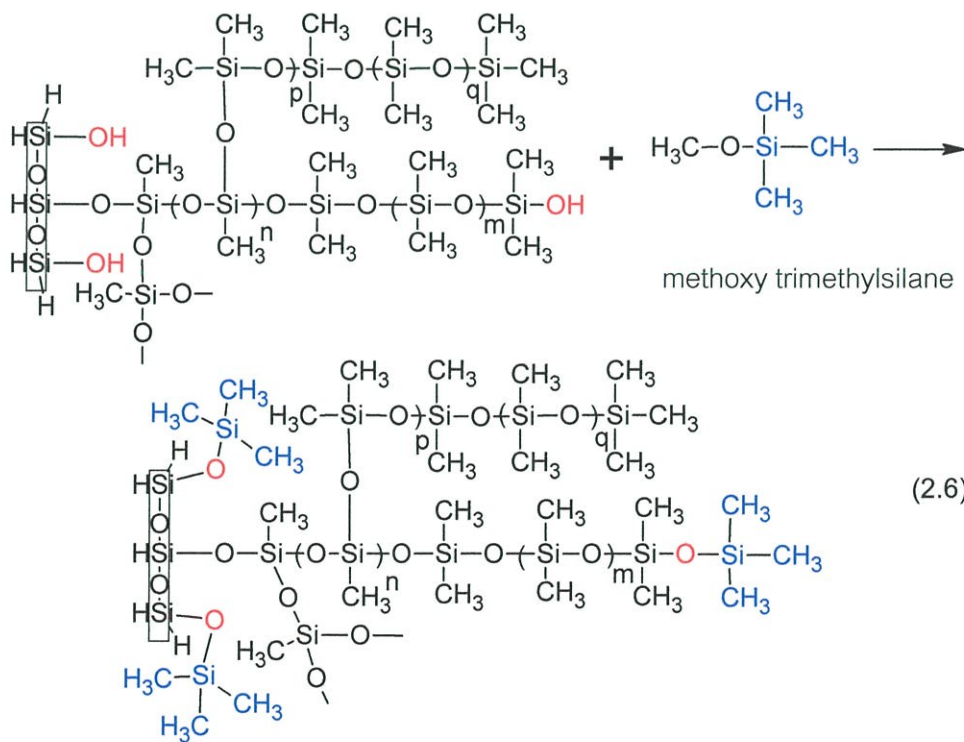


ผิวหน้าไฟเบอร์ (fused silica)

sol-gel PDMS ถูก deactivate ด้วย PMHS



ผิวหน้าไฟเบอร์เคลือบด้วย sol-gel PDMS ถูก deactivate ด้วย PMHS



ผิวหน้าไฟเบอร์เคลือบด้วย sol-gel PDMS , end capping ด้วย methoxy trimethylsilane

โดยปกติแล้วในขั้นตอนการเตรียมคอลัมน์ของ GC จะต้องมีการ deactivated หมู่ Si-OH ที่อยู่บนผิวหน้าหรือผนังด้านในของท่อ fused silica capillary column ก่อนทุกครั้งที่จะทำการเคลือบโดยใช้สารที่ทำหน้าที่เป็น end capping reagent ดังนั้นคอลัมน์ที่ได้จะปราศจากหมู่ Si-OH ซึ่งเป็นต้นเหตุที่ทำให้ประสิทธิภาพในการแยกของคอลัมน์ลดลง คือพีคที่ได้จะเป็นแถบกว้าง (broad) และมี tailing ซึ่งกลไกในการแยกเป็นแบบ adsorption เมื่อทำการ deactivated หมู่ Si-OH แล้วจึงทำการเคลือบสารพอลิเมอร์ที่ทำหน้าที่เป็นเฟสนิ่ง (เป็นของเหลว) ลงในคอลัมน์ ทำให้คอลัมน์ที่ได้มีประสิทธิภาพในการแยกดีขึ้นเพราะกลไกในการแยกสารเป็นแบบการพาร์ติชันเพียงอย่างเดียว แต่ในขั้นตอนของการเตรียมไฟเบอร์ SPME นี้ เราสามารถใช้ประโยชน์จาก หมู่ Si-OH ที่มีอยู่บน fused silica fiber มาสร้างพันธะทางเคมีกับสารพอลิเมอร์ที่ทำหน้าที่เป็นเฟสอยู่กับที่ทำให้ไฟเบอร์ที่ได้มีความแข็งแรงมากขึ้น

จากข้อสังเกตจะเห็นว่าที่ผิวหน้าของไฟเบอร์ที่ได้หลังจากการเคลือบโดยใช้เทคนิค sol-gel สารที่ได้เกิดจากการนำสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์มาผสมกันด้วยอัตราส่วนที่เหมาะสมสำหรับในขั้นตอนการเตรียมไฟเบอร์ sol-gel PDMS จะมีการเติม PMHS ลงในสารละลาย sol ด้วย ซึ่งจะทำหน้าที่เป็นสาร deactivating reagent ซึ่งโมเลกุลของ PMHS มีโครงสร้างทางเคมีคล้ายกับ PDMS แต่มีอะตอมของธาตุไฮโดรเจนอยู่สามารถที่จะไปสร้างพันธะกับหมู่ OH ที่หลงเหลืออยู่หลังจากการเกิดปฏิกิริยาการควบแน่นของสาร PDMS และสารตั้งต้น ดังสมการ 2.4 ก่อนที่จะนำไฟเบอร์ที่ได้ไป condition นำไฟเบอร์มาจุ่มลงในสารละลาย trimethyl methoxysilane ซึ่งทำหน้าที่เป็น end capping reagent เพื่อกำจัดหมู่ Si-OH ที่หลงเหลืออยู่ โดยที่สารนี้มีขนาดของโมเลกุลที่เล็กกว่า PMHS และ PDMS ซึ่งที่ผิวหน้าของ fused silica fiber มีหมู่ Si-OH อยู่ในปริมาณสูง เนื่องจาก trimethyl methoxysilane มีขนาดโมเลกุลที่เล็กมากสามารถแทรกเข้าไปทำปฏิกิริยากับ Si-OH ที่ผิวหน้าของ fused silica fiber และที่ปลายของไซพอลิเมอร์ PDMS ทำให้ไฟเบอร์ที่ได้เป็นแบบไม่มีขั้ว แล้วจึงนำไป condition ที่อุณหภูมิ 300 °C ภายในช่องฉีดสารตัวอย่าง ของ GC ภายใต้สภาวะสุญญากาศ

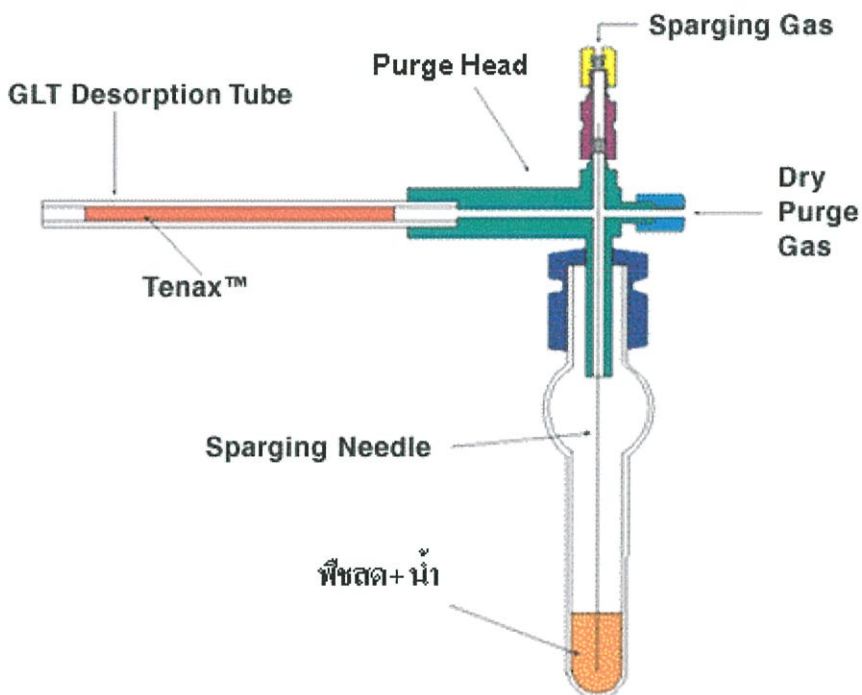
สำหรับในกรณีของ PEG ไม่จำเป็นต้องใช้ PMHS และ trimethyl methoxysilane เพราะตัว PEG ที่ใช้ในการเตรียมนี้เป็น Carbowax 20 M มีน้ำหนักโมเลกุล 20,000 มีหมู่ OH อยู่ที่ปลายของไซพอลิเมอร์ซึ่งสามารถไปสร้างพันธะกับหมู่ Si-OH ที่เหลืออยู่บนผิวหน้าของไฟเบอร์ได้ ดังสมการ 2.8 และเราต้องการให้ไฟเบอร์ที่ได้นี้เป็นแบบมีขั้ว จึงไม่จำเป็นต้องใช้สารดังกล่าว

2.3 หลักการของ Purge and Trap [20]

Purge and Trap จัดเป็นเทคนิคหนึ่งในการเตรียมสารตัวอย่างหรือเพิ่มความเข้มข้นของสารระเหยที่ต้องการวิเคราะห์ โดยทำให้ถูกยัด หรือถูกดูดซับอยู่บนตัวดูดซับ ขณะที่ทำการไล่สาร

ระเหยซึ่งอยู่ภายในภาชนะสำหรับใส่สารตัวอย่างด้วยแก๊สฮีเลียม สารระเหยที่ได้จะถูกดูดซับอยู่บนตัวดูดซับที่มีการหล่อเย็นด้วยไนโตรเจนเหลวรอบ ๆ หลังจากนั้นจึงทำการ desorbed โดยให้ความร้อนแก่ตัวดูดซับ หรือใช้ตัวทำละลายในการชะ

วัสดุที่ใช้เป็นตัวดูดซับมีหลายชนิดด้วยกัน เช่น Tenax A (2,6-diphenyl-p-phenyl oxide polymer), Porapak Q (ethyl vinyl benzene-divinyl benzene copolymer) ประสิทธิภาพในการดูดซับขึ้นอยู่กับชนิดของตัวดูดซับ ขนาดของความพรุน และคุณสมบัติเฉพาะตัวของพอลิเมอร์ และชนิดของสารตัวอย่าง



รูปที่ 2.1 แผนภาพไดอแกรมของ เครื่อง Purge and Trap [21]

2.4 น้ำมันหอมระเหย (Essential oil)

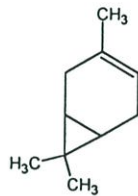
น้ำมันหอมระเหย [22] มีบทบาทต่อมนุษย์ในหลายรูปแบบ ที่ชัดเจนที่สุดได้แก่ เป็นสารที่ให้ความหอม นำมาใช้เป็นสารปรุงแต่งรสชาติและยา มีการใช้น้ำหอมซึ่งจะมีผลต่ออารมณ์ เช่นนำไปใช้เป็นสுவคนธบำบัด (Aromatherapy) โดยการนำไปใช้ในการประโลม ทำให้จิตใจสงบ หรือกระตุ้น ซึ่งจะมีผลในการบำบัดผู้ป่วย ในตำรายาพื้นบ้าน น้ำมันหอมระเหย มีความสำคัญในการรักษาโรค ซึ่งมีการนำมาใช้ทางการแพทย์ ในตำรายาตะวันตกในปัจจุบัน ส่วนใหญ่ใช้เพื่อปรับปรุงรสชาติของยา และใช้ในเครื่องสำอางค์ที่ใช้ในบ้าน เช่น เป็นองค์ประกอบของสารฆ่าเชื้อ แก้วหวัด และน้ำมันถูนวดแก้ปวดเมื่อย รักษาอาการปวดบวมกล้ามเนื้อ ใช้เป็นส่วนผสมในเครื่องสำอางปรุงแต่งกลิ่นในผลิตภัณฑ์ และในอุตสาหกรรมน้ำหอม นอกจากนี้ในน้ำมันหอมระเหยยังเป็นแหล่ง

ของสารหลายชนิดที่มีการนำไปใช้ประโยชน์ เช่น linalool เป็นสารชนิดหนึ่งที่พบทั่วไปในน้ำมันหอมระเหย ที่ได้จากส่วนของดอกไม้ ซึ่งเป็นสารสำคัญที่ใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์วิตามินอี และสำหรับ citral เป็นองค์ประกอบในน้ำมันหอมระเหยใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์วิตามิน A เป็นต้น

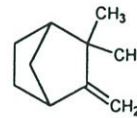
องค์ประกอบทางเคมีที่พบในน้ำมันหอมระเหยจะเป็นสารผสมที่มีความซับซ้อนในบางครั้ง ประกอบด้วยสารเคมีนับร้อยชนิด

ตัวอย่างลักษณะโครงสร้างทางเคมีสารหอมระเหยในแต่ละกลุ่ม [22,23]

1. monoterpene hydrocarbon

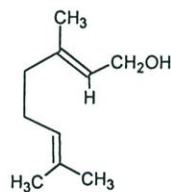


δ -3-carene

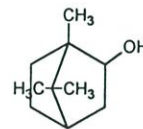


camphene

2. monoterpene oxygenated

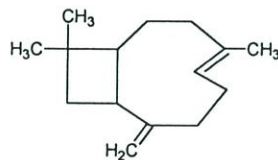


geraniol

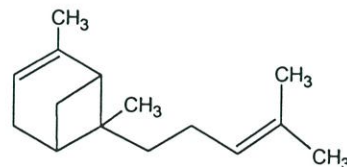


borneol

3. sesquiterpene hydrocarbon

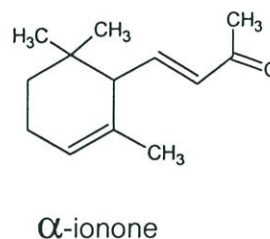
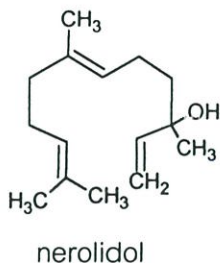


caryophyllene

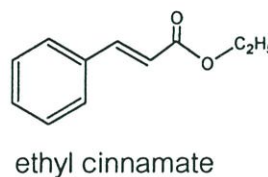
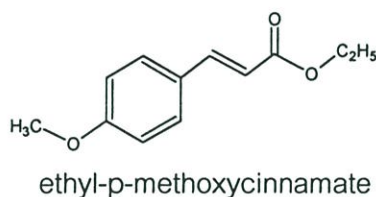


α -bergamotene

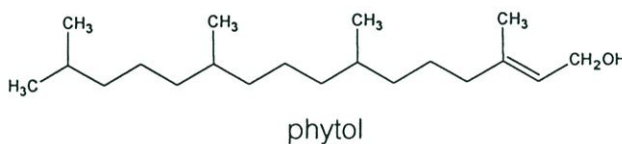
4. sesquiterpene oxygenated



5. ester



6. aliphatic hydrocarbon คือ alkane, alkene, aldehyde, ketone, alcohol



2.5 พืชหอมที่ใช้ในการวิจัย

2.5.1. กระชายเหลือง มีชื่อทางวิทยาศาสตร์ว่า *Boesenbergia pandurata* (Roxb.) Schltr., เป็นพืชที่อยู่ใน Family Zingiberaceae จัดอยู่ใน Genus *Boesenbergia* [24,25]

ชื่อท้องถิ่น กระแอน, ขิงทราย, ระแอน, เป้าะสี, ว่านพระอาทิตย์

ลักษณะทางพฤกษศาสตร์ กระชายเป็นจัดเป็นพืชล้มลุก ชอบดินปนทราย ปลูกได้ทั่วไป มีลำต้นอยู่ใต้ดินที่เรียกว่าเหง้าหรือหัวมีรากเป็นที่สะสมอาหาร ปลายเรียวแหลม ผิวสีน้ำตาลอ่อน มีกลิ่นหอม ใบเป็นใบเดี่ยวเรียวยาวกลับในระนาบเดียวกัน แผ่นใบเป็นรูปวงรี ส่วนปลายมีลักษณะเป็นหัวแหลม รูปหัวใจ บริเวณเหง้า (หัว) และ ราก เนื้อข้างในมีสีเหลือง กลีบดอกสีขาว หรือขาวอมชมพู มีลักษณะเป็น 2 กลีบเห็นไม่ชัด ขยายพันธุ์โดยใช้ส่วนที่เป็นเหง้าหรือหัวในดิน ดังรูป 2.2



ก

ข

รูปที่ 2.2 ภาพถ่ายกระชายเหลือง ก. ลักษณะดอก ข. ลักษณะเหง้า และราก

กระชายถูกนำมาใช้ประโยชน์ด้านต่าง ๆ เช่น ส่วนของรากและหัวมาใช้ในการประกอบอาหาร ใช้เป็นสมุนไพรในการรักษาโรคต่างๆ ได้มากมาย ได้แก่ เหง้ามีสรรพคุณแก้ปวดท้อง ท้องอืด ท้องเสีย แก้ปวดมวนในท้อง ขับปัสสาวะ แก้แผลในปาก แก้ฝี บำรุงกำลัง กระตุ้นหัวใจให้เต้นสม่ำเสมอ เป็นยาอายุวัฒนะ แก้ลม, ส่วนใบใช้บำรุงธาตุแก้โรคในคอ แก้โรคในช่องปาก แก้โลหิตเป็นพิษ มีการนำมาใช้เดี่ยว ๆ หรือใช้ผสมในตำรับยาพร้อมกับสมุนไพร อื่น ๆ รักษาโรคต่าง ๆ ได้มากมาย

การศึกษาองค์ประกอบทางเคมีและฤทธิ์ทางชีวภาพของกระชายเหลือง

Mongkolsuk *et al.* [26] ทำการสกัดแยกด้วยตัวทำละลาย diethyl ether พบสาร (±)-pinostrobin และ (±)-alpinetin Jaipeteh *et al.* [27] และ Mahidol *et al.* [28] ทำการสกัดแยกสารพบ (±)-boesenbergin A, (±)-boesenbergin B, (±)-panduratin A, 2',6'-dihydroxy-4'-methoxy cyclochalcone, 2',4'-dihydroxy-6'-methoxychalcone, cardamonin, pinostrobin และ pinocembrin

Akira *et al.* [29] พบว่าสารที่สกัดได้จากตัวทำละลายเมธานอล คือ cadamonin มีฤทธิ์ anti-tumor promoter ได้ดีมาก พนิดา และคณะ [25] ทำการทดสอบฤทธิ์ทางชีวภาพ พบว่า pinostrobin และ panduratin A แสดงฤทธิ์การต้านแบคทีเรีย *Bacillus cereus*, *Bacillus subtilis* และ *Escherichia coli* อย่างมีนัยสำคัญที่ความเข้มข้น 300 ไมโครกรัม/ดิสก์ ส่วน panduratin A มีผลยับยั้งต่อเชื้อ *Klebsillae pneumoniae* และ pinocembrin มีผลยับยั้งต่อเชื้อ *Bacillus cereus*, *Staphylococcus aureus*, *Salmonella derby* และ *Yersinia enterocolitica*. Trakoontivakorn *et al.* [30] พบว่าสารสกัดจากเมธานอลจากส่วนของเหง้าและรากกระชายเหลือง พบสารประกอบที่สำคัญทั้งหมด 6 สารประกอบ คือ panduratin A, pinocembrin

chalcone, pinocembrin, cardamonin, pinostrobin และสารตัวใหม่คือ 4-hydroxypanduratin A เมื่อนำสารไปทดสอบ พบว่าสารประกอบทั้งหมดมีฤทธิ์ anti-mutagenic สูงมากต่อสารประกอบ heterocyclic amine ใน *Salmonella typhimurium* TA 98

2.5.2. กระชายแดงหรือกระชายแดงป่ามีชื่อทางวิทยาศาสตร์ว่า *Boesenbergia rotunda* (Linn.) Mansf., Kulturpf เดิมชื่อว่า *Boesenbergia pandurata* (Robx.) Schltr. เป็นพืชที่อยู่ใน Family Zingiberaceae จัดอยู่ใน Genus *Boesenbergia* [31,32]

กระชายแดงจะมีลักษณะทางพฤกษศาสตร์เหมือนกันกับกระชายเหลืองแต่ต่างกันตรงที่เหง้าและเนื้อด้านในมีสีแดงออกส้ม ขนาดใบ ลำต้น เหง้าและรากจะเล็กกว่ากระชายเหลือง ที่กาบใบที่ทำหน้าที่ห่อหุ้มลำต้น และก้านใบจะมีสีออกแดงดำ ดังรูปที่ 2.3



ก.



ข.

รูปที่ 2.3 ภาพถ่ายกระชายแดง ก. ลักษณะดอก ข. ลักษณะเหง้า และราก

จากการศึกษาองค์ประกอบทางเคมีและฤทธิ์ทางชีวภาพของกระชายแดง

Tantiwachwuttikul *et al.* [33] ได้ทำการสกัดสารด้วยตัวทำละลายเฮกเซน พบสารประกอบ (±)-panduratin A, boesenbergin A และ rubranine และ pinostrobin Pancharoen *et al.* [34] พบสาร panduratin B₁, B₂ Tuchinda *et al.* [32] ทำการสกัดด้วยตัวทำละลายคลอโรฟอร์ม ได้สารทั้งหมด 6 องค์ประกอบด้วยกันคือ (-)-hydroxypanduratin A, (-)-panduratin A, pinostrobin, pinocembrin, sakuranetin, dihydro-5,6-dehydrokawain และเมื่อนำสารประกอบที่ได้ไปทดสอบฤทธิ์ พบว่า (-)-hydroxypanduratin A และ (-)-panduratin A มีฤทธิ์ anti-inflammatory เมื่อเหนี่ยวนำด้วย TPA ที่ใบหูหนู

2.5.3. เปราะหอม มีชื่อทางวิทยาศาสตร์ว่า *Kaempferia galanga* Linn. จัดอยู่ในใน Family Zingiberaceae จัดอยู่ใน Genus *Kaempferia* [35,36]

ชื่อท้องถิ่น ว่านหอม ว่านตีนดิน (ภาคเหนือ), ว่านแผ่นดินเย็น (เชียงใหม่), ชู (กะเหรี่ยง-แม่ฮ่องสอน), หอมเปราะ, ตูบหมูป (ภาคกลาง), เปราะป่า (ภาคใต้)

ลักษณะทางพฤกษศาสตร์ ใบค่อนข้างหนาและใหญ่ กลม ๆ เท่าฝ่ามือ ปลายแหลม โคนมน และออกแบนราบติดกับพื้นดิน ต้นหนึ่งมีใบ 2-3 ใบ ท้องใบมีสีเขียว และหลังใบสีขาว ปลายกลีบดอกมีสีขาว ตรงกลางมีสีม่วงเข้ม ดังรูป 2.4



ก.



ข.

รูปที่ 2.4 ภาพถ่ายเปราะหอม ก. ลักษณะดอก ข. ลักษณะเหง้า และราก

เปราะหอมมีปลูกอยู่ทั่วไปใน อินเดีย, จีน, เอเชียตะวันออกเฉียงเหนือและใต้ โดยเฉพาะใน อินโดนีเซีย มาเลเซีย และสิงคโปร์ และไทย โดยปกติแล้วจะใช้เป็นสารแต่งกลิ่นในอาหาร บรรเทาอาการเจ็บป่วย เช่น ความดันโลหิตสูง ไช้ออกเสบ และหอบหืด ในส่วนของเหง้า นำมาใช้แก้ปวดเกร็งในช่องท้องของสตรี โดยการรับประทานหรือเป็นยาทาภายนอก เมื่อนำมาต้มรวมกับส่วนของรากนำมาใช้กับผู้หญิงหลังคลอดบุตร นำมาใช้ในการรักษาอาการบวมแดงของโรคไช้ออกเสบ

การศึกษาองค์ประกอบทางเคมีและฤทธิ์ทางชีวภาพของเปราะหอม

Kiuchi *et al.* [37] และ Xue และ Chen [38] ได้ทำการศึกษาองค์ประกอบทางเคมีพบว่าประกอบด้วย ethyl cinnamate, ethyl-p-methoxy cinnamate และ p-methoxy cinnamate และ 3-carene-5-one และ Yu *et al.* [39] พบว่าเมื่อสกัดเหง้าของเปราะหอมด้วยเฮกเซน สารประกอบที่ได้คือ (1) 8(14),15-sanderacopimaradiene-1-alpha,9-alpha-diol, (2) 8(14),15-

sanderacopimaradiene-1alpha,6beta,9alpha-triol, (3) germacrone, (4) trans-ethyl-p-methoxycinnamate, (5) pentadecane

Xue *et al.* [38] ได้ทำการศึกษาสารที่สกัดได้จากเปราะหอม สารสำคัญที่ได้คือ cis และ trans-ethyl-p-methoxycinnamate มีฤทธิ์ anti-carcinogenic อย่างดีเยี่ยม ในระดับ *vitro* และ Othman *et al.* [40] ได้ทำการศึกษา ethyl cinnamate ที่แยกได้จากเปราะหอม พบว่ามีฤทธิ์ทำให้ความดันในหลอดเลือดของหนูลดลง Noro *et al.* [41] พบว่า trans-ethyl-p-methoxy-cinnamate มีฤทธิ์ในการยับยั้ง monoamine oxidase Kosuge *et al.* [42] ทำการทดสอบ p-methoxy-trans-cinnamate ที่สกัดได้จากเปราะหอม พบว่ามีฤทธิ์ยับยั้งการสร้าง colony ของ Hela cell ในการเพาะเลี้ยงเซลล์ ซึ่งเป็นต้นเหตุของการเกิดมะเร็ง Kiuchi *et al.* [43] พบว่าสารสกัดในกลุ่ม cinnamic acid และสารอนุพันธ์ที่สกัดได้จากเปราะหอมด้วยตัวทำละลายเฮกเซน พบว่ามีฤทธิ์ laticidal activity ต่อตัวอ่อนของพยาธิตัวกลมในสุนัข Wanajak [44] ทำการศึกษาฤทธิ์ด้านการเกิดแผลในกระเพาะอาหารจากสารสกัดเมธานอลจากเปราะหอม โดยทำการทดลองกับหนูขาว เทียบกับไซเมทิดีน พบว่าสารสกัดจากเปราะหอมมีฤทธิ์ด้านการเกิดแผลในกระเพาะอาหาร ที่ระดับความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อน้ำหนักตัว 1 กิโลกรัม มีค่าใกล้เคียงกัน แต่ไม่สามารถลดปริมาณน้ำย่อยและกรดในกระเพาะอาหารได้ นาดยาและคณะ [36] ทำการศึกษาฤทธิ์ด้านเชื้อจุลินทรีย์ของน้ำมันหอมระเหยจากเปราะหอม โดยทดสอบกับเชื้อที่เป็นสาเหตุของโรค พบว่า ส่วนของน้ำมันหอมระเหยจากเปราะหอมสามารถยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อ *E. coli*, *S. aureus* และ *B. subtilis* ได้ดี

2.5.4 กระชายดำมีชื่อทางวิทยาศาสตร์ว่า *Kaempferia parviflora* Wall. จัดอยู่ใน Family Zingiberaceae จัดอยู่ใน Genus *Kaempferia* [45,46] เช่นเดียวกับเปราะหอม

ชื่อท้องถิ่น ลำแอน และ ชีพู

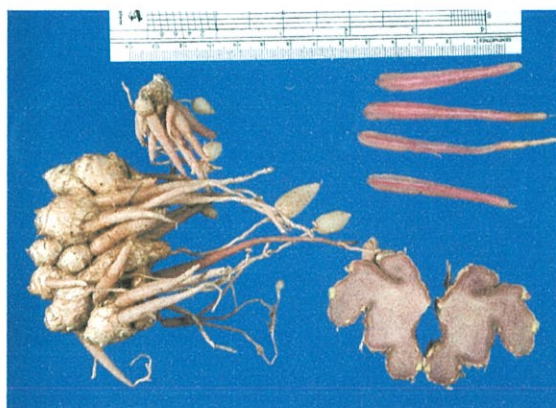
ลักษณะทางพฤกษศาสตร์มีลำต้นอยู่ใต้ดินที่เรียกว่าหัวหรือเหง้า ก้านใบแทงขึ้นจากหัวใต้ดิน เป็นใบเดี่ยวเรียวยาวสลับในระนาบเดียวกัน แผ่นใบเป็นรูปวงรี ส่วนปลายมีลักษณะ เป็นหัวแหลมรูปหัวใจ ผิวด้านบนเกลี้ยง ด้านล่างมีขนนุ่ม ขอบใบมีแถบสีแดง ที่แผ่นใบสีเขียวปนแดงเรื่อ ๆ รากติดกันเป็นกระจุกส่วนของเนื้อในหัวเหง้ามีสีม่วงดำเข้มหรือดำคล้ายผลหว่า มีกลิ่นหอมเฉพาะดอกที่ปลายจะมีกลีบดอกสีขาว หรือปนชมพูเล็กน้อย มีลักษณะเป็นถุงแยกเป็น 2 กลีบ ดังรูป 2.5

กระชายดำจัดเป็นพืชสมุนไพร มีแหล่งกำเนิดบริเวณเอเชียตะวันออกเฉียงใต้ พบหนาแน่นในแถบมาเลเซีย สุมาตรา เกาะบอร์เนียว อินโดจีน ไทย และแพร่กระจายพันธุ์ทั่วไปในเอเชียเขตร้อน จีนตอนใต้ อินเดีย และพม่า สรรพคุณของกระชายดำตามตำรับยาแผนโบราณ [46] หรือตำราว่าน 108 กระชายดำเป็นยาอายุวัฒนะชั้นนำ ตำรับยาแทบทุกตำรับมักมีกระชายดำเป็นส่วน

ประกอบเสมอ โดยสรรพคุณของกระชายดำเป็นยาบำรุงหัวใจ บำรุงกำลังเป็นยาเจริญอาหารและบำรุงธาตุแก้หัวใจสั่นหวิว แก้กลมวิงเวียนแน่นหน้าอก แผลในปาก ฝีอักเสบ กลากเกลื้อน ขับปัสสาวะพิการ และยังมีสรรพคุณช่วยเสริมสร้างสมรรถภาพทางเพศได้ดี ทำให้ร่างกายกระชุ่มกระชวย ช่วยฟื้นฟูสภาพอาการกามตายด้านและบำรุงกำหนัด



ก.



ข.

รูปที่ 2.5 ภาพถ่ายกระชายดำ ก. ลักษณะดอก ข. ลักษณะเหง้า และราก

การศึกษาองค์ประกอบทางเคมีและฤทธิ์ทางชีวภาพของกระชายดำ

Jaipetch *et al.* [47] ทำการศึกษาองค์ประกอบทางเคมีพบสารที่สำคัญคือ (1) 3,5,7,3'-pentamethoxyflavone, (2) 3,5,7,4'-tetramethoxyflavone, (3) 5-hydroxy-7,4'-dimethoxyflavone, (4) 2'-hydroxy-4',6'-dimethoxychalcone, (5) 2'-hydroxy-4,4',6'-trimethoxychalcone, (6) 5-hydroxy-7-methoxyflavone, (7) 5,7-dimethoxyflavone, (8) 5-hydroxy-7-4'-dimethoxyflavone, (9) 5,7,4'-trimethoxyflavone, (10) 5,7,3',4'-tetramethoxyflavone, (11) 3,5,7-trimethoxyflavone, (12) 5-hydroxy-3,7,3',4'-tetramethoxyflavone, (13) 5-hydroxy-3,7-dimethoxyflavone, (14) 5-hydroxy-3,7,4'-trimethoxyflavone

Tasaneeyakul *et al.* [48] ทำการศึกษาพบว่า 5,7-dimethoxyflavone มีฤทธิ์ด้านการอักเสบในหนูขาว อย่างมีนัยสำคัญ ที่ระดับ 300 มิลลิกรัม/กิโลกรัม (น้ำหนักตัวหนู) Panthong *et al.* [49] ได้ทำการทดสอบ 5,7-dimethoxy flavone ที่สกัดได้ พบว่ามีฤทธิ์ด้านการอักเสบ และมีฤทธิ์ลดไข้ โดยไปยับยั้งการสังเคราะห์ prostaglandin และเมื่อทำการทดสอบความเป็นพิษจาก Hippocratic screening เมื่อใช้ 5,7-dimethoxy flavone ในขนาด 3 กรัม/กิโลกรัม พบว่าความเป็นพิษต่ำมาก และไม่พบพิษในหนูถีบจักร Panthong *et al.* [50] พบว่าสารในกลุ่ม flavonoid ที่

สกัดได้จากกระชายดำ โดยสารในกลุ่ม flavones และ flavanones มีฤทธิ์ต้านการอักเสบ ส่วนสารในกลุ่ม chalcone มีฤทธิ์น้อยมาก นาทยาและคณะ [36] ได้ทำการศึกษาฤทธิ์ด้านเชื้อจุลินทรีย์ของน้ำมันหอมระเหยจากกระชายดำ โดยทดสอบกับเชื้อที่เป็นสาเหตุของโรคพบว่า ส่วนของน้ำมันจากกระชายดำสามารถยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อ *S. aureus* และ *B. subtilis* ได้ดี นกคิลและคณะ [51] ทำการศึกษามลของกระชายดำที่มีต่อคุณลักษณะน้ำเชื้อของกระต่ายพ่อพันธุ์ โดยสู่มให้กระชายดำในรูปของสารละลายโดยกรอกเข้าทางปาก เป็นเวลา 8 สัปดาห์ พบว่าปริมาณของน้ำเชื้อและจำนวนอสุจิปกติที่รอดชีวิตมีแนวโน้มเพิ่มสูงขึ้นในช่วงสัปดาห์ที่ 2-8

2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องในการทำการวิจัย

Chong *et al.* [6] ได้ทำการศึกษาไฟเบอร์ sol-gel PDMS ที่สร้างขึ้น เพื่อสกัดและทำการวิเคราะห์สารพวก aromatic hydrocarbon, alkane, aniline derivative และสารประกอบพวก phenolic พบว่าไฟเบอร์ sol-gel PDMS ที่ผลิตได้มีพื้นที่ผิวมากทำให้มีประสิทธิภาพในการสกัดสูงและสามารถลดความหนาของชั้นพอลิเมอร์ให้มีความหนาน้อยลงซึ่งจะมีผลต่อการถ่ายโอนมวล ในขณะที่ทำการสกัดและชั้น desorption ในช่องฉีดสารตัวอย่างของ GC ทำให้ใช้เวลาน้อยลงสามารถทนต่อความร้อนได้สูงถึง $> 320^{\circ}\text{C}$ และโดยไม่เกิดการ bleeding ในขณะที่ไฟเบอร์ PDMS เริ่ม Bleeding ที่อุณหภูมิ 200°C

Wang *et al.* [10] ได้ทำการศึกษาและพัฒนาขั้นตอนในการผลิตคอลัมน์ GC โดยใช้เทคนิคของ sol-gel โดยการเติมสารละลาย sol ที่มีสัดส่วนองค์ประกอบทางเคมีที่เหมาะสมลงใน fused silica capillary ปฏิกริยาของ sol-gel จะเกิดขึ้นภายในผนังด้านในของคอลัมน์ fused silica ซึ่งมีหมู่ Si-OH อยู่ จึงทำให้เกิดพันธะโดยตรงกับสารที่ทำหน้าที่เป็นเฟสอยู่กับที่ จากนั้นตรวจดูพื้นที่ผิวด้วย SEM จากการศึกษพบว่าคอลัมน์ที่ได้มีประสิทธิภาพในการแยกเพิ่มขึ้นและคงทนต่อความร้อนได้สูงขึ้นมากกว่าการเคลือบคอลัมน์แบบเก่า ๆ และช่วยลดระยะเวลาในการผลิตคอลัมน์ โดยสารที่ทำหน้าที่เป็นเฟสอยู่กับที่เกิดพันธะโดยตรงกับผนังด้านในของคอลัมน์ fused silica จึงทำให้คอลัมน์ที่ได้มีพื้นที่ผิวมากขึ้นและมีการถ่ายโอนมวลได้ดีขึ้น และพบว่าคอลัมน์ที่ได้นี้สามารถนำมาใช้ในการแยกสารและตรวจวิเคราะห์สารที่มีขั้วในช่วงกว้างรวมทั้งสารประกอบทั้ง free fatty acid, phenolic, amine, aldehyde, ketone, alcohol และ diol

Wang *et al.* [36] ได้ทำการศึกษาและผลิต SPME ขึ้นโดยใช้เทคนิคของ sol-gel โดยใช้ Superox 4 (polyethyleneglycol, PEG molecular weigh 4,000,000) ทำหน้าที่เป็นเฟสอยู่กับที่เคลือบบนไฟเบอร์ SPME พบว่าไฟเบอร์ SPME ที่ได้ เมื่อเปรียบเทียบกับไฟเบอร์ SPME จาก Supelco ที่มีเฟสต่าง ๆ กันดังนี้ 100 และ 7 ไมโครเมตร PDMS, 85 ไมโครเมตร PA, 65 ไมโครเมตร carbowax-divinyl benzene (CW-PVB) พบว่าไฟเบอร์ sol-gel PEG ที่ผลิต มีข้อดี

มากกว่า เช่น ความเร็วในการถ่ายโอนมวล (velocity of mass transfer), ประสิทธิภาพในการสกัด และทนต่อความร้อนได้สูง ($>300^{\circ}\text{C}$) มีอายุการใช้งานได้มากกว่า 150 ครั้ง (จาก Supelco 50-100 ครั้ง) และสามารถใช้ในการวิเคราะห์สารประกอบได้ทั้งพวกที่มีขั้วและไม่มีขั้ว และเมื่อนำไปทำการสกัดสารประกอบในกลุ่มฟีนอล พบว่ามีค่า LODs 0.1-10 นาโนกรัม/มิลลิลิตร ช่วงความสัมพัทธ์ที่เป็นเส้นตรง 0.005-1 ไมโครกรัม/มิลลิลิตร สัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ 0.9877-0.9923 และ %RSD (n=3) 3.4-5.9

Zeng *et al.* [52] ทำการศึกษาและผลิตไฟเบอร์ SPME โดยใช้ Hydroxydibenzo-14-crown-4 (OH-DB14C4)/Hydroxy terminate silicone oil (OH-TSO) โดยใช้เทคนิค sol-gel นำมาสกัดและตรวจวัดปริมาณของฟีนอล ไฟเบอร์ที่ได้สามารถทนความร้อนสูงได้ถึง 350°C มีประสิทธิภาพสูงในการสกัดสารประกอบฟีนอลสูงกว่าเมื่อเทียบกับไฟเบอร์ OH-TSO เพียงอย่างเดียว ซีดจำกัดในการตรวจวัด ต่ำกว่า 1.0 นาโนกรัม/มิลลิลิตร และมีความเที่ยง (precision) ในช่วง 2.9-4.6 % (n=6) ช่วงความสัมพัทธ์ที่เป็นเส้นตรง ที่ได้ 0.1-10 ไมโครกรัม/มิลลิลิตร ความไวในการตรวจวัด (sensitivity) จะเพิ่มขึ้นเมื่อพีเอชต่ำ (pH~1) และเติมเกลือปริมาณเล็กน้อย และได้นำมาประยุกต์ใช้ในการตรวจวิเคราะห์สารตัวอย่างจากน้ำทิ้งของโรงงานผลิตเยื่อกระดาษ

Bigham *et al.* [53] ผลิต sol-gel capillary microextraction โดยนำเทคนิคของ sol-gel มาใช้ในการเคลือบ PDMS และ PEG ใน column capillary ต่อเข้าโดยตรงกับช่องฉีดสารตัวอย่างของ GC เพื่อใช้ในการสกัดสารประกอบอินทรีย์ พบว่า sol-gel PDMS สามารถสกัดสารได้ทั้งสารประกอบที่มีขั้วและไม่มีขั้ว เนื่องจากในขั้นตอนการเตรียมจะเกิดพันธะของสารประกอบอินทรีย์-อินทรีย์ ซึ่งมีปลาย active site ที่สามารถดูดซับสารประกอบที่มีขั้วได้ แต่จะมีประสิทธิภาพในการสกัดสารประกอบที่มีขั้วได้น้อยกว่า sol-gel PEG

Shang *et al.* [54] ทำการศึกษาร่องค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยในดอกของ *Michella alba* โดยใช้ดอกสด ดอกที่แช่เย็น และ ดอกแห้ง โดยทำการสกัดด้วย ด้วย 100 ไมโครเมตร PDMS ที่อุณหภูมิ $25\pm 5^{\circ}\text{C}$ นาน 4 ชั่วโมง ไฟเบอร์ที่ได้ถูกนำไป desorption ในช่องฉีดสารตัวอย่างของ GC-MS ที่อุณหภูมิ 250°C นาน 3 นาที พบว่าองค์ประกอบที่แยกได้ทั้งหมด 61 องค์ประกอบ โดยสารหอมระเหยที่เป็นองค์ประกอบหลักที่ระเหยอยู่ในส่วนของเฟสแก๊ส คือ α -myrcene, limonen, (R) fenchone, linalool, camphor, caryophyllene, germacrene จากการศึกษาพบว่าเทคนิค SPME มีความไวในการตรวจวิเคราะห์และสามารถนำไปประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของน้ำมันหอมระเหยจากดอกไม้ชนิดอื่น ๆ ได้

บทที่ 3

การดำเนินงานวิจัย

3.1 อุปกรณ์และสารเคมี

3.1.1 สารเคมี

1. Silicon PS 347.5, (polydimethoxysilane, -Si-OH terminate) (PDMS) จากบริษัท Fluka ประเทศสวิทเซอร์แลนด์
2. Carbowax 20 m (polyethylene glycol), (PEG) จากบริษัท Chrompack ประเทศเนเธอร์แลนด์
3. Methyl trimethoxysilane (MTOS) จากบริษัท Fluka ประเทศสวิทเซอร์แลนด์
4. Poly(methylhydrosiloxane) (PMHS) จากบริษัท Fluka ประเทศสวิทเซอร์แลนด์
5. Trifluoroacetic acid (TFA) จากบริษัท Fluka ประเทศสวิทเซอร์แลนด์
6. Trimethyl methoxysilane จากบริษัท Fluka ประเทศสวิทเซอร์แลนด์
7. Methylene chloride (HPLC grade) จากบริษัท Merck ประเทศ เยอรมัน
8. Methanol (HPLC grade) จากบริษัท Merck ประเทศ เยอรมัน
9. โซเดียมซัลเฟต แอนไฮดรัส จากบริษัท Merck ประเทศ เยอรมัน
10. สารมาตรฐาน limonene, γ -terpinene , safrole และ thymol จากบริษัท Sigma ประเทศสหรัฐอเมริกา
11. Absolute ethanol จากบริษัท Merck ประเทศเยอรมัน

3.1.2 เครื่องมือ และอุปกรณ์

1. เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (GC) ยี่ห้อ Fisons รุ่น 8000 series จากประเทศอิตาลี
2. เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (GC) ยี่ห้อ Agilent Technologies รุ่น 6890 N, Quadrupole mass selective detector รุ่น 5973
3. Purge & Trap ยี่ห้อ Tekmar Dohrmann รุ่น 3100 ประเทศสหรัฐอเมริกา
4. Magnetic Stirrer ยี่ห้อ Cei จากบริษัท CE Instrument (Thailand) Co., Ltd. ประเทศไทย
5. เครื่อง FT-IR ยี่ห้อ Perkin-Elmer Spectrometer รุ่น 2000 ประเทศสหรัฐอเมริกา
6. เครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM) ยี่ห้อ LEO รุ่น LEO 1455 VP ประเทศอังกฤษ

7. เครื่องเคลือบทอง ยี่ห้อ Polaron Range รุ่น SC7620 Minisputer Coater ประเทศอังกฤษ
8. เครื่อง TGA ยี่ห้อ Perkin-Elmer Pyris 1 ประเทศสหรัฐอเมริกา
9. เครื่อง Autosorb ยี่ห้อ Quantachrome รุ่น Autosorb1
10. Centrifuge ยี่ห้อ Hettlich รุ่น EBA 3S
11. Fused silica fiber ขนาด o.d. 0.220 มิลลิเมตร จากบริษัท SGE ประเทศออสเตรเลีย
12. Gas tight syringe จากบริษัท SGE ประเทศออสเตรเลีย
13. ขวด vial ขนาด 40 มิลลิลิตร พร้อมฝาเกลียวและ septum จากบริษัท National Scientific Company ประเทศสหรัฐอเมริกา
14. เครื่องกลั่นน้ำมันหอมระเหย ชนิดเครื่องแก้ว (Clevenger-Type Apparatus)

3.2 วิธีการทดลอง

3.2.1 วิธีเตรียม SPME fiber

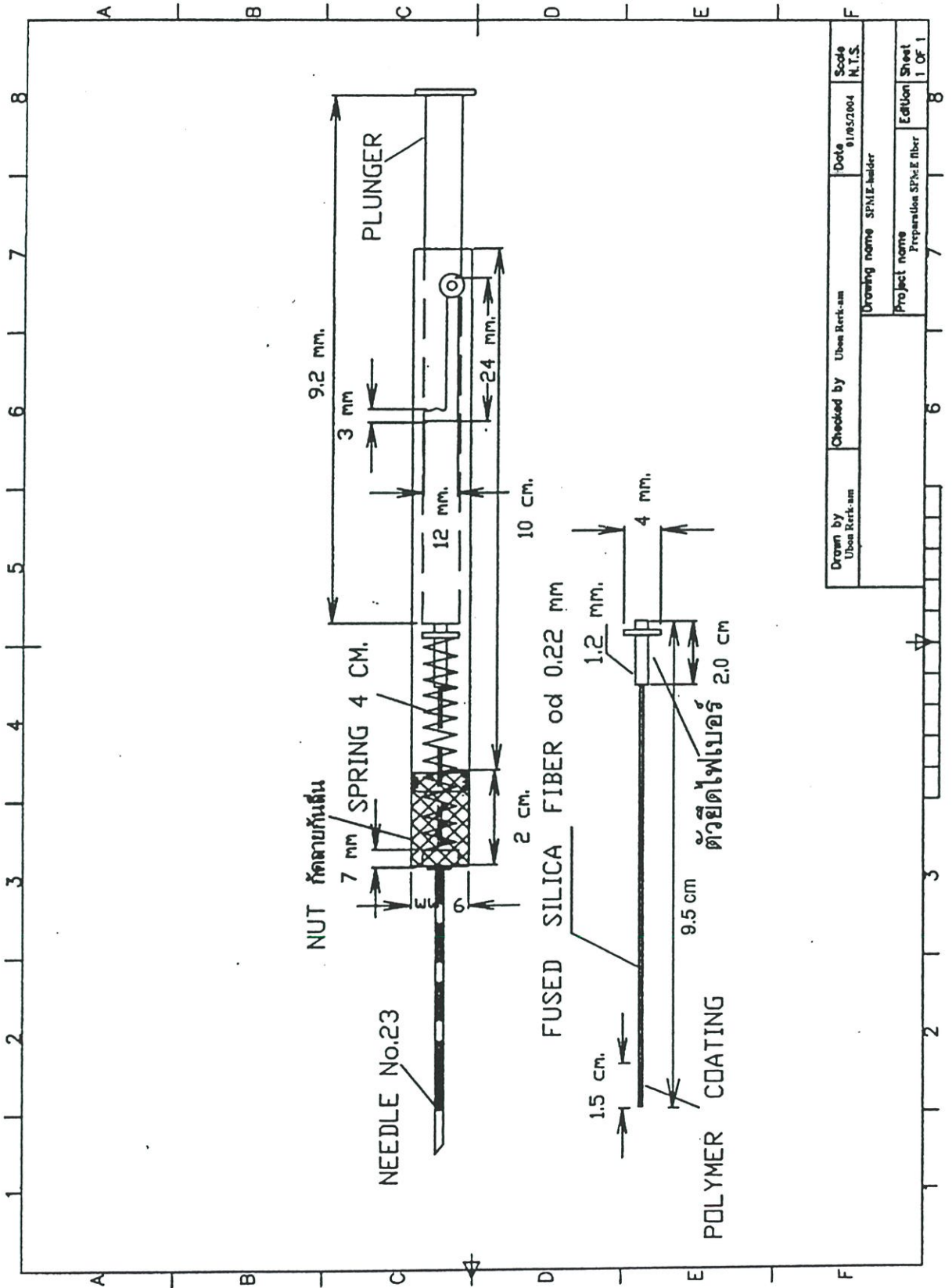
3.2.1.1 การเตรียม SPME fiber- Holder

นำ fused silica ยาว 95 มิลลิเมตร นำมาติดลงบนตัวยึดไฟเบอร์ด้วยกาวซิลิโคน ที่ทนความร้อนสูง จากนั้นนำไปสอดลงเข็มฉีดยา Stainless Steel เบอร์ 23 (ความยาวเข็ม 40 มิลลิเมตร) แล้วนำประกอบเข้ากับตัว SPME – Holder ซึ่งทำด้วย Stainless Steel ที่สร้างขึ้น (กลึงโดยบริษัทศรวิศาล เกษรา จำกัด) ดังรูป 3.1

3.2.1.2 ขั้นตอนการเตรียมสารละลาย sol

1. การเตรียม sol-gel PEG เติม PEG 0.25 กรัม ลงในหลอด Provette da ที่มี CH_2Cl_2 1 มิลลิลิตร ผสมให้เข้ากันด้วย vortex จนละลายเป็นเนื้อเดียวกัน เติมด้วย MTOS 0.2 มิลลิลิตร และ 95% TFA 0.2 มิลลิลิตร ผสมให้เข้ากันด้วย vortex ให้เป็นเนื้อเดียวกันนาน 5 นาที นำสารละลายที่ได้ไป centrifuge ที่ความเร็ว 3,000 rpm นาน 10 นาที จากนั้นดูดสารละลายใส่ชั้นบนลงใน eppendorf tube

2. การเตรียม sol-gel PDMS นำ PDMS 0.2 กรัม ลงในหลอด Provette da ที่มี CH_2Cl_2 1 มิลลิลิตร ผสมให้เข้ากันด้วย vortex จนเป็นเนื้อเดียวกัน เติมด้วย MTOS 0.2 มิลลิลิตร และ 95% TFA 0.2 มิลลิลิตร ผสมให้เข้ากันด้วย vortex จนละลายเป็นเนื้อเดียวกันนาน 3 นาที แล้วเติม PMHS 0.1 มิลลิลิตร ผสมให้เข้ากันต่อด้วย vortex ประมาณ 2 นาที นำสารละลายที่ได้ไป centrifuge ที่ความเร็ว 3,000 rpm นาน 10 นาที หลังจากนั้นดูดสารละลายใส่ชั้นบนลงใน eppendorf tube



Drawn by Ubon Kerk-am	Checked by Ubon Kerk-am	Date 9/16/2004	Scale N.T.S.
Drawing name SPME-holder		Edition 1 OF 1	
Project name Preparation SPME fiber			

รูปที่ 3.1 แผนภาพโครงสร้างของ SPME-Holder

3. ขั้นตอนการเคลือบ sol-gel บนไฟเบอร์ SPME จากรูป 3.1 ดัน plunger ให้ปลาย fused silica fiber โผล่พ้นออกมาจากปลายเข็ม นำเอา polyimide ที่เคลือบอยู่ยาว 1.5 เซนติเมตร โดยเผาด้วยไฟแช็ค แล้วล้างด้วยเมทานอล จนสะอาดแล้วไป condition ภายในช่องฉีดสารตัวอย่าง ของ GC ที่อุณหภูมิ 300 °C ประมาณ 10 นาที ทิ้งให้เย็นในเดซิกเคเตอร์ หลังจากนั้น นำมาจุ่มลงใน สารละลาย sol ที่เตรียมได้ของ sol-gel PEG และ sol-gel PDMS 10 นาที

4. จากนั้นนำไฟเบอร์ขึ้นจากสารละลาย sol-gel เฉพาะไฟเบอร์ sol-gel PDMS นำไปจุ่มลงในสารละลาย trimethyl methoxysilane/ MeOH (4:1) เป็นเวลา 2 นาที เพื่อทำ end capping หลังจากนั้นนำไฟเบอร์ทั้งสองชนิดไปทิ้งให้แห้งในเดซิกเคเตอร์

5. ขั้นตอนการ Condition fiber นำไฟเบอร์ sol-gel PEG และ sol-gel PDMS ที่เตรียมได้ มา condition ที่อุณหภูมิ 300 °C นาน 2 ชั่วโมง ภายในช่องฉีดสารตัวอย่างของ GC ภายใต้แก๊สฮีเลียม หลังจากนั้นนำออกจากช่องฉีดสารตัวอย่าง แล้วนำไฟเบอร์ที่ได้ใส่ลงในเดซิกเคเตอร์ ทิ้งไว้ให้เย็น จากนั้นนำไฟเบอร์มาทำการ condition ใหม่อีก 20 นาที หรือจนกระทั่ง base line เรียบ

3.2.2 การศึกษาคุณลักษณะของไฟเบอร์

3.2.2.1 ขั้นตอนการทดสอบความเสถียรต่อความร้อน (Thermal stability)

- ทดสอบโดยใช้เทคนิค TGA

นำไฟเบอร์ทดสอบความเสถียรต่อความร้อนด้วยเครื่อง TGA โดยนำไฟเบอร์ใส่ลงในถ้วยแพลทินัม โดยใช้ thermocouple เป็น Pt-Pt(Rh10%) เป็นตัววัดความร้อน เผาที่อุณหภูมิ 100 °C-800 °C โดยมีการควบคุมอัตราการเพิ่มอุณหภูมิที่ 10 °C/นาที ภายใต้บรรยากาศแก๊สไนโตรเจนที่ 20 psi แล้วทำการบันทึกเทอร์โมแกรม

- ทดสอบโดยใช้เทคนิค GC-MS

1. นำไฟเบอร์ที่ได้ไป insert ในช่องฉีดสารตัวอย่างของ GC-MS ที่อุณหภูมิ 250, 260, 270, 280, 290, 300, 310 และ 320 °C ทิ้งไว้ช่วงอุณหภูมิละ 2 นาที แล้วทำการบันทึกโครมาโทแกรม

2. จากข้อ 2 พิจารณาโครมาโทแกรมที่ได้ว่าปรากฏพีกของ PEG หรือ PDMS หรือไม่ โดยเช็คจากสเปกตรัม เทียบกับ library (Wiley 6.0)

3.2.2.2 ขั้นตอนการวิเคราะห์โดยใช้ FT-IR

นำสาร PEG, sol-gel PEG และ sol-gel PDMS บดผสมกับ KBr แล้วนำไปอัดเป็นแผ่นบางด้วยเครื่องมือสำหรับอัดของเครื่อง FT-IR สำหรับ PDMS, PMHS และ MTOS นำมาทาบาง ๆ ลงบนแผ่น KBr แล้วนำไปวัดการดูดกลืนแสงในช่วง 4,000-450 cm^{-1}

3.2.2.3 ขั้นตอนการวัดความหนาของฟิล์มบางพอลิเมอร์และดูพื้นที่ผิวด้วย SEM

1. นำไฟเบอร์ที่ได้ทั้งสองชนิดมา cross-section ภายใต้ไมโครเจนเหลวแล้วนำมาวางลงบน stub จากนั้นทำการเคลือบผิวด้วยทอง โดยใช้ความดันช่วงแรก 2×10^{-2} มิลลิบาร์ เป็นเวลา 50 นาที ช่วงที่สองควบคุมความดันเป็น 10^{-1} มิลลิบาร์ กระแสไฟที่ใช้ 18 มิลลิแอมป์ เคลือบทองเป็นเวลา 30 วินาที โดยใช้แก๊สอาร์กอน 99 %

2. จากนั้นนำไฟเบอร์ที่ได้ไปวางลงบน state ของเครื่อง SEM ทำการ spark vacuum เครื่อง SEM เป็นเวลา 15 นาที รอจนส่วนที่เรียกว่า chamber มีความดัน 10^{-1} มิลลิบาร์ และ ส่วนของคอลัมน์มีความดัน 1.2×10^{-4} มิลลิบาร์ เปิดเครื่องเพื่อดูภาพและทำการบันทึกลักษณะของพื้นผิวหน้าของไฟเบอร์และวัดความหนาของชั้นฟิล์มบางพอลิเมอร์ทั้งสองชนิด

3.2.2.4 ขั้นตอนการหาพื้นที่ผิวโดยใช้เครื่อง Autosorb โดยใช้โปรแกรม Brunauer-Emmett-Teller (BET)

1. นำไฟเบอร์ที่เตรียมได้ตัดมาเฉพาะส่วนที่ทำการเคลือบด้วย sol-gel ยาวประมาณ 1.5 เซนติเมตร ประมาณ 40 ไฟเบอร์ นำด้านที่ถูกตัดมาจุ่มลงในสารละลาย sol-gel ของแต่ละชนิด เพื่อทำการปิดปลายท่อของ fused silica fiber (ซึ่งเป็นท่อกลวง) นำไปตั้งทิ้งไว้ให้เย็น แล้วนำไปอบซ้ำที่อุณหภูมิ 230°C ภายใน oven ของ GC นาน 2 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นในเดซิกเคเตอร์

2. นำไฟเบอร์ที่ได้จากข้อ 1 ไปทำการวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวด้วยเครื่อง Autosorb 1 โดยใช้โปรแกรม BET ใช้สารตัวอย่างเริ่มแรก 0.0400 กรัม โดย outgas temperature ที่ 180°C เป็นเวลา 22 ชั่วโมง

3. นำไฟเบอร์ที่ได้จากข้อ 2 ไปชั่งได้น้ำหนักสุดท้ายประมาณ 0.0200 กรัม นำไปวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวโดยใช้โปรแกรม BET ที่ 11 point โดย absorbate ที่ใช้คือ แก๊สไนโตรเจน ผลและสภาวะต่าง ๆ ที่ใช้ในขั้นตอนการวิเคราะห์ดังรูป isotherm ในภาคผนวก ก.2

3.2.3 ขั้นตอนการหาค่าขีดจำกัดในการตรวจวัด (limits of detection, LODs), ขีดจำกัดในการตรวจวิเคราะห์ปริมาณ (limits of quantitation, LOQs), Reproducibility, ช่วงความสัมพันธ์ที่เป็นเส้นตรง (linear range) และสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (r^2)

3.2.3.1. ขั้นตอนการเตรียม Stock Solution นำสารมาตรฐานทั้งหมด 4 ตัวคือ limonene, γ -terpinene, safrole และ thymol ปริมาณ 25 มิลลิกรัม ละลายและปรับปริมาตรด้วยเฮกซานอลในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร สารมาตรฐานที่ได้จะมีความเข้มข้น 1 มิลลิกรัม/มิลลิลิตร แล้วนำมา 1 มิลลิลิตร ไปเจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออนในขวดวัดปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร จะทำให้ได้ stock solution ของสารมาตรฐานมีความเข้มข้น 1,000 นาโนกรัม/มิลลิลิตร หลังจากนั้น

นำสารมาตรฐานจาก stock solution ที่ได้ไปเจือจางต่อด้วยน้ำปราศจากไอออนจนมีความเข้มข้น 20, 40, 80, 160, 320 และ 500 นาโนกรัม/มิลลิลิตร

3.2.3.2. การหาสภาวะที่เหมาะสมในการสกัดสารมาตรฐานผสมด้วยไฟเบอร์ sol-gel PDMS ทำได้โดยปีเปตสารละลายมาตรฐานจาก stock solution ซึ่งมีความเข้มข้น 1,000 นาโนกรัม/มิลลิลิตร มา 8 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนเป็น 25 มิลลิลิตร ในขวดวัดปริมาตร สารมาตรฐานที่ได้จะมีความเข้มข้น 320 นาโนกรัม/มิลลิลิตร เทสารละลายทั้งหมดลงใน vial ขนาด 40 มิลลิลิตร ใส่แท่งแม่เหล็ก ปิดฝาให้แน่น นำไปตั้งใน water bath ที่วางอยู่บน stirrer ที่อุณหภูมิ 30, 40, 50, 60, 70 และ 80 °C ตามลำดับ นาน 15 นาที หลังจากนั้นนำไฟเบอร์ที่เตรียมได้ นำส่วนที่เป็นเข็ม insert ด้านบนของ vial ผ่าน septum แล้วดัน plunger ให้ตัวฟิล์มบางพอลิเมอร์ที่เคลือบอยู่ไหลลงพื้นปลายเข็มออกมาจัดให้อยู่ในไอเหนือสารตัวอย่างหรือเฟสแก๊ส เพื่อทำการสกัดสารระเหยมาตรฐาน ควบคุมอุณหภูมิพร้อมกับปั่นกวนสารละลายด้วยแท่งแม่เหล็กเป็นเวลา 30 นาที เพื่อทำการหาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการสกัด หลังจากนั้นดึง plunger ขึ้นเพื่อเก็บไฟเบอร์ไว้ภายในเข็มอย่างเดิม แล้วดึง SPME Holder ออกมาจากนั้นนำไป insert เข้าช่องฉีดสารตัวอย่างของ GC-MS กด plunger เพื่อทำการ desorption สารที่ติดอยู่บนไฟเบอร์นาน 2 นาที ที่อุณหภูมิ 230 °C ทำการบันทึกโครมาโทแกรม นำข้อมูลที่ได้ไปสร้างกราฟเพื่อหาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการสกัดสาร

จากนั้นเปลี่ยนเป็นทำการสกัดสารละลายมาตรฐานโดยทำการควบคุมอุณหภูมิให้คงที่ซึ่งได้จากการทดลองข้างต้นเป็นเวลา 15 นาที แล้วเปลี่ยนแปลงเวลาที่ใช้ในการสกัด โดยใช้เวลา 20, 30, 40, 50, 60, 70 และ 80 นาที ตามลำดับ ทำการบันทึกโครมาโทแกรมและนำข้อมูลที่ได้ไปสร้างกราฟเพื่อหาเวลาที่เหมาะสมในการสกัดสารละลายมาตรฐาน

3.2.3.3 นำสารมาตรฐานที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ที่เตรียมได้จากข้อ 3.2.3.1 มาทำการสกัดด้วยไฟเบอร์ทั้งสองชนิด คือ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG โดยใช้เวลาและอุณหภูมิ ที่ได้จากข้อมูลที่ได้จากกราฟในข้อ 3.2.3.2 ทำซ้ำที่ความเข้มข้นละ 5 ครั้ง แล้วนำมาวิเคราะห์ด้วย GC-MS บันทึกโครมาโทแกรม นำข้อมูลที่ได้ไปคำนวณหาค่า reproducibility โดยพิจารณาจากค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD) และนำข้อมูลไปสร้างกราฟมาตรฐานระหว่างความเข้มข้นกับพื้นที่ใต้พีคเพื่อหาค่า r^2 , ช่วงความสัมพันธ์ที่เป็นเส้นตรง และความชันของกราฟเส้นตรง

3.2.3.4 นำไฟเบอร์ทั้งสองชนิดไปทำการสกัดสารละลาย blank โดยใช้สภาวะเดียวกับข้อ 3.2.3.3 โดยทำซ้ำใช้ไฟเบอร์ละ 5 ครั้ง แล้วนำมาวิเคราะห์ด้วย GC-MS บันทึกโครมาโทแกรม นำข้อมูลที่ได้ไปคำนวณค่า %RSD นำผลที่ได้จากข้อ 3.2.3.3 และ 3.2.3.4 ไปคำนวณหาค่า LODs และ LOQs ซึ่งคำนวณดังภาคผนวก ค.1 และ ค.2

3.2.3.5 การหาค่า reproducibility ของไฟเบอร์ต่อไฟเบอร์ ทำได้โดยนำไฟเบอร์ชนิดเดียวกัน 3 ไฟเบอร์ไปทำการสกัดสารมาตรฐานผสมที่มีความเข้มข้น 320 นาโนกรัม/มิลลิลิตร โดยทำการทดลองเช่นเดียวกับข้อ 3.2.3.3 โดยทำซ้ำไฟเบอร์ละ 3 ซ้ำ แล้วนำมาวิเคราะห์ด้วย GC-MS นำข้อมูลที่ได้ไปคำนวณหาค่า %RSD ดังภาคผนวก ค.3

3.2.4 การหาค่าสัมประสิทธิ์การพาร์ติชัน (partition coefficient)

3.2.4.1. ปิเปตสารละลายมาตรฐานที่มีความเข้มข้นประมาณ 1 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร มา 1 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออน 25 มิลลิลิตร ในขวดวัดปริมาตร เทสารละลายทั้งหมดลงใน vial ขนาด 40 มิลลิลิตร ใส่แท่งแม่เหล็ก ปิดฝาให้แน่น นำไปตั้งบน water bath ทำการทำการสกัดด้วยไฟเบอร์ทั้งสองชนิดทำการควบคุมอุณหภูมิและเวลา ดังข้อมูลที่ได้จากกราฟในข้อ 3.2.3.2 จากนั้นนำไฟเบอร์ไป insert เข้าช่องฉีดสารตัวอย่างของเครื่อง GC-MS เพื่อ desorb เป็นเวลา 2 นาที ทำการบันทึกโครมาโทแกรม

3.2.4.2. นำ gas tight syringe ดูดไอเหนือสารละลายปริมาณ 1 มิลลิลิตร เข้าเครื่อง GC-MS ทำการบันทึกโครมาโทแกรม

3.2.4.3. นำสารละลายที่เหลือไปสกัดด้วยเฮกเซน ครั้งละ 1 มิลลิลิตร จำนวน 5 ครั้ง ปรับปริมาตรให้ได้ 10 มิลลิลิตร แล้วนำไปฉีดเข้าเครื่อง GC-MS ปริมาตร 1 ไมโครลิตร บันทึกโครมาโทแกรม

3.2.4.4 ทำซ้ำตั้งแต่ข้อ 3.2.4.1-3.2.4.3 อีก 2 ครั้ง จากนั้นนำพื้นที่ใต้พีคทั้งหมดไปคำนวณหาค่าสัมประสิทธิ์การพาร์ติชัน โดยใช้สมการ 2.2, 2.3 และ 2.4 ดังภาคผนวก ค.4

3.2.5 การสกัดสารหอมระเหยจากพืชสดด้วย SPME

3.2.5.1 การหาสภาวะที่เหมาะสมในขั้นตอนการสกัดตัวอย่างจากพืชสด

ทำการทดลองเช่นเดียวกับหัวข้อ 3.2.3.2 โดยเปลี่ยนจากสารละลายมาตรฐานเป็นพืชสด โดยนำส่วนของเหง้ากระชายดำมาบดด้วยโกร่งแล้วใส่ลงใน vial ปริมาณ 1 กรัม เติมน้ำปราศจากไอออน 20 มิลลิลิตร ใส่แท่งแม่เหล็กปิดฝาให้แน่น นำไปตั้งใน water bath ที่วางอยู่บน stirrer ที่อุณหภูมิ 40 °C นาน 15 นาที หลังจากนั้นนำไฟเบอร์ sol-gel PDMS ที่เตรียมได้มาทำการสกัดสารระเหยจัดไฟเบอร์ให้อยู่ในส่วนของเฟสแก๊สโดยควบคุมอุณหภูมิที่ 40 °C เป็นเวลา 20, 30, 40, 50, 60, 70 และ 80 นาที ตามลำดับ ทำการบันทึกโครมาโทแกรม และนำผลที่ได้ไปสร้างกราฟเพื่อหาเวลาที่เหมาะสมในการสกัด

หลังจากนั้นทำการหาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการสกัดโดยทำการควบคุมเวลาที่ใช้ในการสกัดให้คงที่ซึ่งได้จากการทดลองช่วงต้นที่อุณหภูมิ 40, 50, 60, 70, 80, 90 °C ตามลำดับ โดยทำการวิเคราะห์ด้วย GC-MS ทำการบันทึกโครมาโทแกรม และนำข้อมูลที่ได้ไปสร้างกราฟ

3.2.5.2. นำส่วนต่าง ๆ ของพืชแต่ละชนิดมาบดด้วยโกร่งแล้วใส่ลงใน vial ปริมาณ 1 กรัม เติมน้ำ 20 มิลลิลิตร ใส่แท่งแม่เหล็กปิดฝาให้แน่น นำไปตั้งใน water bath ที่วางอยู่บน stirrer โดยใช้อุณหภูมิที่เหมาะสมซึ่งได้จากกราฟในข้อ 3.2.5.1 นาน 15 นาที นำไฟเบอร์ทั้งสองชนิดที่เตรียมได้มาทำการสกัดสารหอมระเหย จัดให้ไฟเบอร์อยู่ในส่วนของเฟสแก๊ส พร้อมกับปั่นกวนด้วยแท่งแม่เหล็ก ควบคุมอุณหภูมิและเวลาตามสภาวะที่เหมาะสมที่ได้จากกราฟในข้อ 3.2.5.1 หลังจากนั้น ดึง plunger ขึ้นให้ตัวไฟเบอร์อยู่ในเข็ม แล้วดึง SPME Holder ออกมา นำไป insert เข้าช่องฉีดสารตัวอย่างของ GC-FID และ GC-MS เพื่อทำการ desorb เป็นเวลา 2 นาที เพื่อทำการวิเคราะห์ห้องค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหย โดยสภาวะที่ใช้ดังข้อ 3.2.6.2 ทำการบันทึกโครมาโทแกรม

3.2.6 การกลั่นน้ำมันหอมระเหย และวิเคราะห์ห้องค์ประกอบ

3.2.6.1 นำพืชแต่ละชนิดหั่นเป็นชิ้นเล็ก ๆ ใส่ลงในขวดก้นกลม กลั่นโดยใช้วิธีต้มกลั่น (Hydro-distillation) ด้วย Clevenger-Type Apparatus นาน 6 ชั่วโมง ทำการแยกส่วนของน้ำมัน ออกแล้วเติมโซเดียมซัลเฟตแอนไฮดรัสเพื่อกำจัดน้ำที่หลงเหลืออยู่ (ปริมาณที่ขจัดที่ใช้ในการกลั่นน้ำมันและปริมาณน้ำมันหอมระเหยที่ได้ดังภาคผนวก ค.5)

3.2.6.2. นำน้ำมันที่ได้ มาเจือจางด้วยเอธานอล 10 เท่า นำมา 1 ไมโครลิตร ฉีดเข้าเครื่อง GC-FID และ 100 เท่า ฉีดเข้าเครื่องใน GC-MS

- วิเคราะห์โดยใช้เทคนิค Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS) ได้กำหนดสภาวะของเครื่องมือไว้ดังนี้

Capillary column	:	HP-5 (5 % phenyl)-methylpolysiloxane); 30 เมตร x 0.25 มิลลิเมตร ความหนาของฟิล์มเคลือบ 0.25 ไมโครเมตร
Column temperature	:	70°C - 220°C, ramp rate 4°C / นาที
Injector	:	Splitless 100 : 10, ที่อุณหภูมิ 230°C
Detector	:	MSD, EI 70 eV
Carrier gas	:	Helium 22.4 psi

การวิเคราะห์ห้องค์ประกอบทางเคมีทำได้โดยเปรียบเทียบกับสเปกตรัมที่วิเคราะห์ได้กับสเปกตรัมที่ได้จาก library ของ Wiley 6.0 และ library ของ terpene (ที่สร้าง library ขึ้นเองโดยนำ

สารมาตรฐานในกลุ่ม terpene ไปทำการฉีดและวิเคราะห์ โดยใช้สภาวะเดียวกับข้างต้น) และเปรียบเทียบกับผลที่ได้จากการทดลองที่รายงานโดย Skaltsa *et al.* [55] และ Shellie และ Marriott [56] ที่ได้ทำการศึกษาและวิเคราะห์ในน้ำมันหอมระเหยชนิดอื่นโดยใช้คอลัมน์ชนิดเดียวกันกับการวิจัยในครั้งนี้

- วิเคราะห์โดยใช้เทคนิค Gas Chromatography-Flame Ionization Detector (GC-FID) ได้กำหนดสภาวะของเครื่องมือไว้ดังนี้

Capillary column	:	DB-5 (5 % phenyl polysiloxane); 30 เมตร x 0.32 มิลลิเมตร, ความหนาของฟิล์มเคลือบ 0.25 ไมโครเมตร
Column temperature	:	50°C - 220°C, ramp rate 4°C / นาที
Injector	:	Split 20 : 1, ที่อุณหภูมิ 230°C
Detector	:	FID, 230°C
Carrier gas	:	Helium 50 psi

การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยทำได้โดย นำโครมาโทแกรมที่ได้จาก GC-FID ไปทำการเปรียบเทียบกับโครมาโทแกรมที่ได้จาก GC-MS เนื่องจากคอลัมน์ที่ใช้เป็นคอลัมน์ที่จัดอยู่ประเภทเดียวกัน ดังนั้นลำดับในการแยกของพีคที่ได้จะเหมือนกัน จากนั้นทำการตรวจเช็คอีกครั้งหนึ่งด้วยวิธีการ co-chromatography คือ การเติมสารมาตรฐานลงในน้ำมันหอมระเหยแล้วไปฉีดวิเคราะห์ด้วย GC-FID พิจารณาตำแหน่งของพีคของสารมาตรฐานว่าตรงกับตำแหน่งเดียวกันกับในสารตัวอย่างหรือไม่ ถ้าตรงและมีพื้นที่ใต้พีคหรือความสูงของพีคเพิ่มขึ้น แสดงว่าสารที่ตำแหน่งของพีคนั้นเป็นสารตัวเดียวกับสารมาตรฐาน ดังภาคผนวก ก.3

3.2.7 การสกัดและวิเคราะห์องค์ประกอบสารหอมระเหยด้วยวิธี Purge and trap /GC-FID

3.2.7.1 ขั้นตอนการหา sample purge temp นำเหง้ากระชายเหลืองสดบดให้ละเอียดด้วยโกร่งจำนวน 0.2 กรัม มาใส่ลงในหลอดสำหรับใส่สารตัวอย่าง แล้วนำไปประกอบเข้ากับเครื่องมือตามรูป 2.1 แล้วทำการสกัดสารและวิเคราะห์ด้วยเครื่อง GC-FID โดยควบคุมอุณหภูมิของ sample purge temp ที่อุณหภูมิ 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100 °C ตามลำดับ โดยมีการกำหนดสภาวะของเครื่องดังนี้ [20]

Pre purge	:	2 นาที
Purge	:	10 นาที
Desorb	:	5 นาที, ที่อุณหภูมิ 280 °C

Sample purge temperature : 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100 °C ตามลำดับ

Gas purge : He, 30 Psi

Sorbent material : Tenax-based on 2,6-diphenyl-p-phenylene oxide

ทำการบันทึกโครมาโทแกรม ตรวจดูจำนวนพีกและพื้นที่ใต้พีกเพื่อนำมาใช้ในการหา
อุณหภูมิที่เหมาะสมในการสกัด

3.2.7.2 นำส่วนต่าง ๆ ของพืชบดให้ละเอียดด้วยโกร่ง จำนวน 0.2 กรัม ใส่ลงในหลอด
สำหรับใส่สารตัวอย่างที่เป็นของแข็ง ทำการทดลองตามหัวข้อ 3.2.7.1 โดยใช้อุณหภูมิที่เหมาะสม
ที่ได้จากข้อ 3.2.7.1 โดยวิเคราะห์ต่อกด้วย GC-FID บันทึกโครมาโทแกรม เพื่อทำการวิเคราะห์องค์
ประกอบทางเคมี โดยทำการเปรียบเทียบ retention time กับผลของน้ำมันหอมระเหยที่ได้นำไป
วิเคราะห์ด้วย GC-FID ซึ่งได้นำไปวิเคราะห์ด้วย GC-MS มาแล้ว และเพื่อตรวจสอบอีกครั้งหนึ่งโดย
ทำการเติมสารมาตรฐานลงในสารตัวอย่างแล้วทำการสกัดและวิเคราะห์โดยใช้สภาวะเดียวกัน
พิจารณาตำแหน่งของพีกของสารมาตรฐานว่าตรงกันกับตำแหน่งของสารตัวอย่างหรือไม่ ถ้าตรง
และพีกที่ได้มีพื้นที่พีกหรือความสูงของพีกเพิ่มขึ้นแสดงว่าสารที่ตำแหน่งพีกนั้นเป็นสารตัวเดียวกับ
สารมาตรฐานที่เติมลงไป

3.2.8 การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยโดยใช้เทคนิค

GC-MS

3.2.8.1 ทำการศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยที่ได้จากเหง้าและรากจาก
พืชทั้ง 4 ชนิด คือ กระชายเหลือง กระชายแดง กระชายดำ และเปราะหอม โดยนำผลที่ได้จาก
โครมาโทแกรมที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วย GC-MS ในข้อ 3.2.5.2 ซึ่งสกัดสารหอมระเหยด้วยวิธี
SPME โดยใช้ไฟเบอร์ทั้งสองชนิดคือ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG มาเปรียบเทียบกับผลที่ได้
จากโครมาโทแกรมของน้ำมันหอมระเหยที่ได้จากวิธีการต้มกลั่นในข้อ 3.2.6.2

3.2.8.2 ทำการศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยและเปรียบเทียบผลที่ได้
จากการสกัดส่วนของใบและดอกโดยวิธี SPME ที่สกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel
PEG (เนื่องจากใบ และ ดอกของพืชทั้ง 4 ชนิดมีปริมาณน้อย ถ้านำไปสกัดด้วยวิธีการต้มกลั่นจะ
ให้ปริมาณร้อยละของผลผลิตที่ต่ำมากจึงไม่สามารถทำการสกัดด้วยวิธีการต้มกลั่นได้)

3.2.9. การเปรียบเทียบประสิทธิภาพในการสกัดสารหอมระเหยโดยใช้ ไฟเบอร์ทั้งสองชนิด กับเทคนิค Purge and Trap และน้ำมันหอมระเหยที่ได้จากวิธีการต้มกลั่นโดยใช้เทคนิค GC-FID

ทำการเปรียบเทียบประสิทธิภาพในการสกัดสารหอมระเหยของแต่ละวิธีโดยนำผลที่ได้จากโครมาโทแกรมที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วย GC-FID ในข้อ 3.2.5.2 ที่สกัดด้วยวิธี SPME โดยใช้ไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG จากเหง้าและรากของพืชทั้ง 4 ชนิด มาเปรียบเทียบกับผลที่ได้จากโครมาโทแกรมของน้ำมันหอมระเหยที่ได้จากวิธีการต้มกลั่นในข้อ 3.2.6.2 และผลจากการสกัดโดยใช้ Purge and Trap ในข้อ 3.2.7.2

บทที่ 4

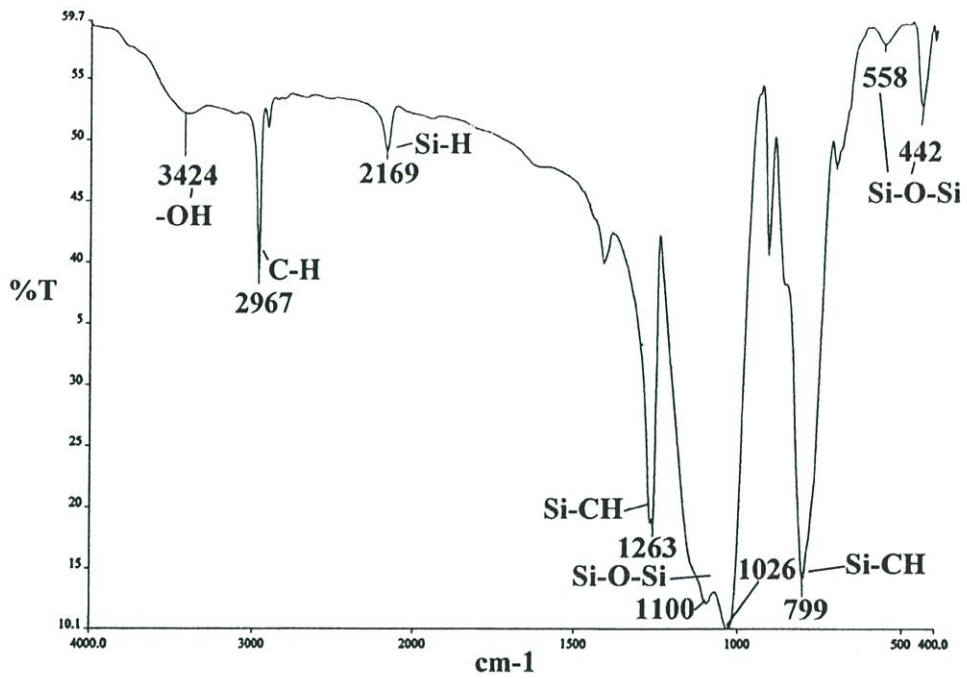
ผลและวิจารณ์ผลการทดลอง

4.1 ผลการศึกษาคุณลักษณะของไฟเบอร์

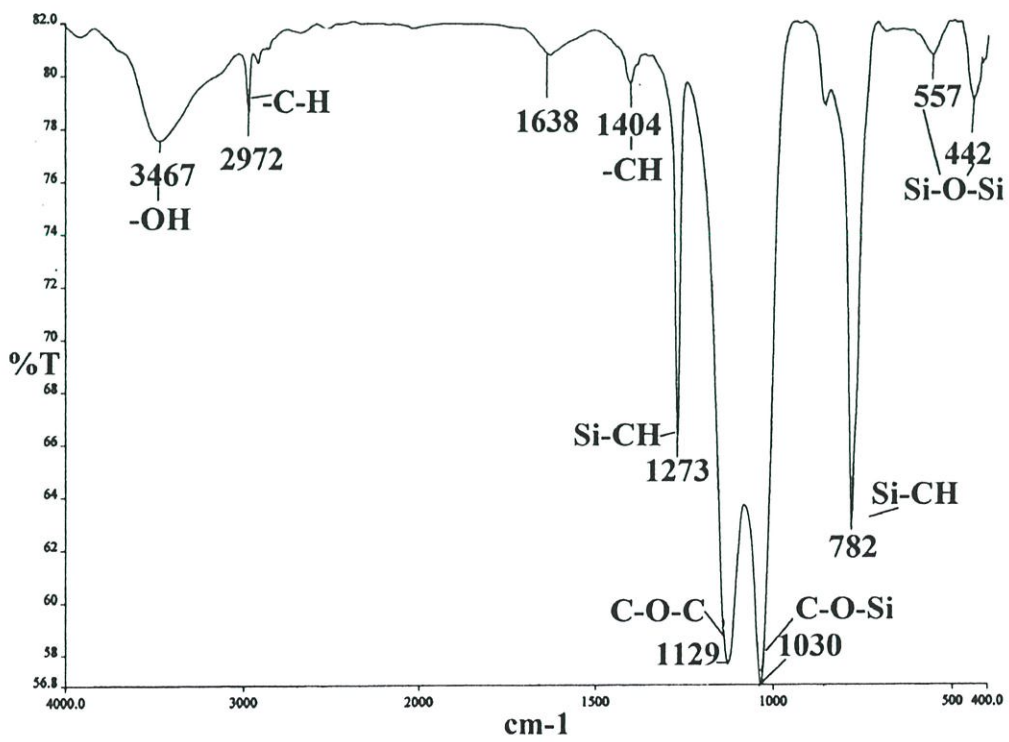
ศึกษาคุณลักษณะของสารที่ได้จากการสังเคราะห์โดยใช้สภาวะเดียวกับการเตรียมไฟเบอร์ เมื่อนำไปทำการวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันโดยใช้ FT-IR ผลที่ได้ดังรูป 4.1 และ 4.2 การดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่สำคัญใน FT-IR สเปกตรัมของสารตั้งต้นและผลิตภัณฑ์ที่ได้จากปฏิกิริยา sol-gel แสดงในรูปแบบในภาคผนวก ก.1.1-ก.1.4 และตาราง 4.1

ตารางที่ 4.1 เปรียบเทียบ FT-IR สเปกตรัมที่สำคัญ ๆ ของสารตั้งต้น และผลิตภัณฑ์ที่ได้จากปฏิกิริยาการเกิด sol-gel

MTOS (cm^{-1})	PDMS (cm^{-1})	PMHS (cm^{-1})	PEG (cm^{-1})	sol-gel PDMS (cm^{-1})	sol-gel PEG (cm^{-1})
-	-	-	-	558(-Si-O-Si-) 442(-Si-O-Si-)	557(-Si-O-Si-) 442(-Si-O-Si-)
799(-Si-CH ₃)	799(-Si-CH ₂ -)	766 (-Si-CH ₂ -) 836(-Si-CH ₂ -)	-	799(-Si-CH ₃)	782(-Si-CH ₃)
1100(C-O-Si)	1019(Si-O-Si) 1092(Si-O-Si)	1094(Si-O-Si)	1100(C-O-C)	1026(Si-O-Si) 1100(C-O-Si)	1030(Si-O-Si) 1129 (C-O-C, C-O-Si)
1281 (-Si-CH ₃)	1260(-Si-CH ₃)	1260(-Si-CH ₃)	-	1263(-Si-CH ₃)	1273(-Si-CH ₂ -)
-	-	-	1467(-CH ₂ -)	-	1404(-CH ₂ -)
-	-	2166(-Si-H)	-	2169(-Si-H)	-
2900 (C-H)	2963 (C-H)	2966 (C-H)	2889 (C-H)	2967 (C-H)	2972 (C-H)
3400 (OH)	-	-	3400 (OH)	3424 (OH)	3467 (OH)



รูปที่ 4.1 FT-IR สเปกตรัม ของ sol-gel PDMS



รูปที่ 4.2 FT-IR สเปกตรัม ของ sol-gel PEG

จากรูป 4.1 เป็นการแสดง FT-IR สเปกตรัมของ sol-gel PDMS ปรากฏพีกที่เกิดขึ้นที่ตำแหน่ง 799 cm^{-1} , $1,100\text{ cm}^{-1}$, $1,263\text{ cm}^{-1}$, $1,413\text{ cm}^{-1}$, $2,169\text{ cm}^{-1}$, $2,967\text{ cm}^{-1}$ และ $3,424\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งเป็นพีกที่เกิดจากการ stretching ของหมู่ $\text{CH}_2\text{-Si}$ หรือ $\text{CH}_3\text{-Si-}$, Si-O-C , Si-O-Si , $\text{CH}_3\text{-Si}$, H-Si , C-H และ OH ตามลำดับ และที่ 557 cm^{-1} และ 442 cm^{-1} เกิดจากการ vibration ของ Si-O-Si [57,58]

ในรูป 4.2 เป็นการแสดง FT-IR สเปกตรัมของ sol-gel PEG ปรากฏพีกที่เกิดขึ้นที่ตำแหน่ง 782 cm^{-1} , $1,030\text{ cm}^{-1}$, $1,129\text{ cm}^{-1}$, $1,273\text{ cm}^{-1}$, $1,404\text{ cm}^{-1}$, $2,972\text{ cm}^{-1}$ และ $3,467\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งเป็นพีกที่เกิดจากการ stretching ของหมู่ $\text{CH}_2\text{-Si}$ หรือ $\text{CH}_3\text{-Si-}$, Si-O-C , C-O-C , $\text{CH}_3\text{-Si}$, CH_2 , C-H และ OH ตามลำดับ และที่ 557 cm^{-1} และ 442 cm^{-1} เกิดจากการ vibration ของ Si-O-Si [57,58,59,60] จะเห็นได้ว่าพีกที่ได้จะมีลักษณะเหมือนกับของ sol-gel PDMS แต่ต่างกันตรงตำแหน่ง $1,404\text{ cm}^{-1}$, $1,129\text{ cm}^{-1}$ และ $3,467\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งเกิดจากการ stretching ของหมู่ CH_2 , C-O-C และ OH จาก PEG ที่ตำแหน่ง $1,129$ เกิดจากการ stretching ของหมู่ C-O-Si ซึ่งเกิดจากปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสและการควบแน่นระหว่าง PEG กับ MTOS

จากการเตรียมไฟเบอร์ SPME โดยใช้เทคนิค sol-gel พอลิเมอร์ที่ทำหน้าที่เป็นเฟสอยู่ กับที่มี 2 ชนิดคือ PEG และ PDMS เมื่อนำไฟเบอร์ทั้งสองชนิดที่ได้นำไปวัดความหนาของชั้นฟิล์มพอลิเมอร์ คุณลักษณะของพื้นผิวด้วย SEM เพื่อนำมาคำนวณหาปริมาตรของฟิล์มบางพอลิเมอร์ที่เคลือบ (ผลและวิธีการคำนวณดังภาคผนวก ค.4) และวัดปริมาณของพื้นที่ผิว ด้วย BET plot analysis (จากรูป isotherm ในภาคผนวก ก.2.1 ของ sol-gel PEG และ ก.2.2 ของ sol-gel PDMS) ได้ผลดังตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 ปริมาณพื้นที่ผิว ความหนาของชั้นฟิล์มบางพอลิเมอร์ และปริมาตรของไฟเบอร์

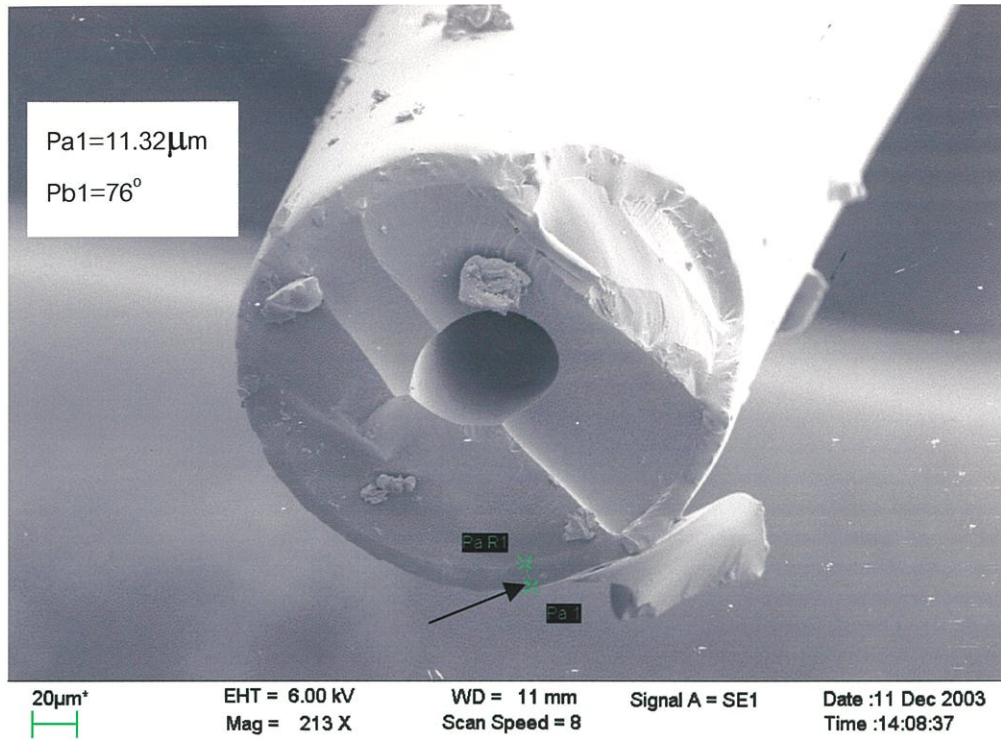
ไฟเบอร์	ปริมาณพื้นที่ผิว m^2/g^*	ครั้งที่	ความหนาชั้นฟิล์ม μm	ปริมาตรของไฟเบอร์ cm^3
sol-gel PDMS	54.45	1	10.41	8.75×10^{-5}
		2	11.32	9.56×10^{-5}
		3	8.63	7.18×10^{-5}
		4	15.57	1.35×10^{-4}
		ค่าเฉลี่ย	11.48	9.74×10^{-5}

ตารางที่ 4.2 (ต่อ)

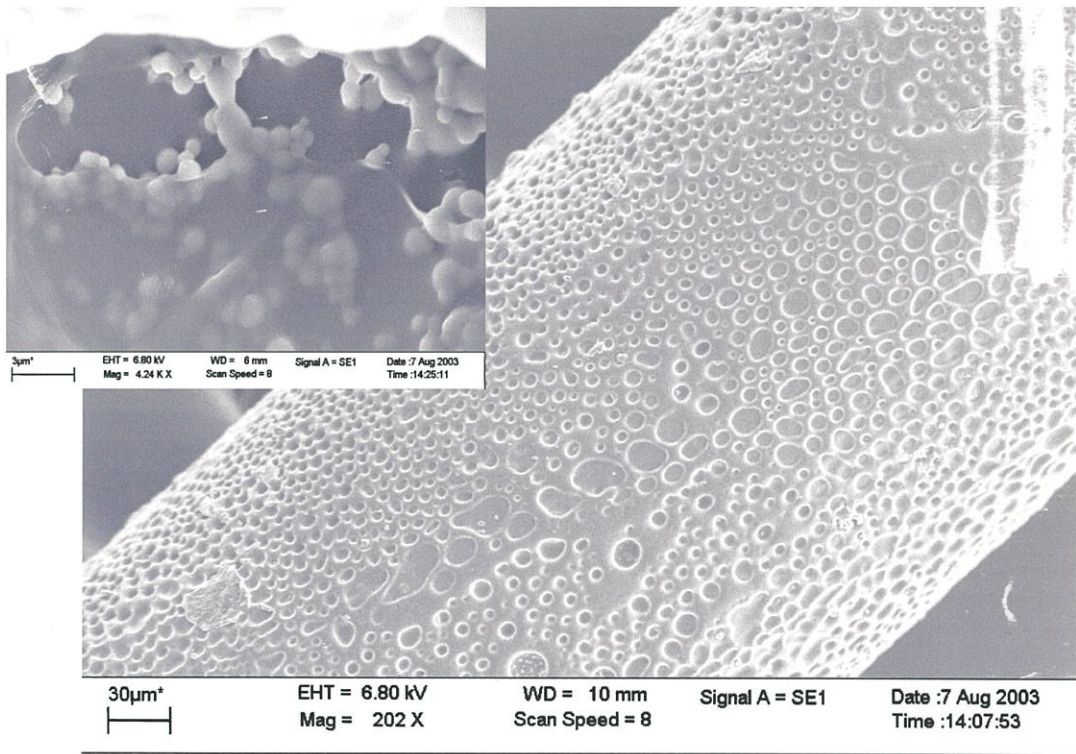
ไฟเบอร์	ปริมาณพื้นที่ผิว m ² /g*	ครั้งที่	ความหนาชั้นฟิล์ม μm	ปริมาตรของไฟเบอร์ cm ³
sol-gel PEG	137	1	13.5	1.15x10 ⁻⁴
		2	12.23	1.04x10 ⁻⁴
		3	9.93	8.32x10 ⁻⁵
		4	16.08	1.39x10 ⁻⁴
ค่าเฉลี่ย			12.93	1.10x10 ⁻⁴

* เป็นค่าที่ได้จากการวัดเพียงครั้งเดียว

จากตาราง 4.2 เมื่อทำการวัดความหนาของชั้นฟิล์มบางพอลิเมอร์ที่เคลือบบนผิวหน้า fused silica fiber ด้วย SEM ผลที่ได้ดังตัวอย่างในรูป 4.3 ก. ของไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ 4.4 ก. sol-gel PEG มีความหนาของชั้นฟิล์ม ~ 10 ไมโครเมตร นำผลที่ได้มาคำนวณหาปริมาตรของฟิล์มบางพอลิเมอร์ พบว่าเมื่อความหนาของชั้นฟิล์มพอลิเมอร์ที่เคลือบต่างกันจะทำให้มีปริมาตรของฟิล์มบางพอลิเมอร์ที่เคลือบบนผิวหน้า fused silica fiber ต่างกัน โดย sol-gel PEG มีปริมาตร 1.10x10⁻⁴ ลูกบาศก์เซนติเมตร และมีพื้นที่ผิวของไฟเบอร์ 137 ตารางเมตร/กรัม สำหรับ sol-gel PDMS มีปริมาตร 9.74x10⁻⁵ ลูกบาศก์เซนติเมตร และมีพื้นที่ผิว 54.45 ตารางเมตร/กรัม จะเห็นได้ว่าไฟเบอร์ sol-gel PEG มีพื้นที่ผิวสูงมากกว่า sol-gel PDMS ถึงสามเท่า เมื่อพิจารณาจากภาพ 4.3 ข. เป็นลักษณะพื้นผิวของไฟเบอร์ sol-gel PDMS จะเห็นว่า มีรูพรุนกระจายตัวอยู่บนผิวหน้าอย่างสม่ำเสมอ มีอนุภาคกลมเล็ก ๆ เรียงต่อกันอยู่ภายในรูพรุน ส่วนภาพ 4.4 ข. เป็นลักษณะพื้นผิวของไฟเบอร์ sol-gel PEG จะเห็นได้ว่าที่ผิวหน้าปรากฏเป็นเส้นใยของพอลิเมอร์เรียงตัวกันเป็นแบบโครงตาข่าย 3 มิติ และมีความพรุนสูง เมื่อเทียบกับไฟเบอร์ sol-gel PDMS แล้ว พบว่าไฟเบอร์ sol-gel PEG มีความพรุนมากกว่าและมีขนาดรูพรุนเล็กกว่า จึงทำให้ไฟเบอร์ที่ได้มีพื้นที่ผิวสูงกว่ามาก

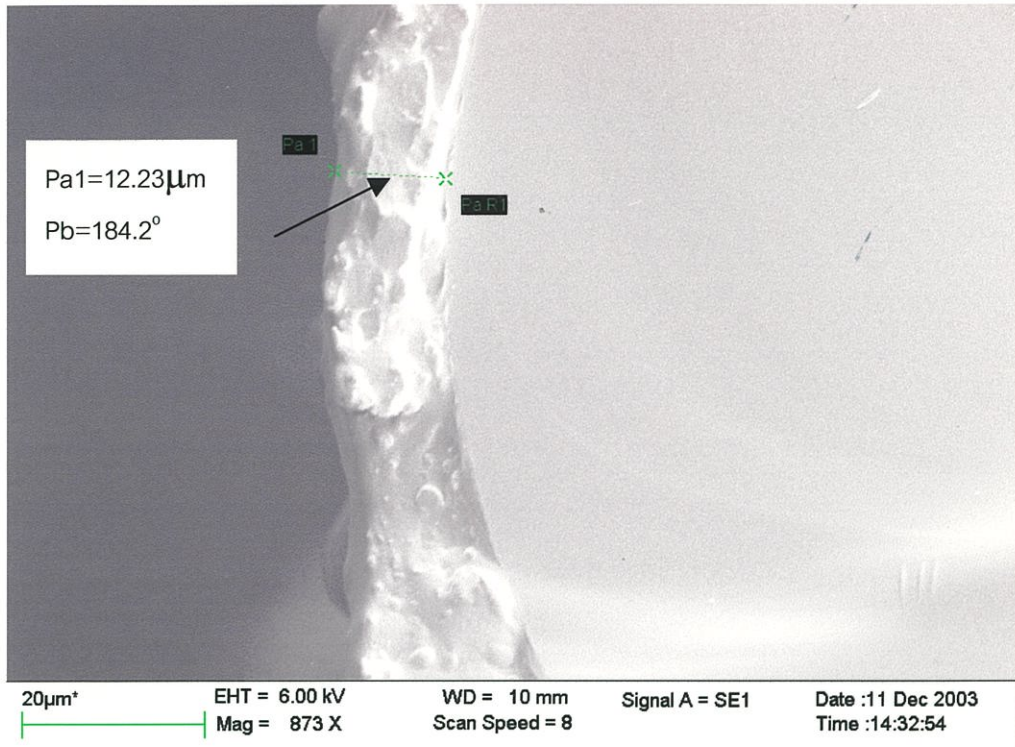


ก

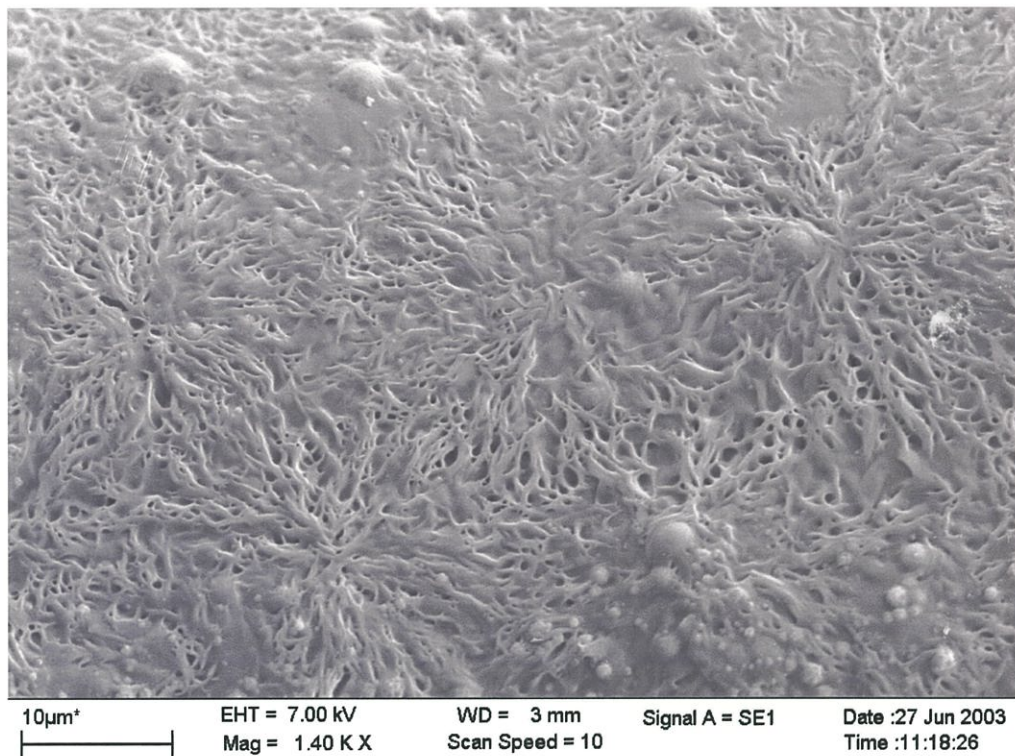


ข

รูปที่ 4.3 ภาพถ่ายจาก SEM ของไฟเบอร์ sol-gel PDMS ก. ภาพตัดขวางของไฟเบอร์
ข. ลักษณะพื้นผิวของไฟเบอร์



ก

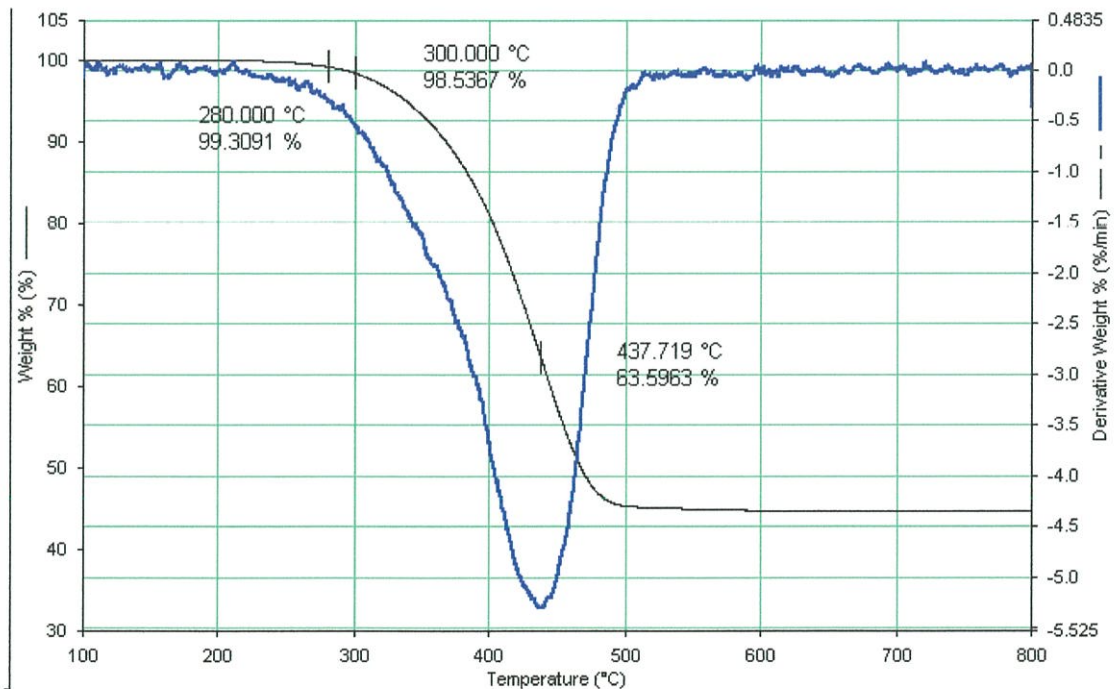


ข

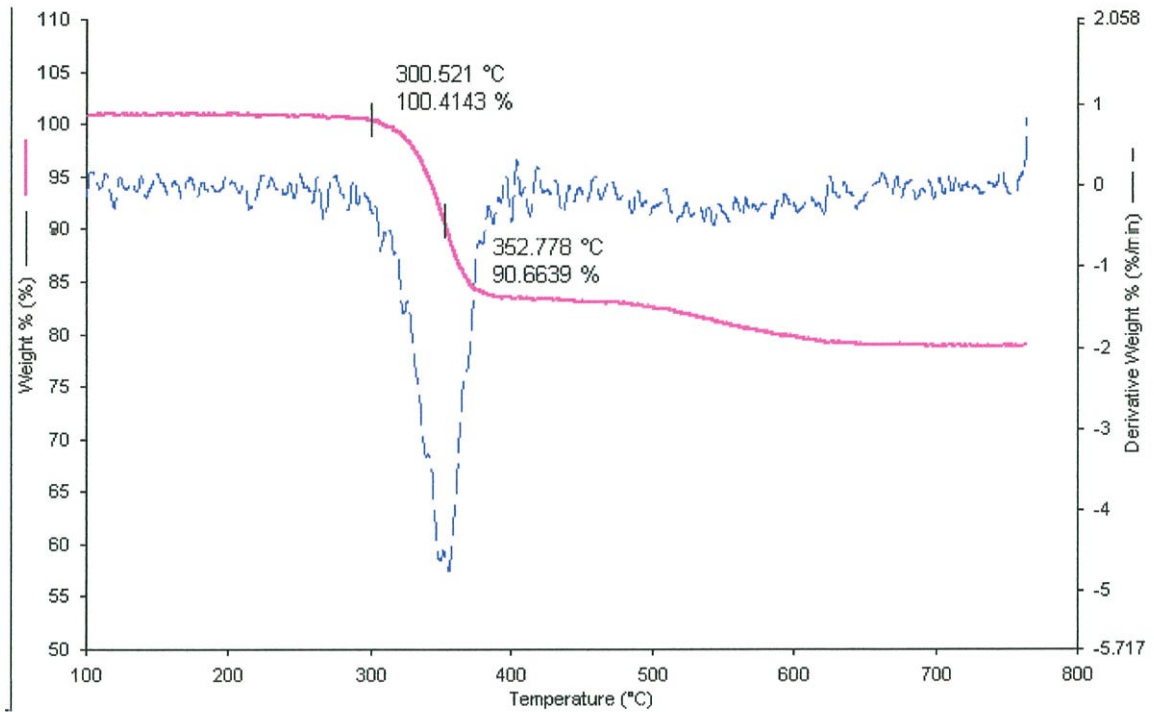
รูปที่ 4.4 ภาพถ่ายจาก SEM ของ ไฟเบอร์ sol-gel PEG ก. ภาพตัดขวางไฟเบอร์ ข. ลักษณะพื้นผิวของไฟเบอร์

จากรูป 4.5 เป็นเทอร์โมแกรมที่ได้จากการทดสอบด้วย TGA ของไฟเบอร์ sol-gel PDMS เทอร์โมแกรมที่ได้เริ่มมีแนวโน้มลดลงที่อุณหภูมิ 280 °C น้ำหนักลดลงประมาณ 1 % และที่อุณหภูมิ 300 °C น้ำหนักลดลงประมาณ 2 % จากการนำไฟเบอร์ไป condition ในช่องฉีดสารตัวอย่างเป็นเวลา 2 นาที ที่อุณหภูมิต่าง ๆ พบว่าที่อุณหภูมิ 300 °C เริ่มมีการ bleeding ของ PDMS ออกมาเพียงเล็กน้อย แสดงว่าไฟเบอร์ที่ได้สามารถทนความร้อนภายในช่องฉีดสารตัวอย่างได้ถึง 280 °C โดยไม่มีการ bleeding

จากรูป 4.6 เป็นเทอร์โมแกรมของไฟเบอร์ sol-gel PEG พบว่าเทอร์โมแกรมเริ่มมีการลดลงที่อุณหภูมิ 300 °C น้ำหนักลดลงประมาณ 1 % และที่อุณหภูมิ 310 °C น้ำหนักลดลงประมาณ 2 % จากการนำไฟเบอร์ไป condition ในช่องฉีดสารตัวอย่างเป็นเวลา 2 นาที พบว่าที่อุณหภูมิ 320 °C เริ่มมีการ bleeding ของ PEG ออกมาเพียงเล็กน้อย แสดงว่าไฟเบอร์ที่ได้สามารถทนความร้อนภายในช่องฉีดสารตัวอย่างได้ถึง 300 °C โดยไม่มีการ bleeding ซึ่งมากกว่าไฟเบอร์ sol-gel PDMS ถึง 20 °C



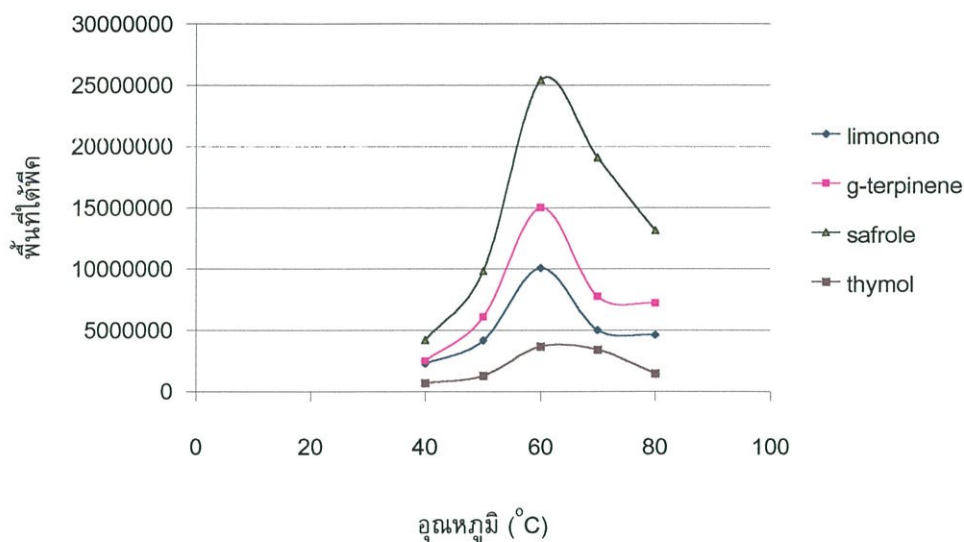
รูปที่ 4.5 เทอร์โมแกรมของไฟเบอร์ sol-gel PDMS น้ำหนัก 7.416 มิลลิกรัม เผาที่อุณหภูมิ 100-800 °C , 4 °C/นาที ภายใต้บรรยากาศแก๊สไนโตรเจนที่ 20 psi



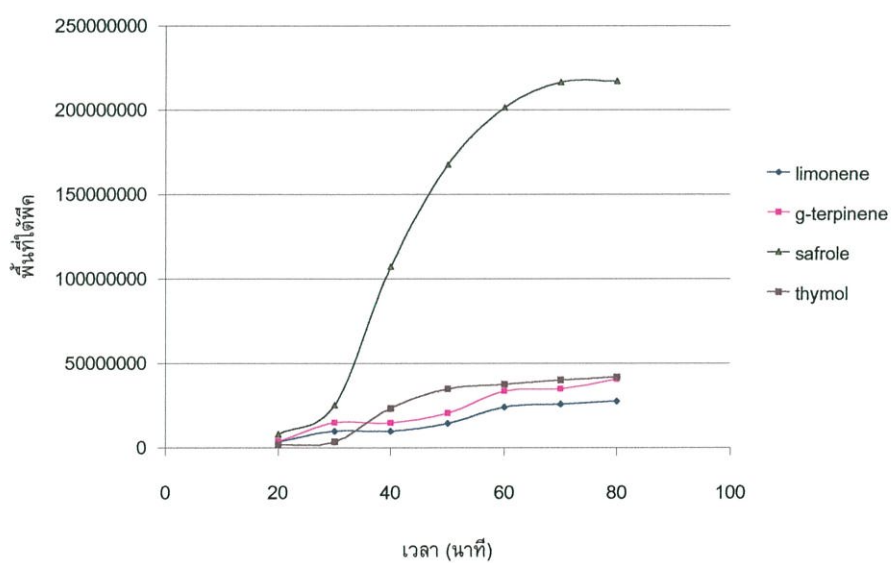
รูปที่ 4.6 เทอร์โมแกรมของไฟเบอร์ sol-gel PEG น้ำหนัก 2.050 มิลลิกรัม เผาที่อุณหภูมิ 100-800 °C , 4 °C/นาที ภายใต้บรรยากาศแก๊สไนโตรเจนที่ 20 psi

4.2 ผลการหาค่าขีดจำกัดในการตรวจวัด (limits of detection, LODs), ขีดจำกัดในการตรวจวิเคราะห์ปริมาณ (limits of Quantitation, LOQs) , ค่า reproducibility, ช่วงความสัมพันธ์ที่เป็นเส้นตรง (linear range) และสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (Correlation coefficient, r^2)

จากการศึกษาเวลาและอุณหภูมิที่เหมาะสมในการสกัด โดยใช้ไฟเบอร์ sol-gel PDMS ทำการสกัดสารมาตรฐานผสมที่มีความเข้มข้น 320 นาโนกรัม/มิลลิลิตร ได้ผลดังรูปที่ 4.7 และ 4.8 ตามลำดับ จากรูป 4.7 แสดงให้เห็นว่าไฟเบอร์ที่ได้สามารถสกัดสารได้ดีเมื่ออุณหภูมิเพิ่มสูงขึ้นและเริ่มลดลงเมื่ออุณหภูมิมากกว่า 60 °C และรูป 4.8 แสดงประสิทธิภาพในการสกัดสารจะเพิ่มขึ้นเมื่อใช้เวลาในการสกัดมาก และเมื่อเวลามากกว่า 60 นาที ความสามารถในการสกัดสารจะเริ่มคงที่



รูปที่ 4.7 กราฟแสดงการสกัดสารมาตรฐาน limonene, γ -terpinene, safrole และ thymol ที่ความเข้มข้น 320 นาโนกรัม/มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิต่าง ๆ กัน ของไฟเบอร์ sol-gel PDMS โดยใช้เวลา 30 นาที



รูปที่ 4.8 กราฟแสดงการสกัดสารมาตรฐาน limonene, γ -terpinene, safrole และ thymol ที่ความเข้มข้น 320 นาโนกรัม/มิลลิลิตร ที่เวลาต่าง ๆ กัน ของไฟเบอร์ sol-gel PDMS ที่อุณหภูมิ 60 °C

จากการศึกษาเมื่อทำการสกัดสารมาตรฐานจาก stock solution โดยใช้ไฟเบอร์ที่ได้ทั้งสองชนิดที่ความเข้มข้นต่าง ๆ กัน โดยทำซ้ำ (n) จำนวน 5 ครั้ง ที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 60 นาที ผลที่ได้จากการคำนวณในภาคผนวก ค.1 และ ค.2.1 ได้ผลดังตาราง 4.3 และ 4.4

ตารางที่ 4.3 ตารางเปรียบเทียบช่วงความสัมพันธ์ที่เป็นเส้นตรง (linear range), ขีดจำกัดในการตรวจวัด (LODs), ขีดจำกัดในการตรวจวิเคราะห์ปริมาณ (LOQs), ค่า reproducibility (%RSD) และสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (r^2) ของไฟเบอร์ sol-gel PEG ในการสกัดสารมาตรฐาน limonene, γ -terpinene, safrole และ thymol

สารเคมี	Linear range (ng/ml)	LOD (ng/ml)	LOQ (ng/ml)	% RSD	Correlation coefficient (r^2)
Limonene	1.0-350	0.51	1.71	4.96	0.9954
γ -terpinene	1.0-350	0.80	2.68	7.38	0.9936
Safrole	1.0-350	0.18	0.25	2.79	0.9955
thymol	1.0-500	0.10	0.27	4.35	0.9904

ตารางที่ 4.4 ตารางเปรียบเทียบช่วงความสัมพันธ์ที่เป็นเส้นตรง (linear range), ขีดจำกัดในการตรวจวัด (LODs), ขีดจำกัดในการตรวจวิเคราะห์ปริมาณ (LOQs), ค่า reproducibility (%RSD) และสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (r^2) ของไฟเบอร์ sol-gel PDMS ในการสกัดสารมาตรฐาน limonene, γ -terpinene, safrole และ thymol

สารเคมี	Linear range (ng/ml)	LOD (ng/ml)	LOQ (ng/ml)	% RSD	Correlation coefficient (r^2)
limonene	10.0-500	0.27	0.81	7.90	0.9913
γ -terpinene	8.0-350	0.64	2.15	2.91	0.9976
safrole	5.0-350	0.18	0.61	4.01	0.9956
thymol	1.0-350	1.00	3.33	6.73	0.9928

จากตารางที่ 4.3 และ 4.4 แสดงถึงขีดจำกัดในการตรวจวัด (LODs) ซึ่งหาได้จากสัญญาณที่ได้จากสารมาตรฐานที่ให้สัญญาณมากกว่า 3 เท่าของสัญญาณที่ได้จาก background โดยไฟเบอร์ sol-gel PEG มีค่า LODs 0.10-0.80 นาโนกรัม/มิลลิลิตร ไฟเบอร์ sol-gel PDMS มีค่า 0.18-1.00 นาโนกรัม/มิลลิลิตร และขีดจำกัดในการตรวจวิเคราะห์ปริมาณ (LOQs) ซึ่งคำนวณ

จากสัญญาณที่ได้มากกว่า background 10 เท่า ของไฟเบอร์ sol-gel PEG 0.25-2.68 นาโนกรัม/มิลลิลิตร และ sol-gel PDMS 0.61-3.33 นาโนกรัม/มิลลิลิตร ช่วงความสัมพันธ์ที่เป็นเส้นตรงของทั้งสองไฟเบอร์ที่ได้อยู่ในช่วง 1-500 นาโนกรัม/มิลลิลิตร สัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (r^2) อยู่ในช่วง 0.9904-0.9976 และ ค่า reproducibility พิจารณาได้จาก %RSD มีค่า 2.79-7.90 เมื่อ $n = 5$ ที่ความเข้มข้น 320 นาโนกรัม/มิลลิลิตร

เมื่อพิจารณาผลที่ได้จากการทดลอง เมื่อเปรียบเทียบกับผลจากการศึกษาของ Wang *et al.* [19] นำไฟเบอร์ที่ผลิตได้คือ sol-gel PEG ไปทำการสกัดสารในกลุ่มสารประกอบฟีนอล พบว่ามีค่า LODs 0.1-10 นาโนกรัม/มิลลิลิตร ช่วงความสัมพันธ์ที่เป็นเส้นตรง 0.005-1 ไมโครกรัม/มิลลิลิตร สัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ 0.9877-0.9923 และ %RSD ($n=3$) 3.4-5.9 และ Zeng *et al.* [52] นำไฟเบอร์ที่ผลิตได้คือ sol-gel-Derived Hydroxy-Crown Ether ไปทำการสกัดสารประกอบในกลุ่มฟีนอล พบว่ามี LODs 0.15-0.86 นาโนกรัม/มิลลิลิตร ช่วงความสัมพันธ์ที่เป็นเส้นตรง 0.1-10 ไมโครกรัม/มิลลิลิตร และ %RSD ($n=6$) 2.9-4.6 จากข้อมูลจะเห็นได้ว่าประสิทธิภาพในการสกัดสารมาตรฐาน limonene, γ -terpinene, safrole และ thymol ของไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG ที่ผลิตขึ้นนี้มีค่าใกล้เคียงกับงานวิจัยดังกล่าว ถือว่าเป็นผลที่สามารถยอมรับได้

ในการหาค่า reproducibility ระหว่างไฟเบอร์ต่อไฟเบอร์ชนิดเดียวกัน พิจารณาจากค่า %RSD ที่ได้จากการคำนวณดังภาคผนวก ค.2.2 ได้ผลดังตารางที่ 4.5

ตารางที่ 4.5 ตารางเปรียบเทียบค่า reproducibility ของไฟเบอร์ต่อไฟเบอร์ ของไฟเบอร์ sol-gel PEG และ sol-gel PDMS ในการสกัดสารมาตรฐาน limonene, γ -terpinene, safrole และ thymol

สารเคมี	%RSD							
	sol-gel PEG fiber				sol-gel PDMS fiber			
	ไฟเบอร์ ที่ 1*	ไฟเบอร์ ที่ 2*	ไฟเบอร์ ที่ 3*	ทั้ง 3 ไฟ เบอร์**	ไฟเบอร์ ที่ 1*	ไฟเบอร์ ที่ 2*	ไฟเบอร์ ที่ 3*	ทั้ง 3 ไฟ เบอร์**
limonene	5.77	5.27	5.24	18.92	6.55	5.33	1.47	34.35
γ -terpinene	3.65	9.03	1.57	33.39	6.36	11.23	2.73	30.56
safrole	2.20	7.60	2.91	26.23	1.76	9.19	3.45	24.05
thymol	7.50	6.66	4.82	35.77	6.74	4.55	3.95	20.29

* คิดจาก $n=3$

**คิดจาก $n=9$

จากตารางเป็นการหาค่า reproducibility โดยใช้ไฟเบอร์ชนิดเดียวกัน 3 ไฟเบอร์ ทำการสกัดสารมาตรฐาน limonene, γ -terpinene, safrole และ thymol ไฟเบอร์ละ 3 ซ้ำ ($n=3$) ที่ความเข้มข้น 320 นาโนกรัม/มิลลิลิตร พบว่า %RSD ของไฟเบอร์ sol-gel PEG มีค่า 18.92-35.77 และ %RSD ของ sol-gel PDMS มีค่า 24.05-34.35 เมื่อทดสอบความแตกต่างโดยใช้ T-test พบว่าค่าที่ได้มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % จะเห็นได้ว่าค่า reproducibility ระหว่างไฟเบอร์ต่อไฟเบอร์มีความแปรปรวนสูงมาก แต่ค่า %RSD ของไฟเบอร์อันเดียวกันพบว่ามีค่า 1.47-11.23 จะเห็นได้ว่าความแปรปรวนที่ได้ไม่สูงมากนักซึ่งเป็นค่าที่ยอมรับได้ ดังนั้นความแปรปรวนที่ได้ระหว่างไฟเบอร์นั้นอาจเป็นผลมาจากไฟเบอร์ที่ได้มีความหนาของชั้นฟิล์มบางพอลิเมอร์ที่ได้จากขั้นตอนการเคลือบไม่เท่ากันดังผลในตารางที่ 4.2 จึงทำให้ไฟเบอร์มีปริมาตรไม่เท่ากันจึงทำให้ความสามารถในการสกัดหอมระเหยไม่เท่ากัน

4.3 ผลการหาค่าสัมประสิทธิ์การพาร์ติชัน (partition coefficient)

เมื่อทำการวิเคราะห์หาปริมาณสารมาตรฐานในแต่ละเฟสคือ ฟิล์มบางพอลิเมอร์ที่เคลือบบนไฟเบอร์ เฟสแก๊ส และในสารละลายตัวอย่างผสม โดยใช้ GC-MS เพื่อหาค่าสัมประสิทธิ์การพาร์ติชันของสารมาตรฐาน ในทั้งสามเฟสคือ K_{fs} , K_m และ K_{hs} ได้ผลดังตารางที่ 4.6

เมื่ออยู่ในสภาวะสมดุลสารตัวอย่างที่เราต้องการวิเคราะห์จะมีการกระจายตัวอยู่ทั้ง 3 เฟส โดยสารที่อยู่ในเฟสแก๊ส และ พอลิเมอร์ที่เคลือบบนไฟเบอร์จะมีปริมาณน้อยมากเมื่อเทียบกับความเข้มข้นของสารในสารละลายตัวอย่างผสม จากค่าสัมประสิทธิ์การพาร์ติชันของสารมาตรฐานที่ได้ทั้ง 4 ชนิด ดังตารางที่ 4.6 จะเห็นได้ว่า limonene และ γ -terpinene จะมีค่ามากกว่า safrole และ thymol เมื่อพิจารณาถึงโครงสร้างทางเคมี จุดเดือด และความเป็นขั้วของสารทั้ง 4 ชนิด จะเห็นว่า safrole และ thymol มีความสามารถในการละลายในตัวทำละลายผสมเอทานอลและน้ำได้ดี มีจุดเดือดสูงทำให้มีอัตราการระเหยต่ำจึงทำให้ได้ค่าสัมประสิทธิ์การพาร์ติชันต่ำกว่า limonene และ γ -terpinene

ตารางที่ 4.6 เปรียบเทียบค่าสัมประสิทธิ์การพาร์ติชันของสารมาตรฐาน limonene, γ -terpinene, safrole และ thymol ในแต่ละเฟส

สารเคมี	K_{Is}		K_{In}		K_{ns}	
	ไฟเบอร์	ไฟเบอร์	ไฟเบอร์	ไฟเบอร์	ไฟเบอร์	ไฟเบอร์
	sol-gel PDMS	sol-gel PEG	sol-gel PDMS	sol-gel PEG	sol-gel PDMS	sol-gel PEG
limonene	6.67×10^{-6}	1.48×10^{-6}	1.16	0.022	5.75×10^{-6}	68.39×10^{-6}
γ -terpinene	6.43×10^{-6}	1.55×10^{-6}	1.39	0.03	4.62×10^{-6}	48.19×10^{-6}
safrole	0.65×10^{-6}	0.42×10^{-6}	1.04	0.29	0.64×10^{-6}	1.45×10^{-6}
thymol	0.05×10^{-6}	0.34×10^{-6}	0.92	3.52	0.06×10^{-6}	0.10×10^{-6}

เมื่อพิจารณาในเรื่องความจำเพาะเจาะจง (selectivity) ของสารมาตรฐานต่อไฟเบอร์ทั้งสองชนิดพบว่าไฟเบอร์ sol-gel PDMS มีความสามารถหรือจำเพาะเจาะจงในการสกัดสาร limonene และ γ -terpinene ซึ่งเป็นสารในกลุ่มไม่มีขั้วได้ดีกว่าไฟเบอร์ sol-gel PEG ในขณะที่ไฟเบอร์ sol-gel PEG มีความจำเพาะเจาะจงในการสกัด safrole และ thymol ได้ดีกว่า ทั้งนี้เป็นผลมาจากความเป็นขั้วของสารมาตรฐาน safrole และ thymol ซึ่งจัดเป็นสารในกลุ่มที่มีขั้วจึงมีสัมพรรคภาพ (affinity) ต่อไฟเบอร์ sol-gel PEG ได้ดีกว่าไฟเบอร์ sol-gel PDMS ตามหลักการของ "like dissolves like"

4.4 ผลการสกัดน้ำมันหอมระเหยจากส่วนของเหง้า และรากของกระชาย

เหลือง กระชายแดง เปราะหอม และ กระชายดำ โดยใช้วิธีต้มกลั่น

จากการกลั่นน้ำมันหอมระเหยจากส่วนของ เหง้า และ ราก ของพืชทั้งสี่ชนิด โดยใช้ Clevenger – type apparatus เป็นเวลา 6 ชั่วโมง ปริมาณร้อยละของน้ำมันที่คำนวณได้จากภาคผนวก ค.5 ดังแสดงในตาราง 3.7

ตารางที่ 4.7 แสดงผลการสกัดน้ำมันหอมระเหยจากส่วนของเหง้า และรากของ กระชายเหลือง กระชายแดง เปราะหอม และ กระชายดำ

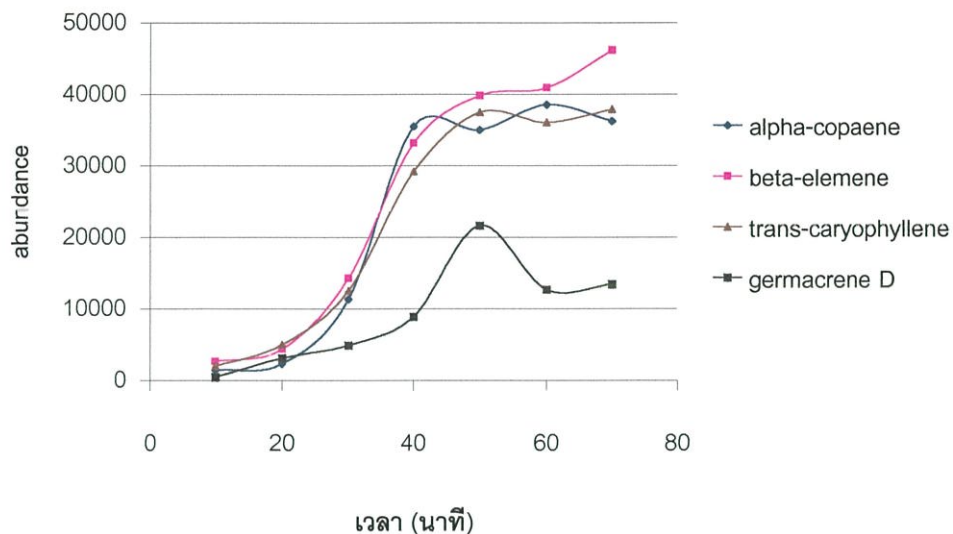
พืช	% ผลผลิต (yield)*	
	เหง้า	ราก
กระชายเหลือง	0.50	0.25
กระชายแดง	0.60	0.50
เปราะหอม	0.35	0.05
กระชายดำ	0.05	0.04

*คิดจากน้ำหนักสด

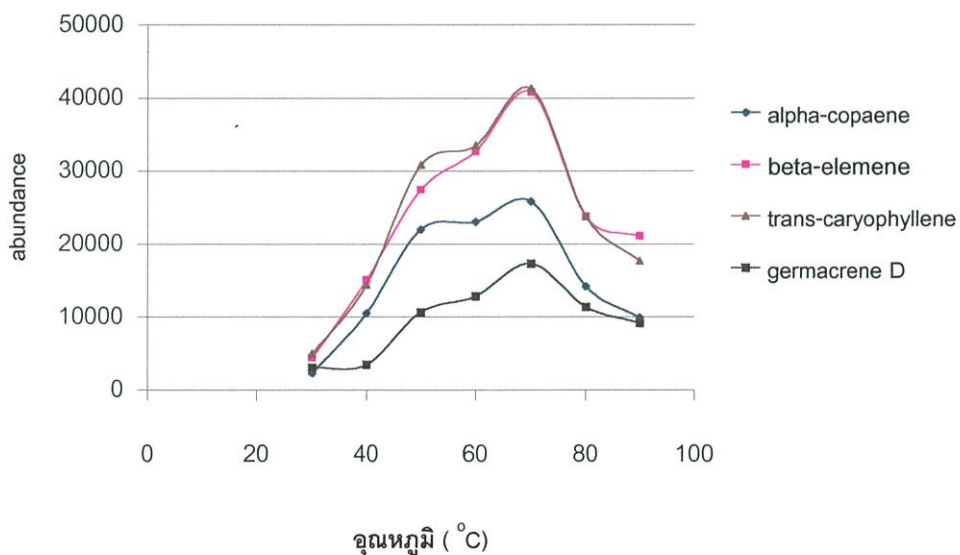
4.5 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยจากวิธีการต้มกลั่นและ SPME โดยใช้ไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG ด้วยเทคนิค GC-MS

จากการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในขั้นตอนการสกัดสารหอมระเหยจากเหง้ากระชายดำ โดยใช้ไฟเบอร์ sol-gel PDMS ได้ผลดังรูปที่ 4.9 และ 4.10 จากกราฟแสดงให้เห็นว่าไฟเบอร์สามารถสกัดสารหอมระเหยจากเหง้าของกระชายดำซึ่งสารหอมระเหยส่วนใหญ่อยู่ในกลุ่ม sesquiterpene hydrocarbon ซึ่งเป็นสารที่มีจุดเดือดสูงได้ดีเมื่ออุณหภูมิเพิ่มสูงขึ้น ดังรูป 4.10 และเริ่มลดลงเมื่ออุณหภูมิมากกว่า 70 °C และประสิทธิภาพในการสกัดสารจะเพิ่มขึ้นเมื่อใช้เวลาในการสกัดมาก ดังรูป 4.9 และเมื่อเวลามากกว่า 60 นาที ความสามารถในการสกัดสารจะเริ่มคง จากผลที่ได้จะเห็นได้ว่าอุณหภูมิที่เหมาะสมนี้จะมีค่ามากกว่าที่ใช้ในการสกัดสารมาตรฐานที่ใช้ในการศึกษาประสิทธิภาพของไฟเบอร์ทั้งสองชนิดคือ limonene, γ -terpinene, safrole และ thymol ซึ่งเป็นสารในกลุ่ม monoterpene ซึ่งมีจุดเดือดที่ต่ำกว่า และเนื่องจากสารหอมระเหยในพืชตัวอย่างมีความหลากหลายกลุ่มสาร เพื่อให้มีประสิทธิภาพในการสกัดสูงดังนั้นในการสกัดสารหอมระเหยจากพืชตัวอย่างด้วยวิธี SPME จึงใช้อุณหภูมิ 70 °C เวลา 60 นาที ตลอดการทดลอง

ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยจากส่วนของเหง้า และรากจากพืชทั้ง 4 ชนิด โดยการสกัดด้วยวิธีการต้มกลั่น และเทคนิค SPME ด้วยไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG และผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยจากส่วนของใบ และดอก จากการสกัดด้วยเทคนิค SPME ด้วยไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG ผลแสดงในตารางที่ 4.8-4.14 และโครมาโทแกรมในภาคผนวก ข ในรูป ข.1.1-ข.4.10



รูปที่ 4.9 กราฟแสดงการสกัดสารระเหย α -copaene, β -elemene, trans-caryophyllene และ germacrene D ในเหง้ากระชายดำ ที่เวลาต่าง ๆ กัน ของไฟเบอร์ sol-gel PDMS ที่อุณหภูมิ 40 °C



รูปที่ 4.10 กราฟแสดงการสกัดสารระเหย α -copaene, β -elemene, trans-caryophyllene และ germacrene D ในเหง้ากระชายดำ ที่อุณหภูมิต่าง ๆ กัน ของไฟเบอร์ sol-gel PDMS ที่เวลา 60 นาที

ตารางที่ 4.8 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยจากเหง้าและรากของ
กระชายเหลือง จากการสกัดด้วยวิธีการต้มกลั่น, sol-gel PDMS SPME และ sol-gel
PEG SPME โดยใช้ GC-MS

หมายเลขพิก	สารเคมี	พื้นที่ได้พิก (%)					
		การต้มกลั่น		sol-gel PDMS SPME		sol-gel PEG SPME	
		เหง้า	ราก	เหง้า	ราก	เหง้า	ราก
1	α -pinene	0.17	0.27	0.42	0.38	tr	tr
2	cyclofenchene	0.77	1.60	tr	-	tr	tr
3	camphene	3.41	5.97	6.10	1.22	3.26	2.60
4	β -pinene	0.19	-	-	-	-	-
5	β -myrcene	0.53	0.64	-	1.22	-	0.75
6	limonene	2.49	2.89	-	-	-	-
7	1,8-cineol	7.89	8.46	17.57	8.82	11.93	6.17
8	cis-ocimene +trans- ocimene	15.51	1.15	31.26	39.62	27.79	36.65
9	α -terpinolene	0.10	-	0.67	0.46	0.43	tr
10	linalool	1.53	1.55	1.33	1.02	1.98	1.52
11	alloocimene	-	-	1.48	1.79	1.34	1.48
12	camphor	21.51	33.98	13.01	9.70	10.31	7.71
13	exo-methyl-camphenilol	tr	tr	-	-	-	-
14	borneol	tr	0.88	0.62	0.54	0.66	0.71
15	terpinen-4-ol	0.20	0.28	-	-	-	-
16	α -terpineol	0.30	0.68	0.46	Tr	tr	tr
17	neral	0.15	1.18	2.13	3.46	1.36	2.55
18	geraniol	21.76	21.99	1.82	3.46	11.18	8.25
19	geranial	0.55	3.11	3.62	6.03	3.02	8.96
20	d-cycloocimene	0.35	-	-	-	-	-
21	methyl cinnamate	16.25	3.43	4.55	0.32	12.26	0.61
22	ethyl cinnamate	0.16	tr	-	-	-	-
23	trans-caryophyllene	-	-	-	0.17	-	0.43
24	β -sesquiphellandrene	-	-	0.54	0.42	0.48	-
25	β -maaliene	-	-	0.67	0.36	0.35	0.23

ตารางที่ 4.8 ต่อ

หมายเลขพิก	สารเคมี	พื้นที่ได้พิก (%)					
		น้ำมันหอมระเหย		sol-gel PDMS SPME		sol-gel PEG SPME	
		เหง้า	ราก	เหง้า	ราก	เหง้า	ราก
26	α -bergamotene	-	-	2.62	4.45	2.01	5.92
27	E,E- α -farnesene	-	-	0.50	1.26	0.45	0.51
28	geranyl acetate	-	-	tr	0.24	tr	0.27
29	δ -cadinene	-	-	tr	Tr	tr	tr
30	edesma-4[14],11-diene	-	-	tr	-	0.11	tr
31	geranyl butylate	-	-	0.49	0.40	0.41	0.51
32	caryophyllene oxide	-	-	tr	Tr	-	tr
33	nerolidol	-	-	tr	Tr	-	tr
34	geranyl propionate	-	-	tr	Tr	-	tr
35	cyclohexadecane	-	-	-	0.33	0.37	0.54
36	thiogeraniol	-	-	0.90	0.62	0.58	0.76
37	1,15-hexadecadiene	-	-	1.70	1.92	2.42	2.53
38	cyclohexadecane	-	-	tr	0.17	0.14	0.18
รวม		93.47	88.06	92.46	88.38	92.84	89.84

tr=trace (ต่ำกว่า 0.10%)

จากตารางที่ 4.8 พบว่าในขั้นตอนการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีที่สามารถทำการวิเคราะห์ได้ในส่วนของเหง้าและรากของกระชายเหลืองโดยใช้วิธีการต่างกันคือ การต้มกลั่น, ใช้ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG SPME พบว่าองค์ประกอบที่สามารถทำการวิเคราะห์ได้จากส่วนของเหง้ามี 93.47, 92.46 และ 92.84 % ตามลำดับ และในส่วนของราก 88.06, 88.38, และ 89.84 % ตามลำดับ และองค์ประกอบหลักของสารหอมระเหยจากเหง้าของกระชายเหลืองโดยใช้วิธีการต้มกลั่น การใช้ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG SPME ที่พบคือ 1,8-cineol (7.89, 17.57 และ 11.93 % ตามลำดับ), ocimene (15.51, 31.26 และ 27.79 % ตามลำดับ), camphor (21.51, 13.01 และ 10.31 % ตามลำดับ), geraniol (21.76, 1.82 และ 11.18 % ตามลำดับ) และ methyl cinnamate (16.25, 4.55 และ 12.26 % ตามลำดับ) และองค์ประกอบหลักที่พบในรากของกระชายเหลืองคือ 1,8-cineol (8.46, 8.82 และ 6.17 % ตามลำดับ), ocimene (1.15, 39.62, 36.65% ตามลำดับ), camphor (33.98, 9.70 และ 7.71 % ตามลำดับ), geraniol (21.99, 3.46 และ 8.25 % ตามลำดับ) และ geranial (3.11, 6.03 และ 8.96 % ตามลำดับ)

ตารางที่ 4.9 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยจากใบและดอกของ
กระชายเหลือง จากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG
SPME โดยใช้ GC-MS

หมายเลขพิก	สารเคมี	พื้นที่ได้พิก(%)			
		sol-gel PDMS SPME		Sol-gel PEG SPME	
		ใบ	ดอก	ใบ	ดอก
1	α -pinene	tr	-	tr	-
2	β -pinene	9.58	5.48	16.37	-
3	1,8-cineol	1.20	-	1.03	-
4	ocimene	-	5.52	-	tr
5	linalool	1.09	2.70	5.20	4.55
6	borneol	tr	-	tr	-
7	terpinen-4-ol	tr	-	tr	-
8	α -terpineol	tr	-	tr	-
9	neral	tr	-	tr	-
10	geranial	tr	-	tr	-
11	bornyl acetate	tr	-	tr	-
12	β -elemene	tr	0.53	tr	-
13	trans-caryophyllene	42.39	24.54	30.91	11.85
14	α -ionone	0.34	0.35	0.63	tr
15	α -humulene	6.77	5.46	4.39	3.18
16	trans- β -farnesene	1.20	-	1.11	-
17	β -ionone	-	tr	-	tr
18	α -bergamotene	-	1.98	3.70	1.69
19	pentadecane	tr	0.68	-	-
20	α -muurolene	tr	0.98	-	-
21	E,E,- α -farnesene	-	5.59	1.63	2.02
22	γ -cardinene	-	1.64	0.65	2.76
23	δ -cardinene	-	2.17	-	1.59
24	nerolidol	1.64	3.54	3.79	17.39
25	caryophyllene oxide	5.36	4.70	6.36	9.32
26	1,5,9-decatriene,2,3,5,8- tetramethyl	0.50	0.82	0.90	3.71
27	t-cadinol	0.51	0.96	0.63	3.75
28	t-muurolol	tr	tr	tr	tr
29	caryophylla-3,8-(13)-dien- 5.beta-ol	1.54	1.68	1.91	4.00

ตารางที่ 4.9 (ต่อ)

หมายเลขพืช	สารเคมี	พื้นที่ได้พืช(%)			
		sol-gel PDMS SPME		sol-gel PEG SPME	
		ใบ	ดอก	ใบ	ดอก
30	ethyl-p-methoxycinnamate	0.61	1.30	tr	tr
31	isophytol	-	0.23	-	0.90
32	isopropyl myristate	0.71	-	-	-
33	isopropyl palmitate	2.32	1.01	3.00	7.46
34	2-ethylhexyl-p-methoxycinnamate	-	tr	-	0.93
รวม		75.49	70.91	82.84	79.10

tr=trace (ต่ำกว่า 0.10%)

จากตารางที่ 4.9 แสดงผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยจากส่วนของใบที่สามารถวิเคราะห์ได้ โดยใช้วิธีของ sol-gel PDMS SPME และ sol-gel-PEG SPME คือ 75.49, 82.84 % ตามลำดับ และในดอกคือ 70.91, 79.1 % ตามลำดับและองค์ประกอบหลักทางเคมีของสารหอมระเหยที่ได้จากส่วนใบของกระชายเหลืองโดยใช้วิธี sol-gel PDMS และ sol-gel PEG SPME คือ linalool (10.9 และ 5.20 % ตามลำดับ), trans-caryophyllene (42.39 และ 30.91 % ตามลำดับ), α -humulene (6.77 และ 4.39 % ตามลำดับ), caryophyllene oxide (5.36 และ 6.36 % ตามลำดับ) และในส่วนของดอก คือ linalool (2.70 และ 4.55 % ตามลำดับ), trans-caryophyllene (24.54 และ 11.85 % ตามลำดับ), α -humulene (5.46 และ 3.18 % ตามลำดับ), nerolidol (3.54 และ 17.39 % ตามลำดับ), caryophyllene oxide (4.70 และ 9.32 % ตามลำดับ)

ตารางที่ 4.10 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยจากเหง้าและรากของกระชายแดง จากการสกัดด้วยวิธีการต้มกลั่น, sol-gel PDMS SPME และ sol-gel PEG SPME โดยใช้ GC-MS

หมายเลขพืช	สารเคมี	พื้นที่ได้พืช (%)					
		การต้มกลั่น		sol-gel PDMS SPME		sol-gel PEG SPME	
		เหง้า	ราก	เหง้า	ราก	เหง้า	ราก
1	α -pinene	0.81	0.83	1.08	0.68	tr	0.62
2	α -fenchene	2.42	2.60	-	-	-	-
3	camphene	10.41	8.44	12.80	5.51	5.59	7.72

ตารางที่ 4.10 (ต่อ)

หมายเลขพิก	สารเคมี	พื้นที่ได้พิก (%)					
		การต้มกลั่น		sol-gel PDMS SPME		sol-gel PEG SPME	
		แห้ง	จก	แห้ง	จก	แห้ง	จก
4	β -myrcene	0.51	0.22	-	-	-	0.60
5	cymene	0.29	0.35	-	-	-	-
6	limonene	3.62	4.38	-	-	-	-
7	1,8-cineol	14.99	15.99	21.27	10.8	16.82	9.30
8	trans-ocimene	7.11	6.51	9.16	11.92	6.49	23.96
9	γ -terpinene	tr	tr	-	-	-	-
10	α -terpinolene	0.32	0.15	0.55	0.50	tr	0.69
11	linalool	1.76	1.50	1.23	0.60	1.94	1.17
12	alloocimene	1.18	1.38	-	0.41	-	0.45
13	camphor	15.32	15.37	12.40	13.70	10.60	10.13
14	exo-methyl-camphenilol	3.28	3.05	-	-	-	-
15	isoborneol	0.73	0.92	0.48	0.67	-	0.79
16	borneol	2.02	1.66	1.40	1.69	1.95	1.62
17	terpinen-4-ol	0.44	0.24	-	tr	-	0.24
18	para-cymen-8-ol	-	tr	-	-	-	-
19	α -terpineol	2.13	1.62	0.94	0.56	2.13	1.52
20	myrtenol	0.64	0.36	-	tr	-	0.94
21	neral	tr	0.38	4.27	5.94	5.59	4.07
22	geraniol	24.54	27.18	0.49	0.42	1.25	2.06
23	geranial	0.20	0.62	8.73	9.00	14.52	8.56
24	bornyl acetate	-	-	tr	0.32	tr	0.18
25	α -gurjunene	-	-	tr	0.24	tr	0.10
26	trans-caryophyllene	-	-	0.87	0.70	0.61	0.43
27	α -guaiene	-	-	-	0.49	tr	0.22
28	α -humulene	-	-	tr	0.26	tr	0.13
29	alloaromadendrene	-	-	0.44	0.80	tr	0.38
30	γ -selinene	-	-	0.46	0.35	0.72	0.19
31	β -selinene	-	-	1.02	0.92	0.92	0.70
32	ledene	-	-	tr	2.13	tr	1.04

ตารางที่ 4.10 (ต่อ)

หมายเลขพิก	สารเคมี	พื้นที่ได้พิก (%)					
		การต้มกลั่น		sol-gel PDMS SPME		sol-gel PEG SPME	
		เหง้า	ราก	เหง้า	ราก	เหง้า	ราก
33	α -bergamotene	-	-	1.34	0.84	1.22	-
34	pentadecane	-	-	11.27	1.44	11.01	-
35	β -cadinene	-	-	-	6.10	-	3.86
36	E,E,- α -farnesene	-	-	0.49	0.71	1.45	1.02
37	γ -cadinene	1.02	1.41	0.51	0.29	0.49	6.20
38	α -panasinsen	-	-	-	0.59	-	0.28
39	δ -cadinene	tr	tr	1.26	1.25	1.24	-
40	α -calacorene	-	-	0.90	0.92	1.03	-
41	nerolidol	0.18	0.25	0.46	1.46	2.31	-
42	caryophyllene oxide	-	-	-	0.27	-	tr
43	veridiflorol	-	-	-	0.41	-	0.29
44	glubulol	-	-	-	0.40	-	0.23
45	ledol	-	-	-	0.57	-	0.41
46	heptadecane	-	-	0.55	-	0.82	-
47	thiogeraniol	-	-	0.41	0.42	0.95	0.25
48	isopropyl palmitate	-	-	0.32	1.43	1.05	0.58
	รวม	93.92	95.41	94.55	86.28	89.88	91.10

tr=trace (ต่ำกว่า 0.10%)

จากตารางที่ 4.10 พบว่าในการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีที่สามารถทำการวิเคราะห์ได้ในส่วนของเหง้าและรากของกระชายแดงโดยใช้วิธีการต่างกันคือ การต้มกลั่น, ใช้ไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG SPME พบว่าองค์ประกอบทางเคมีที่สามารถทำการวิเคราะห์ได้จากส่วนของเหง้า มี 93.55, 94.55 และ 89.88 % ตามลำดับ และในส่วนของราก 95.41, 86.28, และ 91.10 % ตามลำดับ องค์ประกอบหลักของสารหอมระเหยจากเหง้าของกระชายแดงโดยใช้วิธีการต้มกลั่น การใช้ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG SPME ที่พบคือ camphene (10.41, 12.80 และ 5.59 % ตามลำดับ), 1,8-cineol (14.99, 30.43 และ 16.82 % ตามลำดับ), camphor (15.32, 12.40 และ 10.66 % ตามลำดับ) และ geraniol (24.54, 0.49 และ 11.18 %ตามลำดับ) และองค์ประกอบหลักที่พบในรากของกระชายแดงคือ camphene (8.44, 5.51, 7.72 ตามลำดับ),

1,8-cineol (15.99, 10.80 และ 9.30 % ตามลำดับ), camphor (15.37, 13.70 และ 10.13% ตามลำดับ), geraniol (27.18, 0.42 และ 2.06 %ตามลำดับ) และ geranial (1.0, 14.94 และ 13.63 % ตามลำดับ)

ตารางที่ 4.11 ผลการวิเคราะห์ห้องค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยจากใบและดอกของ กระจ่างแดง จากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG SPME โดยใช้ GC-MS

หมายเลขพีค	สารเคมี	พื้นที่ได้พีค(%)			
		sol-gel PDMS SPME		sol-gel PEG SPME	
		ใบ	ดอก	ใบ	ดอก
1	α -pinene	1.14	-	tr	-
2	cyclofenchene	0.71	-	-	-
3	β -pinene	2.27	-	0.84	-
4	1,8-cineol	12.23	6.92	7.89	4.90
5	linalool	4.21	4.20	6.21	6.33
6	camphor	1.70	tr	1.18	-
7	isoborneol	0.43	-	tr	-
8	borneol	1.52	tr	1.61	1.38
9	nerol	tr	-	0.71	tr
10	neral	4.93	tr	6.95	tr
11	geraniol	tr	tr	0.94	0.42
12	geranial	7.88	tr	12.49	0.26
13	bornyl acetate	0.42	2.16	tr	1.60
14	methylnerolate	0.86	tr	1.32	0.30
15	β -elemene	-	1.12	-	0.46
16	trans-caryophyllene	7.14	28.59	4.84	14.49
17	α -ionone	0.19	-	tr	tr
18	α -humulene	2.04	7.20	1.56	4.11
19	β -ionone	0.36	-	0.39	-
20	α -bergamotene	-	2.65	-	1.54
21	pentadecane	-	tr	-	0.41
22	E,E,- α -farnesene	7.99	5.19	2.47	3.28
23	γ -cardinene	-	tr	tr	1.03
24	δ -cardinene	tr	2.29	tr	1.36

ตารางที่ 4.11 (ต่อ)

หมายเลขพิก	สารเคมี	พื้นที่ได้พิก(%)			
		sol-gel PDMS SPME		sol-gel PEG SPME	
		ใบ	ดอก	ใบ	ดอก
25	nerolidol	1.73	5.86	3.86	10.20
26	caryophyllene oxide	3.45	7.02	3.48	6.34
27	t-cadinol	-	1.69	-	2.25
28	t-muurolol	-	tr	-	1.46
29	caryophylla-3,8(13)-dien-5.beta-ol	-	2.37	-	2.26
30	ethyl-p-methoxycinnamate	-	0.76	-	0.31
31	cyclohexadecane	0.68	-	0.97	-
32	thiogeraniol	0.72	-	1.16	-
33	isophytol	0.52	1.14	-	0.38
34	isopropyl palmitate	1.99	4.50	2.00	0.33
35	1,15-hexadecadiene	3.75	-	4.07	-
36	E-15-heptadecanal	0.27	-	0.30	-
37	phytol	2.73	-	1.37	-
38	1,5,9-decatriene,2,3,5,8-tetramethy	0.71	-	1.54	-
39	cyclotetradecane	0.68	-	-	-
40	p-metha-3-ane	1.23	-	1.82	-
	รวม	71.86	79.16	67.67	65.07

tr=trace (ต่ำกว่า 0.10%)

จากตารางที่ 4.11 องค์ประกอบของสารเคมีที่สามารถทำการวิเคราะห์ได้จากส่วนของใบ โดยใช้ไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel-PEG SPME คือ 71.86 และ 67.67 ตามลำดับ และในดอกคือ 79.16 และ 65.07 % ตามลำดับ องค์ประกอบหลักทางเคมีของสารหอมระเหยที่ได้จากส่วนของใบของกระชายแดงโดยใช้วิธี sol-gel PDMS และ sol-gel PEG SPME คือ 1,8-cineol (12.23 และ 7.89 % ตามลำดับ), linalool (4.21 และ 6.21 % ตามลำดับ), neral (4.93 และ 6.95 % ตามลำดับ), geraniol (7.88 และ 12.49 % ตามลำดับ), trans-caryophyllene (42.39 และ 30.91 % ตามลำดับ) และ E,E, α -farnesene (7.99 และ 2.47 % ตามลำดับ) และในส่วนของดอก คือ 1,8-cineol (6.92 และ 4.90 % ตามลำดับ), linalool (4.20 และ 6.33 % ตามลำดับ), trans-caryophyllene (28.59 และ 14.49 % ตามลำดับ), α -humulene (7.20 และ 4.11 % ตาม

ลำดับ), E,E, α -farnesene (5.19 และ 3.28 % ตามลำดับ), nerolidol (5.86 และ 10.20 % ตามลำดับ) และ caryophyllene oxide (7.20 และ 6.34 % ตามลำดับ)

ตารางที่ 4.12 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยจากเหง้าและรากของเปราะหอม จากการสกัดด้วยวิธีการต้มกลั่น, sol-gel PDMS SPME และ sol-gel PEG SPME โดยใช้ GC-MS

หมายเลขพืช	สารเคมี	พื้นที่ได้พืช (%)					
		การต้มกลั่น		sol-gel PDMS SPME		sol-gel PEG SPME	
		เหง้า	ราก	เหง้า	ราก	เหง้า	ราก
1	α -pinene	0.38	-	0.21	tr	-	-
2	camphene	0.47	-	0.66	1.74	-	-
3	δ -3-carene	3.39	-	6.23	1.72	2.05	-
4	p-cymene	0.41	0.26	-	-	-	-
5	1,8-cineol	2.58	0.80	-	1.63	-	-
6	p-mentha-1,5-dien-8-ol	0.33	-	-	-	-	-
7	camphor	tr	0.92	-	-	-	-
8	borneol	2.03	7.13	0.12	0.79	-	1.17
9	terpinen-4-ol	0.12	tr	-	-	-	-
10	para-cymen-8-ol	0.12	tr	-	-	-	-
11	p-cymen- α -ol	0.19	-	-	-	-	-
12	α -terpineol	0.13	tr	-	-	-	-
13	car-3-ene-2-one	tr	tr	-	-	-	-
14	eucarvone	tr	0.58	-	-	-	-
15	anisaldehyde	-	0.97	-	-	-	-
16	bornyl acetate	-	3.92	-	-	-	-
17	α -cubebene	-	-	tr	-	tr	-
18	α -copaene	-	-	0.13	-	-	-
19	β -elemene	0.10	0.71	0.83	1.51	0.30	0.68
20	cyperene	0.21	1.74	4.35	4.75	1.55	1.32
21	α -gurjunene	0.11	tr	1.50	2.56	0.46	0.89
22	trans-caryophyllene	tr	tr	0.27	2.32	tr	0.85
23	γ -elemene	0.48	tr	0.43	5.14	tr	3.61
24	α -guaiene	-	-	0.25	tr	tr	tr

ตารางที่ 4.12 (ต่อ)

หมายเลขพิก	สารเคมี	พื้นที่ได้พิก (%)					
		น้ำมันหอมระเหย		sol-gel PDMS SPME		sol-gel PEG SPME	
		เหง้า	ราก	เหง้า	ราก	เหง้า	ราก
25	α -humulene	tr	0.61	0.60	2.86	1.01	1.31
26	nealloocimene	-	0.50	-	0.74	-	-
27	ethyl cinnamate	30.83	8.56	10.16	3.76	15.40	6.88
28	γ -muurolene	-	0.85	-	0.86	-	0.50
29	β -maaliene	-	-	0.39	0.82	0.54	0.50
30	germacrene D	0.50	0.94	tr	0.83	1.08	1.30
31	β -selinene	tr	tr	2.23	2.71	1.59	tr
32	valencene	tr	0.84	0.79	1.31	0.88	1.48
33	cadina-1,4-diene	-	-	-	tr	-	0.73
34	pentadecane	1.26	0.44	29.63	16.16	15.84	8.24
35	γ -cardinene	1.26	5.03	1.72	4.29	1.67	1.60
36	δ -cardinene	0.29	0.68	1.18	4.39	0.74	3.42
37	elemol	0.19	tr	tr	0.31	0.09	tr
38	germacrene B	0.29	-	-	0.63	-	-
39	[+]-spathulenol	-	tr	tr	0.16	tr	tr
40	caryophyllene oxide	-	-	1.16	tr	tr	tr
41	methyl-p-methoxy cinnamate, (Z)	-	-	-	-	-	tr
42	t-cadinol	tr	0.75	tr	0.83	tr	1.65
43	t-muurolol	tr	1.57	tr	0.96	0.14	2.05
44	ethyl-p-methoxycinnamate, (Z)	0.11	0.20	tr	0.55	0.10	0.85
45	6(E),8(E)-heptadecadiene	-	-	1.29	0.76	0.68	tr
46	methyl-p-methoxycinnamate, (E)	-	-	-	-	-	1.22
47	8-heptadecene	0.1	-	2.55	1.64	1.43	0.88
48	7-tetradecyne	0.49	0.10	1.44	1.64	1.39	1.07
49	E,E,10,12-hexadecadien-1-ol	-	-	0.20	-	0.19	tr
50	2-propenoic acid, n-pentadecyl ester	0.49	2.85	tr	1.67	0.18	2.30
51	heptadecane	tr	tr	3.13	1.54	1.60	-
52	ethyl-p-methoxycinnamate, (E)	49.42	43.28	24.51	13.29	45.92	42.44
53	ethyl myristate	tr	-	0.18	0.31	0.11	0.78

ตารางที่ 4.12 (ต่อ)

หมายเลขพิก	สารเคมี	พื้นที่ได้พิก (%)					
		น้ำมันหอมระเหย		sol-gel PDMS SPME		sol-gel PEG SPME	
		เหง้า	ราก	เหง้า	ราก	เหง้า	ราก
54	entipimara-8[14],15-diene	-	-	1.39	2.39	0.92	-
55	phytol	-	-	tr	0.78	tr	0.77
	รวม	95.45	84.23	95.27	88.35	95.86	88.49

tr=trace (ต่ำกว่า 0.10%)

จากตารางที่ 4.12 พบว่าในขั้นตอนการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีที่สามารถทำการวิเคราะห์ได้ในส่วนของเหง้าและรากของเปราะหอมโดยใช้วิธีการต่างกันคือ การต้มกลั่น, ใช้ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG SPME พบว่าองค์ประกอบที่สามารถทำการวิเคราะห์ได้จากส่วนของเหง้า มี 95.45, 95.27 และ 95.86 % ตามลำดับ และในส่วนของราก 84.23, 88.35, และ 88.49 % ตามลำดับ และองค์ประกอบหลักของสารหอมระเหยจากเหง้าของเปราะหอมโดยใช้วิธีการต้มกลั่น การใช้ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG SPME ที่พบคือ ethyl cinnamate (30.83, 10.16 และ 15.43% ตามลำดับ), pentadecane (1.26, 29.63 และ 15.84 % ตามลำดับ), ethyl-p-methoxycinnamate, (E) (49.42, 24.51 และ 45.92 % ตามลำดับ) และองค์ประกอบหลักที่พบในรากของกระชายเปราะหอม คือ ethyl cinnamate (8.56, 3.76 และ 6.88 % ตามลำดับ), pentadecane (0.44, 16.16 และ 8.24% ตามลำดับ), ethyl-p-methoxycinnamate, (E) (43.28, 13.29 และ 42.44 % ตามลำดับ)

ตารางที่ 4.13 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยจากใบและดอกของเปราะหอม จากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG SPME โดยใช้ GC-MS

หมายเลขพิก	สารเคมี	พื้นที่ได้พิก(%)			
		sol-gel PDMS SPME		sol-gel PEG SPME	
		ใบ	ดอก	ใบ	ดอก
1	β -pinene	0.46	-	tr	-
2	β -myrcene	tr	-	tr	-
3	δ -3-carene	tr	0.25	tr	tr
4	1,8-cineol	1.56	1.43	1.29	tr

ตารางที่ 4.13 (ต่อ)

หมายเลขพิก	สารเคมี	พื้นที่ได้พิก(%)			
		sol-gel PDMS SPME		sol-gel PEG SPME	
		ใบ	ดอก	ใบ	ดอก
5	borneol	0.25	-	0.78	tr
6	bornyl acetate	tr	-	tr	tr
7	α -copaene	-	0.35	-	0.17
8	β -elemene	0.19	0.94	0.29	0.50
9	cyprene	0.38	-	0.17	0.56
10	trans-caryophyllene	1.45	3.97	0.80	1.99
11	β -cubebene	0.30	-	0.39	-
12	γ -elemene	-	tr	-	tr
13	α -guaiene	tr	tr	tr	tr
14	α -humulene	0.22	1.93	0.13	0.79
15	ethyl cinnamate	2.30	6.74	2.40	6.83
16	γ -murolene	-	tr	-	tr
17	β -maaliene	-	tr	-	tr
18	germacrene D	-	1.63	0.28	0.68
19	valencene	-	0.56	-	0.34
20	cadina-1,4-diene	-	-	0.24	-
21	pentadecane	5.36	0.63	2.05	tr
22	E,E- α -farnesene	-	tr	-	tr
23	γ -cardinene	1.31	1.14	0.88	1.32
24	δ -cardinene	1.12	2.72	0.54	0.97
25	β -elemol	-	tr	-	0.14
28	caryophyllene oxide	0.59	tr	0.40	tr
29	methyl-p-methoxy cinnamate, (Z)	0.12	tr	tr	tr
30	caryophylla-4[12],8[13]-dien-5.beta-ol	0.24	-	0.18	-
31	t-cadinol	tr	tr	tr	tr
32	t-muurolol	-	0.53	tr	0.27
33	ethyl-p-methoxycinnamate, (Z)	12.76	0.69	16.95	2.15
34	methyl-p-methoxycinnamate, (E)	0.35	0.22	0.76	0.71
35	8-heptadecane	4.55	tr	1.73	1.32

ตารางที่ 4.13 (ต่อ)

หมายเลขพิก	สารเคมี	พื้นที่ได้พิก(%)			
		sol-gel PDMS SPME		sol-gel PEG SPME	
		ใบ	ดอก	ใบ	ดอก
36	7-tetradecyne	8.50	1.44	7.72	0.85
37	6-hexadecen-4-yne, (E)	0.24	-	0.35	-
38	ethyl-p-methoxycinnamate, (E)	41.41	57.19	53.48	56.91
39	1-heptadecene	0.24	-	0.35	-
40	nonadecane	-	0.92	-	0.65
41	propyl myristate	0.10	-	0.11	-
42	neophytadiene	1.40	-	0.48	-
43	kaurene	-	0.87	-	1.78
44	5-nonadecen-1-ol	-	1.26	-	-
45	isopropyl palmitate	1.85	-	2.03	-
46	heneicosene	-	8.44	-	9.85
47	phytol	1.15	-	0.62	-
48	2-ethylhexyl-p-methoxycinnamate	0.12	-	0.14	tr
49	1-eicosene	0.12	-	0.14	tr
รวม		85.41	82.28	92.99	75.19

tr=trace (ต่ำกว่า 0.10%)

จากตารางที่ 4.13 องค์ประกอบทางเคมีที่สามารถวิเคราะห์ได้จากส่วนของใบ โดยใช้ไฟเบอร์ของ sol-gel PDMS และ sol-gel-PEG SPME คือ 85.41 และ 92.99 % ตามลำดับ และในดอก คือ 82.28 และ 75.19 % ตามลำดับ พบว่าองค์ประกอบหลักทางเคมีของสารหอมระเหยที่ได้จากส่วนใบของเปราะหอม โดยใช้วิธี sol-gel PDMS และ sol-gel PEG SPME คือ ethyl cinnamate (2.30, และ 2.40 % ตามลำดับ), pentadecane (5.36 และ 2.05 % ตามลำดับ), ethyl-p-methoxycinnamate, (Z) (12.76 และ 16.95 % ตามลำดับ), ethyl-p-methoxycinnamate, (Z) (41.41 และ 53.48 % ตามลำดับ) และในส่วนของดอก คือ ethyl cinnamate (6.74 และ 6.83 % ตามลำดับ), ethyl-p-methoxycinnamate, (Z) (57.19 และ 56.91 % ตามลำดับ), heneicosene (8.44, 9.85 % ตามลำดับ)

ตารางที่ 4.14 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยจากเหง้าและรากของ
กระชายดำ จากการสกัดด้วยวิธีการต้มกลั่น, sol-gel PDMS SPME และ sol-gel
PEG SPME โดยใช้ GC-MS

หมายเลข พืช	สารเคมี	พื้นที่ได้พืช (%)					
		การต้มกลั่น		sol-gel PDMS SPME		sol-gel PEG SPME	
		เหง้า	ราก	เหง้า	ราก	เหง้า	ราก
1	α -pinene	4.45	-	0.75	0.58	tr	tr
2	α -fenchene	6.16	-	-	-	-	-
3	camphene	16.26	-	2.97	1.63	3.00	1.67
4	β -pinene	4.69	-	3.82	3.21	3.11	3.09
5	limonene	1.54	tr	-	tr	4.81	tr
6	1,8-cineol	1.01	tr	-	-	-	-
7	ocimene	-	-	1.48	tr	3.93	1.04
8	α -terpinolene	0.21	tr	tr	tr	tr	tr
9	linalool	18.61	tr	tr	tr	2.97	tr
10	camphor	1.32	tr	tr	tr	tr	tr
11	exo-methyl-camphenilol	0.61	-	-	-	-	-
12	borneol	18.33	tr	1.40	tr	4.41	0.39
13	terpinen-4-ol	0.74	tr	tr	-	tr	tr
14	para-cymen-8-ol	0.13	-	-	-	-	-
15	α -terpineol	0.82	-	tr	-	tr	Tr
16	4-phenyl-2-butanol	0.49	-	-	-	-	-
17	bornyl acetate	1.13	1.89	tr	1.12	0.40	3.30
18	2-undecanone	0.20	tr	tr	tr	0.60	tr
19	δ -elemene	0.14	0.99	1.48	0.85	1.16	0.71
20	α -cubebene	tr	tr	tr	0.22	0.32	tr
21	α -copaene	0.38	1.86	7.01	5.23	5.05	1.94
22	β -elemene	2.89	16.84	9.87	7.08	7.04	5.25
23	1-phenyl-2-butene	2.70	-	-	-	-	-
24	trans-caryophyllene	2.08	4.88	7.19	7.26	4.82	3.23
25	α -ionone	tr	0.74	-	-	-	-
26	caralene	tr	0.72	1.72	2.14	1.40	1.24

ตารางที่ 4.14 (ต่อ)

หมายเลข พืช	สารเคมี	พื้นที่ได้พืช (%)					
		การต้มกลั่น		sol-gel PDMS SPME		sol-gel PEG SPME	
		แห้ง	ราก	แห้ง	ราก	แห้ง	ราก
27	γ -elemene	0.33	2.87	tr	0.98	0.35	0.58
28	α -humulene	0.28	1.43	2.02	4.93	1.68	2.56
29	trans- β -farnesene	tr	3.00	0.28	6.83	0.75	3.79
30	[-]-isolekene	-	1.57	-	0.45	-	tr
31	δ -selinene	-	-	-	-	-	1.09
32	germacrene D	2.18	14.56	32.55	19.40	21.36	12.06
33	β -ionone	-	1.27	-	0.93	0.61	-
34	valencene	-	-	0.74	1.90-	-	-
35	bicyclogermacrene	-	1.82	5.81	3.90	4.47	3.87
36	α -muurolene	-	0.73	0.90	0.85	1.26	0.61
37	β -bisabolene	-	0.92	0.63	1.03	0.60	0.62
38	E,E,- α -farnesene	-	tr	tr	2.11	0.60	1.38
39	γ -cardinene	-	1.80	1.06	1.15	1.47	1.85
40	α -panasinsen	-	1.05	-	1.34	-	0.72
41	δ -cardinene	0.37	1.88	7.80	5.60	5.41	3.60
42	α -cadinene	-	tr	tr	0.22	0.23	0.34
43	germacrene B	0.27	1.42	-	0.30	-	-
44	nerolidol	-	0.31	-	tr	tr	1.06
45	[+]-spathulenol	0.11	0.76	-	0.36	0.43	0.24
46	caryophyllene oxide	0.21	1.57	tr	2.43	1.04	2.83
47	veridiflorol	-	-	-	-	0.42	2.56
48	salvia-4[14]en-1-one	-	0.46	-	-	-	-
49	guaia-3,9-diene	-	1.18	-	-	1.00	1.00
50	α -copaen-8-ol	0.36	1.45	-	-	0.60	1.48
51	t-cadinol	0.41	1.73	1.63	0.78	3.47	2.82
52	t-muurolol	1.25	4.41	1.45	0.73	4.23	3.36
53	eudesma-4[14],11-diene	-	1.10	tr	0.75	-	-
54	carophylla-4[12],8(13)-dien- 5.beta.-ol	-	1.20-	1.37	0.57	1.09	-

ตารางที่ 4.14 (ต่อ)

หมายเลข พีค	สารเคมี	พื้นที่ใต้พีค (%)					
		การต้มกลั่น		sol-gel PDMS SPME		sol-gel PEG SPME	
		เหง้า	ราก	เหง้า	ราก	เหง้า	ราก
55	hexadecanal	-	-	0.72	-	0.51	-
56	9,17-octadecadiene	-	-	0.57	-	0.39	-
57	9-octadecenal	-	-	0.65	-	0.41	-
58	13-octadecenal	-	-	0.84	-	-	-
59	octadecane	-	-	0.34	-	-	-
60	E-15-heptadecanal	-	0.58	-	-	-	-
รวม		90.63	76.53	97.06	86.86	95.40	70.28

tr=trace (ต่ำกว่า 0.10%)

จากตารางที่ 4.14 พบว่าในขั้นตอนการวิเคราะห์ห้องค้ประกอบทางเคมีที่สามารถทำการวิเคราะห์ได้ในส่วนของเหง้าและรากของกระชายดำโดยใช้วิธีการต่างกันคือ การต้มกลั่น, ใช้ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG SPME พบว่าองค์ประกอบที่สามารถทำการวิเคราะห์ได้จากส่วนของเหง้า มี 90.63, 97.23 และ 95.40 % ตามลำดับ และในส่วนของราก 76.53, 86.86, และ 70.28 % ตามลำดับ องค์ประกอบหลักของสารหอมระเหยจากเหง้าของกระชายดำโดยใช้วิธีการต้มกลั่น การใช้ไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG ที่พบคือ camphene (16.26, 2.97 และ 3.00 % ตามลำดับ), borneol (18.33, 1.40 และ 4.41 % ตามลำดับ), β -elemene (2.89, 9.87 และ 7.04 % ตามลำดับ), trans-caryophyllene (2.08, 7.19 และ 4.82 %ตามลำดับ) และ germacrene D (2.18, 32.5 และ 21.36 % ตามลำดับ) และองค์ประกอบหลักที่พบในรากของกระชายดำ คือ β -elemene (16.84, 7.08 และ 5.25 % ตามลำดับ), trans-caryophyllene (4.88, 7.26 และ 3.23 %ตามลำดับ) และ germacrene D (14.56, 19.40 และ 12.06 % ตามลำดับ)

ตารางที่ 4.15 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยจากใบและดอกของ
กระชายดำ จากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG SPME
โดยใช้ GC-MS

หมายเลข พีค	สารเคมี	พื้นที่ใต้พีค(%)			
		sol-gel PDMS SPME		sol-gel PEG SPME	
		ใบ	ดอก	ใบ	ดอก
1	α -pinene	2.45	-	tr	-
2	camphene	2.42	-	-	-
3	β -pinene	19.17	-	13.01	-
4	ocimene	tr	-	tr	-
5	δ -elemene	7.11	19.18	6.47	4.62
6	α -copaene	tr	tr	tr	tr
7	β -elemene	6.31	19.15	8.82	14.19
8	cyprene	tr	tr	tr	tr
9	trans-caryophyllene	6.58	19.85	7.10	19.24
10	α -ionone	tr	tr	tr	0.68
11	γ -elemene	-	tr	tr	0.68
12	α -humulene	1.35	1.72	1.74	2.98
13	trans- β -farnesene	-	tr	-	-
14	germacrene D	0.82	tr	0.95	1.42
15	β -ionone	0.39	-	1.03	-
16	β -selinene	-	tr	-	0.74
17	α -selinene	-	tr	-	0.92
18	α -bergamotene	3.17	-	7.35	-
19	pentadecane	0.34	2.57	tr	4.17
20	E,E,- α -farnesene	7.59	14.59	3.63	2.97
21	2,4-di-tert-butylphenol	-	tr	1.25	2.71
22	δ -cardinene	tr	tr	tr	tr
23	nerolidol	tr	-	1.33	-
24	ethyl-p-methoxycinnamate	2.64	tr	tr	0.28
25	benzyl benzoate	tr	7.95	tr	12.54
26	eicosane	0.38	-	-	-
27	neophytadiene	3.92	2.88	2.83	1.10

ตารางที่ 4.15 (ต่อ)

หมายเลข พืช	สารเคมี	พื้นที่ได้พืช(%)			
		sol-gel PDMS SPME		sol-gel PEG SPME	
		ใบ	ดอก	ใบ	ดอก
28	cyclohexadiene	0.67	-	2.40	-
29	isopropyl palmitate	3.26	-	12.30	-
30	heneicosane	0.34	2.36	-	1.29
31	phytol	10.50	-	9.94	-
32	1-eicosene	2.28	-	3.52	-
	รวม	81.31	90.61	83.67	69.17

tr=trace (ต่ำกว่า 0.10%)

จากตารางที่ 4.15 องค์ประกอบทางเคมีที่สามารถวิเคราะห์ได้จากส่วนของใบและดอก โดยใช้ไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel-PEG SPME คือ 81.31 และ 83.67 % ตามลำดับ และในดอกคือ 90.61 และ 69.17 % ตามลำดับ องค์ประกอบหลักทางเคมีของสารหอมระเหยที่ได้จาก ส่วนใบของกระชายดำโดยใช้วิธี sol-gel PDMS และ sol-gel PEG SPME คือ β -pinene (16.84 และ 13.01 % ตามลำดับ), δ -elemene (7.11 และ 6.47 % ตามลำดับ), β -elemene (6.31 และ 8.42 % ตามลำดับ) trans-caryophyllene (6.58 และ 7.10 % ตามลำดับ), E,E, α -farnesene (7.6 และ 3.63 % ตามลำดับ), isopropyl palmitate (3.26 และ 12.30 % ตามลำดับ) และในส่วน ของดอก คือ δ -elemene (19.18 และ 4.62 % ตามลำดับ), β -elemene (19.15 และ 14.19 % ตามลำดับ) trans-caryophyllene (19.85 และ 19.24 % ตามลำดับ), E,E, α -farnesene (14.59 และ 2.97 % ตามลำดับ) และ benzyl benzoate (7.95 และ 12.54 % ตามลำดับ)

4.6 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีและเปรียบเทียบประสิทธิภาพในการสกัดสารหอมระเหยจากวิธีการต้มกลั่น , Purge and Trap และ SPME โดยใช้ไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG ด้วยเทคนิค GC-FID

การเปรียบเทียบองค์ประกอบทางเคมี และประสิทธิภาพในการสกัดสารระเหยจากส่วนของเหง้าและรากจากพืชทั้ง 4 ชนิด โดยการสกัดด้วยวิธีการต้มกลั่น, Purge and Trap และ SPME โดยใช้ไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG เมื่อทำการวิเคราะห์ด้วย GC-FID แสดงดังตาราง 4.16-4.19 และโครมาโทแกรมในภาคผนวก ข รูปที่ ข.5.1-ข.8.8

ตารางที่ 4.16 การเปรียบเทียบองค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยจากเหง้าและรากของ
กระชายเหลือง ระหว่างวิธีการต้มกลั่น, Purge and Trap และ SPME โดยใช้ไฟ
เบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG ด้วย GC-FID

หมายเลขพืช	สารเคมี	พื้นที่ได้พืช (%)							
		การต้มกลั่น		Purge and Trap		SPME			
		เหง้า	ราก	เหง้า	ราก	sol-gel PDMS		sol-gel PEG	
		เหง้า	ราก	เหง้า	ราก	เหง้า	ราก	เหง้า	ราก
1	α -pinene	0.54	0.63	1.24	0.35	0.36	0.54	tr	tr
2	camphene	4.06	4.83	4.44	4.09	3.21	4.37	0.92	1.81
3	β -myrcene	0.97	1.53	1.02	1.34	tr	0.60	tr	tr
4	1,8-cineol	10.21	6.30	3.96	11.02	20.39	12.27	12.87	5.83
5	cis-ocimene	2.68	3.40	14.60	-	tr	-	-	-
6	trans- β -ocimene	24.87	37.28	30.68	27.66	10.75	35.11	8.05	14.90
7	γ -terpinene	0.16	tr	2.09	2.00	tr	tr	tr	tr
8	α -terpinolene	0.18	0.21	3.52	2.07	tr	0.18	tr	tr
9	linalool	1.14	0.93	0.38	3.35	0.95	0.83	2.69	0.94
10	allocimene	0.31	0.55	1.38	0.82	tr	tr	tr	tr
11	camphor	19.90	18.49	30.68	22.61	28.76	19.49	27.80	19.68
12	exo-methyl- camphenilol	tr	tr	-	-	1.24	tr	1.89	tr
13	borneol	tr	0.15	tr	1.06	tr	tr	tr	tr
14	terpinen-4-ol	0.15	tr	-	-	tr	tr	tr	tr
15	α -terpineol	0.66	0.39	-	-	tr	tr	1.34	tr
16	neral	tr	0.37	0.73	4.38	2.78	4.02	6.32	4.17
17	geraniol	24.72	23.05	tr	tr	tr	tr	tr	tr
18	geranial	tr	tr	0.40	15.02	6.54	11.17	23.49	8.39
19	methyl cinnamate	8.84	1.06	-	-	-	-	-	-
	รวม	99.39	99.14	95.12	95.77	74.98	88.58	85.37	55.72

tr=trace (ต่ำกว่า 0.10%)

ตารางที่ 4.17 การเปรียบเทียบองค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยจากเหง้าและรากของ
กระชายแดง ระหว่างวิธีการต้มกลั่น, Purge and Trap และ SPME โดยใช้ไฟเบอร์
sol-gel PDMS และ sol-gel PEG โดยใช้ GC-FID

หมายเลข พืช	สารเคมี	พื้นที่ได้พืช (%)							
		การต้มกลั่น		Purge and Trap		SPME			
		เหง้า	ราก	เหง้า	ราก	sol-gel PDMS		sol-gel PEG	
						เหง้า	ราก	เหง้า	ราก
1	α -pinene	2.72	2.90	5.07	2.60	1.88	1.74	1.25	tr
2	camphene	12.10	11.81	17.88	8.92	10.28	10.46	6.72	4.28
3	β -pinene	-	-	tr	-	tr	0.35	0.17	tr
4	β -myrcene	0.53	0.78	tr	0.79	0.36	tr	0.18	tr
5	limonene	-	-	-	-	2.70	2.60	1.94	tr
6	1,8-cineol	17.05	15.65	5.60	-	22.18	10.36	19.20	12.57
7	cis-ocimene	6.34	9.33	18.61	42.02	-	3.75	1.42	-
8	trans- β -ocimene	7.14	8.35	3.23	9.30	15.56	13.01	9.86	7.07
9	γ -terpinene	0.26	0.25	2.35	4.18	tr	tr	tr	tr
10	α -terpinolene	0.40	0.36	0.43	0.72	0.43	0.31	0.14	tr
11	linalool	1.40	1.11	4.41	7.07	1.41	1.18	1.33	tr
12	alloocimene	1.18	1.42	tr	tr	tr	tr	tr	tr
13	camphor	18.92	17.26	37.00	17.44	26.17	29.14	26.31	30.31
14	exo-methyl- camphenilol	tr	tr	tr	tr	1.05	1.12	1.12	1.69
15	borneol	0.16	tr	tr	0.14	0.47	0.41	0.40	tr
16	terpinen-4-ol	1.04	0.34	tr	-	0.42	tr	0.17	tr
17	α -terpineol	2.10	1.25	tr	-	0.50	tr	0.55	tr
18	neral	-	0.13	tr	-	2.24	4.57	3.74	4.79
19	geraniol	26.68	27.28	tr	-	2.98	9.28	10.12	18.49
20	geranial	tr	0.89	tr	-	tr	0.42	0.16	tr
21	trans-caryophyllene	-	-	-	-	0.21	tr	0.15	1.45
22	α -guaiene	-	-	-	-	0.29	tr	0.20	3.37
23	aromadendrene	-	-	-	-	0.46	0.38	0.48	1.67
24	leden	-	-	-	-	0.81	0.88	0.74	2.25
25	β -cardinene	-	-	-	-	1.58	0.89	1.07	8.82
26	E,E- α -farnesene	-	-	-	-	0.21	tr	-	-

ตารางที่ 4.17 (ต่อ)

หมายเลข พิก	สารเคมี	พื้นที่ได้พิก (%)							
		การต้มกลั่น		Purge and Trap		SPME			
		เหง้า	ราก	เหง้า	ราก	sol-gel PDMS		sol-gel PEG	
		เหง้า	ราก	เหง้า	ราก	เหง้า	ราก	เหง้า	ราก
27	δ -cadinene	-	-	-	-	0.93	0.75	0.85	1.56
28	α -calacorene	-	-	-	-	0.80	0.77	0.65	-
29	nerolidol	0.10	0.13	-	-	1.04	1.94	1.85	-
รวม		98.02	99.11	94.60	93.18	94.96	94.31	90.77	96.87

tr=trace (ต่ำกว่า 0.10%)

ตารางที่ 4.18 การเปรียบเทียบองค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยจากเหง้าและรากของ
เปราะหอม ระหว่างวิธีการต้มกลั่น, Purge and Trap และ SPME โดยใช้ไฟเบอร์
sol-gel PDMS และ sol-gel PEG โดยใช้ GC-FID

หมายเลข พิก	สารเคมี	พื้นที่ได้พิก (%)							
		การต้มกลั่น		Purge and Trap		SPME			
		เหง้า	ราก	เหง้า	ราก	sol-gel PDMS		sol-gel PEG	
		เหง้า	ราก	เหง้า	ราก	เหง้า	ราก	เหง้า	ราก
1	α -pinene	1.34	3.45	1.74	3.58	0.11	tr	tr	tr
2	camphene	2.52	8.73	6.88	25.85	0.23	0.56	tr	0.18
3	β -pinene	0.53	0.95	0.45	1.93	tr	0.19	tr	tr
4	β -myrcene	0.40	0.85	0.70	1.39	0.07	0.11	tr	tr
5	δ -3-carene	10.47	11.93	46.28	21.67	1.15	3.53	0.15	0.26
6	p-cymene	-	-	10.47	6.31	0.09	0.40	tr	tr
7	1,8-cineol	6.29	4.67	6.62	6.75	1.61	1.01	0.26	0.34
8	γ -terpinene	-	-	tr	tr	tr	-	-	tr
9	α -terpinolene	0.19	0.26	2.55	1.23	tr	3.16	-	tr
10	linalool	0.44	0.85	6.15	2.24	tr	-	-	tr
11	borneol	1.15	2.92	5.49	12.86	-	-	-	-
12	terpinen-4-ol	0.56	1.83	-	-	-	-	-	-
13	para-cymen-8-ol	0.52	-	-	-	-	-	-	-
14	α -terpineol	0.61	0.89	-	-	-	-	-	-
15	car-3-ene-2-one	0.10	-	-	-	-	-	-	-
16	bornyl acetate	tr	2.33	0.12	1.52	-	0.62	-	0.47

ตารางที่ 4.18 (ต่อ)

หมายเลข พิก	สารเคมี	พื้นที่ได้พิก (%)							
		การต้มกลั่น		Purge and Trap		SPME			
						sol-gel PDMS		sol-gel PEG	
		แห้ง	ราก	แห้ง	ราก	แห้ง	ราก	แห้ง	ราก
17	methyl cinnamate	0.16	1.27	-	-	-	-	-	-
18	β -elemene	0.21	1.34	2.22	1.26	0.16	0.59	0.34	0.58
19	cyprene	-	-	1.09	0.74	tr	2.28	0.67	0.75
20	α -gurjunene	0.09	1.26	0.29	0.52	tr	1.51	0.21	0.66
21	trans-caryophyllene	0.06	1.53	-	-	1.02	0.81	0.11	0.41
22	γ -elemene	0.58	8.40	-	-	2.67	2.74	0.08	2.00
23	α -humulene	0.10	1.60	-	-	0.69	1.26	0.16	0.68
24	ethyl cinnamate	26.26	9.87	1.24	0.29	3.51	0.70	14.79	6.24
25	germacrene D	1.16	2.33	-	-	1.82	-	-	-
26	β -selinene	-	-	-	-	0.84	1.25	-	-
27	pentadecane	0.23	1.88	1.78	2.31	49.07	22.43	11.82	15.67
28	γ -cardinene	-	-	-	-	1.40	-	0.56	1.42
29	δ -cardinene	-	-	-	-	1.29	-	0.47	2.14
30	germacrene B	0.16	2.44	-	-	0.17	2.67	-	3.01
31	ethyl-p- methoxycinnamate, (Z)	0.27	1.54	-	-	0.22	0.43	0.29	0.93
32	6(E),8(E)- heptadecadiene	-	-	-	-	0.96	0.64	0.32	1.98
33	8-heptadecene	-	-	-	-	1.59	0.59	0.55	0.60
34	7-tetradecyne	-	-	-	-	0.59	1.14	0.71	1.20
35	2-propenoic acid, n- pentadecyl ester	0.35	0.66	-	-	tr	tr	-	0.87
36	heptadecene	-	-	-	-	2.52	2.78	1.05	2.94
37	ethyl-p- methoxycinnamate, (E)	41.82	13.38	-	-	21.27	12.63	63.51	38.99
รวม		96.57	87.16	94.07	90.45	93.05	64.03	96.05	82.32

tr=trace (ต่ำกว่า 0.10%)

ตารางที่ 4.19 การเปรียบเทียบองค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยจากเหง้าและรากของ
กระชายดำ ระหว่างวิธีการต้มกลั่น, Purge and Trap และ SPME โดยใช้ไฟเบอร์
sol-gel PDMS และ sol-gel PEG โดยใช้ GC-FID

หมายเลข พืช	สารเคมี	พื้นที่ได้พืช (%)							
		การต้มกลั่น		Purge and Trap		SPME			
						sol-gel PDMS		sol-gel PEG	
		เหง้า	ราก	เหง้า	ราก	เหง้า	ราก	เหง้า	ราก
1	α -pinene	0.31	-	4.87	2.80	3.70	2.94	0.81	0.74
2	α -fenchene	16.17	-	5.78	5.09	-	-	-	-
3	camphene	28.20	tr	31.46	24.33	6.88	5.44	1.95	1.56
4	β -pinene	7.21	tr	1.20	6.21	4.62	3.03	tr	0.85
5	limonene	4.41	-	11.69	12.03	1.24	tr	tr	tr
6	1,8-cineol	-	-	-	-	1.54	0.64	0.73	-
7	ocimene	0.19	-	1.59	-	-	-	-	-
8	γ -terpinene	0.14	-	2.21	1.40	-	-	-	-
9	α -terpinolene	0.94	-	5.05	3.78	-	-	-	-
10	linalool	15.48	-	9.26	1.12	-	-	-	-
11	camphor	0.58	-	1.01	1.39	-	-	-	-
12	borneol	6.47	-	10.76	5.08	3.06	2.72	4.52	11.45
13	terpinen-4-ol	1.78	-	-	-	-	-	-	-
14	α -terpineol	0.62	-	-	-	-	-	-	-
15	bornyl acetate	0.60	1.17	0.7	10.77	1.16	6.93	1.36	9.07
16	δ -elemene	0.52	2.20	-	-	0.98	2.93	0.92	1.70
17	α -cubebene	-	0.13	-	-	tr	tr	tr	tr
18	α -copaene	0.37	1.28	0.13	0.54	2.97	1.07	3.10	0.71
19	β -elemene	2.37	19.17	0.21	1.15	11.93	24.78	13.77	18.84
20	1-phenyl-2-butene	0.98	-	-	-	-	-	-	-
21	trans-caryophyllene	1.77	5.93	1.04	3.37	8.64	7.14	7.84	4.44
22	β -cubebene	-	1.73	-	-	-	-	-	-
23	γ -elemene	0.36	3.60	-	-	0.76	1.88	0.74	1.50
24	a-humulene	0.25	1.68	0.13	3.07	1.17	1.21	1.22	0.68
25	trans- β -farnesene	-	4.81	-	-	-	2.73	-	3.02
26	[-]-isolekene	-	9.30	-	-	-	2.31	-	-

ตารางที่ 4.19 (ต่อ)

หมายเลข พืช	สารเคมี	พื้นที่ได้พืช (%)							
		การต้มกลั่น		Purge and Trap		SPME			
						sol-gel PDMS		sol-gel PEG	
		เหง้า	ราก	เหง้า	ราก	เหง้า	ราก	เหง้า	ราก
27	germacrene D	3.18	29.38	0.42	1.99	17.99	13.82	22.26	10.19
28	bicyclogermacrene	0.66	-	0.98	4.86	-	-	-	-
29	β -selinene	-	4.36	-	-	-	-	-	-
30	bicyclogermacrene	-	tr	-	-	-	-	-	-
31	α -muurolene	-	0.88	-	-	-	-	-	-
32	γ -cardinene	-	0.75	-	-	-	-	-	-
33	α -panasinsen	-	0.68	-	-	-	-	-	-
34	δ -cardinene	-	2.10	-	-	2.96	2.02	-	1.60
35	germacrene B	0.1	1.00	-	-	2.96	1.42	-	1.52
36	caryophyllen oxide	-	0.37	-	-	0.59	1.83	4.39	1.92
37	α -copaen-8-ol	-	0.25	-	-	-	-	-	-
38	t-cadinol	0.52	1.00	-	-	1.2	0.66	3.51	2.10
39	t-muurolol	-	2.14	-	-	2.23	2.06	7.48	7.84
	รวม	94.18	93.91	88.49	88.98	76.58	87.56	74.60	79.73

tr=trace (ต่ำกว่า 0.10%)

ในการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีตามกลุ่มโครงสร้างของสารหอมระเหย ที่สามารถวิเคราะห์ได้จากทั้ง 3 วิธี พบว่า ประกอบด้วยสารในกลุ่มของ monoterpene hydrocarbon, monoterpene oxygenated, sesquiterpene hydrocarbon, sesquiterpene oxygenated, aliphatic hydrocarbon chain และ ester เป็นหลัก

จากผลการทดลองที่ได้เมื่อทำการเปรียบเทียบประสิทธิภาพในการสกัดระหว่างวิธีของการต้มกลั่น Purge and Trap และ SPME โดยใช้ไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG จะเห็นได้ว่าเมื่อใช้เทคนิคของ SPME เราสามารถทำการสกัดจำนวนของสารหอมระเหยที่มีอยู่จากส่วนต่าง ๆ ของพืช และสามารถทำการสกัดสารในกลุ่ม sesquiterpene hydrocarbon และ sesquiterpene oxygenate ได้ดีกว่าวิธีการต้มกลั่น และ Purge and Trap อาจเป็นไปได้ว่า ในขั้นตอนการต้มกลั่นต้องใช้ความร้อนที่มากกว่า 100 °C เป็นเวลานาน 6 ชั่วโมง ซึ่งอาจทำให้สารหอมระเหยบางตัวเกิดการสลายตัวหรือเปลี่ยนรูปเป็นสารอื่นในขณะที่ทำการกลั่น หรืออาจเกิดจากสาร

นั้น ๆ มีปริมาณที่น้อยมาก ๆ เมื่อเทียบกับองค์ประกอบหลักจึงทำให้ไม่สามารถตรวจวิเคราะห์พบเมื่อสกัดด้วยวิธีการต้มกลั่นและ Purge and Trap

ในขณะที่ทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคของ SPME โดยใช้ไฟเบอร์ทั้ง 2 ชนิด ปริมาณของสารหอมระเหยที่เป็นองค์ประกอบหลักที่พบจากวิธีการต้มกลั่นนั้นมีปริมาณที่น้อยลง เมื่อทำการสกัดด้วย SPME อาจเป็นเพราะว่า ณ อุณหภูมิที่ 70 °C เมื่อเฟสแก๊สอยู่ในสภาวะสมดุล สารที่เป็นองค์ประกอบหลักมีอัตราการระเหยที่จำกัด ซึ่งจะขึ้นอยู่กับค่าสัมประสิทธิ์การพาร์ติชันของสารนั้น ๆ ระหว่างสารตัวอย่าง และเฟสแก๊ส เช่น geraniol, camphor, linalool, ethyl cinamate จะพบว่าปริมาณสูงเมื่อทำการสกัดด้วยวิธีการต้มกลั่น แต่มีปริมาณต่ำเมื่อทำการสกัดด้วย SPME เมื่อพิจารณาจากลักษณะโครงสร้างทางเคมีสารดังกล่าวจัดเป็นสารในกลุ่ม monoterpene oxygenate และ ester ซึ่งจัดเป็นสารในกลุ่มมีขั้ว สามารถละลายได้ในน้ำจึงทำให้มีค่าสัมประสิทธิ์การพาร์ติชันระหว่างเฟสแก๊สและสารตัวอย่าง และระหว่างไฟเบอร์และสารตัวอย่างต่ำ แต่เมื่อพิจารณาสารในกลุ่ม monoterpene hydrocarbon, sesquiterpene hydrocarbon, sesquiterpene oxygenate และ ester พบว่าสามารถทำการสกัดได้ในปริมาณสูง ทั้งนี้อาจเป็นเพราะสารดังกล่าวมีความเป็นขั้วที่ต่ำกว่า และสามารถละลายได้ในน้ำต่ำ จึงทำให้มีค่าสัมประสิทธิ์การพาร์ติชันสูงกว่า หรือในเฟสแก๊สนี้ประกอบด้วยสารผสมที่ระเหยขึ้นมาหลายองค์ประกอบ อาจเกิดการแข่งกันระเหยและแย่งกันไปจับที่ตัวไฟเบอร์ ทั้งนี้เป็นผลมาจากความจำเพาะเจาะจงหรือความสัมพันธ์ (affinity) ของสารต่อชนิดของไฟเบอร์ ในขณะที่วิธีการต้มกลั่นสารที่ระเหยออกมาอยู่ในสภาวะที่เป็นไอแล้วถูกควบแน่นกลายเป็นน้ำมันหมด จึงทำให้บริเวณส่วนที่เป็นเฟสแก๊สนั้นเกิดการเปลี่ยนแปลงปริมาณของสารระเหยตลอดเวลา จึงทำให้สารระเหยสามารถระเหยจากสารตัวอย่างได้อย่างไม่จำกัด จึงทำให้สารที่เป็นองค์ประกอบหลักนั้นระเหยและถูกควบแน่นกลายเป็นน้ำมันจนหมด สำหรับเทคนิคของ Purge and Trap สารที่ระเหยออกมาถูกไล่ด้วยแก๊สฮีเลียมและถูก Trap อยู่ที่ตัวดูดซับ (บรรจุอยู่ในท่อสแตนเลส ขนาด 1/8 นิ้ว ความยาว 30 เซนติเมตร หล่อเย็นด้วยไนโตรเจนเหลว) ทำให้สารที่ระเหยออกมาสามารถถูกดูดซับไว้ได้หมด จึงทำให้บริเวณส่วนที่เป็นเฟสแก๊สนั้นเกิดการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของสารระเหยตลอดเวลา และทำให้สารระเหยจากสารตัวอย่างเกิดการระเหยขึ้นมาแบบไม่จำกัดเช่นเดียวกับวิธีการต้มกลั่น

จากผลที่ได้จะเห็นได้ว่า ทั้งไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG สามารถที่จะทำการสกัดได้ทั้งสารประกอบในกลุ่มของ monoterpene hydrocarbon, monoterpene oxygenated , sesquiterpene hydrocarbon, sesquiterpene oxygenated และสารในกลุ่ม ester และเมื่อทำการเปรียบเทียบความสามารถในการสกัดสารระหว่างไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG จะเห็นได้ว่า sol-gel PDMS มีความจำเพาะเจาะจงต่อสารประกอบในกลุ่ม monoterpene hydrocarbon, sesquiterpene hydrocarbon ซึ่งจัดเป็นสารประกอบที่ไม่มีขั้วได้ดีกว่าไฟเบอร์

sol-gel PEG ซึ่งมีความจำเพาะเจาะจงต่อสารประกอบในกลุ่ม monoterpene oxygenated, sesquiterpene oxygenated และ ester ซึ่งจัดเป็นสารประกอบมีขั้วได้ดีกว่าไฟเบอร์ sol-gel PDMS

จากการที่ไฟเบอร์ sol-gel PDMS ซึ่งจัดเป็นสารประกอบอินทรีย์พอลิเมอร์ที่ไม่มีขั้วสามารถทำการพาร์ติชันหรือสกัดสารในกลุ่ม monoterpene oxygenated, sesquiterpene oxygenated และ ester ได้เป็นเพราะฟิล์มบางพอลิเมอร์ที่เคลือบบนไฟเบอร์มีส่วนประกอบของ Si-O-Si และ -Si-OH ที่มีอยู่ที่ปลายของโซ่พอลิเมอร์ (จากการวิเคราะห์ด้วย FT-IR ในรูป 4.1) ที่ได้จากปฏิกิริยา sol-gel จึงทำให้ไฟเบอร์ที่ได้มีความเป็นขั้วเล็กน้อย

บทที่ 5

สรุปผลวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

ไฟเบอร์ที่ใช้ในการวิจัยนี้ มี 2 ชนิดด้วยกันคือ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG เตรียมโดยใช้วิธี sol-gel ซึ่งเป็นวิธีที่ง่ายและสะดวก และไม่แพง ในขั้นตอนการเคลือบสารพอลิเมอร์อินทรีย์ที่ทำหน้าที่เป็นเฟสอยู่กับที่หรือตัวดูดซับบน fused silica fiber ซึ่งมีหมู่ Si-OH อยู่ ซึ่งวิธีนี้สามารถนำไปประยุกต์ใช้ในการเตรียมคอลัมน์ของ GC, HPLC, CE หรือ CEC ได้ จากพันธะทางเคมีที่เกิดขึ้นระหว่างผิวหน้าของ fused silica fiber และตัวพอลิเมอร์ที่ได้นี้ ทำให้ไฟเบอร์ SPME ที่ได้มีความคงทนต่อความร้อนในขั้น desorption ในช่องฉีดสารตัวอย่างของ GC ได้มากกว่า 280 °C โดยไม่เกิดการ bleeding และไฟเบอร์ที่ได้มีความพรุนสูงและ sol-gel PDMS มีพื้นที่ผิว 54.45 ตารางเมตร/กรัม มีปริมาตรของฟิล์มบางพอลิเมอร์ 9.74×10^{-5} ลูกบาศก์เซนติเมตร และ sol-gel PEG มีพื้นที่ผิว 137 ตารางเมตร/กรัม และมีปริมาตรของฟิล์มบางพอลิเมอร์ 1.10×10^{-4} ลูกบาศก์เซนติเมตร โดยไฟเบอร์ที่ได้ทั้งสองมีความหนาของชั้นฟิล์มบางพอลิเมอร์ ~ 10 ไมโครเมตร เมื่อนำไฟเบอร์ที่ได้ทั้งสองชนิดไปสกัดสารมาตรฐาน limonene, γ -terpinene, safrole และ thymol พบว่ามีค่า LODs 0.08-1.00 นาโนกรัม/มิลลิลิตร, LOQs 0.25-3.33 นาโนกรัม/มิลลิลิตร ช่วงความสัมพันธ์ที่เป็นเส้นตรงของทั้งสองไฟเบอร์ที่ได้อยู่ในช่วง 1.0-500 นาโนกรัม/มิลลิลิตร, r^2 อยู่ในช่วง 0.9904-0.9976 และมี reproducibility (%RSD) มีค่า 2.79-7.90 เมื่อ $n=5$ ที่ความเข้มข้น 320 นาโนกรัม/มิลลิลิตร และมีค่าสัมประสิทธิ์การพาร์ติชัน 0.05×10^{-6} - 6.67×10^{-6}

ในขั้นตอนของการสกัดสารหอมระเหยจากพืชทั้ง 4 ชนิด โดยใช้ ไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG จากผลที่ได้จะเห็นได้ว่า องค์ประกอบหลักที่พบในส่วนของเหง้าจะเหมือนกับราก และ ใบใบจะเหมือนกับดอก และทั้งไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG สามารถที่จะทำการสกัดได้ทั้งสารประกอบในกลุ่มของ monoterpene hydrocarbon, monoterpene oxygenated, sesquiterpene hydrocarbon, sesquiterpene oxygenated และสารในกลุ่ม ester และเมื่อทำการเปรียบเทียบความสามารถในการสกัดสารระหว่างไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG จะเห็นได้ว่าไฟเบอร์ sol-gel PDMS มีความจำเพาะต่อสารประกอบในกลุ่ม monoterpene hydrocarbon, sesquiterpene hydrocarbon ได้ดีกว่า ส่วนไฟเบอร์ sol-gel PEG จะมีความจำเพาะเจาะจงต่อสารประกอบในกลุ่ม monoterpene oxygenated, sesquiterpene oxygenated และ ester ได้ดีกว่า

ในขั้นตอนของการสกัดสารตัวอย่างจากพืชทั้ง 4 ชนิด โดยใช้วิธีการต้มกลั่น Purge and Trap และ SPME พบว่าเมื่อใช้วิธี SPME สามารถวิเคราะห์จำนวนสารระเหยจากพืชสดได้มากกว่า วิธีการต้มกลั่น และ Purge and Trap ในการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยจากส่วนต่างๆ ของเปราะหอมพบว่าองค์ประกอบหลักที่พบจากการใช้การสกัดทั้ง 3 วิธี คือ ethyl cinnamate, pentadecane และ ethyl-p-methoxycinnamate ในเหง้าและรากกระชายเหลืองเหมือนกับกระชายแดง คือ 1,8-cineol, camphor และ geraniol และในกระชายดำคือ camphene, linalool, borneol และ germacrene D ซึ่งเป็นปริมาณขององค์ประกอบที่ได้จากการวิเคราะห์โดยใช้วิธี normalization ในการใช้วิธีการต้มกลั่นจะให้ผลการวิเคราะห์คล้ายกับวิธี Purge and Trap ซึ่งจะต่างจาก SPME ซึ่งในการวิเคราะห์หาปริมาณสารหอมระเหยในสารตัวอย่างขึ้นอยู่กับสัมประสิทธิ์การพาร์ติชันของสารที่สถานะสมดุล ลักษณะโครงสร้างทางเคมีของสารที่วิเคราะห์ และชนิดของไฟเบอร์

5.2 ข้อเสนอแนะ

จากการศึกษาพบว่าค่าสัมประสิทธิ์การพาร์ติชันของสารทั้ง 4 ชนิดคือ limonene, γ -terpinene, safrole และ thymol ต่อไฟเบอร์ทั้งสองชนิด คือ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG ที่ได้มีค่าค่อนข้างต่ำ ในขั้นตอนการหาประสิทธิภาพในการสกัดสารของไฟเบอร์ควรที่จะมีการศึกษาผลกระทบอื่น ๆ หรือสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์เพิ่มเติม เช่น ชนิดของตัวทำละลาย อัตราการปั่น กวน และปริมาณเกลือที่เติม หรือ pH ของสารละลาย เป็นต้น และนำไฟเบอร์ที่ได้ทั้งสองชนิดไปทดสอบกับสารกลุ่มอื่น และหา life time ของไฟเบอร์ที่ได้ทั้งสองชนิด

จากการหาค่าการทำซ้ำระหว่างไฟเบอร์ต่อไฟเบอร์ชนิดเดียวพบว่า %RSD มีค่า 18.92-35.77 แสดงให้เห็นว่ามีความแปรปรวนที่สูงมาก แต่เมื่อพิจารณาค่า %RSD ที่ได้จากการวิเคราะห์เมื่อใช้ไฟเบอร์อันเดียวกัน มีค่า 1.47-11.23 แสดงให้เห็นว่าความแปรปรวนที่เกิดขึ้นอาจเป็นผลมาจากความหนาของชั้นฟิล์มบางพอลิเมอร์ที่เคลือบไม่เท่ากัน จึงทำให้ปริมาตรของไฟเบอร์ไม่เท่ากัน ดังนั้นควรมีการศึกษาและพัฒนาวิธีการเคลือบสาร sol-gel ที่ได้บน fused silica fiber เพิ่มเติมเพื่อให้ไฟเบอร์แต่ละอันมีปริมาตรของพอลิเมอร์เท่ากัน ในขั้นตอนการเคลือบสาร sol-gel ลงบน fused silica fiber ที่ทำหน้าที่เป็น solid support นั้นเป็นวิธีที่ง่ายและสะดวก แต่เนื่องจาก fused silica fiber หักและเปราะง่ายมาก ซึ่งควรมีการศึกษาและนำ solid support ตัวอื่นที่มีความแข็งแรงทนทานมากขึ้น มาใช้แทน fused silica fiber จะทำให้ไฟเบอร์ที่ได้มีอายุการใช้งานที่นานขึ้น

เอกสารอ้างอิง

- [1] Alpendurada, M.F., Solid-Phase Microextraction : A Promising Technique for Sample Preparation in Environmental Analysis., *J. Chromatogr A.*, 889, 2000, 3-14.
- [2] Kataoka, H., Lord, H.L. and Pawliszyn, J., Application of Solid-Phase Microextraction in Food Analysis., *J. Chromatogr A.*, 880, 2000, 35-62.
- [3] Yuan, H. and Pawliszyn, J., Application of Solid-Phase Microextraction in the Determination of Diazepam Binding to Human Serum Albumin., *Anal. Chem.*, 73, 2001, 4410-4416.
- [4] Jaillais, B., Bertrand, J. and Auger, J., Cryo-Trapping/SPME/GC analysis of cheese aroma, *Talanta.*, 48, 1999, 747-753.
- [5] Denis Page, B. and Lacroix, G., Analysis of Volatile Contaminants in Vegetable Oils by Headspace Solid-Phase Microextraction with Carboxen-Based Fiber., *J. Chromatogr A.*, 873, 2000, 79-94.
- [6] Chong, S.L., Wang, D., Hayes, J.D., Wilhite, B.W. and Malik, A. Sol-Gel Coating Technology for the Preparation of Solid-Phase Microextraction Fibers of Enhanced Thermal Stability., *Anal.Chem.*, 69, 1997, 3889-3898.
- [7] Li, X. and King, T.A., Sol-Gel Processing Technology and Applications., *Ceramic Industries International.*, June, 1993, 31-34
- [8] Klein, L.C., Sol-Gel Technology for Thin Films, Fibers, Performs. Electronics and Specialty Shape., USA, Noyes Publication, 1988. pp. 50-91.
- [9] Zhang, X., Huang, S., Single Step On-Column Frit Making for Capillary High-Performance Liquid Chromatography using Sol-Gel Technology., *J. Chromatogr A.*, 910, 2001, 13-18.
- [10] Wang, D., Chong, S.L. and Malik, A., Sol-Gel Column Technology for Single-Step Deactivation in High-Resolution Capillary Gas Chromatography., *Anal. Chem.*, 69, 1997, 4566-4576.
- [11] Hayes, J.D. and Malik, A., Sol-gel Chemistry-Based Ucon-Coated Columns for Capillary Electrophoresis., *J. Chromatogr B.*, 695, 1997, 3-13.

- [12] Hayes, J.D. and Malik, A., Sol-Gel Open Tubular ODS Columns with Reversed Electroosmotic Flow for Capillary Electrochromatography., *Anal.Chem.*, 73, 2001, 987-996.
- [13] Lord, H. and Pawliszyn, J., Evolution of Solid-Phase Microextraction Technology., *J. ChromatogrA.* , 885, 2000, 153-193.
- [14] Zhang, Z., Yang, M.J, and Pawliszyn, J., Solid -Phase Microextraction., *Anal Chem.*, 66(17), 1994, 844A-853A.
- [15] Holt, R.U., Mechanisms Effecting Analysis of Volatile Flavour Components by Solid-Phase Microextraction and Gas Chromatography., *J. Chromatogr A.*, 937, 2001, 107-114.
- [16] Pierre, A. C., Introduction to Sol-Gel Processing., Kluwer, Norwell, MA, 1998. pp.1-85, pp. 251-257.
- [17] Ulrich, D.R., Sol-Gel Processing., *Chemtech.*, April, 1988, 424-249.
- [18] Brinker, C.J. and Scherer, G.W., Sol-Gel Science; The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing., New York, Academic Press, 1990, pp. 1-17, 99-228.
- [19] Wang, Z., Xiao, C., Wu, C. and Han, H., High-Performance Polyethylene Glycol-Coated Solid-Phase Microextraction Fibers Using Sol-Gel Technology., *J. Chromatogr A.*, 893, 2000, 157-168.
- [20] www.sigmaaldrich.com/Graphics/Supelco/objects/4600/4542.pdf. Avariable from:URL: <http://www.sigmaaldrich.com/Graphics/Supelco/objects/4600/4542.pdf>. [04/02/2004]
- [21] www.gaschromatography.com/sample.asp. Avariable from:URL: <http://www.gaschromatography.com/sample.asp>. [04/02/2004]
- [22] สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย ., ทรัพยากรพืชในภูมิภาคเอเชียตะวันออกเฉียงใต้ ลำดับที่ 19 พืชที่ให้น้ำมันหอม ., สหมิตรพรินต์ติ้ง., กรุงเทพฯ ., 2544, หน้า 19-50.
- [23] Masada, Y., Analysis of Essential Oils by Gas Chromatography and Mass Spectrometry. Hirokawa Publishing Company, Inc., Japan, 1976. pp.323-331
- [24] www.medplant.mahidol.ac.th/PHARM/botanic.asp?bc=0371. Avariable from:URL: <http://www.medplant.mahidol.ac.th/PHARM/botanic.asp?bc=0371>. [04/04/2004]

- [25] พนิดา ฉายรัศมี และ สุจิตรา ภัณฑารักษ์สกุล., "องค์ประกอบทางเคมีและฤทธิ์ทางชีวภาพของกระชาย"., ปรินูญานิพนธ์วิทยาศาสตร์บัณฑิต, ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย., 2540.
- [26] Mongkolsuk, S. and Dean, F.M., Pinostrobin and Alpinetin from *Kaempferia pandurata*., J. Chem Soc., 1964, 4654-4655.
- [27] Jaipetch, T., Kanghae, S., Pancharoen, O., Patrick, V.A., Reutrakul, V., Tuntiwachwutikul, P. and White, A.H., Constituents of *Boesenbergia pandurata* (syn. *Kaempferia pandurata*) : Isolation, Crystal Structure and Synthesis of (±) Boesenbergin A., Aust. J.Chem., 35, 1982, 351-361.
- [28] Mahidol, C., Tuntiwachwutikul, P., Reutrakul, V. and Taylor, W.C., Constituents of *Boesenbergia pandurata* (syn. *Kaempferia pandurata*) III. Isolation and Synthesis of (±) Boesenbergin B., Aust. J. Chem., 37, 1984, 1739-1745.
- [29] Akira, M., Akira, K., Yoshimasa, N., Ohigashi, K., Koshimizu and Koicho., Possible Anti-tumor Promoting Properties of Edible Plants from Thai Identification of an Active Constituent, Cardamonin of *Boesenbergia pandurata*., Biosci., Biotechnol. Biochem., 57(11), 1993, 1971-1973.
- [30] Trakoontivakorn, G., Nakahara, K., Shinmoto, H., Takenaka, M., Onishikameyama, M., Ono, H., Yoshida, M., Nagata, T. and Tsushida, T., Structural Analysis of Novel Antimutagenic Compound 4-hydroxypanduratin A and the Antimutagenic Activity of Flavonoids in Thai Spice, Fingerroot (*Boesenbergia pandurata* Schillt.) Against Mutagenic Heterocyclic Amines., J. Agric. Food. Chem., 49, 2001, 3046-3050.
- [31] โอบาส ขอบเขตต์., คู่มือคู่มือว่าน., ภาควิชาชีววิทยาป่าไม้ คณะวนศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตร บางเขน., กรุงเทพมหานคร., 2525.
- [32] Tuchinda, P., Reutrakul, V., Claeson, P., Pongprayoon, U., Sematong, T., Santisuk, T. and Taylor, W.C., Anti-inflammatory Cyclohexenyl Chalcone Derivatives in *Boesenbergia pandurata*., Phytochemistry., 59, 2002, 169-173.

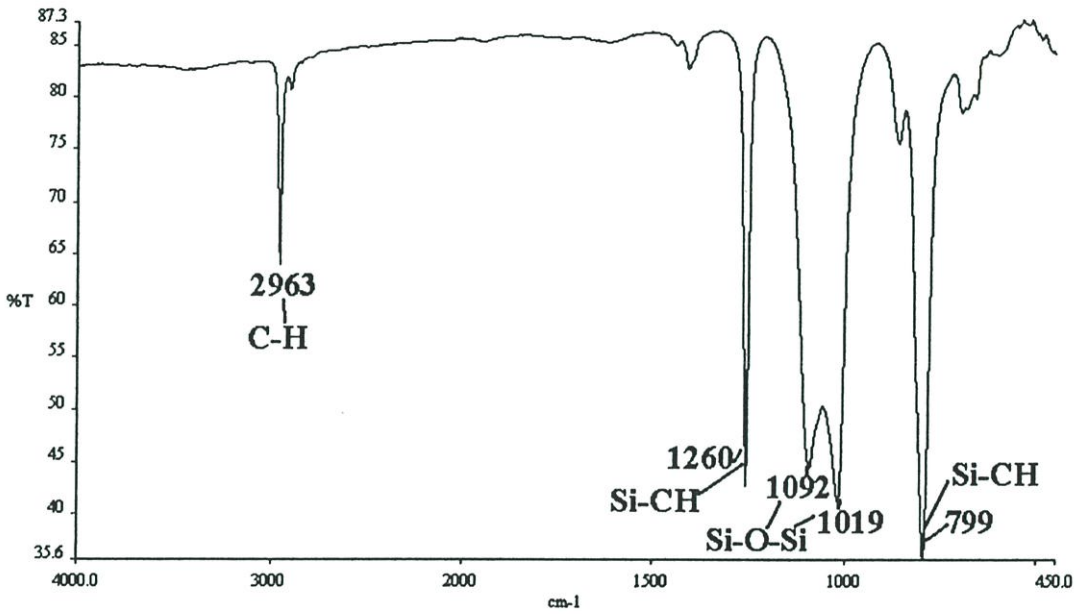
- [33] Tuntiwachwuttikul, P., Pancharoen, O., Bubb, W. A., Hambley, T.W., Taylor, W.C. and Reutrakul, V., Constituents of the Zingiberaceae. XI* Structures of (+)- (1*R*,2*S*,3*R*,4*S*)-2-Benzoyloxy-methylcyclohex-5-ene-1,2,3,4-tetrol 4-Benzoate [(+)-Zeylenol] and (+)-1*R*,2*R*,4*R*,5*S*,6*R*,7*R*)-4-Benzoyloxymethyl-3,8-dioxatricyclo-[5.1.0.0^{2,4}] octane-5,6,-diol 5-acetate 6 -Benzoate (Boxenboxide) Isolate from a New *Boesenbergia* Species. *Aust.J.Chem.*, 40, 1987, 2049-2061.
- [34] Pancharoen, O., Picker, K., Reutrakul, V., Taylor, W.C. and Tuntuwacwuttikul, P., Constituents of the Zingiberaceae. X*Diastereomers of [7-Hydroxy-5-methoxy-2-methyl-2-(4'-methylpent-3'-enyl)-2*H*-chromen-8-yl][3''-methyl-2''-(3'''-methylbut-2'''-enyl)-6''-phenylcyclohex-3''-enyl]methanone (Panduratin B), a Constituent of Red Rhizomes of a Variety of *Boesenbergia pandurata*.. *Aust.J.Chem.*, 40, 1987, 455-459.
- [35] เต็ม สมิตินันท์., ชื่อพรรณไม้แห่งประเทศไทย., พิมพ์ครั้งที่ 2, บริษัทประชาชน จำกัด., กรุงเทพฯ., 2544, หน้า 304.
- [36] นาดยา ธนะศิริวัฒนา, สุนิดา ณ ตะกั่วทุ่ง, ธนินันต์ สุวานะจาโร., "องค์ประกอบทางเคมีและฤทธิ์ต้านจุลชีพของน้ำมันหอมระเหยจากเปราะหอม กระชายดำ และ เฒ่าหนั่งแห้ง"., *ปริญญาานิพนธ์เภสัชศาสตร์บัณฑิต, คณะเภสัชศาสตร์, จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.*, 2540.
- [37] Kiuchi, F., Nakamura, N. and Tsuda, Y., 3-carene-5-one from *Kaempferia galanga*., *Phytochemistry.*, 26, 1987, 3350-3351.
- [38] Xue, Y. and Chen, H., Study on the Ani-carcinogenic Effects of Three Compound in *Kaempferia galanga* L., *Wei Sheng Yan Jiu.*, 31 (4), 2002, 247-248, 251.
- [39] Peter, L., Manuela, W., Nguyen Xuan, D., and Nguyen Thi Bich, T., Ethyl p-Methoxycinnamate from *Kaempferia galanga* L. in Vietnam., *Acta Crystallogr. Sect.C: Cryst.Struct.Commun.*, 52, 1996, 1255-1257.
- [40] Othman, R., Ibrahim, H., Mohd, MA., Awang, K., Gilani, AU. and Muatafa, MR., Vasorelaxant Effects of Ethyl cinnamate Isolated from *Kaempferia galanga* on Smooth Muscles of the Rat aorta., *Planta Med.*, 68(7), 2002, 655-657.
- [41] Noro, T., Mitase, T., Kuroyanagi, M. and Fukusushima, S., Monoamine Oxidase Inhibitor from *Kaempferia galanga*. L., *Chem.Pharm.Bull.*, 31(8), 1983, 2708-2711.

- [42] Kosuge, T., Yokota, M., Sugiyama, K., Saito, M., Iwata, Y., Nakura, M. and Yamamoto, T., Studies on Anticancer Principles in Chinese Medicines II. Cytotoxic Principles in *Biota orientalis* (L.) ENDL. and *Kaempferia galanga* L., *Chem.Pharm.Bull.*, 33(12), 1985, 3565-5567.
- [43] Kiuchi, F., Nakamura, N., Tsuda, Y., Kondo, K. and Yoshimura, H., Studies on Crude Drugs Effective on Visceral Larva Migrans. II. Larvicidal Principles in *Kaempferia Rhizoma.*, *Chem.Pharm.Bull.*, 36(1), 1988, 412-415.
- [44] Wanajak, K., "Anti-Gastric Ulcer Activity of *Kaempferia galanga* Linn." M.Sc. Thesis, Chaingmai University, Thailand. 1999.
- [45] กนกวรรณ แสนจันทร์., "อิทธิพลของไนโตรเจนและโปตัสเซียมที่มีผลต่อการเจริญเติบโต ผลผลิตและน้ำมันระเหยของกระชายดำ".,วิทยานิพนธ์ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต, มหาวิทยาลัยขอนแก่น., 2545.
- [46] อภิชาติ ชิดบุรี ., การผลิตต้นพันธุ์กระชายดำด้วยวิธีการเพาะเลี้ยงเนื้อเยื่อ ., *เทคโนโลยีพืชสวน*, 27(7), 2543, 140-143.
- [47] Jaipethch, T., Reutrakul, V., Tantiwachwuttikul, P. and Santisuk, T., Flavonoids in the Black Rhizomes of *Boesenbergia pandurata.*, *Phytochemistry.*, 22(2), 1983.,pp.625-626.
- [48] Tassaneeyakul, V., "A study on Anti-inflammatory Activity of 5,7-dimethoxyflavone Isolate from *Boesenbergia pandurata* extract in albino rats". M.Sc. Thesis, Chiangmai University, Thailand, 1984.
- [49] Panthong, A., Tassaneyakul, W., Kanjanapothi, D., Tantiwachwuttikul, P. and Reutrakul, V., Anti-Inflammatory Activity of 5,7-Dimethoxyflavone., *Planta Medica.*, 55, 1989, 133-136.
- [50] Panthong, A., Kanjanapothi, D., Tantiwachwuttikul, P., Pancharoen, O. and Reutrakul, V., Antinflammatory Activity of Flavonoids. *Phytomedicine.*, 1, 1994,141-144.
- [51] นกอดล สมผล, พรชัย หงษ์ขุนทด, เทวินทร์ วงษ์พระลับ, พิษณุรัตน์ แสนไชยสุริยา, วิชาฉินชียานนทร์ และ ยุพิน ผาสุก., ผลของกระชายดำต่อคุณลักษณะของน้ำเชื้อกระต่าย. (Oral presentation) Annual Agricultured seminar for year 2003, มกราคม, 2646, มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์.

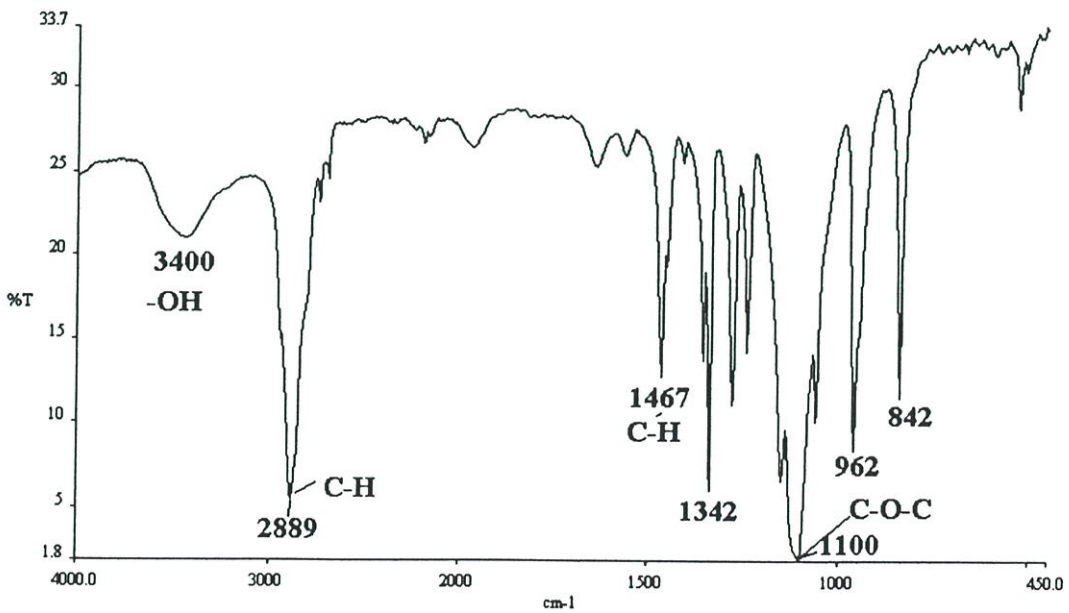
- [52] Zeng, Z., Qiu, W. and Huang, Z., Solid-Phase Microextraction Using Fused-Silica Fiber Coated with Sol-Gel Derived Hydroxy-Crown Ether., *Anal. Chem.*, 73, 2001, 2429-2436.
- [53] Bigham, S., Medlar, J., Karbir, A., Shende, C., Alli, A. and Malik, A., Sol-Gel Capillary Microextraction., *Anal Chem.*, 74, 2002, 752-761.
- [54] Shang, C., Hu, Y., Deng, C. and Hu, K., Rapid Determination of Volatile Constituents of *Michelia alba* Flowers by Gas Chromatography-Mass Spectrometry with Solid-Phase Microextraction., *J. Chromatogr A.*, 942, 2002, 283-288.
- [55] Skaltsa, H.D., Demetzos, C., Lazari, D. and Sokovic, M., Essential Oil Analysis and Antimicrobial Activity of Eight *Stachys* species from Greece., *Phytochemistry.*, 64, 2003, 743-752.
- [56] Shellie, R. and Marriott, P., Interactive Used of Linear Retention Indices on Polar and Apolar Columns with an MS-Library for Reliable Characterization of Australian Tea Tree and Other *Melaleuca* sp. Oils., *J. Essent. Oil Res.*, 15(5), 2003, 305-312.
- [57] Han, Y., Lin, J. and Zhang, H., Photoluminescence of Organic-Inorganic Hybrid SiO₂ Xerogels. *Materials Letters.*, 54, 2002, 389-396.
- [58] Park, H.B., Kim, J.K., Nam, S.Y. and Lee, Y.M., Imide-Siloxane Block Copolymer/Silica Hybrid Membranes : Preparation, Characterization and Gas Separation Properties. *J. Membrane Science.*, 220, 2003, 59-73.
- [59] Yu, J., Dong, L. and Wu, C., Hydroxyfullerene as a Novel Coating for Solid-Phase Microextraction Fiber with Sol-Gel technology., *J. Chromatogr A.*, 978, 2002, 37-48
- [60] Berkovich, Y., Aserin, A., Wachtel, E. and Garti, N., Preparation of Amorphous Aluminum Oxide-Hydroxide Nanoparticles in Amphiphilic Silicone-Based Copolymer Microemulsions., *J. Colloid and Interface Science.*, 245, 2002, 58-67.

ภาคผนวก ก

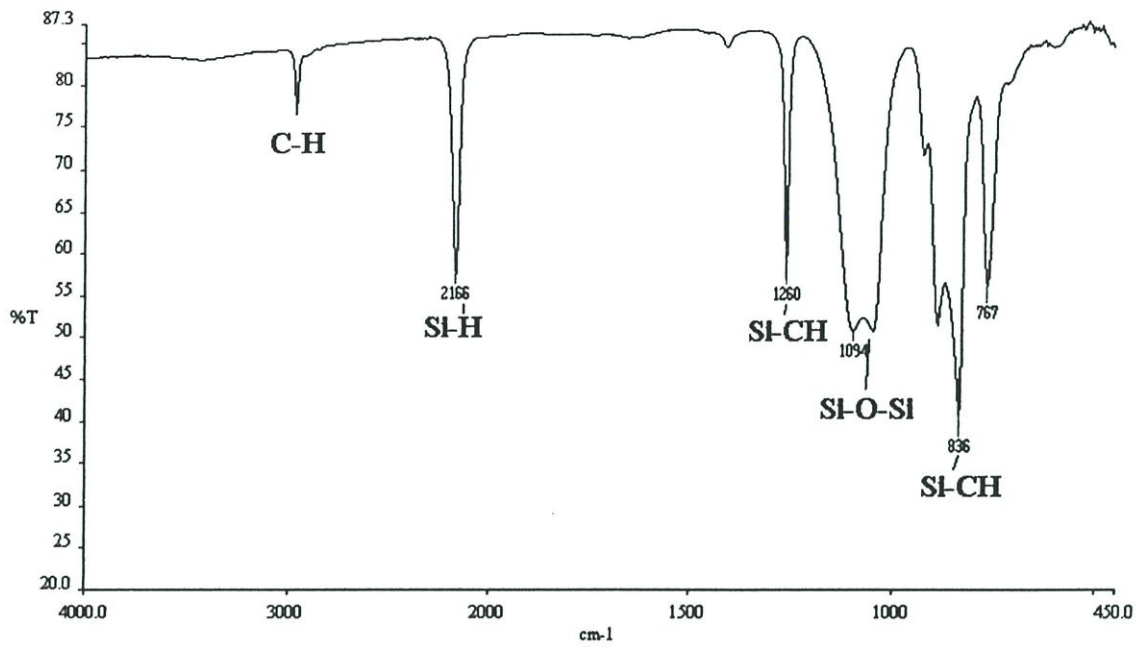
ก.1 FT-IR spectrum ของสารบริสุทธิ์ที่ใช้ในการเตรียมไฟเบอร์ทั้งสองชนิดคือ
ไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG



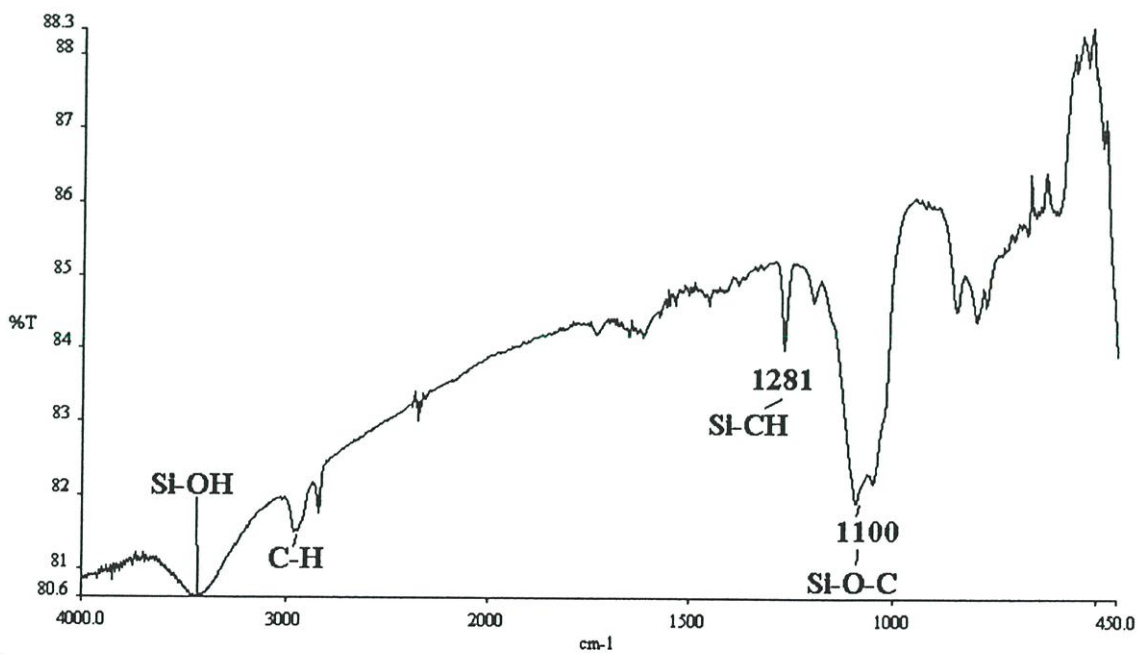
รูปที่ ก.1.1 FT-IR spectrum ของ PDMS



รูปที่ ก.1.2 FT-IR spectrum ของ PEG



รูปที่ ก.1.3 FT-IR spectrum ของ PMHS

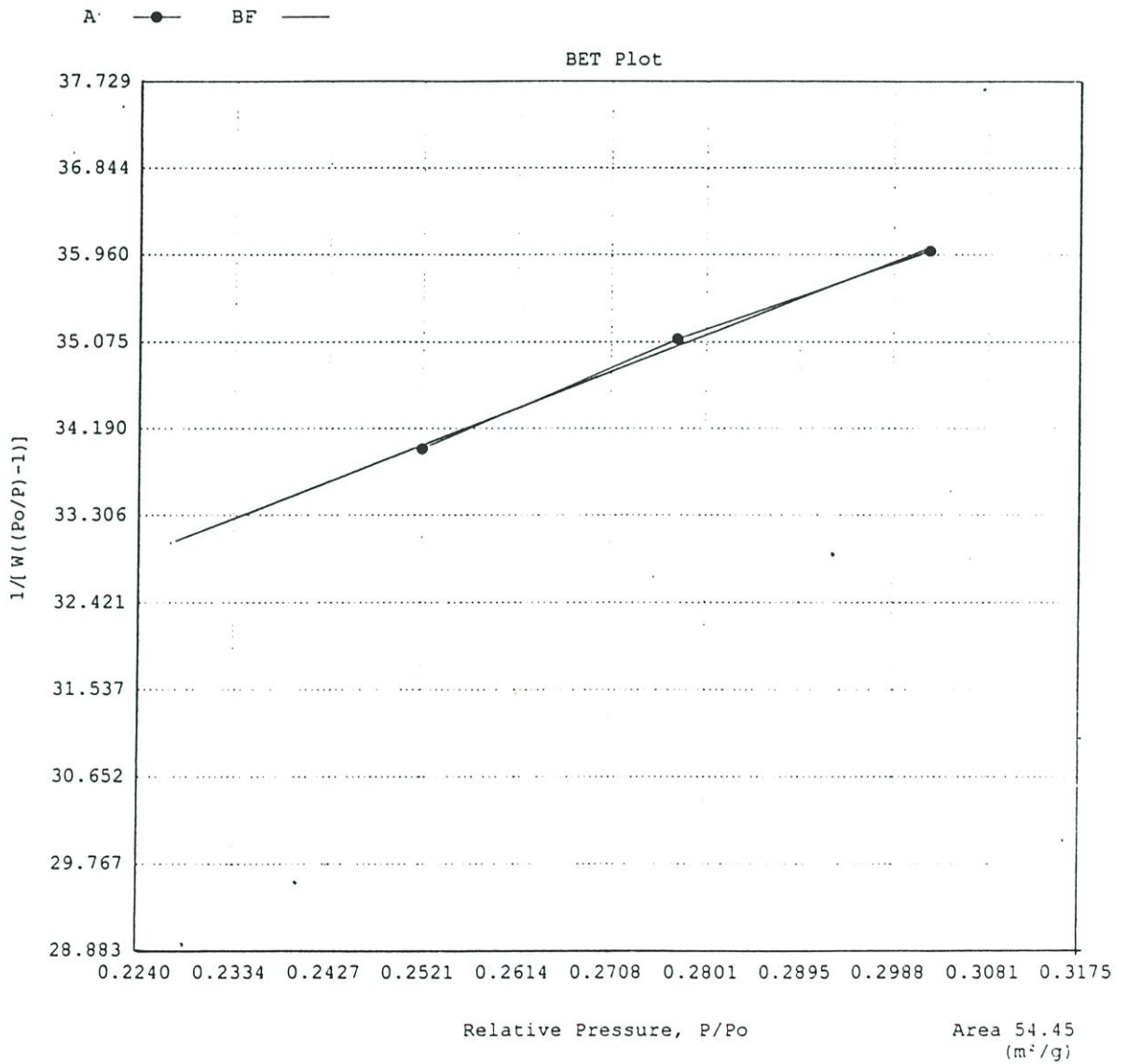


รูปที่ ก.1.4 FT-IR spectrum ของ MTOS

ก.2 Isotherm และสภาวะที่ใช้ในการหาพื้นที่ผิวโดยใช้ BET surface analysis

Quantachrome Corporation
Quantachrome Autosorb Automated Gas Sorption System Report
Autosorb for Windows® Version 1.19

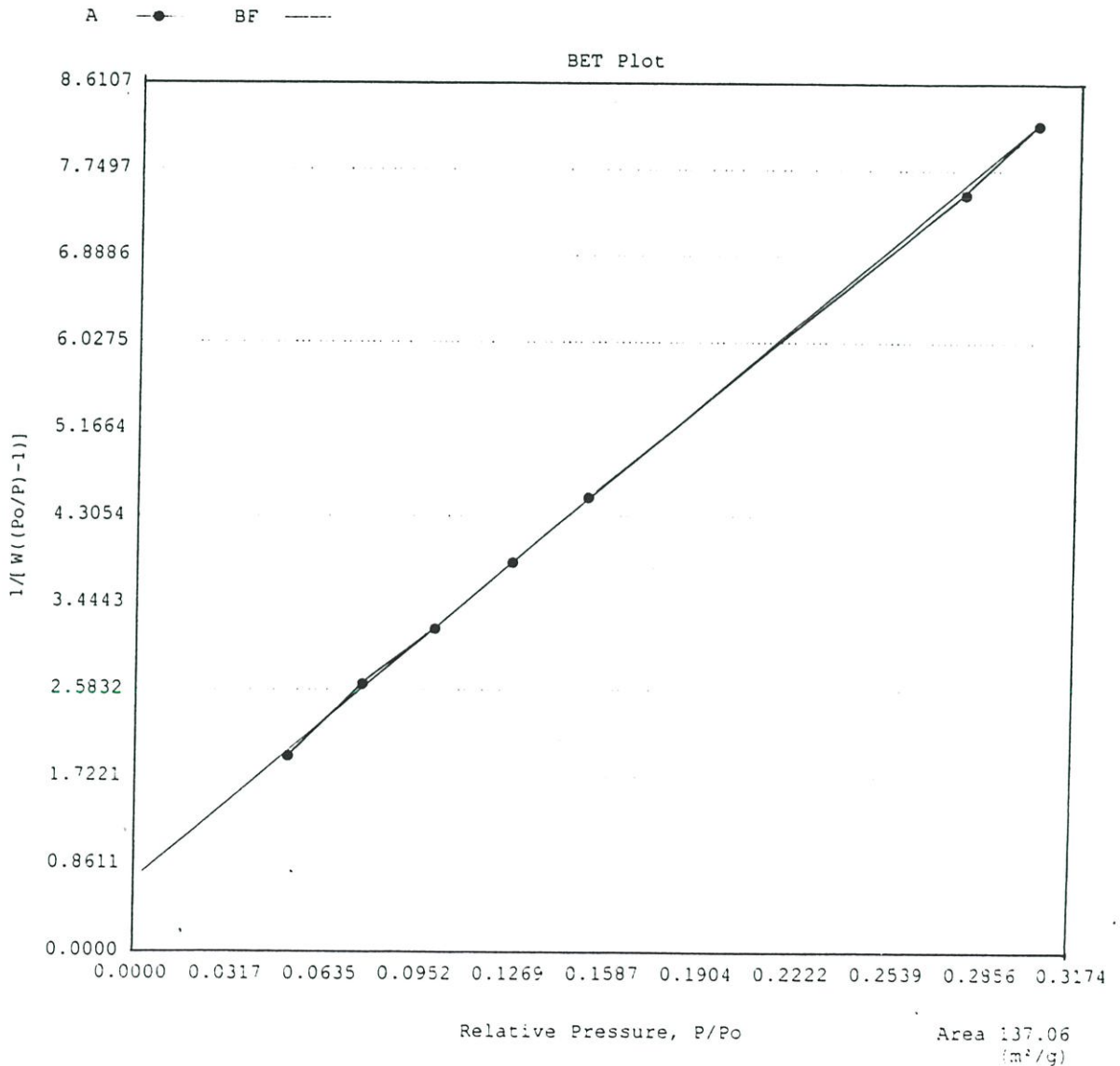
Sample ID	SOL-GEL-PDMS				
Description	BET 11 points				
Comments					
Sample Weight	0.0243 g	Outgas Temp	180.0 °C	Operator	Noon
Adsorbate	NITROGEN	Outgas Time	22.0 hrs	Analysis Time	103.3 min
Cross-Sec Area	16.2 Å ² /molecule	P/Po Toler	0	End of Run	12/25/2003 16:32
NonIdeality	6.580E-05	Equil Time	3	File Name	461225_2.RAW
Molecular Wt	28.0134 g/mol	Bath Temp.	77.40		
Station #	1				



รูปที่ ก.2.1 Isotherm BET surface analysis ของไฟเบอร์ sol-gel PDMS

Quantachrome Corporation
Quantachrome Autosorb Automated Gas Sorption System Report
Autosorb for Windows® Version 1.19

Sample ID	SOL-GEL-PEG			Operator	Noon
Description	BET 11 points			Analysis Time	127.7 min
Comments					
Sample Weight	0.0241 g	Outgas Temp	180.0 °C	End of Run	12/25/2003 18:59
Adsorbate	NITROGEN	Outgas Time	22.0 hrs	File Name	461225_3.RAW
Cross-Sec Area	16.2 Å ² /molecule	P/Po Toler	0		
NonIdeality	6.580E-05	Equil Time	3		
Molecular Wt	28.0134 g/mol	Bath Temp.	77.40		
Station #	1				

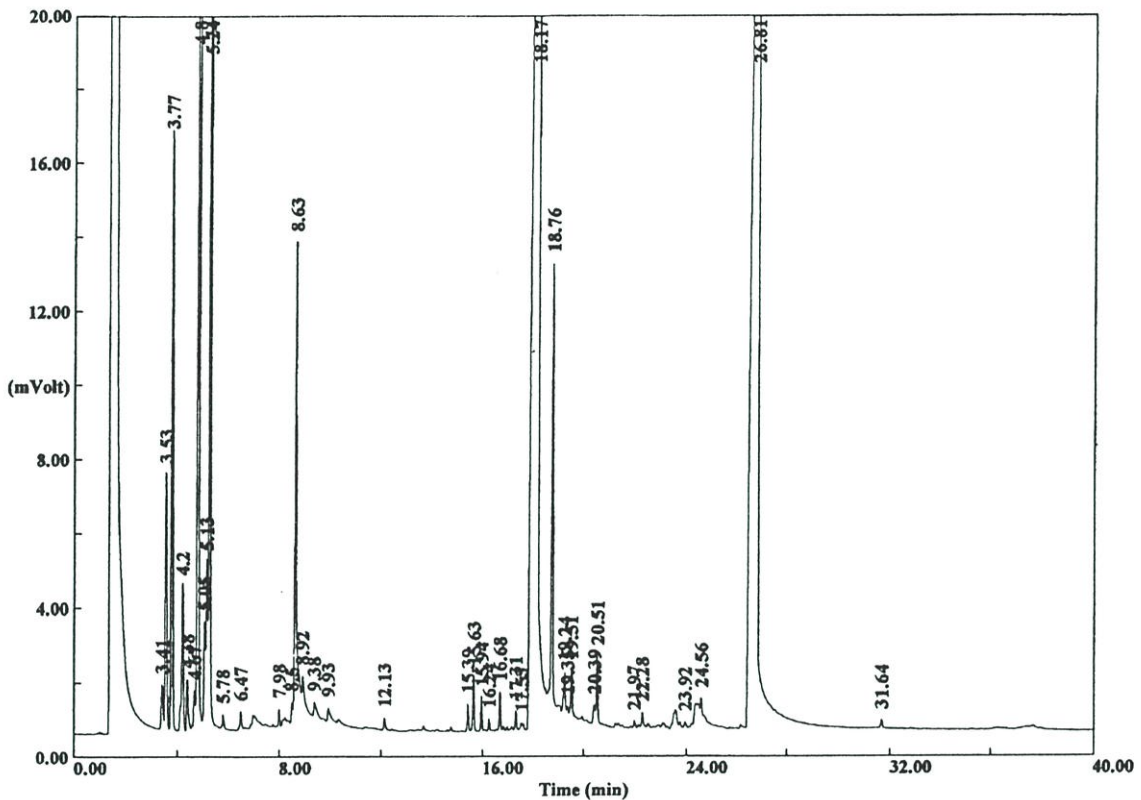


รูปที่ ก.2.2 Isotherm BET surface analysis ของไฟเบอร์ sol-gel PEG

ก.3 การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยโดยใช้วิธี GC-FID

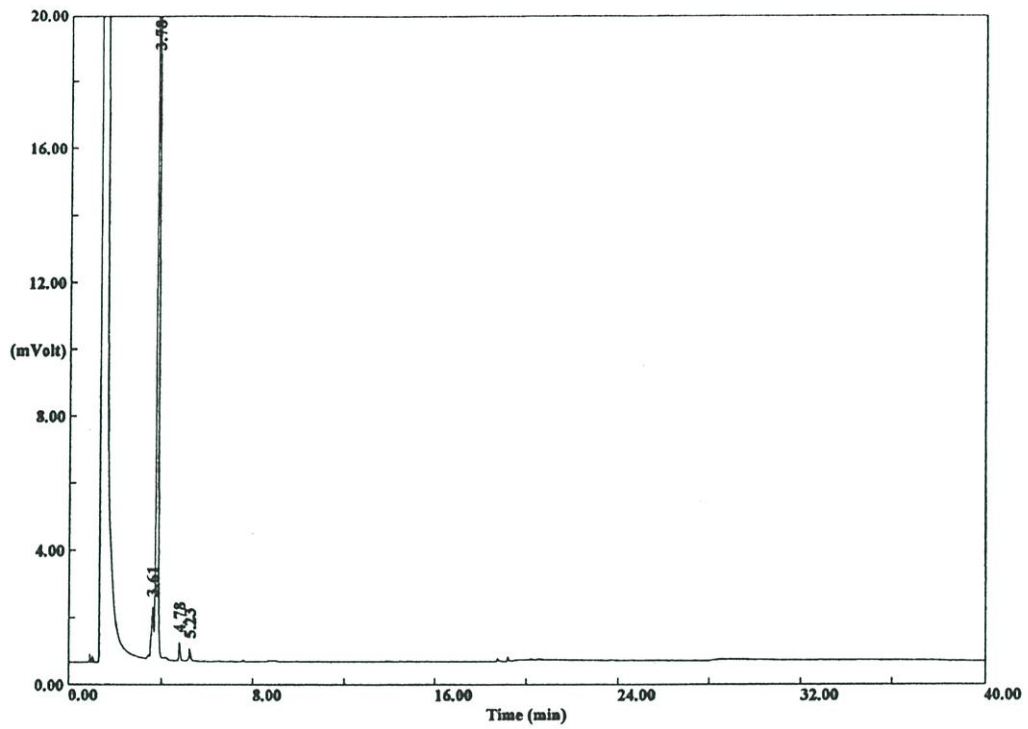
ก.3.1 การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยตัวอย่าง เช่น น้ำมันหอมระเหยจากเหง้าของเปราะหอม ทำได้โดยนำน้ำมันหอมระเหยไปฉีดและวิเคราะห์ด้วย GC-FID ได้ผลดังรูป

ก.3.1

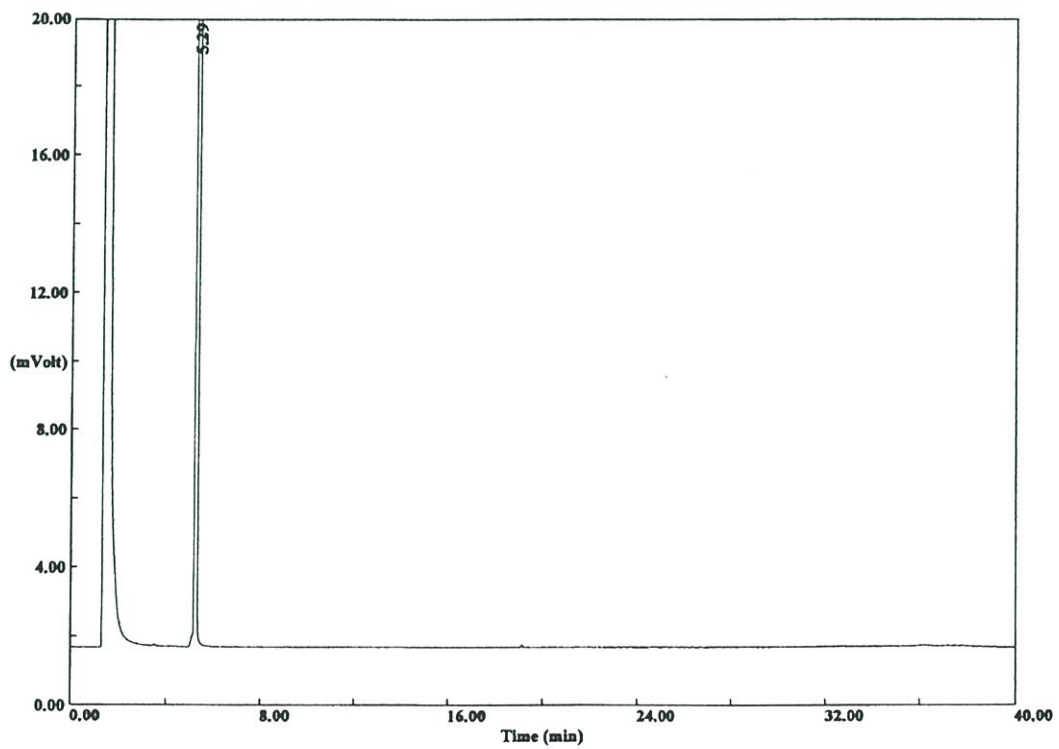


รูปที่ ก.3.1 ตัวอย่างโครมาโทแกรมของน้ำมันหอมระเหย (เปราะหอม)

ก.3.2 นำสารมาตรฐานไปฉีดและวิเคราะห์โดยใช้สภาวะเดียวกับข้อ ก.3.1 ตัวอย่างสารมาตรฐานคือ cineol และ camphene ผลที่ได้ดังรูป ก.3.2 และ ก.3.3

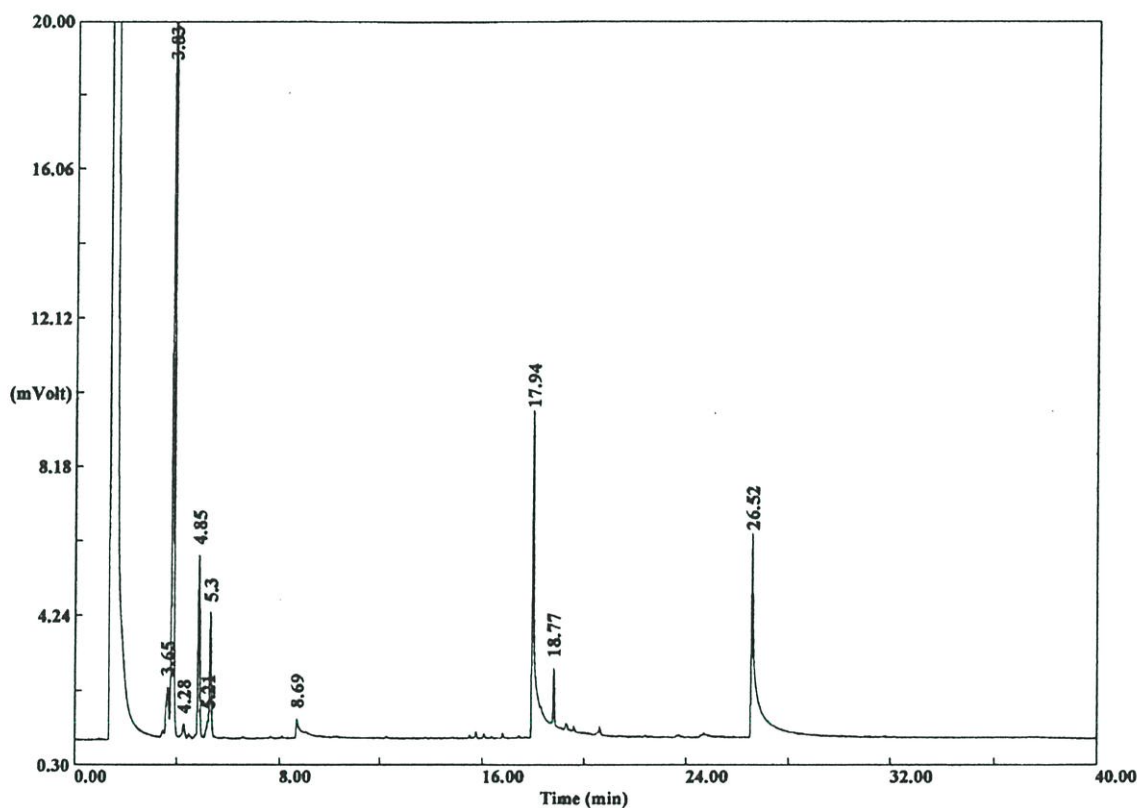


รูปที่ ก.3.2 ตัวอย่างโครมาโทแกรมของสารมาตรฐาน camphene



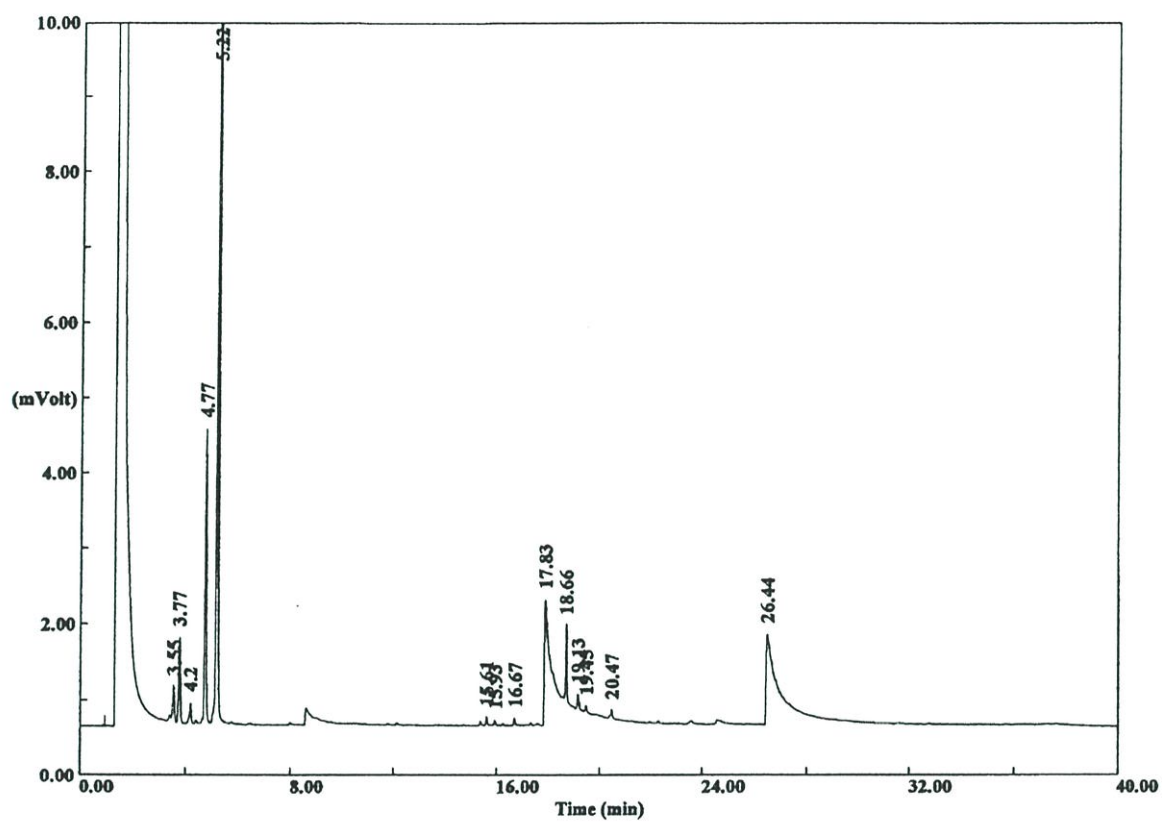
รูปที่ ก.3.3 ตัวอย่างโครมาโทแกรมของสารมาตรฐาน 1,8-cineol

ก.3.3 พิจารณา retention time ที่ 3.77 (camphene) และ 5.2 (1,8-cineol) จากโครมาโทแกรมของน้ำมันเปราะหอมว่าตรงกับ retention time ในโครมาโทแกรมของสารมาตรฐานหรือไม่ จากนั้นทำการตรวจเช็คอีกครั้งหนึ่งด้วยวิธีการ co-chromatography คือ การเติมสารมาตรฐานลงในน้ำมันหอมระเหยแล้วไปฉีดวิเคราะห์ด้วย GC-FID พิจารณาดำแหน่งของพีคของสารมาตรฐานว่าตรงกับตำแหน่งเดียวกันกับในสารตัวอย่างหรือไม่ ถ้าตรงและมีพื้นที่ใต้พีคหรือความสูงของพีคเพิ่มขึ้นแสดงว่าสารที่ตำแหน่งของพีคนั้นเป็นสารตัวเดียวกับสารมาตรฐาน ดังรูป ก.3.4 และ ก.3.5



รูปที่ ก.3.4 ตัวอย่างโครมาโทแกรมของน้ำมันเปราะหอมเติมสารมาตรฐาน camphene

จากโครมาโทแกรมที่ได้แสดงว่าสารที่ retention time 3.77 ในน้ำมันเปราะหอมคือ camphene

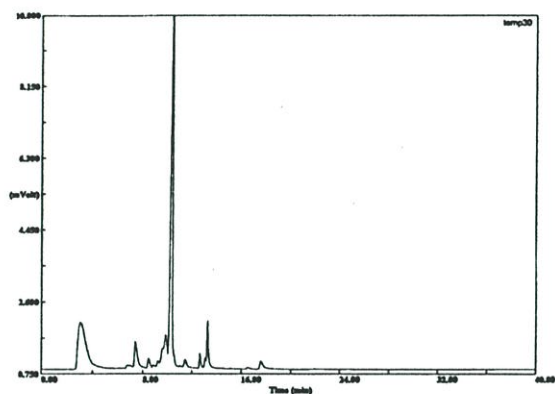


รูปที่ ก.3.4 ตัวอย่างโครมาโทแกรมของน้ำมันเปราะหอมเติมสารมาตรฐาน 1,8-cineol

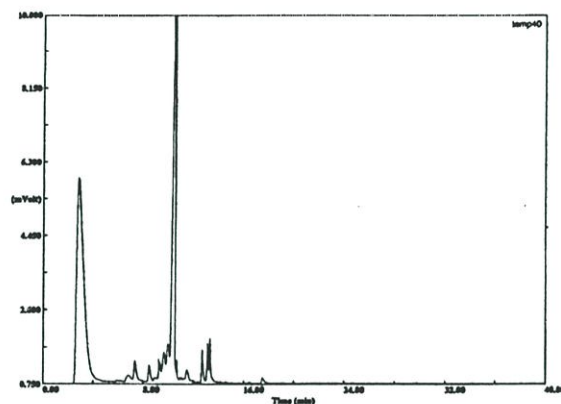
จากโครมาโทแกรมที่ได้แสดงว่าสารที่ retention time 5.24 ในน้ำมันเปราะหอมคือ 1,8-cineol

ก.4 การหาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการสกัดสาร (sample purge temperature) โดยใช้เทคนิค Purge and Trap โดยทำการวิเคราะห์ด้วย GC-FID

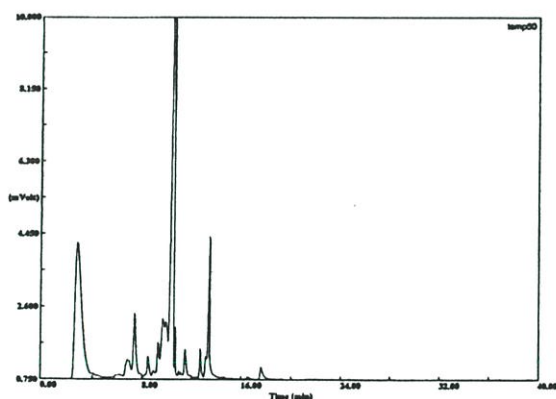
ก.4.1 นำเหง้าของกระชายเหลืองสดจำนวน 0.2 กรัมมาทำการสกัดด้วยเทคนิค Purge and Trap ที่อุณหภูมิต่าง ๆ ได้ผลดังโครมาโทแกรมต่อไปนี้ โดยใช้สภาวะต่าง ๆ ในการสกัดดังแสดงในข้อ 3.2.7.1



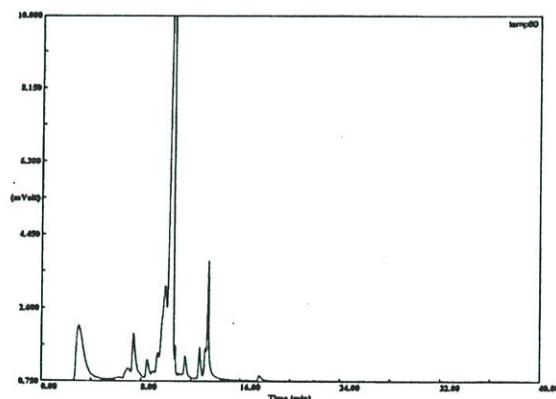
ก. sample purge temperature 30°C



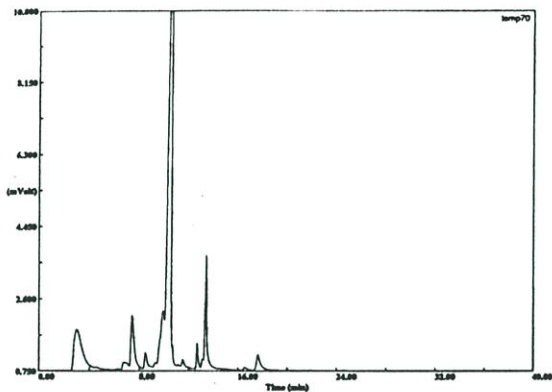
ข. sample purge temperature 40°C



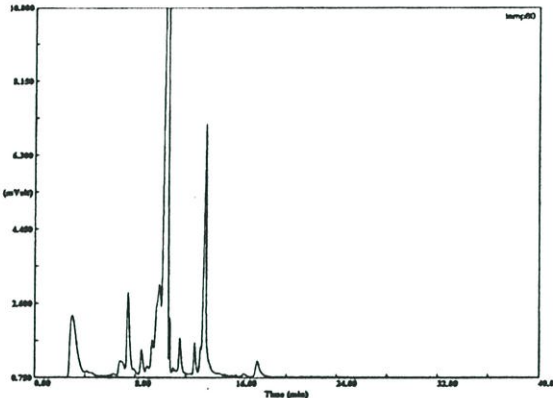
ค. sample purge temperature 50°C



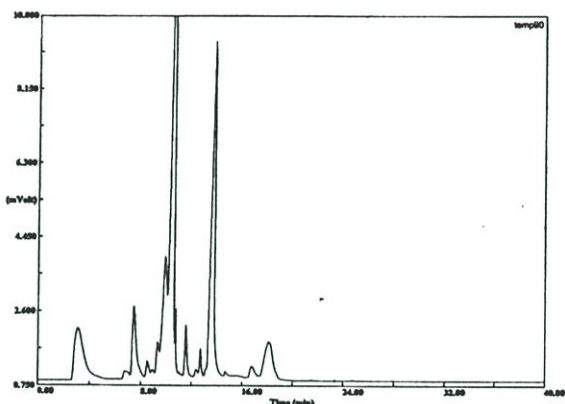
ง. sample purge temperature 60°C



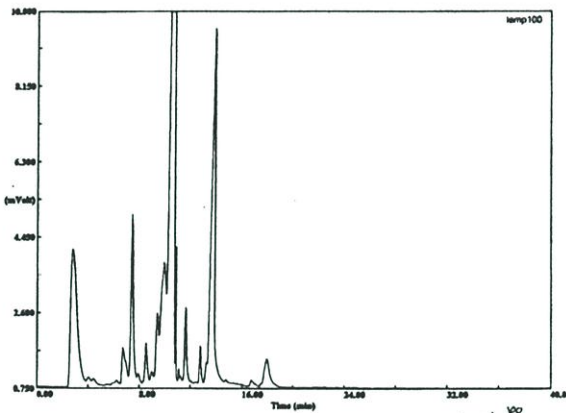
จ. sample purge temperature 70 °C



ฉ. sample purge temperature 80 °C



ช. sample purge temperature 90 °C



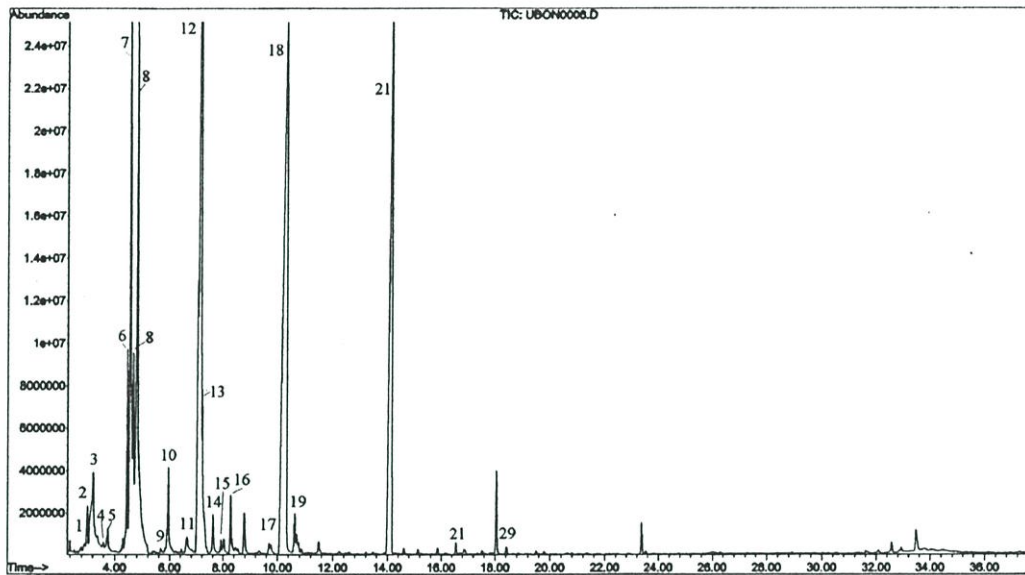
ซ. sample purge temperature 100 °C

รูปที่ ก.4 โครมาโทแกรมที่ได้จากการสกัดสารหอมระเหยจากเหง้ากระชายเหลืองด้วยเทคนิค Purge and Trap โดยใช้ sample purge temperature ที่อุณหภูมิต่าง ๆ

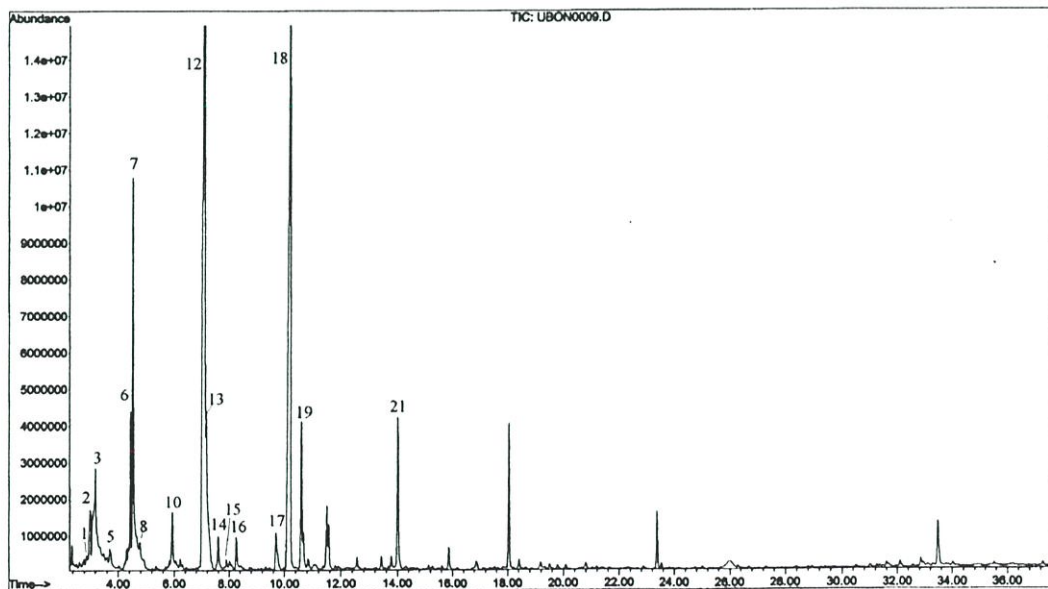
จากโครมาโทแกรมที่ได้ในรูป ก.4ก-ก.4ซ จะเห็นว่าเมื่อใช้ sample purge temperature ที่อุณหภูมิ 100 °C มีจำนวนของสารหอมระเหยและพื้นที่ใต้พีคมากที่สุด จึงเลือกใช้ sample purge temperature ที่อุณหภูมิ 100 °C ตลอดการทดลอง

ภาคผนวก ข

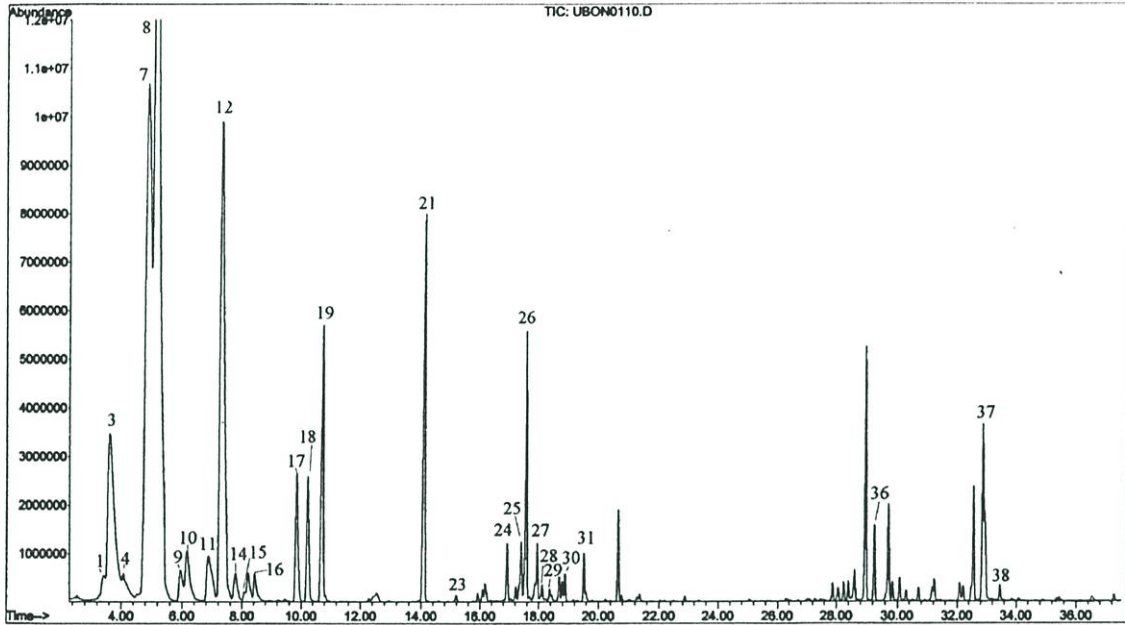
ข.1 โครมาโทแกรมผลการวิเคราะห์ห้องค้ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยในน้ำมันหอมระเหยที่ได้จากวิธีการต้มกลั่น และจากการสกัดด้วย SPME (ไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG) โดยใช้ GC-MS ในกระชายเหลือง



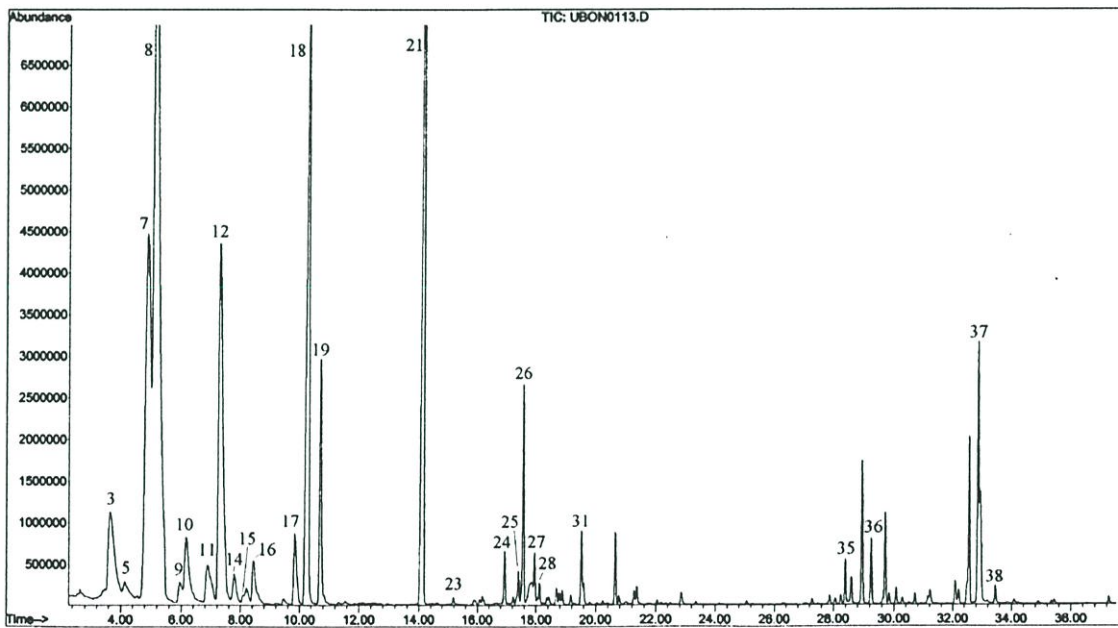
รูป ข.1.1 โครมาโทแกรมน้ำมันหอมระเหยที่ได้จากวิธีการต้มกลั่นจากเหง้าของกระชายเหลือง



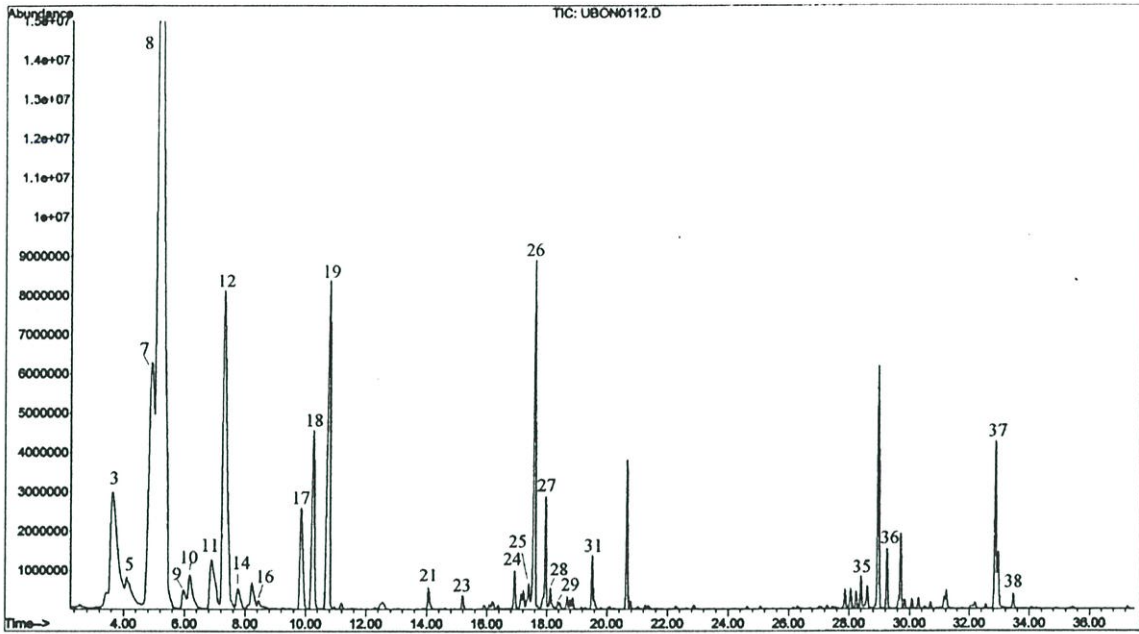
รูป ข.1.2 โครมาโทแกรมน้ำมันหอมระเหยที่ได้จากวิธีการต้มกลั่นจากรากของกระชายเหลือง



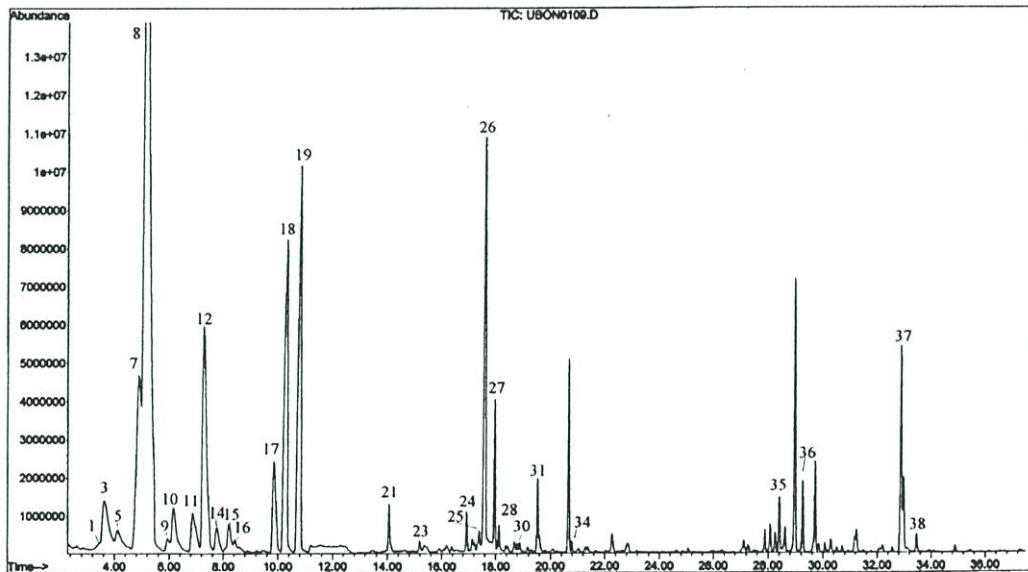
รูป ข.1.3 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PDMS ในเหง้ากระชายเหลือง



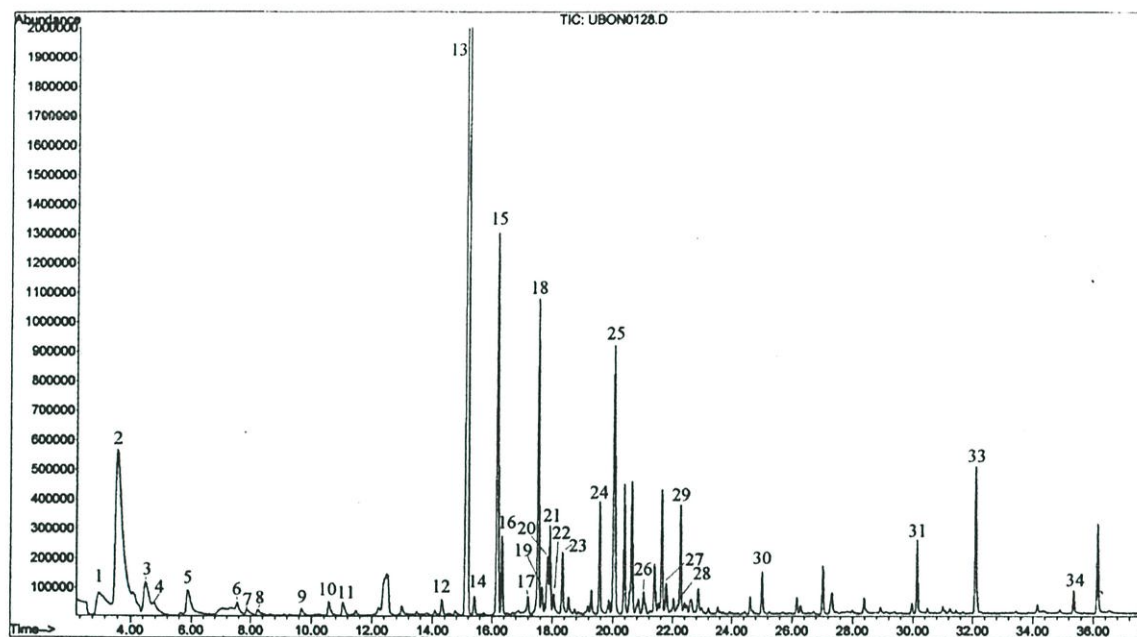
รูป ข.1.4 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PEG ในเหง้ากระชายเหลือง



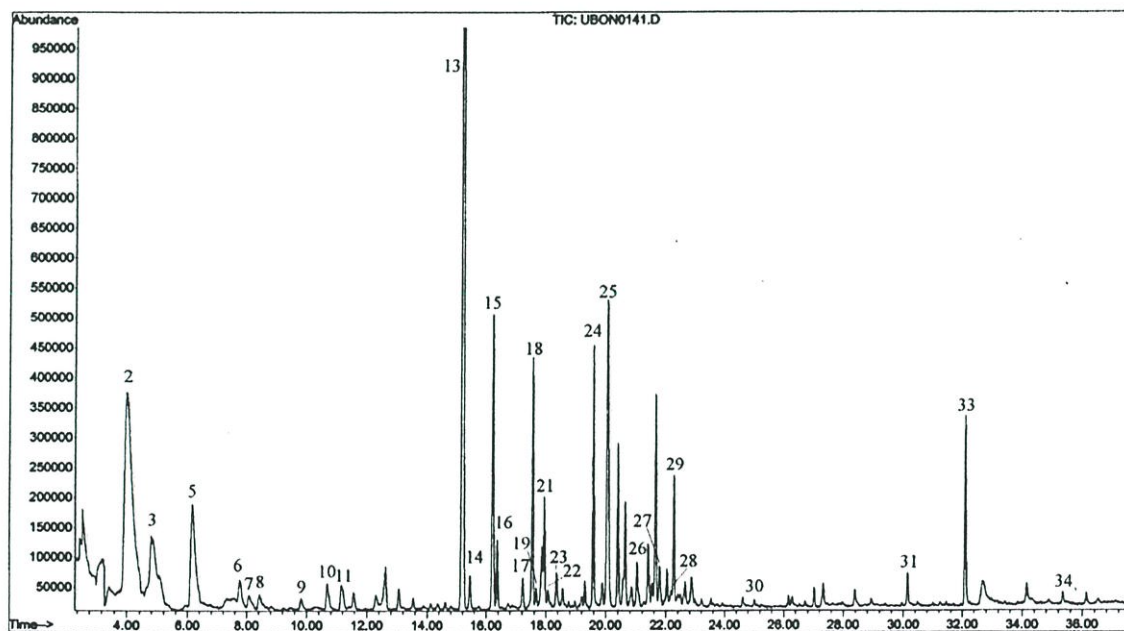
รูป ข.1.5 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PDMS ในรากกระชายเหลือง



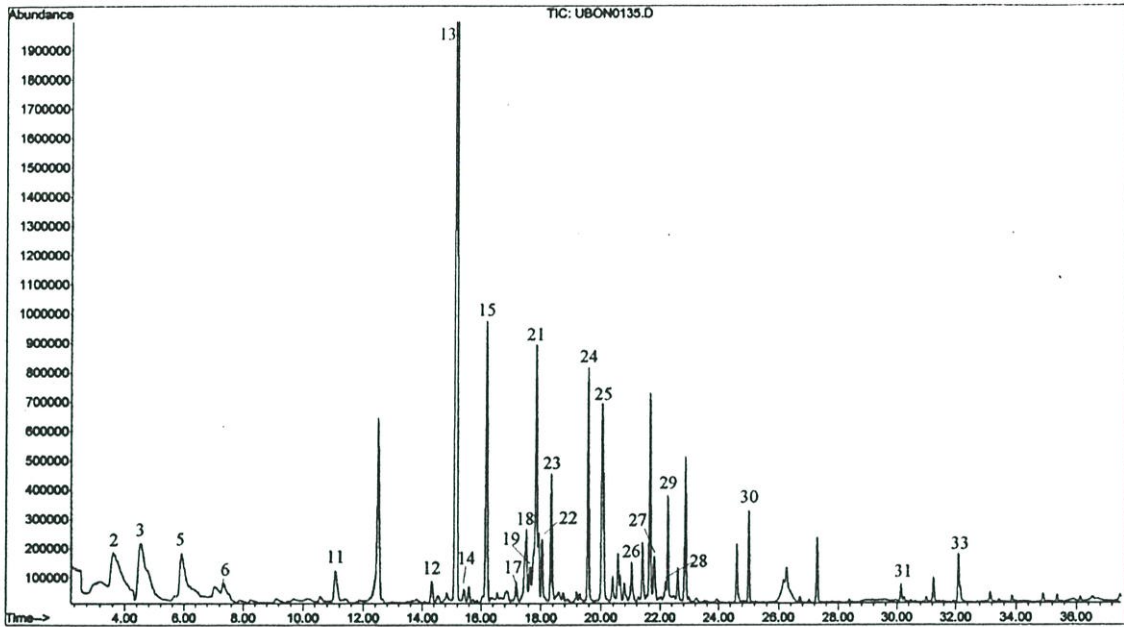
รูป ข.1.6 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PEG ในรากกระชายเหลือง



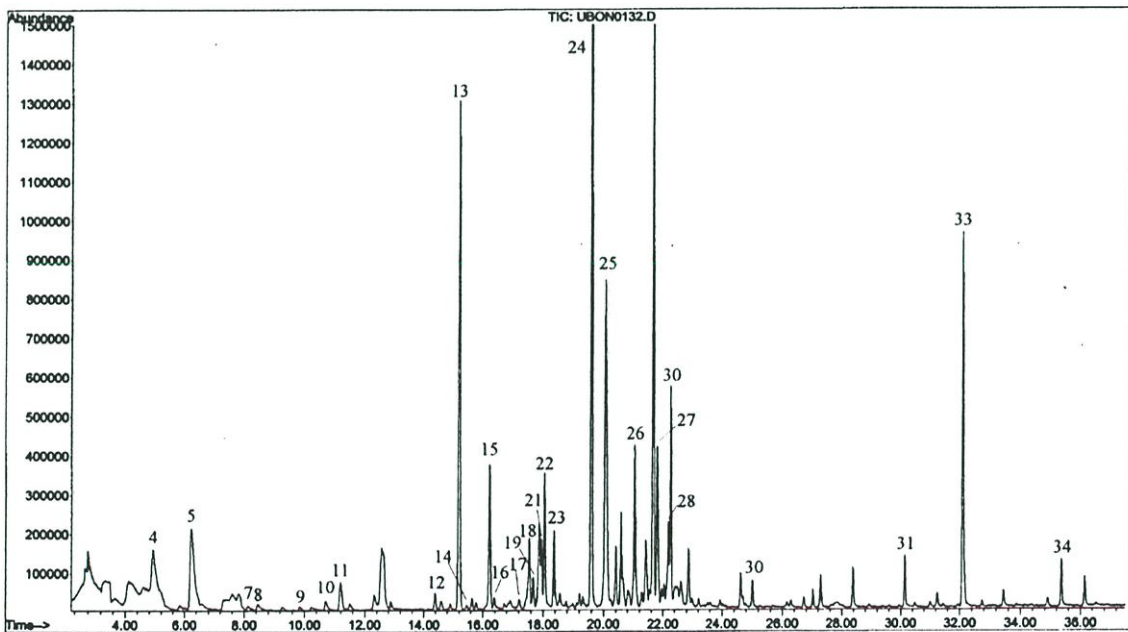
รูป ข.1.7 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PDMS ในไมกระชายเหลือง



รูป ข.1.8 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PEG ในไมกระชายเหลือง

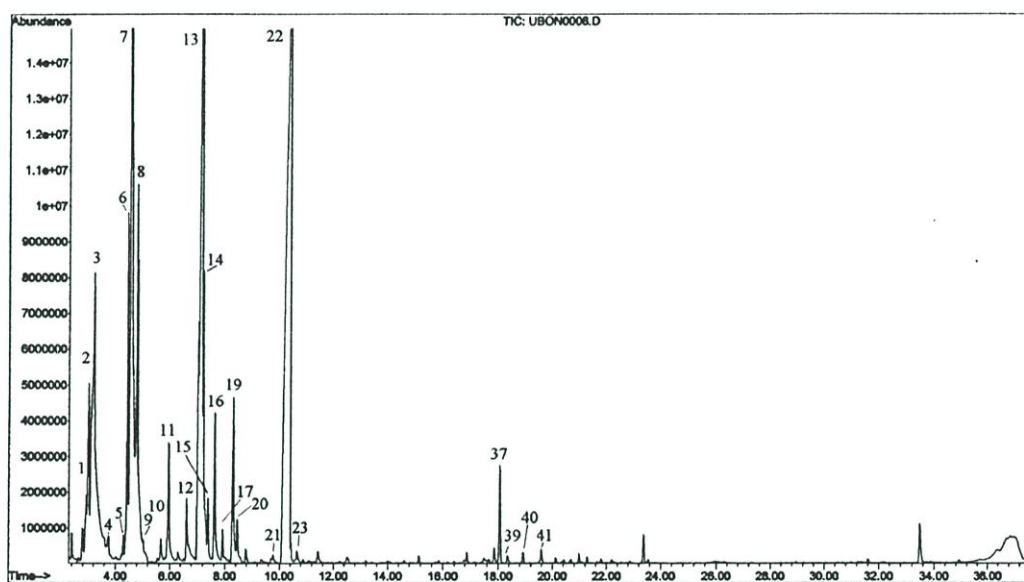


รูป ข.1.9 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PDMS ในดอกกระชายเหลือง

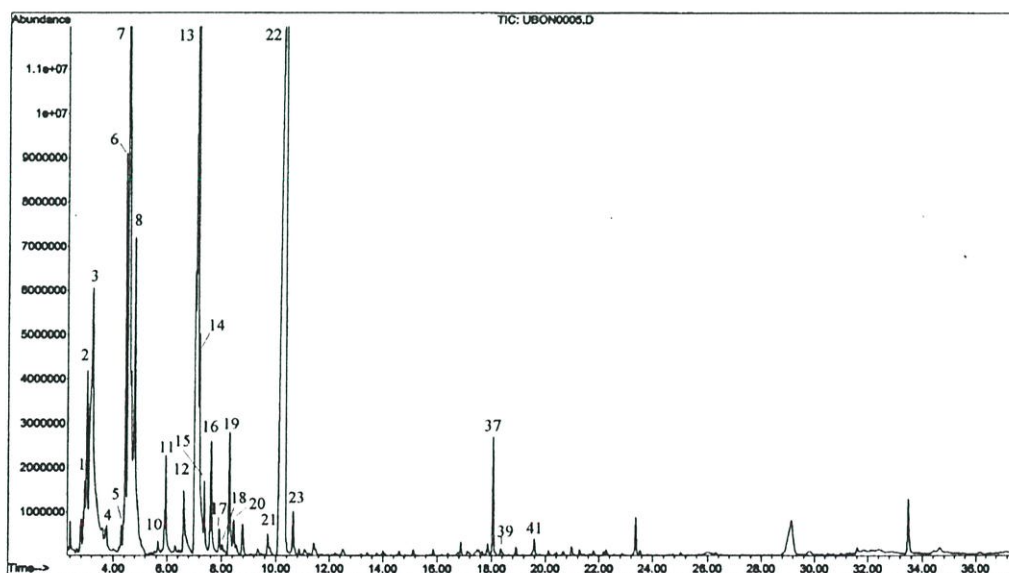


รูป ข.1.10 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PEG ในดอกกระชายเหลือง

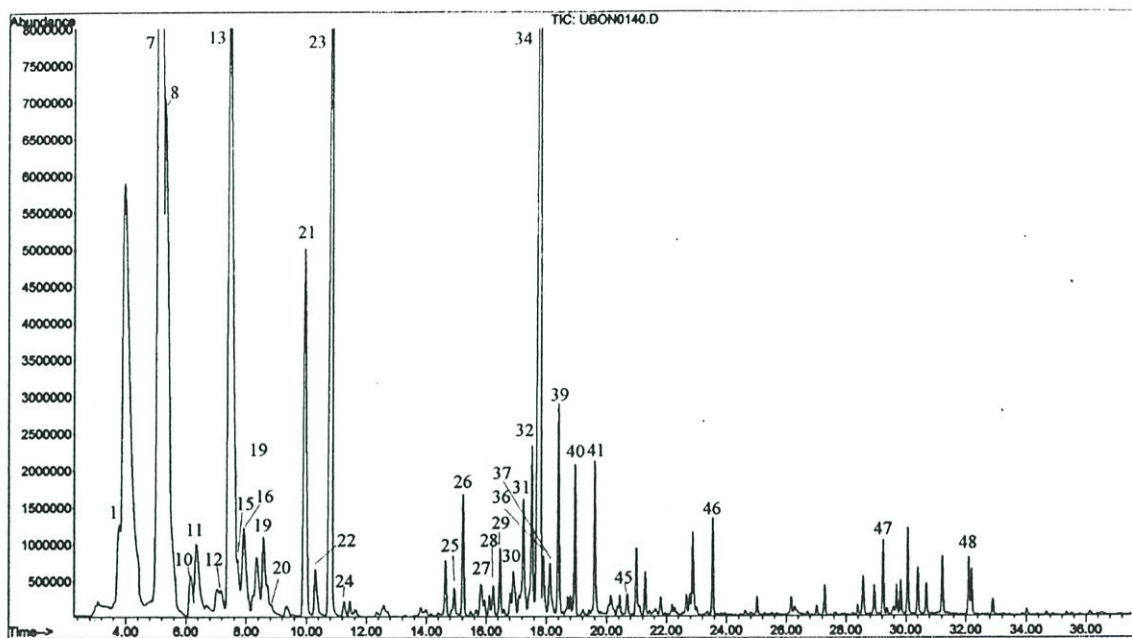
ข.2 โครมาโทแกรมผลการวิเคราะห์ห้องค้ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยในน้ำมันหอมระเหยที่ได้จากวิธีการต้มกลั่น และสกัดด้วย SPME (ไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG) โดยใช้ GC-MS ในกระชายแดง



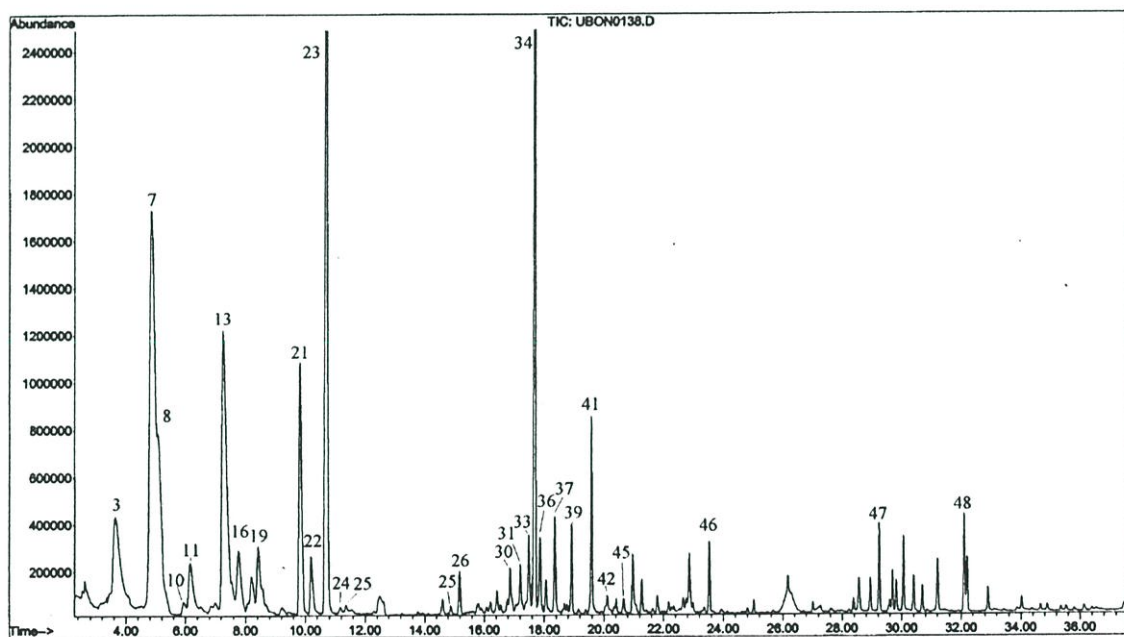
รูป ข.2.1 โครมาโทแกรมน้ำมันหอมระเหยที่ได้จากวิธีการต้มกลั่นจากเหง้าของกระชายแดง



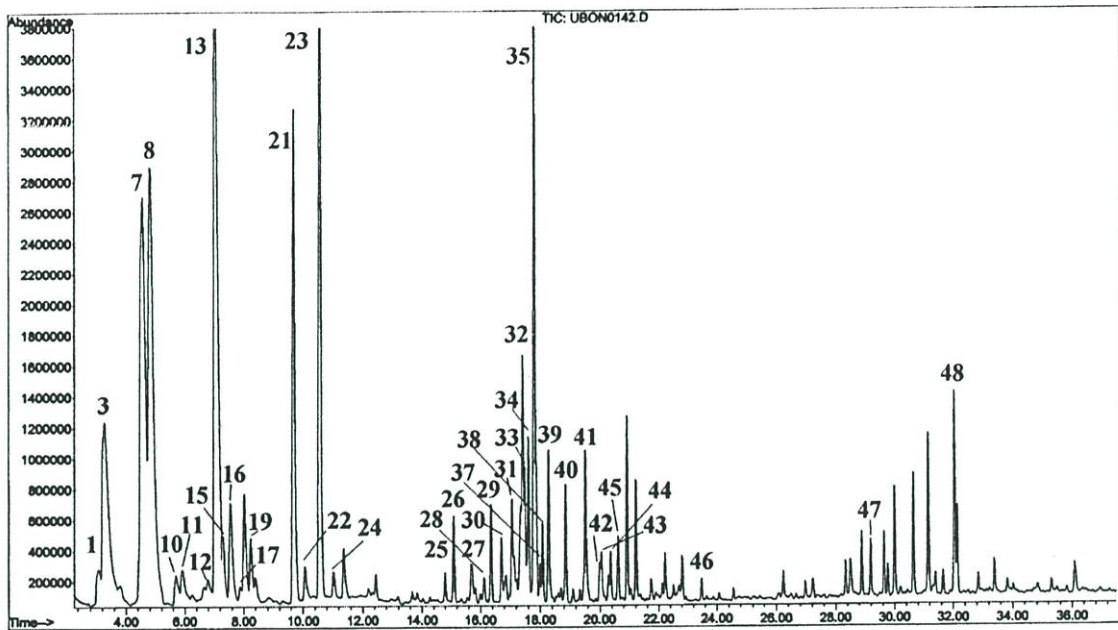
รูป ข.2.2 โครมาโทแกรมน้ำมันหอมระเหยที่ได้จากวิธีการต้มกลั่นจากรากของกระชายแดง



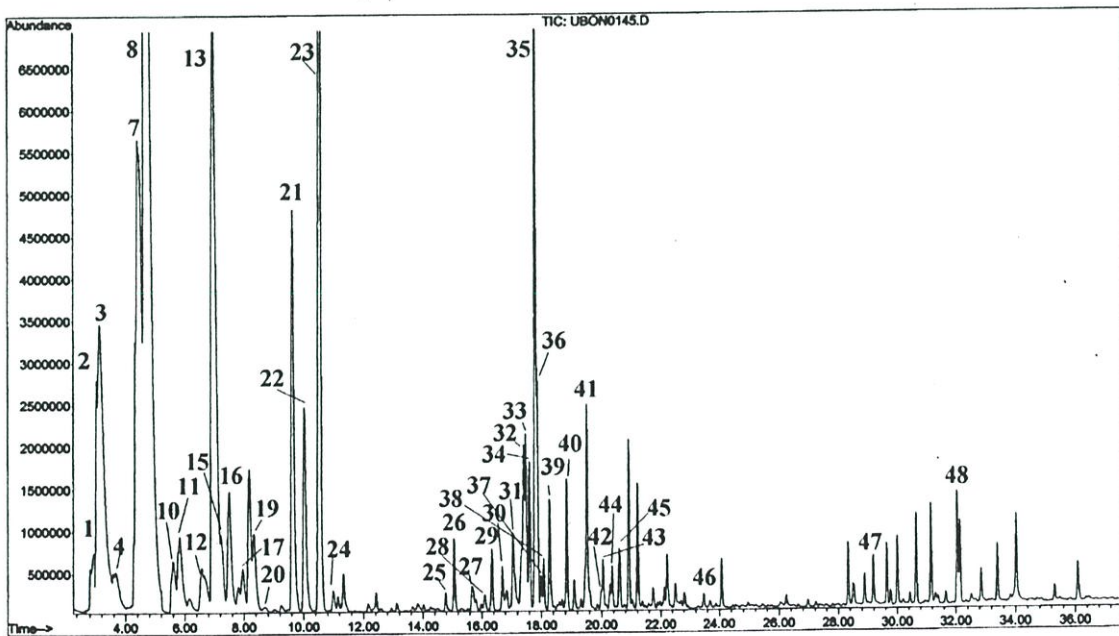
รูป ข.2.3 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PDMS ในเหง้ากระชายแดง



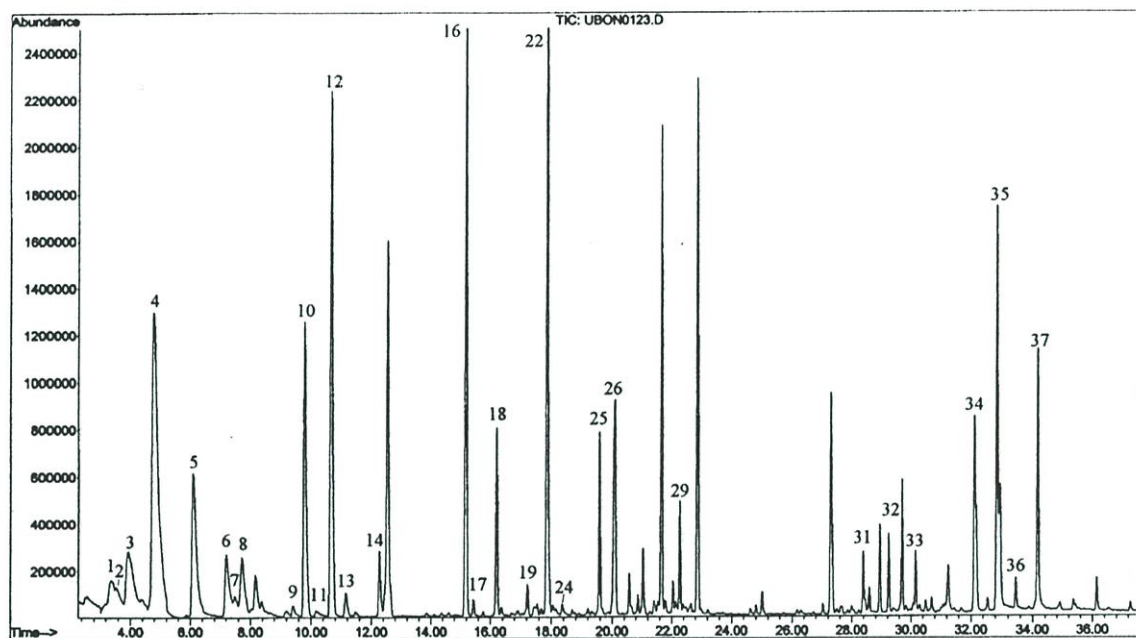
รูป ข.2.4 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PEG ในเหง้ากระชายแดง



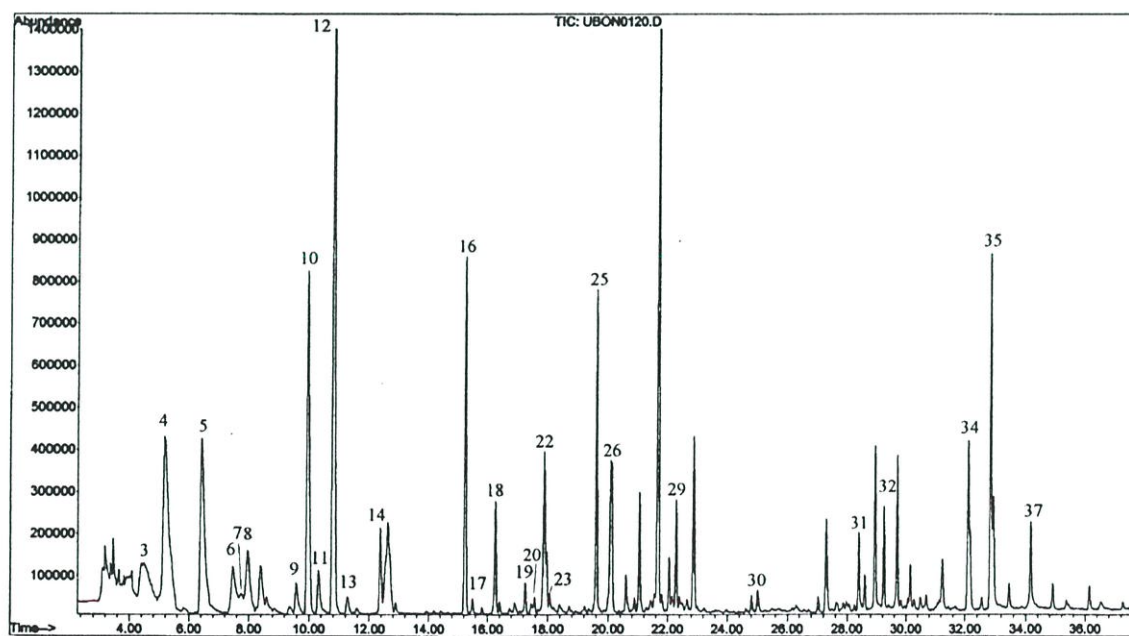
รูป ข.2.5 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PDMS ในรากกระชายแดง



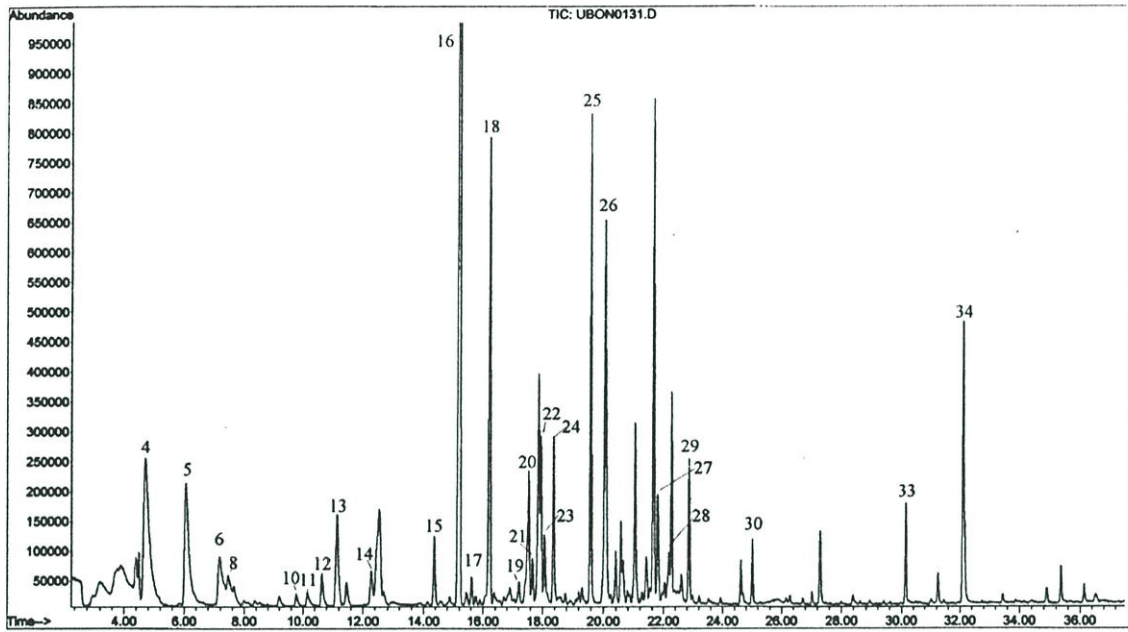
รูป ข.2.6 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PEG ในรากกระชายแดง



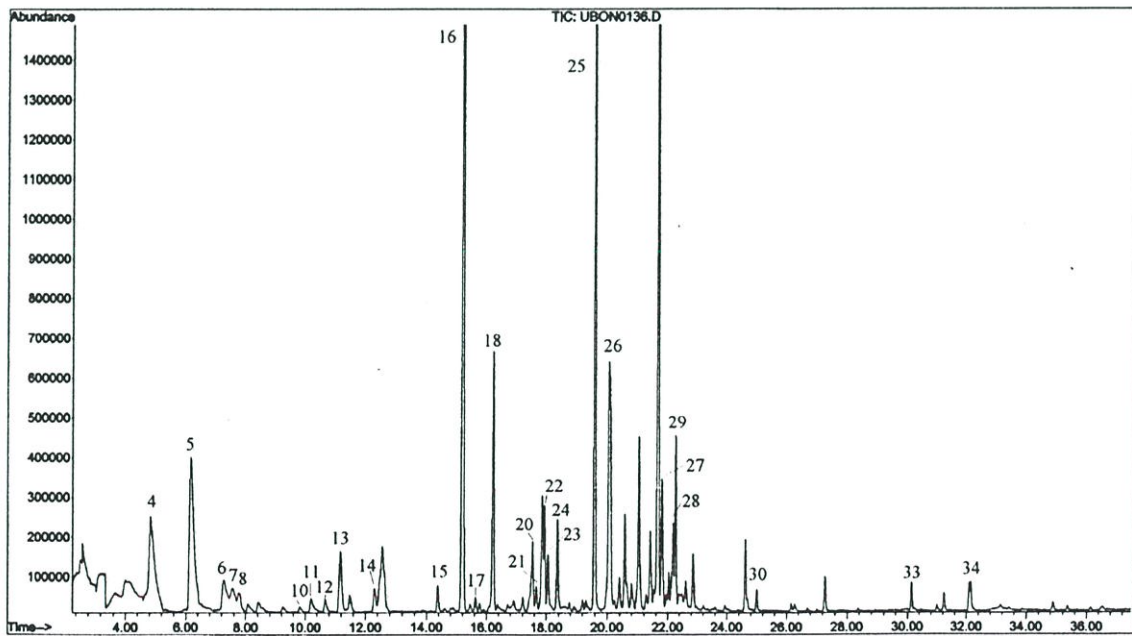
รูป ข.2.7 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PDMS ในใบกระชายแดง



รูป ข.2.8 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PEG ในใบกระชายแดง

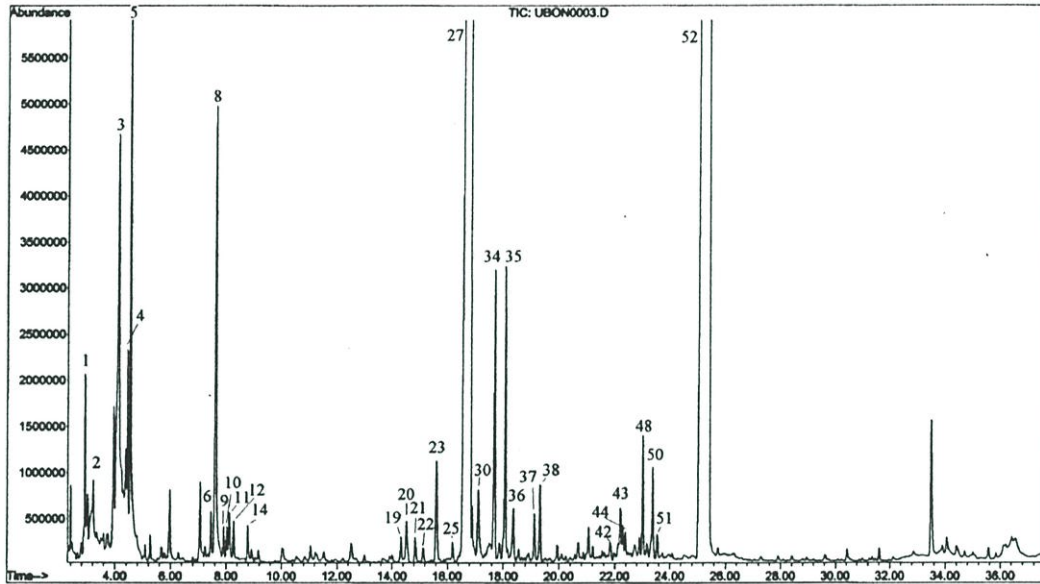


รูป ข.2.9 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PDMS ในดอกกระชายแดง

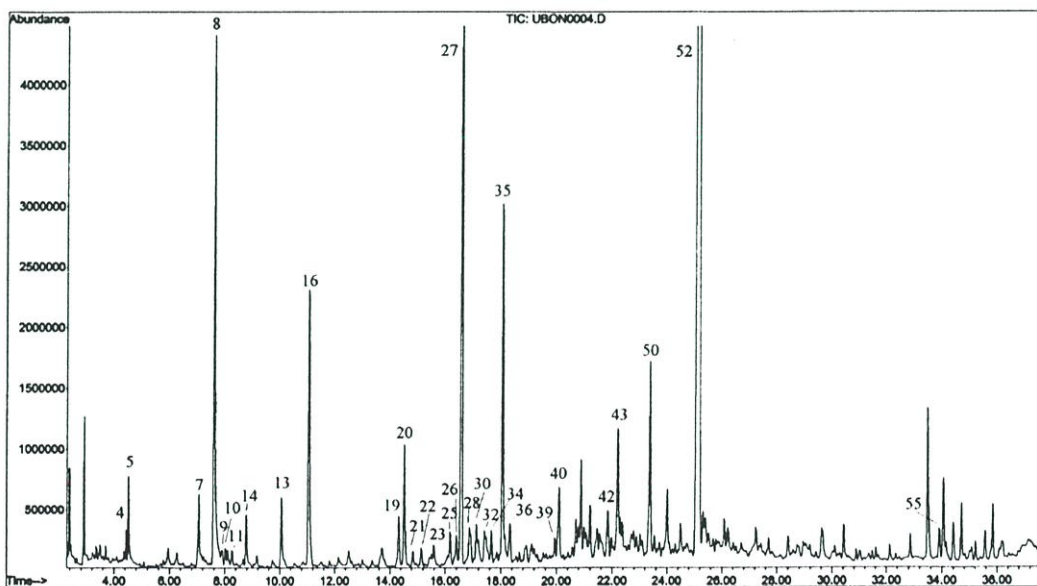


รูป ข.2.10 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PEG ในดอกกระชายแดง

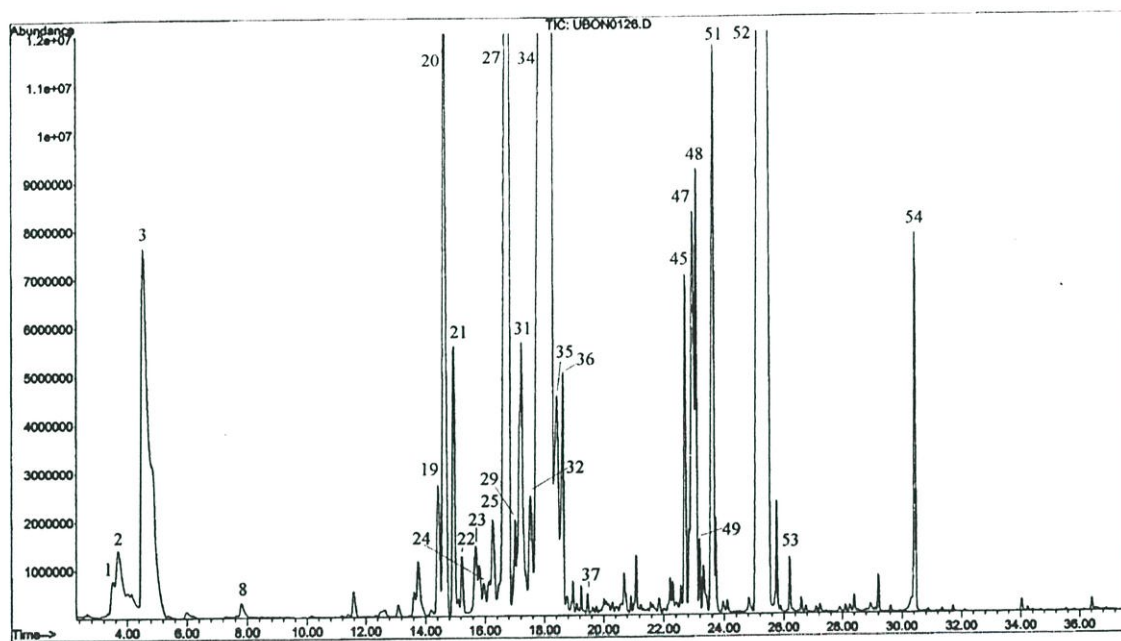
ข.3 โครมาโทแกรมผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยในน้ำมันหอมระเหยที่ได้จากวิธีการต้มกลั่น และจากการสกัดด้วย SPME (ใยเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG) โดยใช้ GC-MS ในเปราะหอม



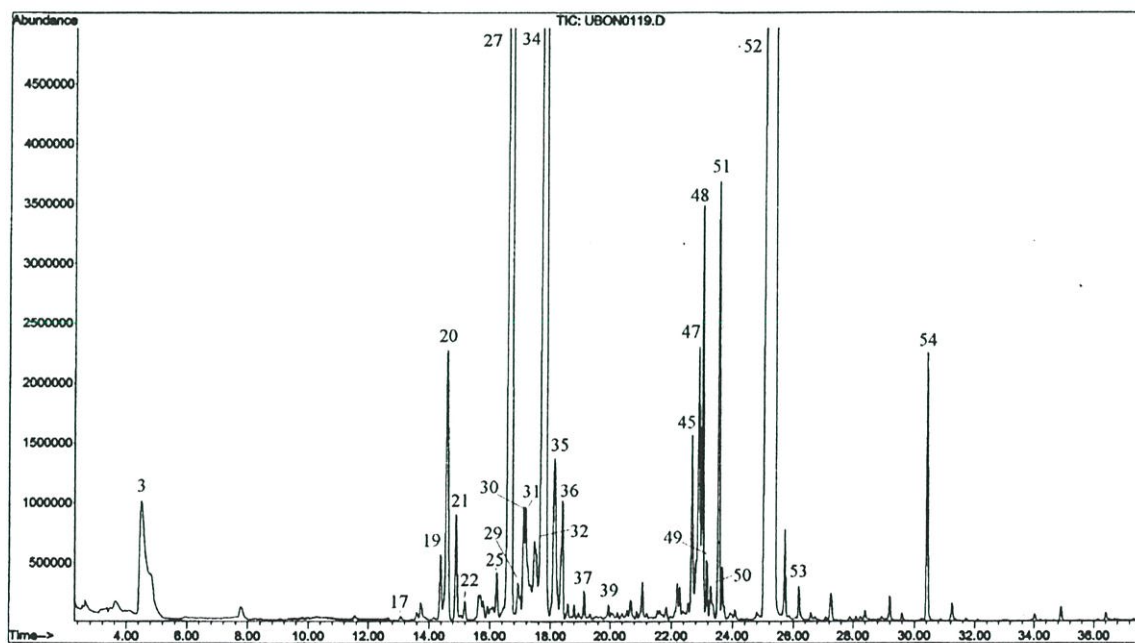
รูป ข.3.1 โครมาโทแกรมน้ำมันหอมระเหยที่ได้จากวิธีการต้มกลั่นจากเหง้าของเปราะหอม



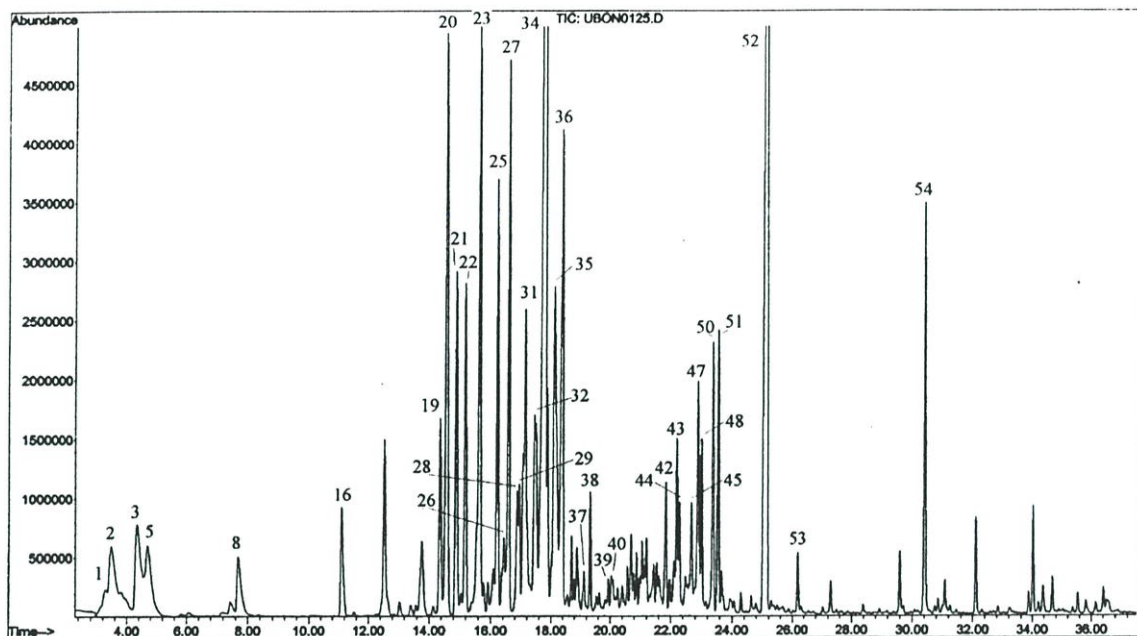
รูป ข.3.2 โครมาโทแกรมน้ำมันหอมระเหยที่ได้จากวิธีการต้มกลั่นจากรากของเปราะหอม



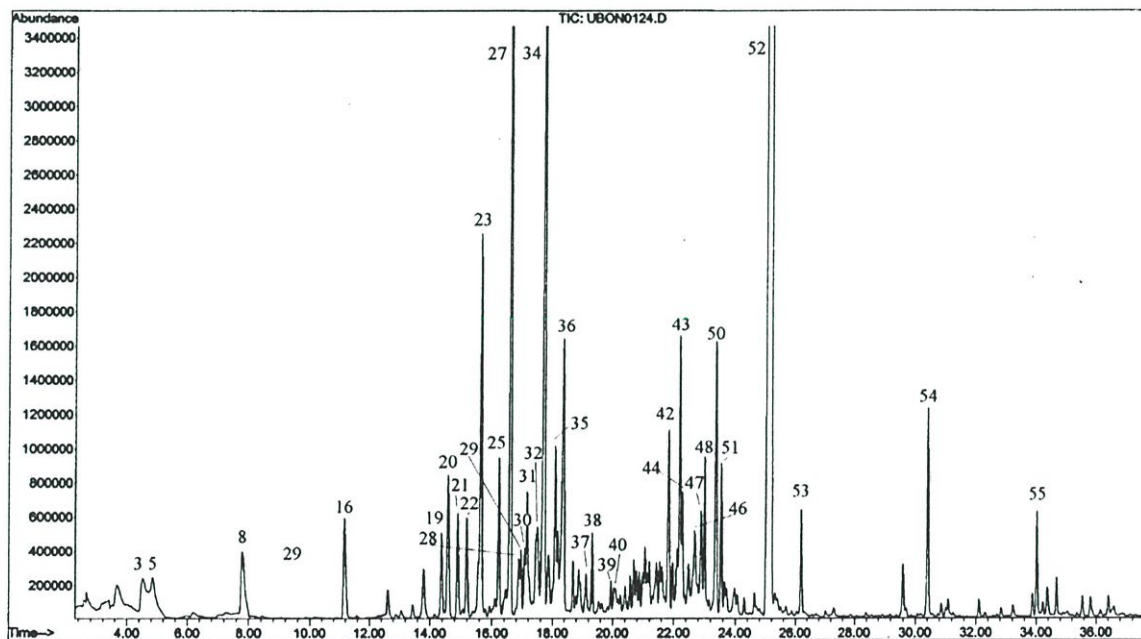
รูป ข.3.3 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PDMS ในเหง้าเปราะหอม



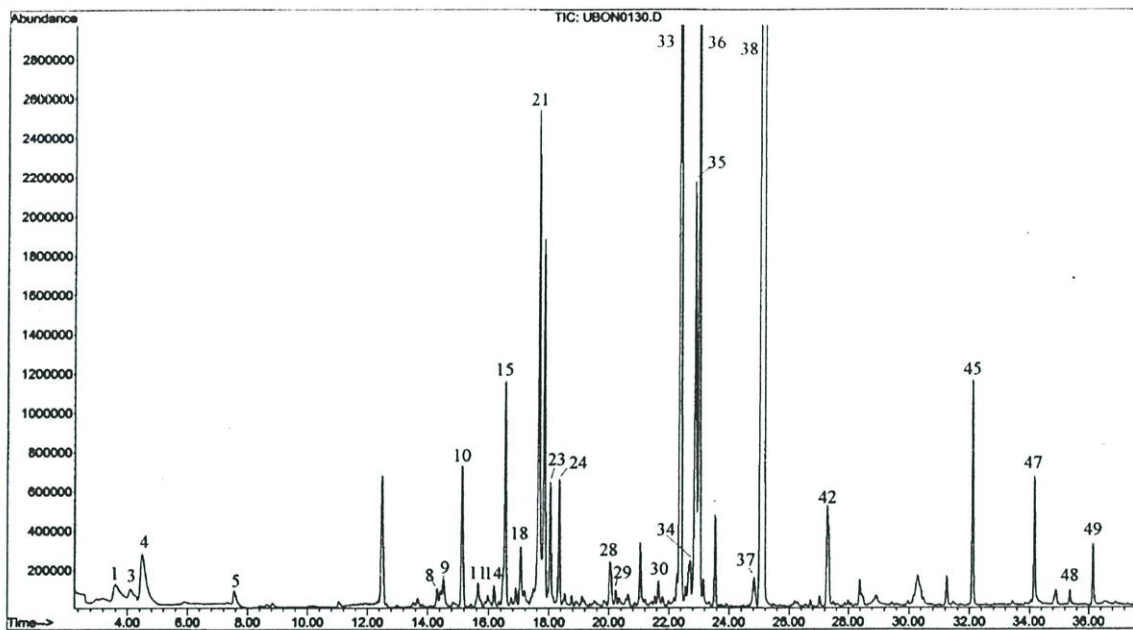
รูป ข.3.4 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PEG ในเหง้าเปราะหอม



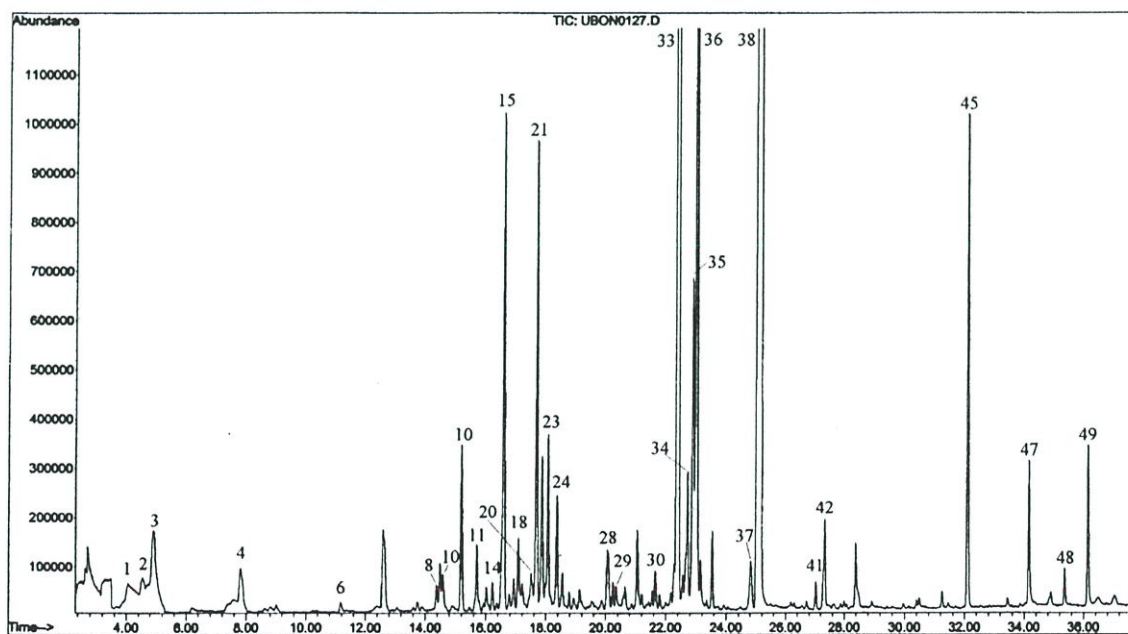
รูป ข.3.5 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PDMS ในรากเปราะหอม



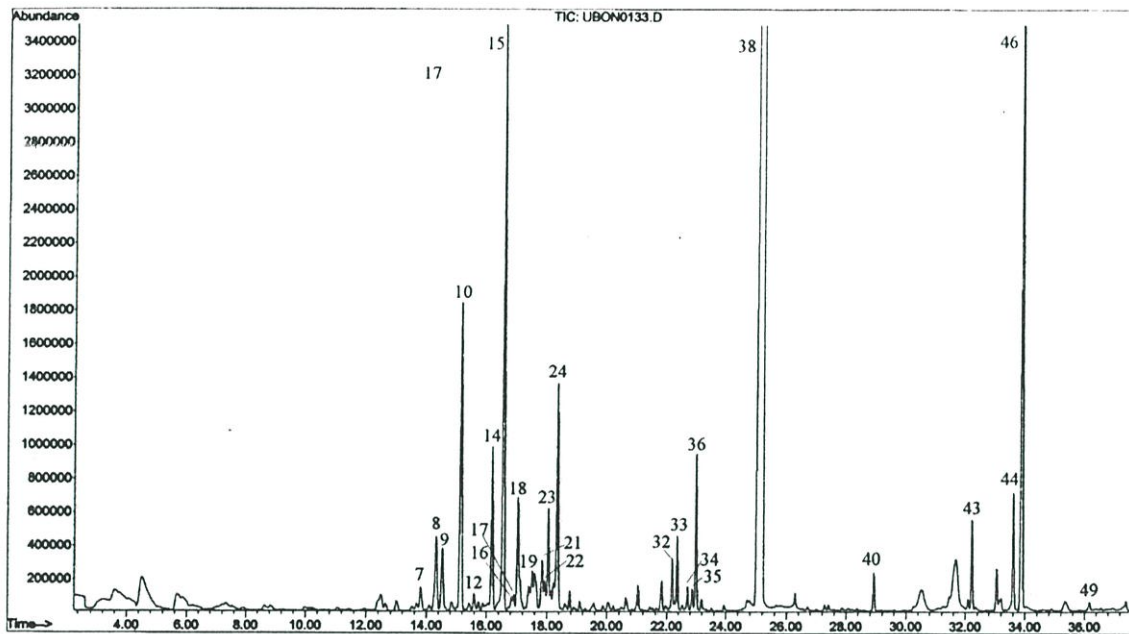
รูป ข.3.6 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PEG ในรากเปราะหอม



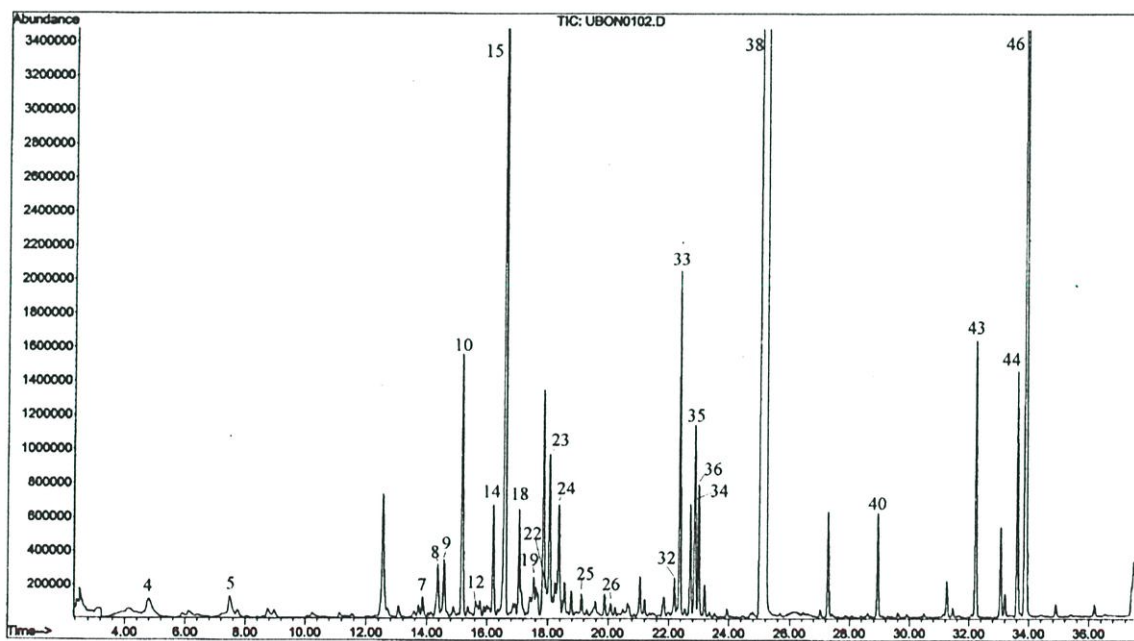
รูป ข.3.7 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PDMS ในใบเปราะหอม



รูป ข.3.8 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PEG ในใบเปราะหอม

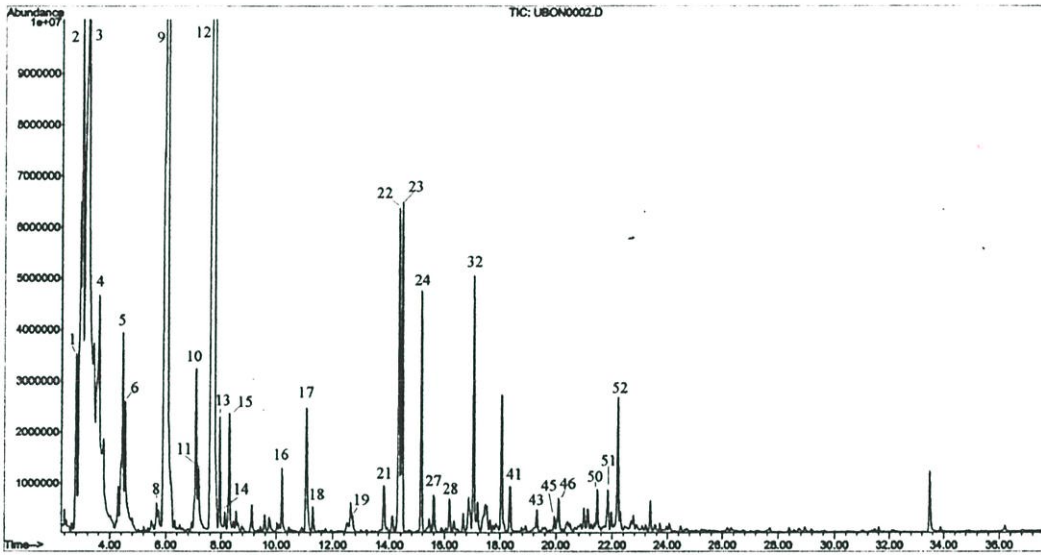


รูป ข.3.9 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PDMS ในดอกเปราะหอม

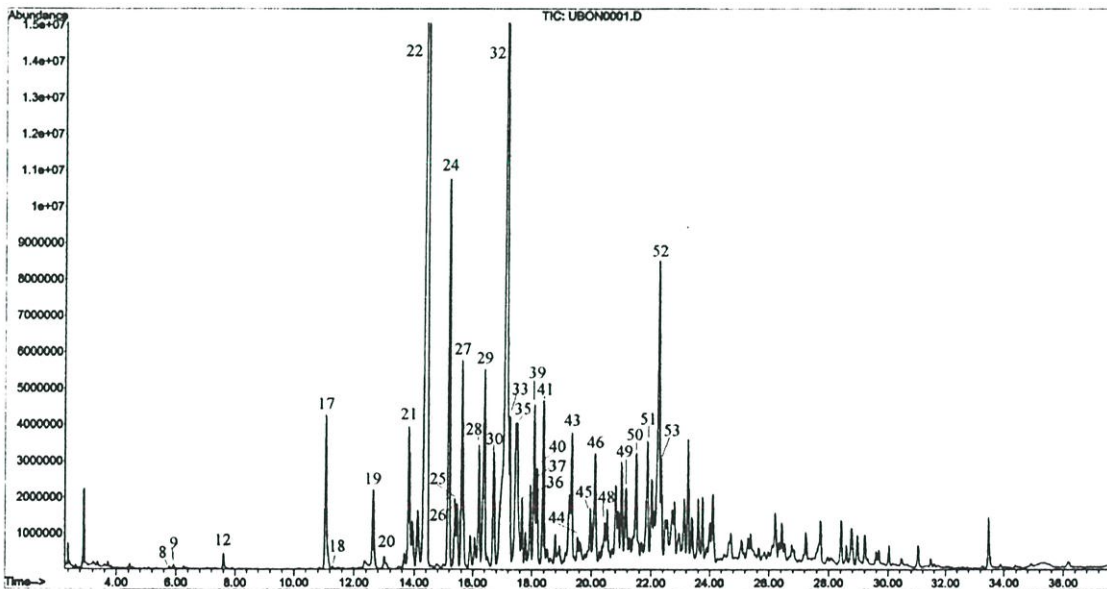


รูป ข.3.10 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PEG ในดอกเปราะหอม

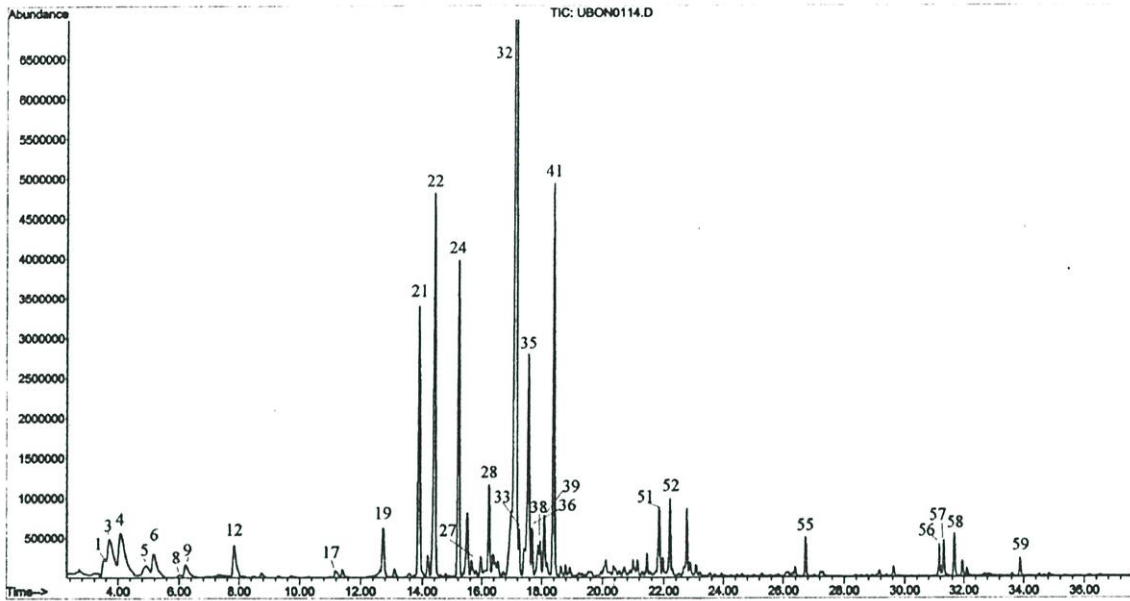
ข.4 โครมาโทแกรมผลการวิเคราะห์ห้องค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยในน้ำมันหอมระเหยที่ได้
จากวิธีการต้มกลั่น และจากการสกัดด้วย SPME (ไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG)
โดยใช้ GC-MS ในกระชายดำ



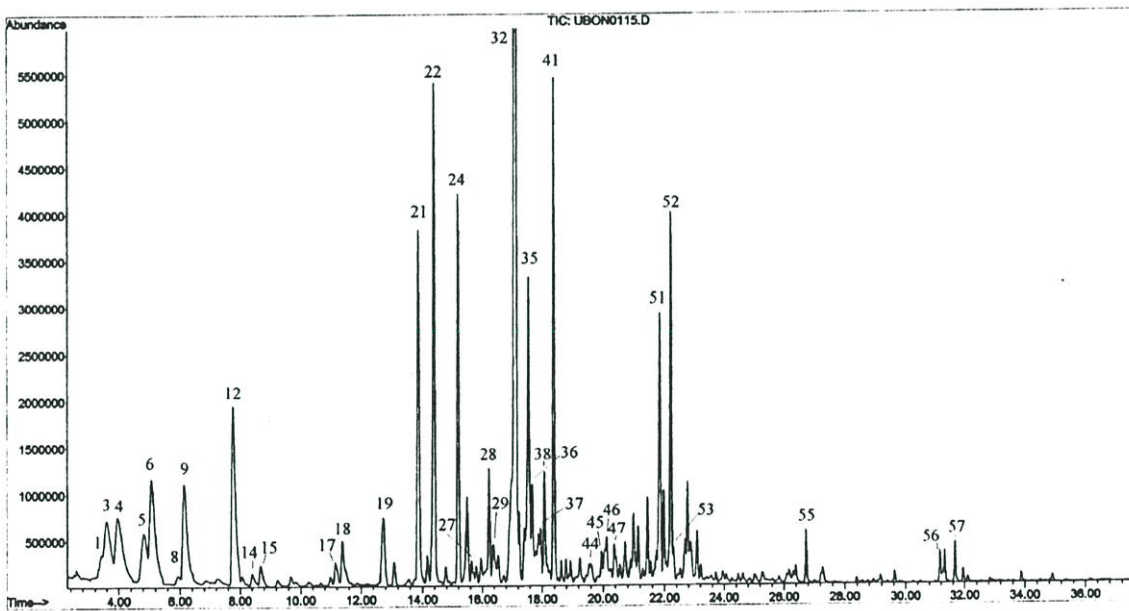
รูป ข.4.1 โครมาโทแกรมน้ำมันหอมระเหยที่ได้จากวิธีการต้มกลั่นจากเหง้าของกระชายดำ



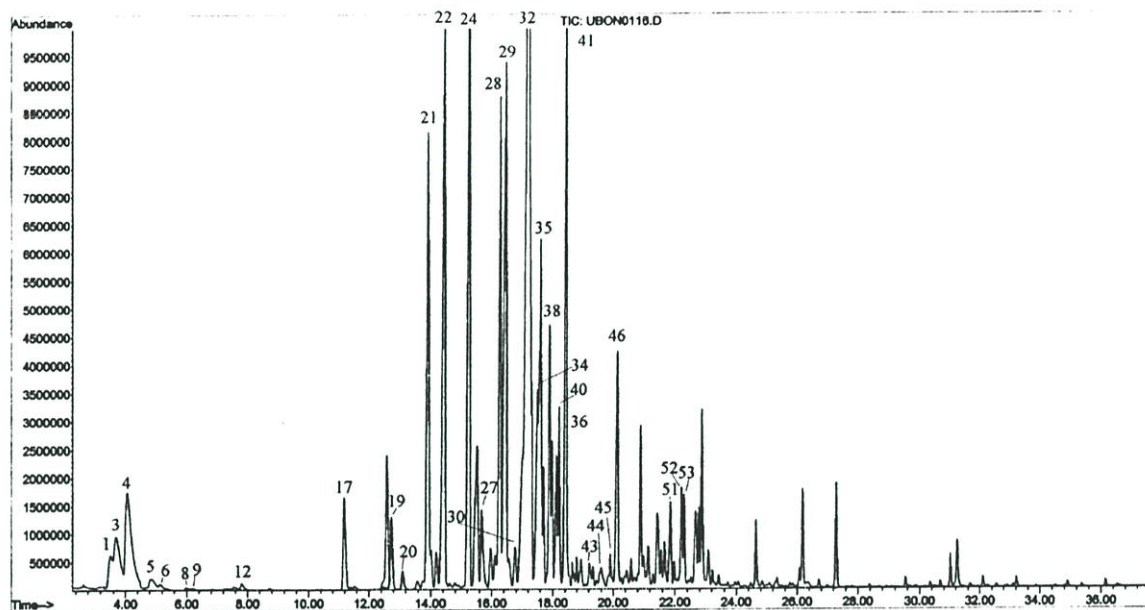
รูป ข.4.2 โครมาโทแกรมน้ำมันหอมระเหยที่ได้จากวิธีการต้มกลั่นจากรากของกระชายดำ



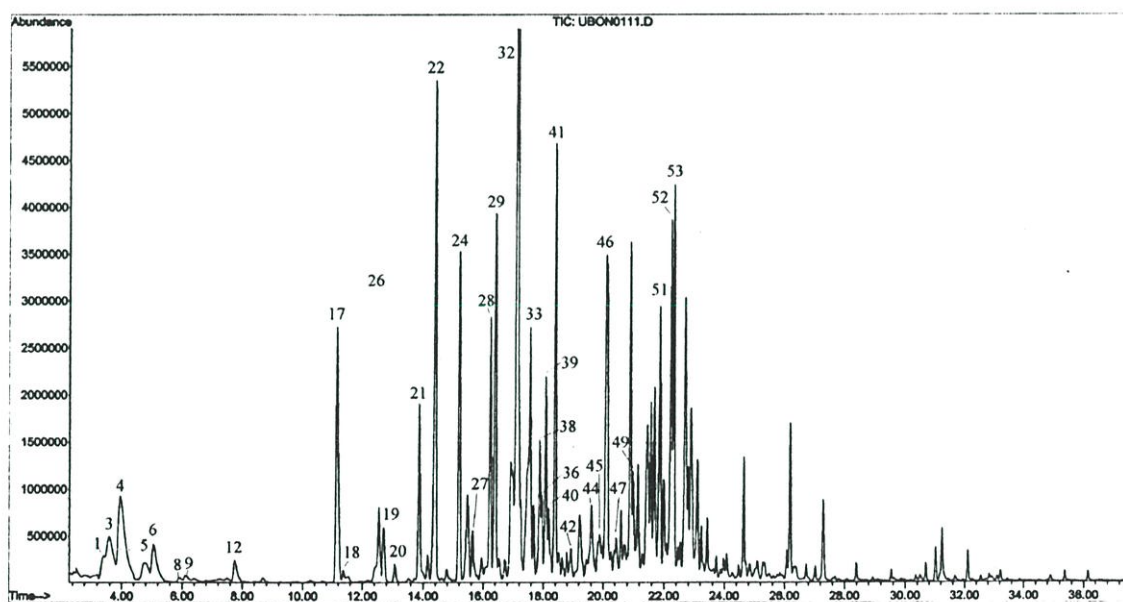
รูป ข.4.3 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PDMS ในเหง้ากระชายดำ



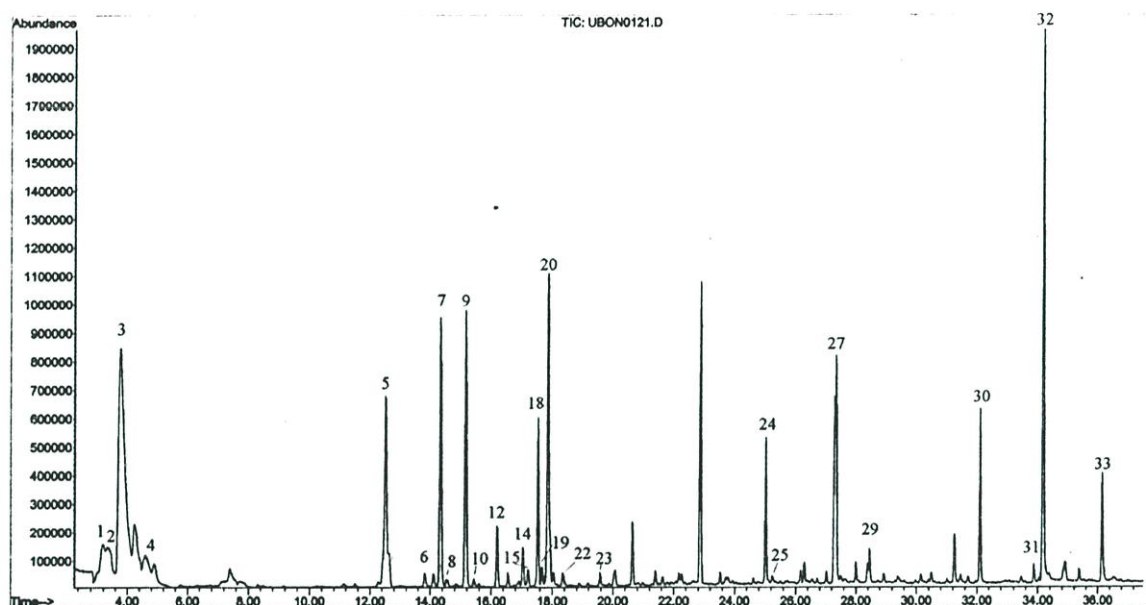
รูป ข.4.4 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PEG ในเหง้ากระชายดำ



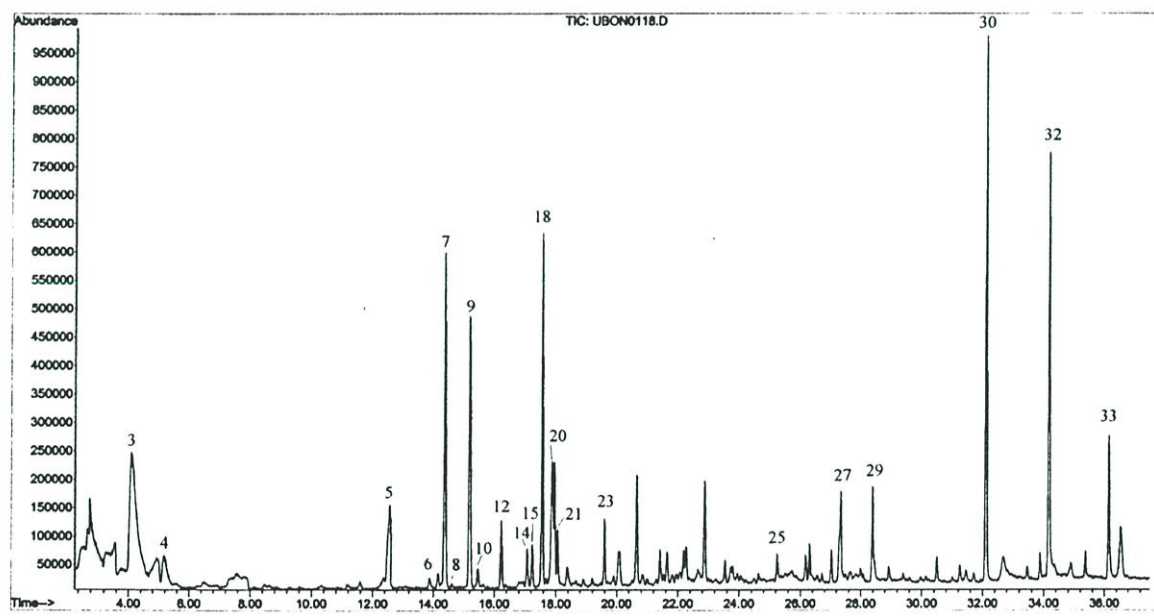
รูป ข.4.5 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PDMS ในรากกระชายดำ



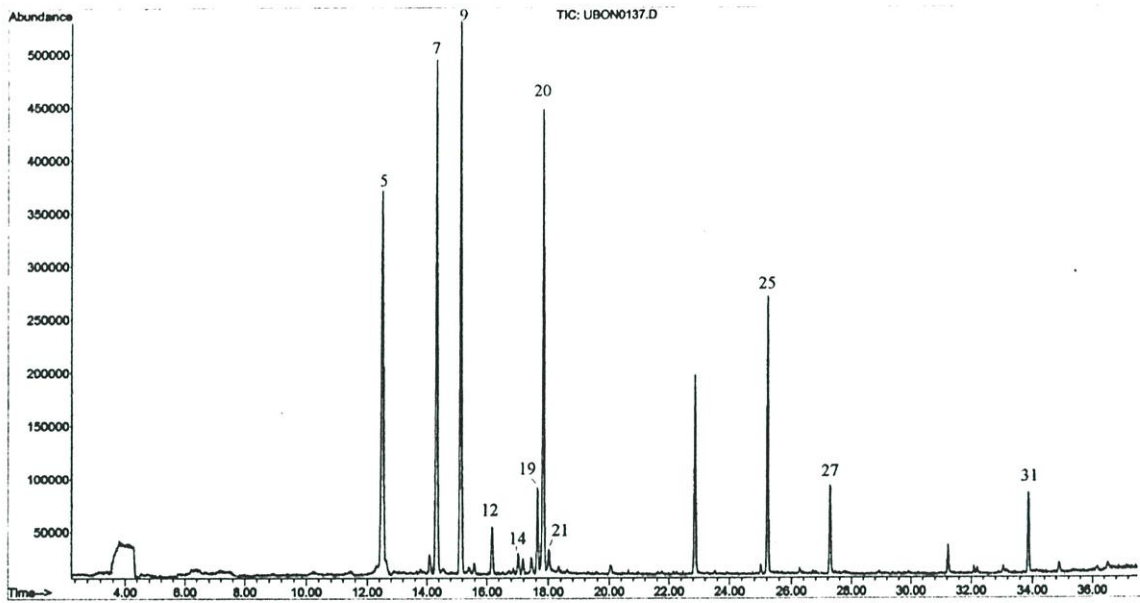
รูป ข.4.6 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PEG ในรากกระชายดำ



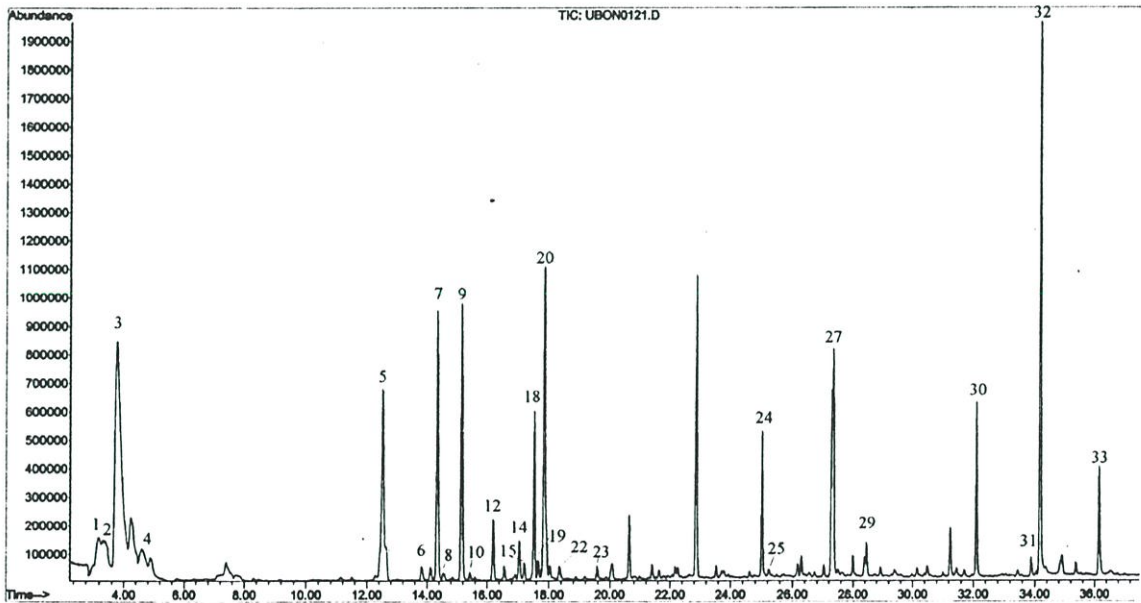
รูป ข.4.7 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PDMS ในใบกระชายดำ



รูป ข.4.8 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PEG ในใบกระชายดำ

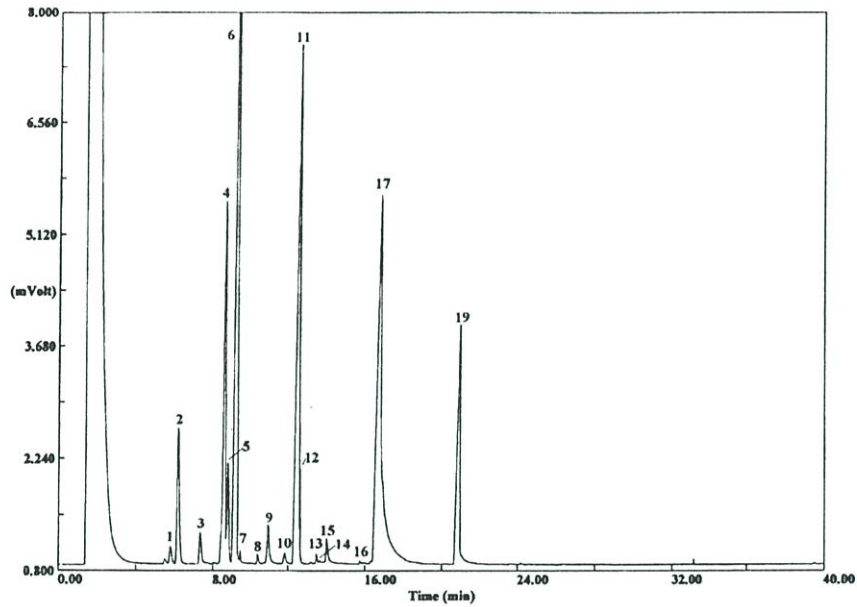


รูป ข.4.9 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PDMS ในดอกกระชายดำ

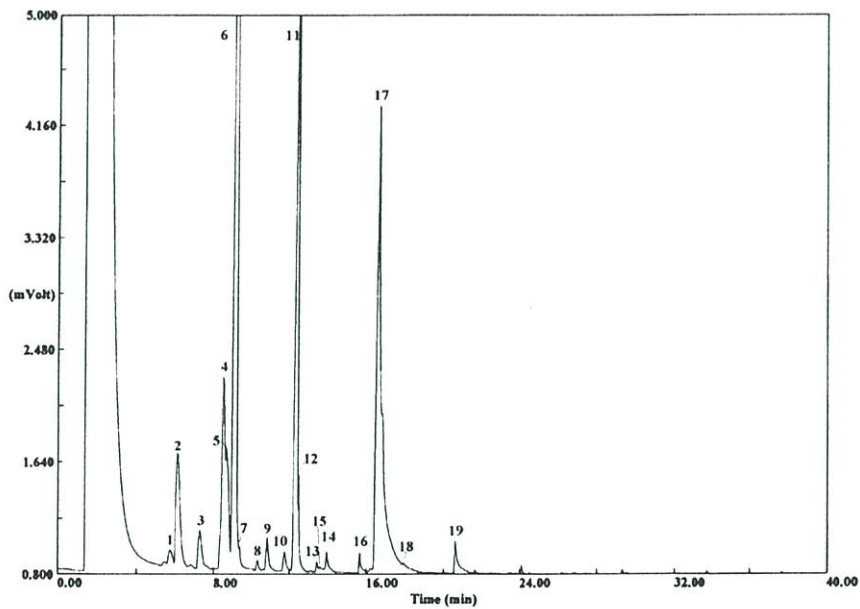


รูป ข.4.10 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PEG ในดอกกระชายดำ

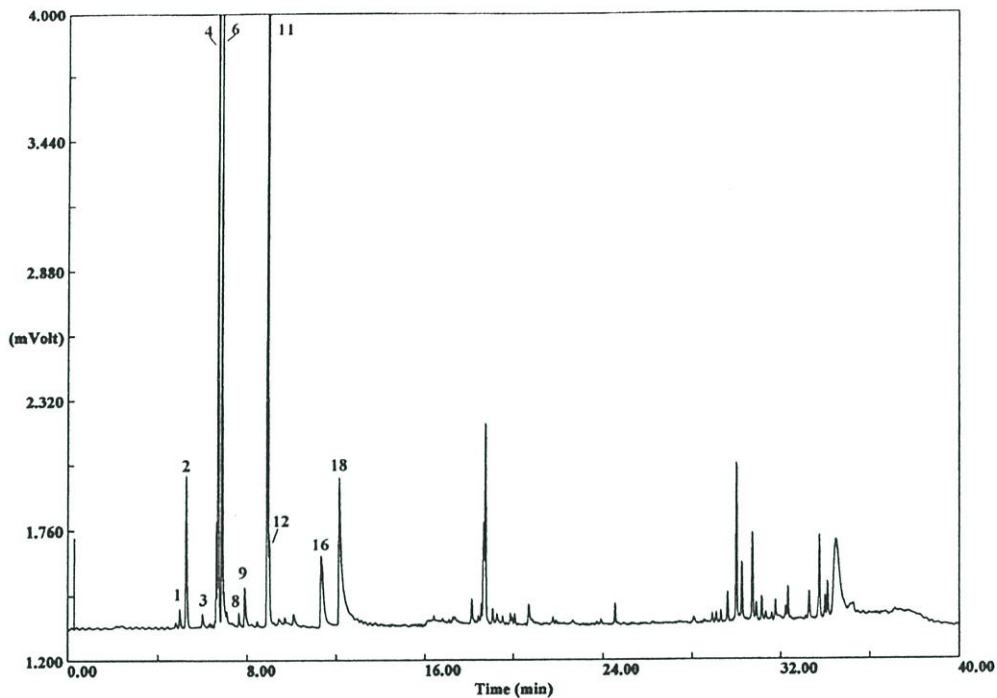
ข.5 โครมาโทแกรมผลการวิเคราะห์ห้องค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยในน้ำมันหอมระเหย
 ที่ได้จากวิธีการต้มกลั่น และจากการสกัดด้วย SPME (ไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG)
 Purge and Trap โดยใช้ GC-FID ในกระชายเหลือง



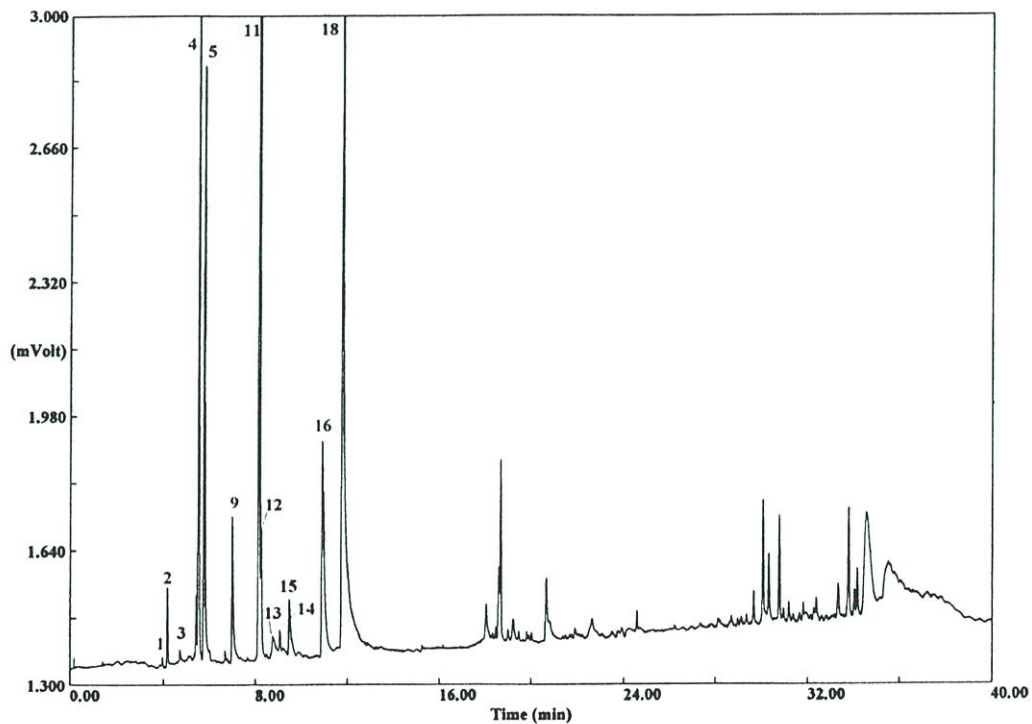
รูป ข.5.1 โครมาโทแกรมน้ำมันหอมระเหยที่ได้จากวิธีการต้มกลั่นจากเหง้าของกระชายเหลือง



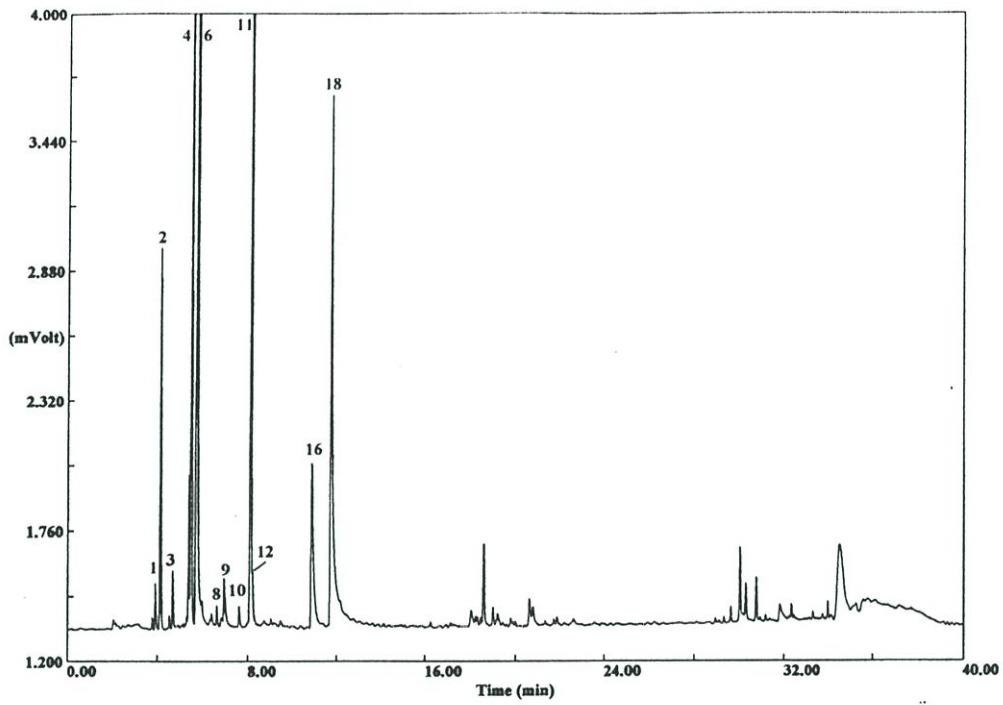
รูป ข.5.2 โครมาโทแกรมน้ำมันหอมระเหยที่ได้จากวิธีการต้มกลั่นจากรากของกระชายเหลือง



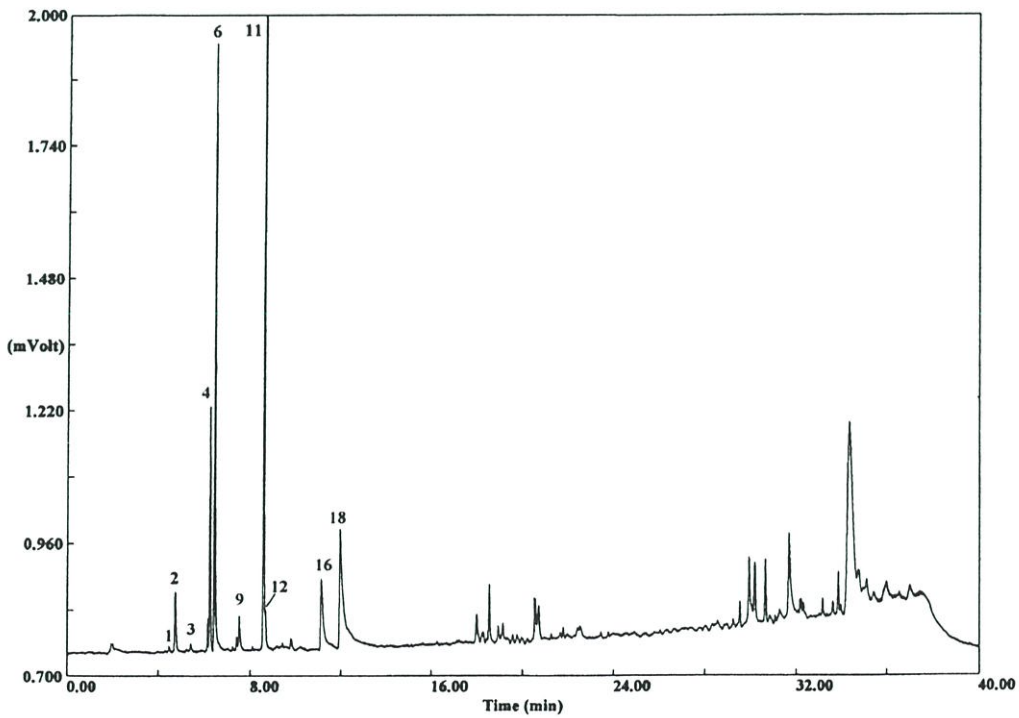
รูป ข.5.3 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PDMS ในเหง้ากระชายเหลือง



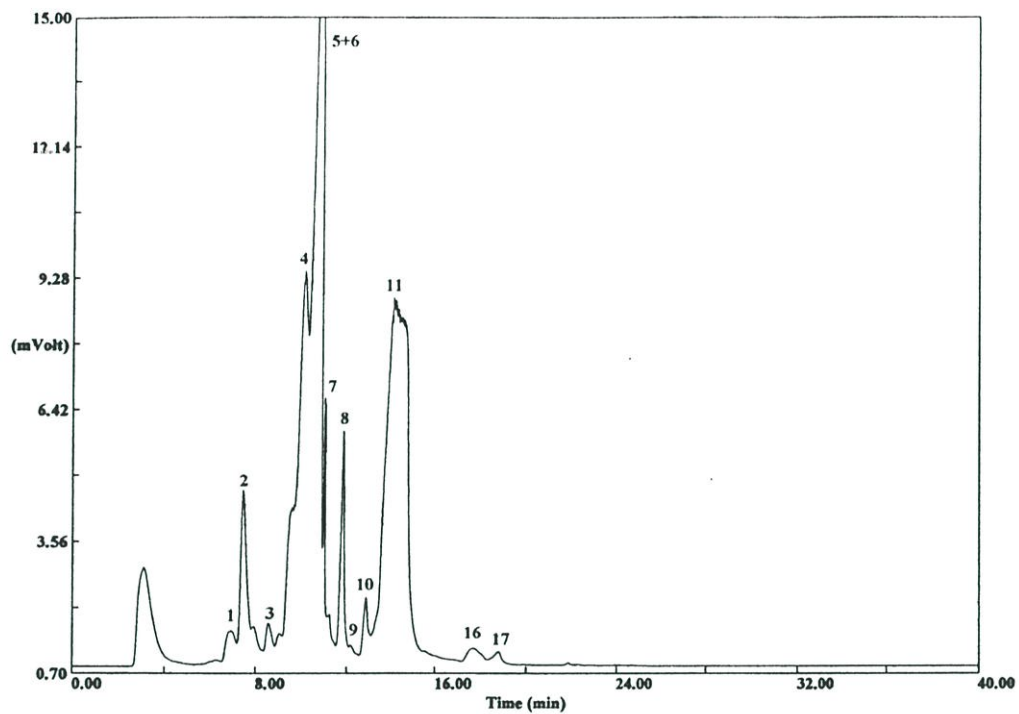
รูป ข.5.4 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PEG ในเหง้ากระชายเหลือง



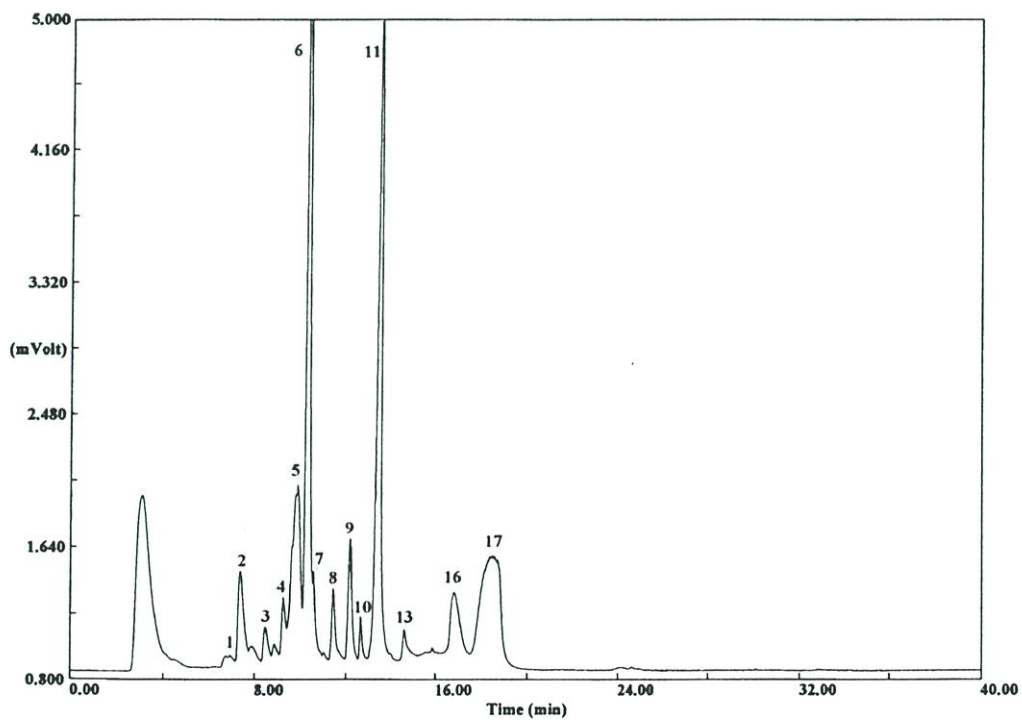
รูป ข.5.5 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PDMS ในรากกระชายเหลือง



รูป ข.5.6 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PEG ในรากกระชายเหลือง

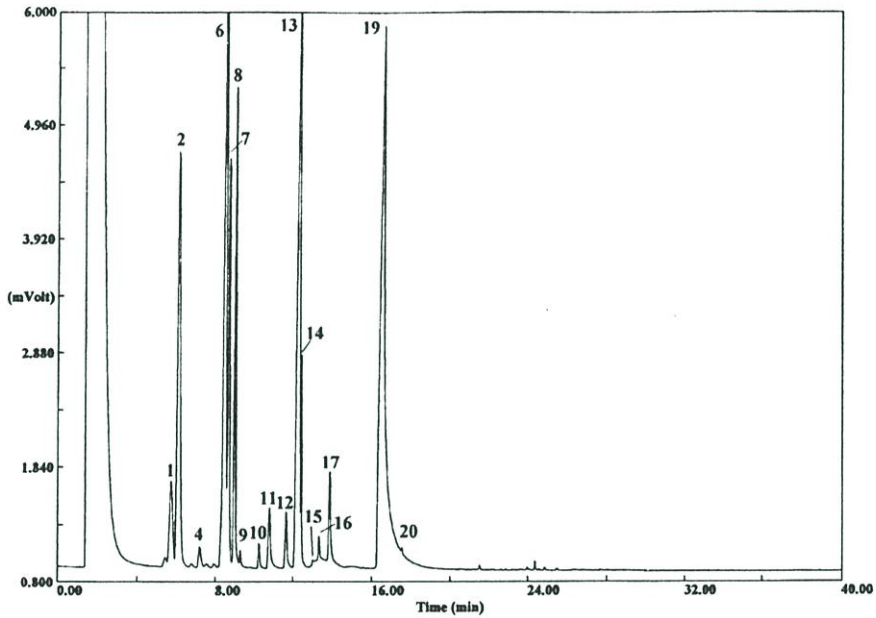


รูป ข.5.7 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วย Purge and Trap ในห้องกระชายเหลือง

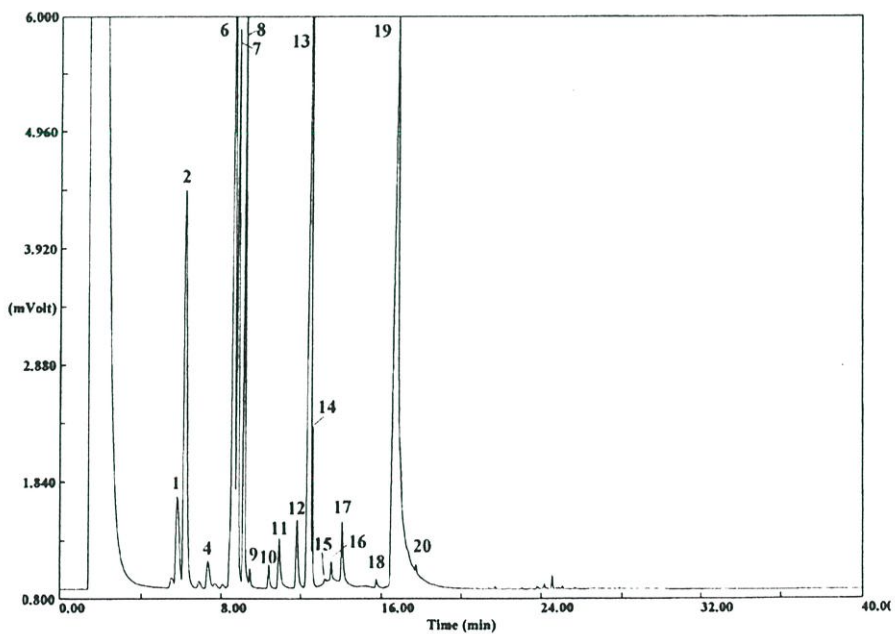


รูป ข.5.8 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วย Purge and Trap ในวากกระชายเหลือง

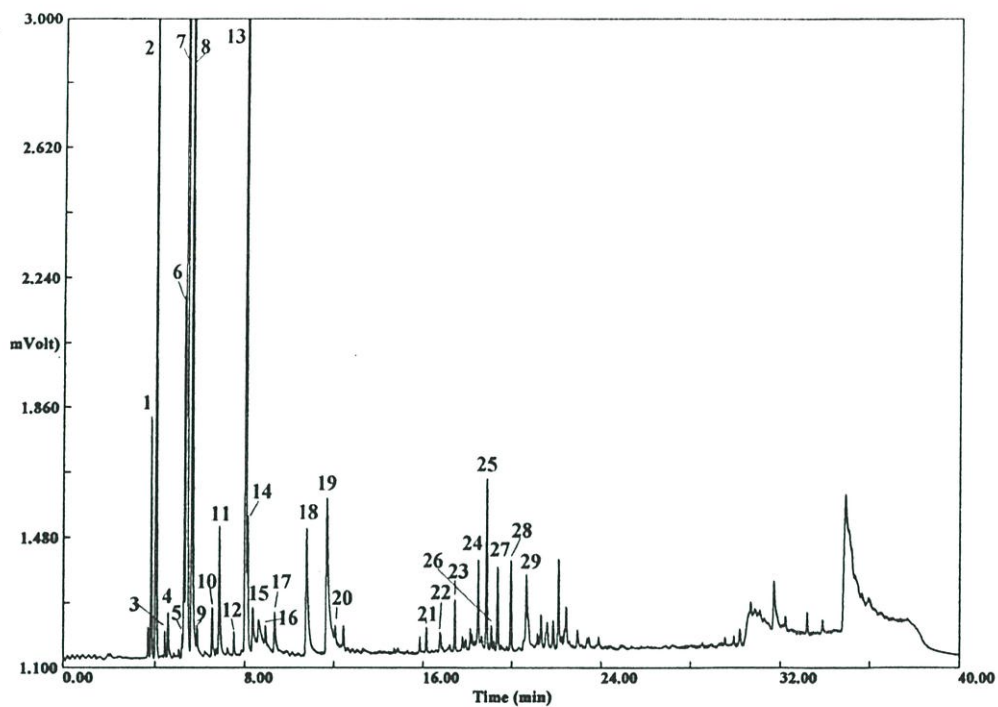
ข.6 โครมาโทแกรมผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยในน้ำมันหอมระเหยที่ได้จากวิธีการต้มกลั่น และจากการสกัดด้วย SPME (ใยเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG) Purge and Trap โดยใช้ GC-FID ในกระชายแดง



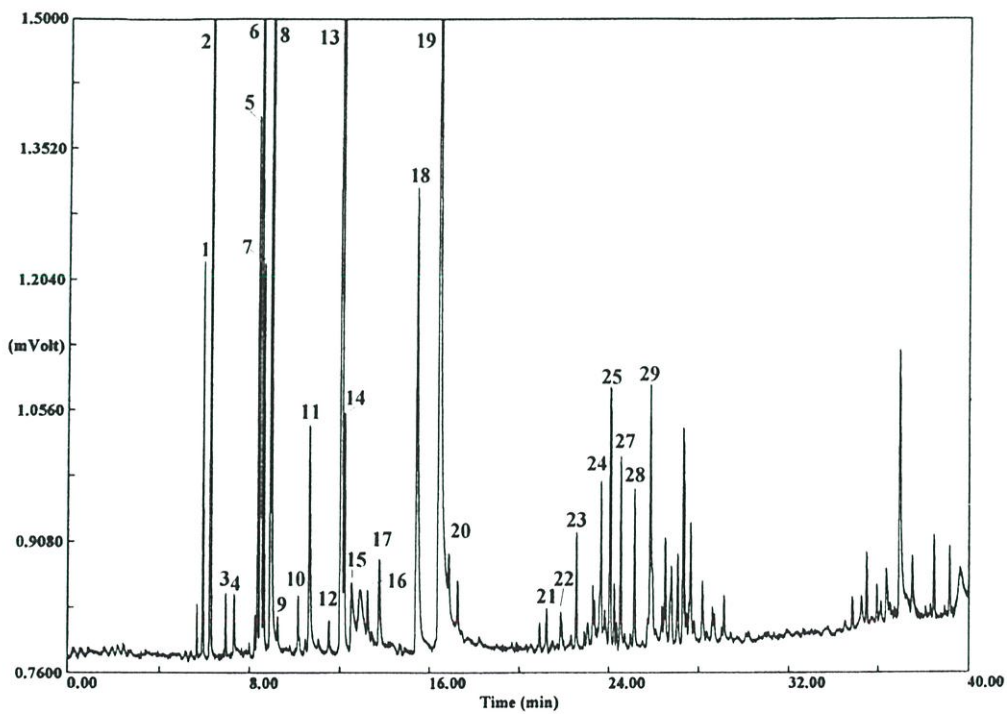
รูป ข.6.1 โครมาโทแกรมน้ำมันหอมระเหยที่ได้จากวิธีการต้มกลั่นจากเหง้าของกระชายแดง



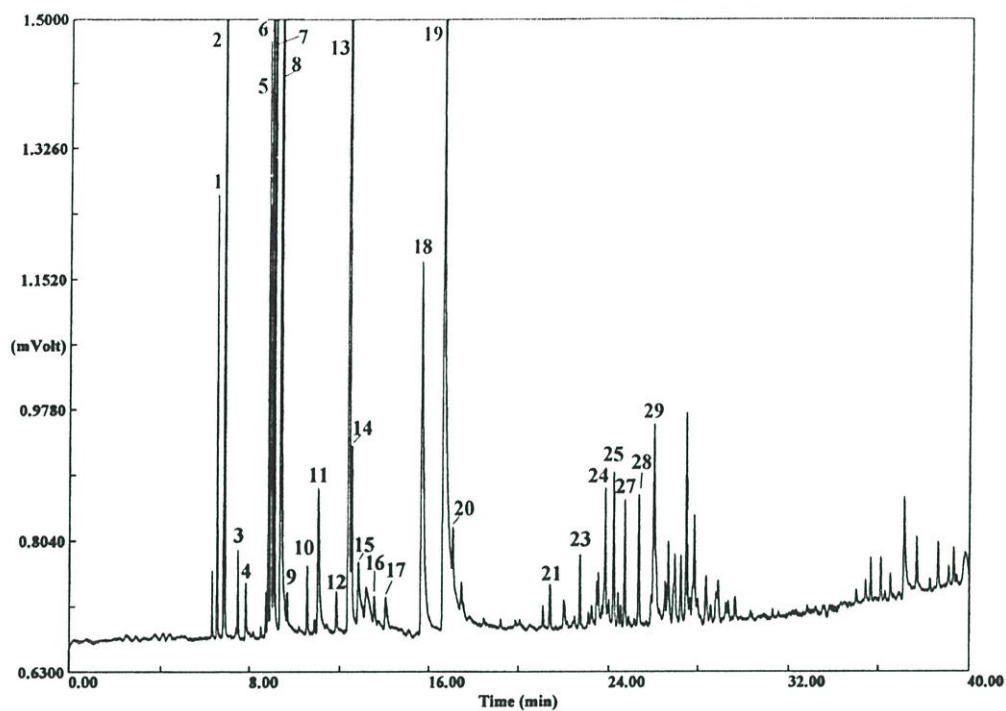
รูป ข.6.2 โครมาโทแกรมน้ำมันหอมระเหยที่ได้จากวิธีการต้มกลั่นจากรากของกระชายแดง



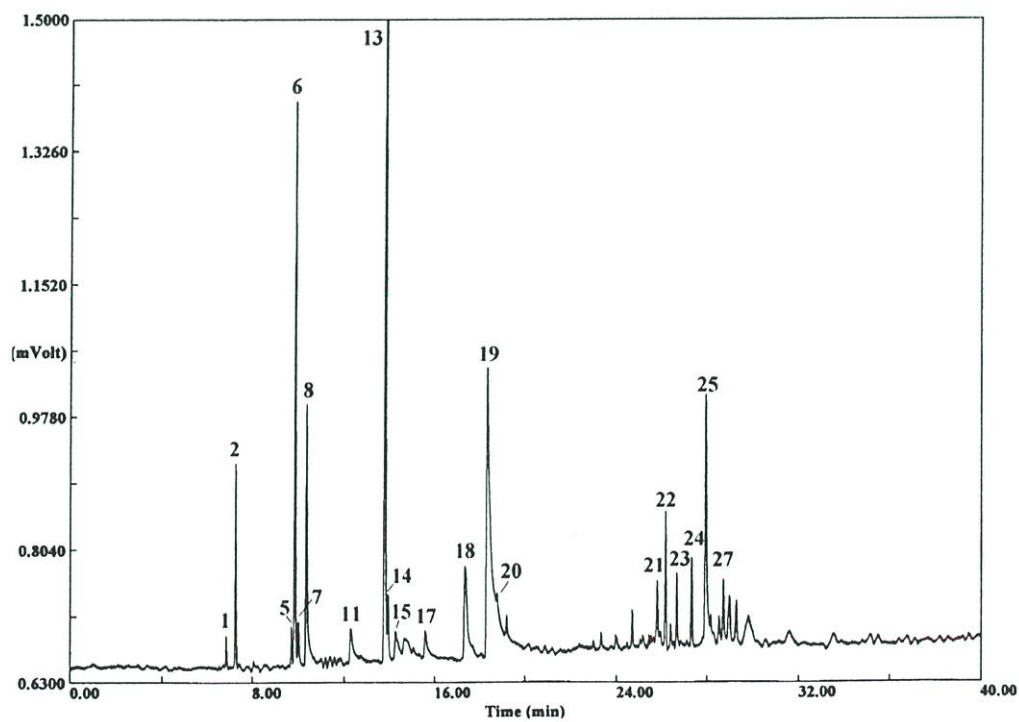
รูป ข.6.3 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PDMS ในเหง้าของกระชายแดง



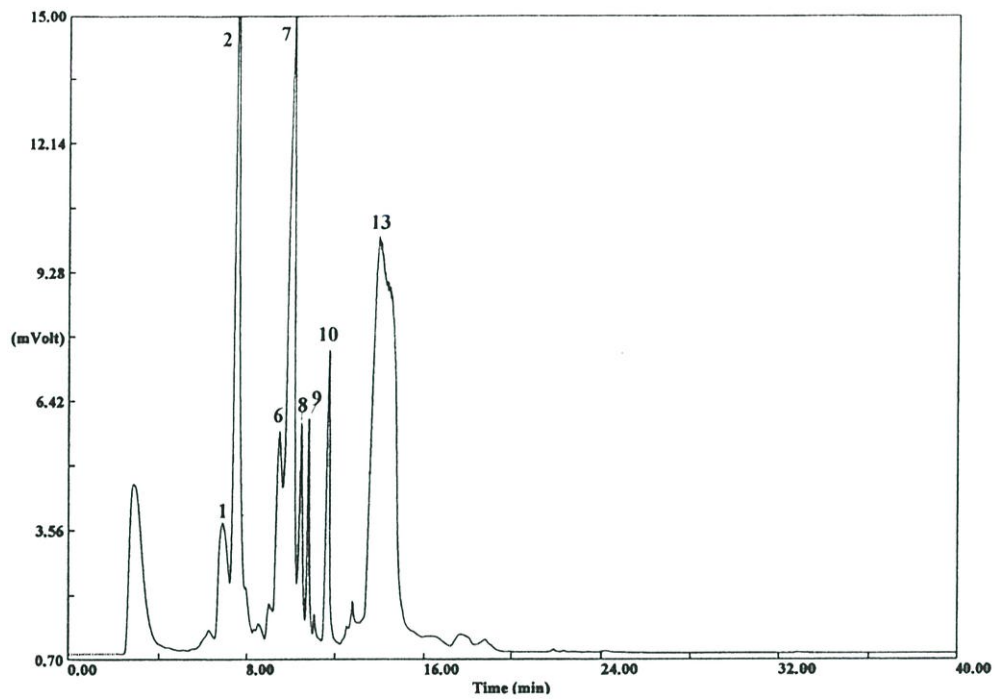
รูป ข.6.4 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PEG ในเหง้าของกระชายแดง



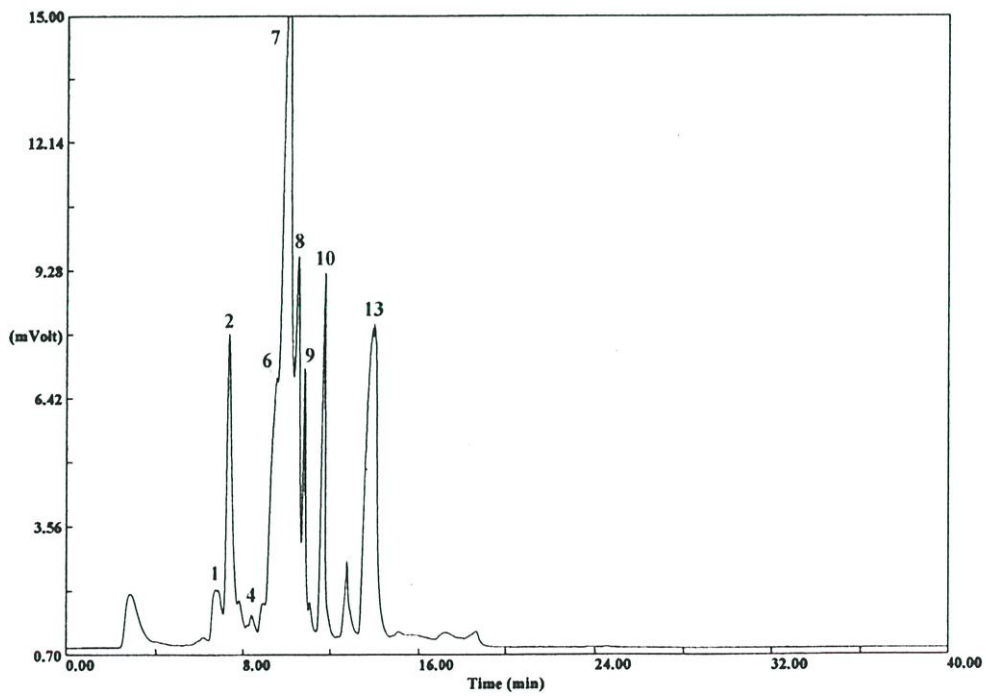
รูป ข.6.5 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PDMS ในรากของกระชายแดง



รูป ข.6.6 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PEG ในรากของกระชายแดง

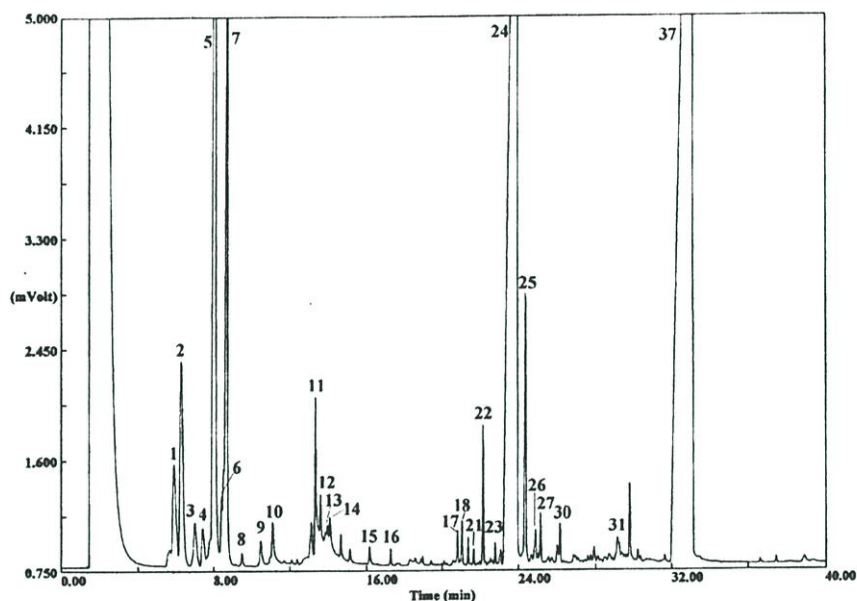


รูป ข.6.7 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วย Purge and Trap ในเหง้าของกระชายแดง

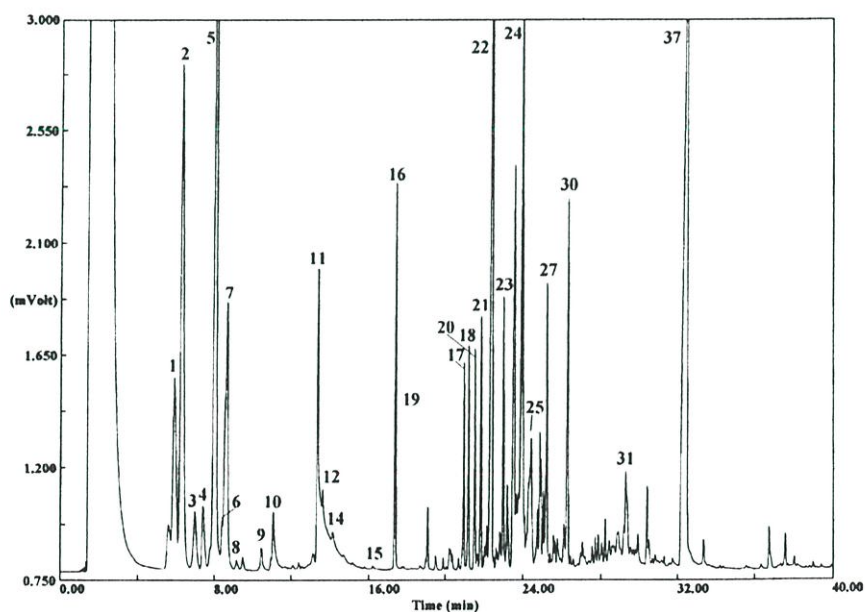


รูป ข.6.8 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วย Purge and Trap ในรากของกระชายแดง

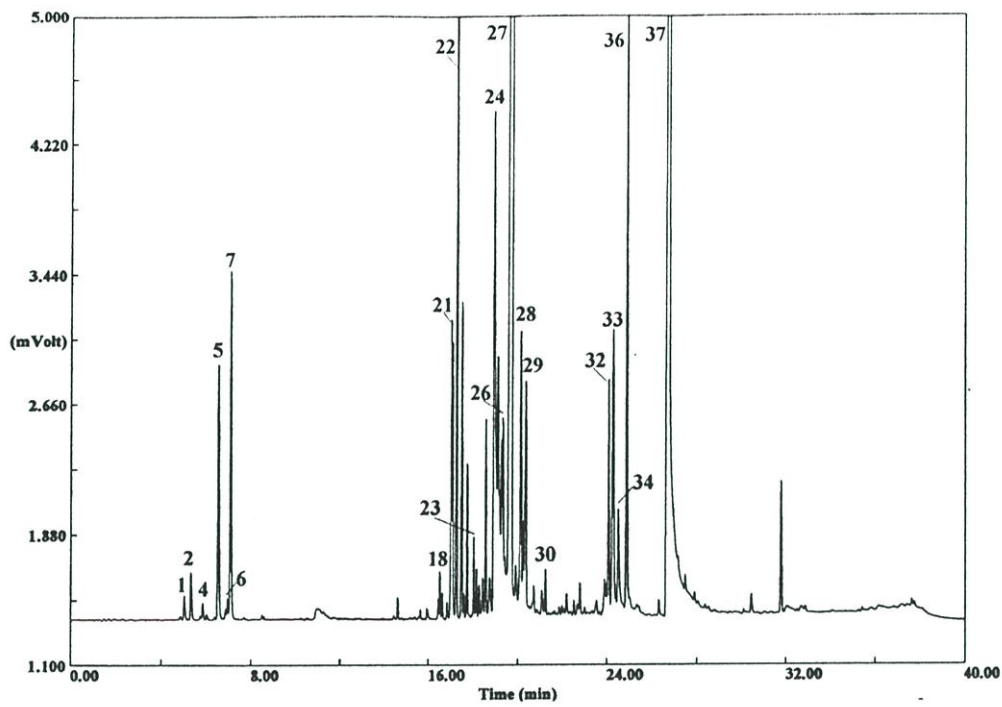
ข.7. โครมาโทแกรมผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยในน้ำมันหอมระเหยที่ได้จากวิธีการต้มกลั่น และจากการสกัดด้วย SPME (ไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG) Purge and Trap โดยใช้ GC-FID ในเปราะหอม



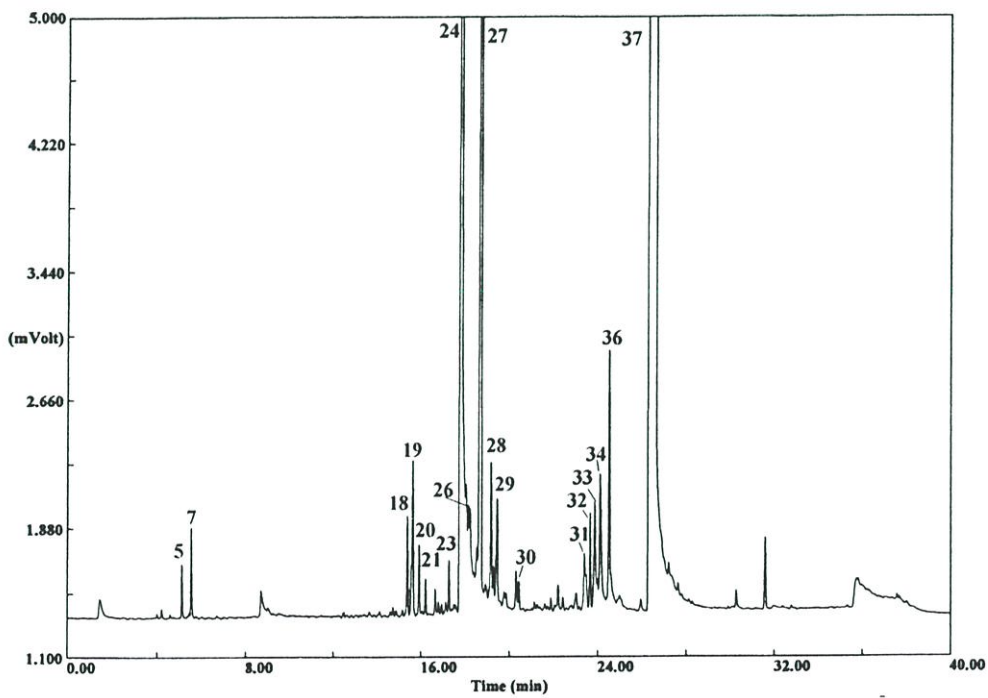
รูป ข.7.1 โครมาโทแกรมน้ำมันหอมระเหยที่ได้จากวิธีการต้มกลั่นจากเหง้าของเปราะหอม



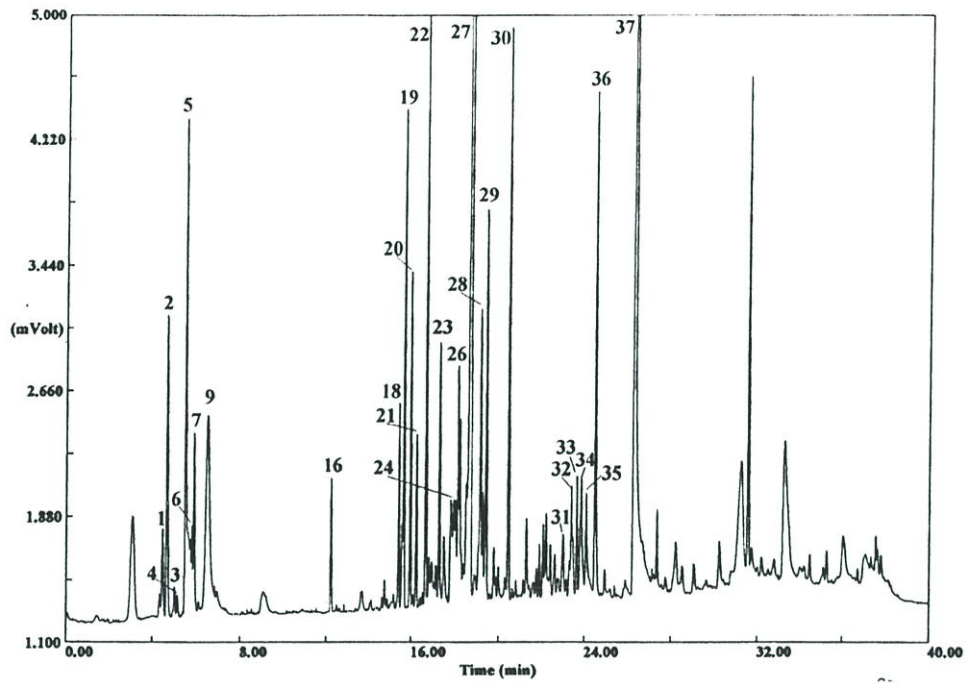
รูป ข.7.2 โครมาโทแกรมน้ำมันหอมระเหยที่ได้จากวิธีการต้มกลั่นจากรากของเปราะหอม



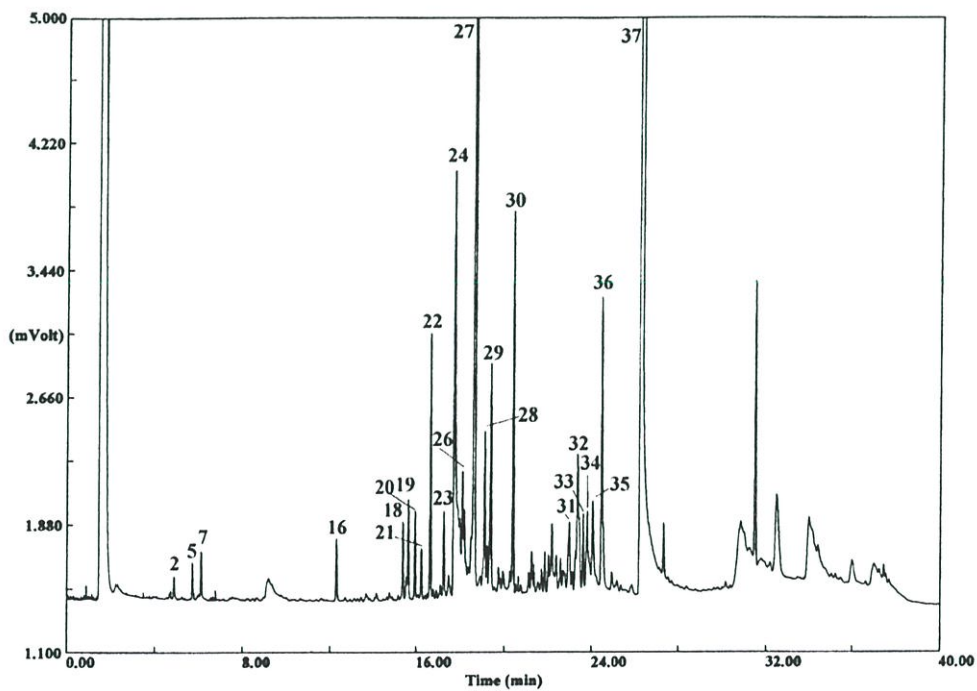
รูป ข.7.3 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PDMS ในเหง้าของเปราะหอม



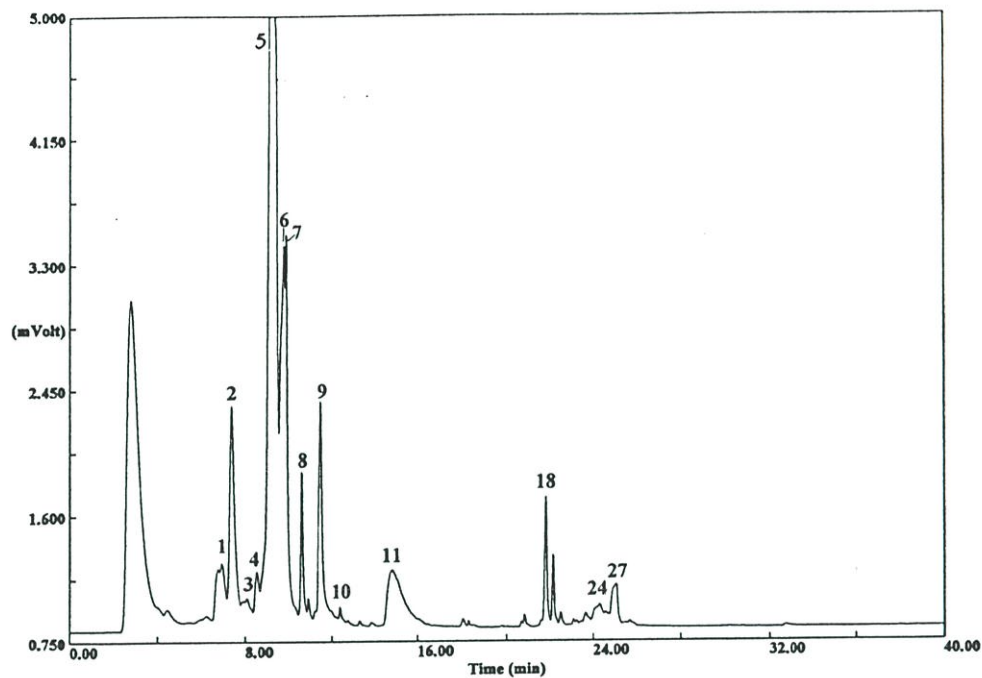
รูป ข.7.4 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PEG ในเหง้าของเปราะหอม



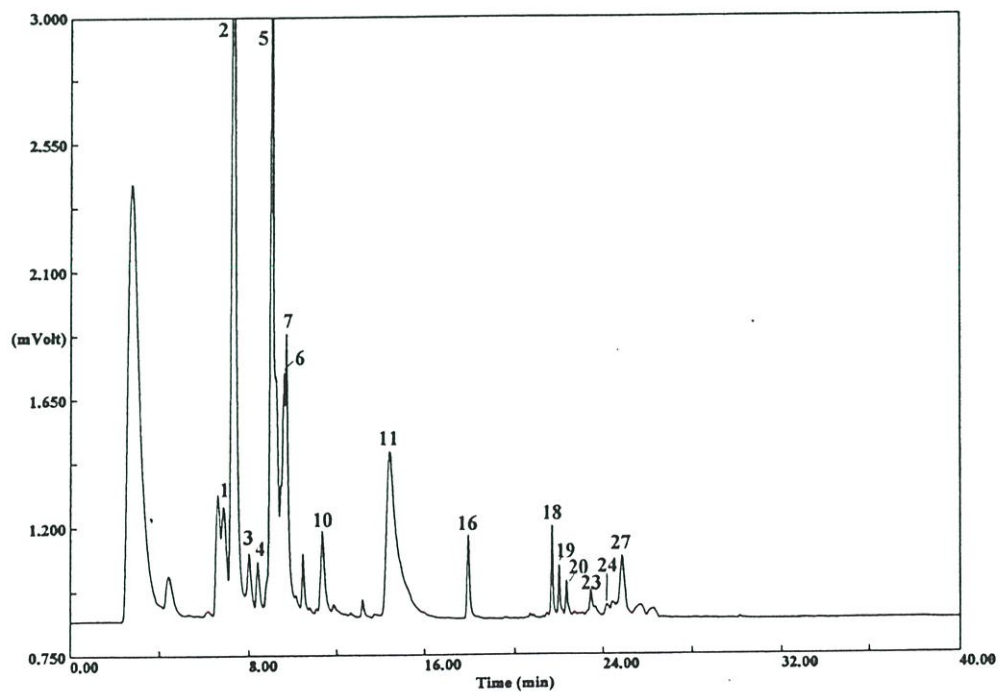
รูป ข.7.5 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PDMS ในรากของเปราะหอม



รูป ข.7.6 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PEG ในรากของเปราะหอม

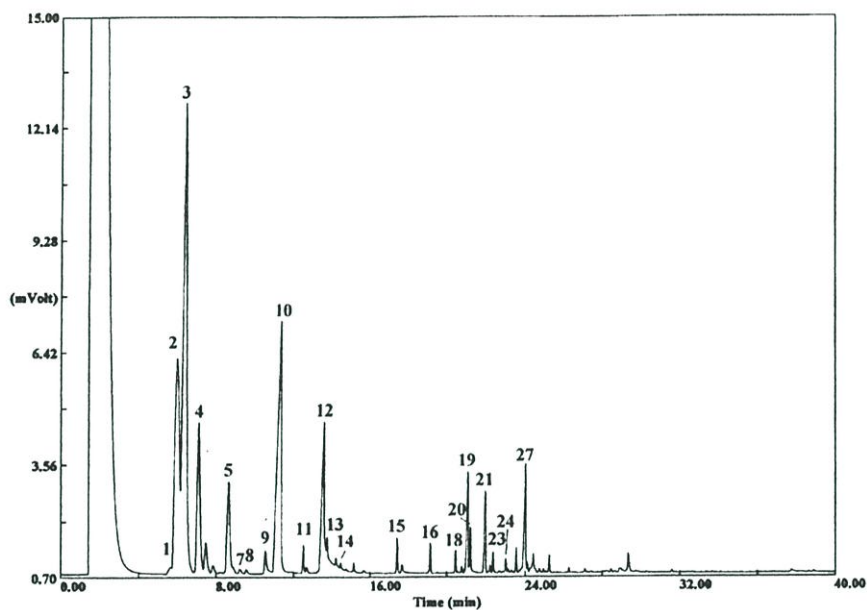


รูป ข.7.7 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วย Purge and Trap ในเหง้าของเปราะหอม

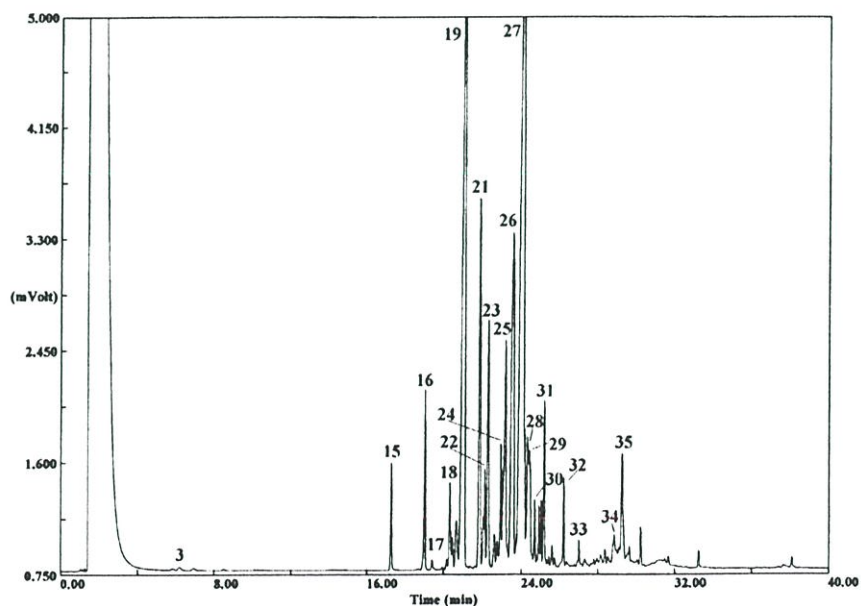


รูป ข.7.8 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วย Purge and Trap ในรากของเปราะหอม

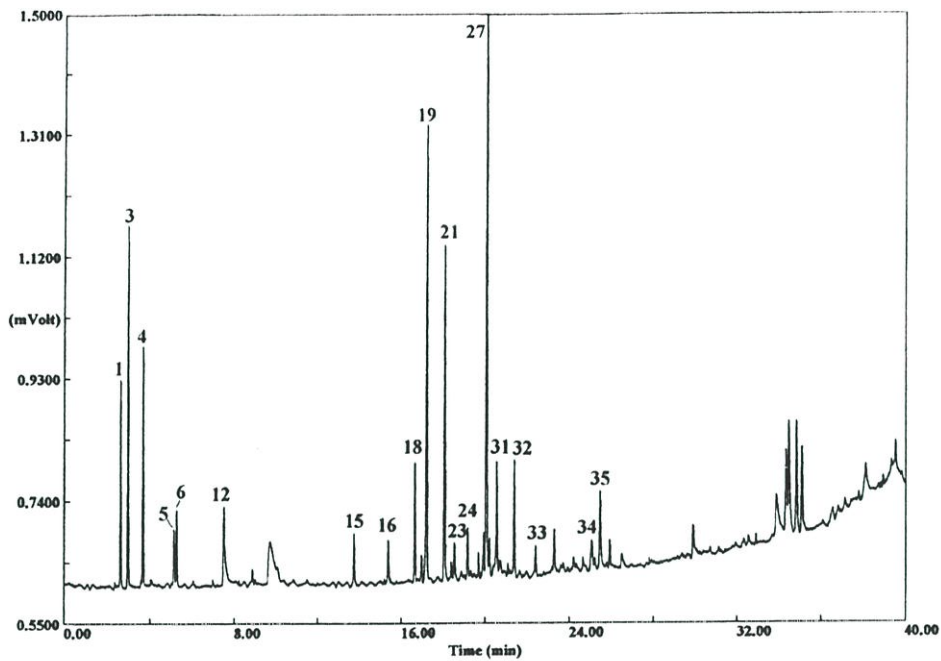
ข.8 โครมาโทแกรมผลการวิเคราะห์ห้องค์ประกอบทางเคมีของสารหอมระเหยในน้ำมันหอมระเหยที่ได้จากวิธีการต้มกลั่น และจากการสกัดด้วย SPME (ไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG) Purge and Trap โดยใช้ GC-FID ในกระชายดำ



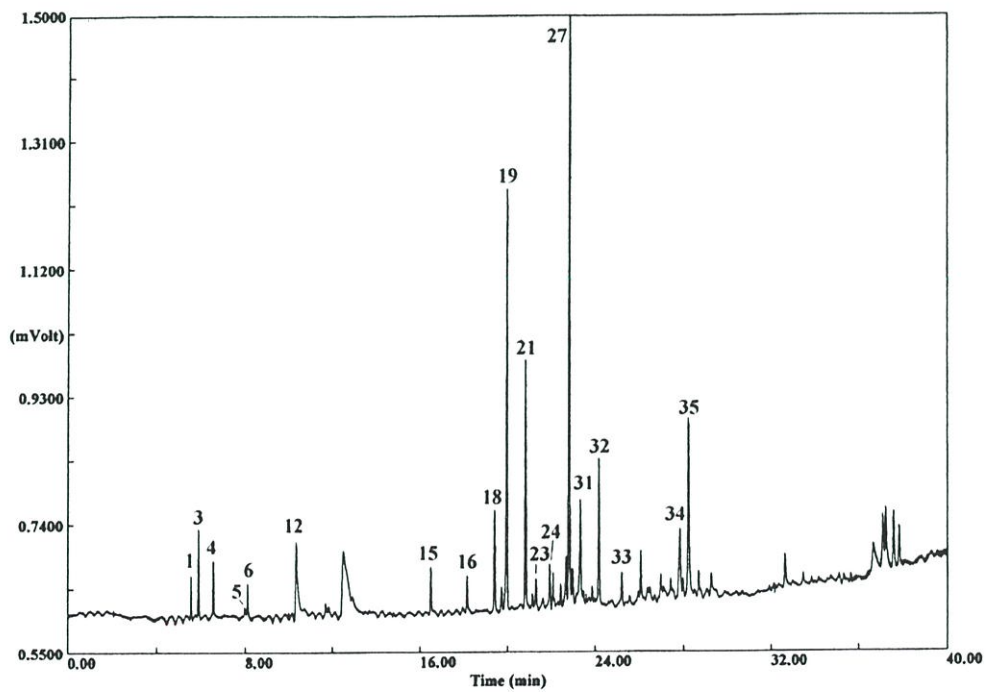
รูป ข.8.1 โครมาโทแกรมน้ำมันหอมระเหยที่ได้จากวิธีการต้มกลั่นจากเหง้าของกระชายดำ



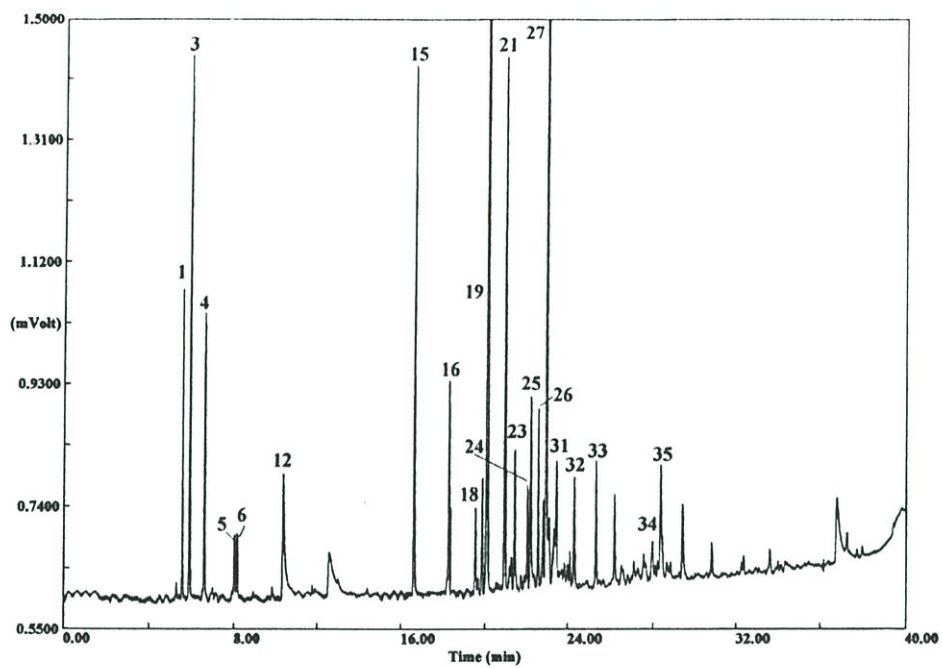
รูป ข.8.2 โครมาโทแกรมน้ำมันหอมระเหยที่ได้จากวิธีการต้มกลั่นจากรากของกระชายดำ



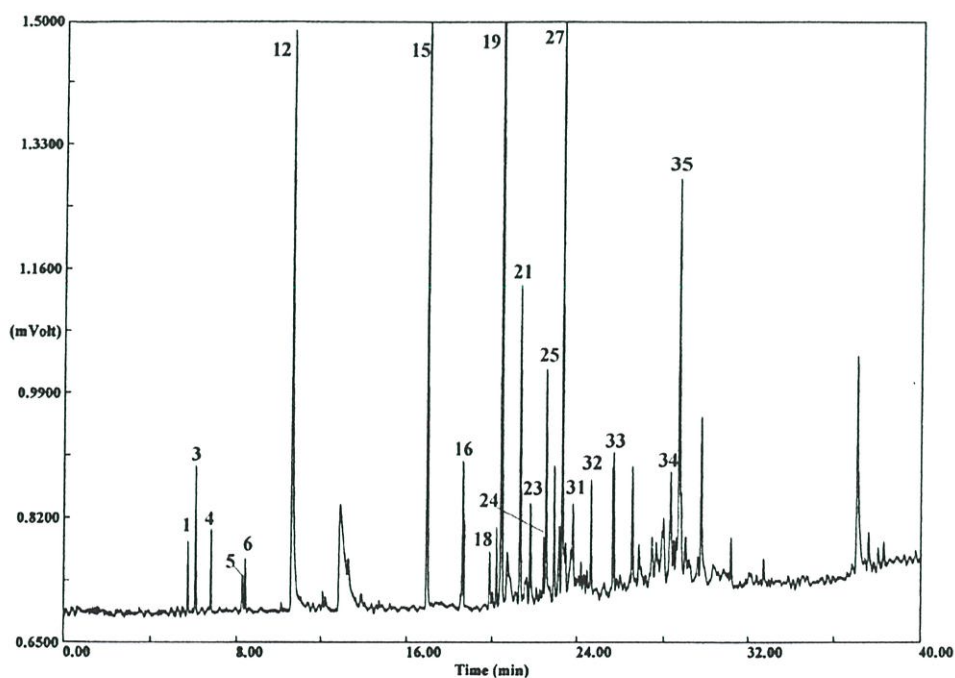
รูป ข.8.3 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PDMS ในเหง้าของกระชายดำ



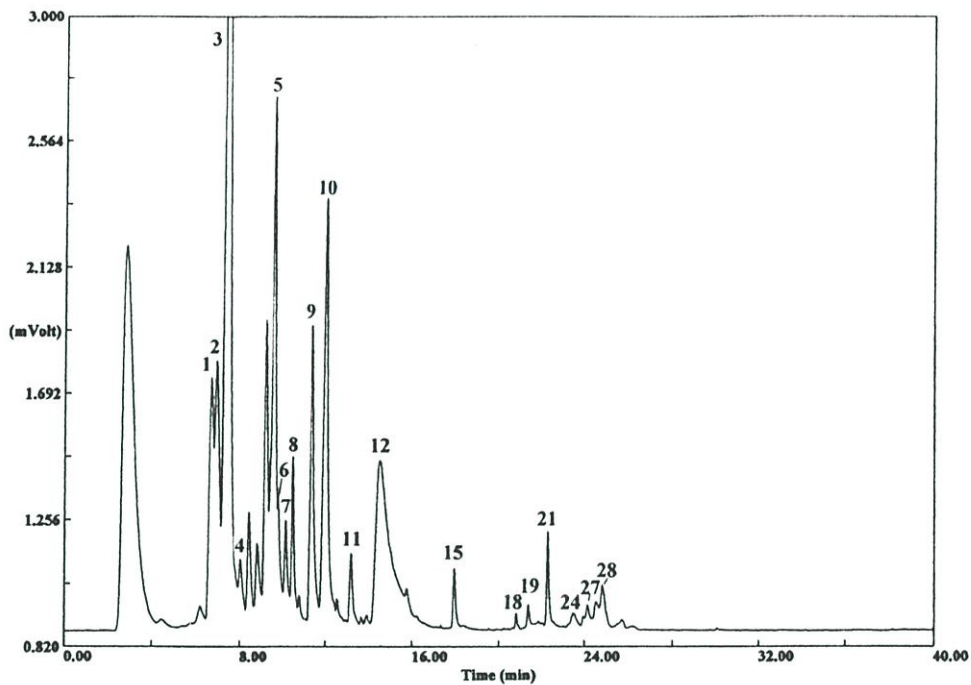
รูป ข.8.4 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PEG ในเหง้าของกระชายดำ



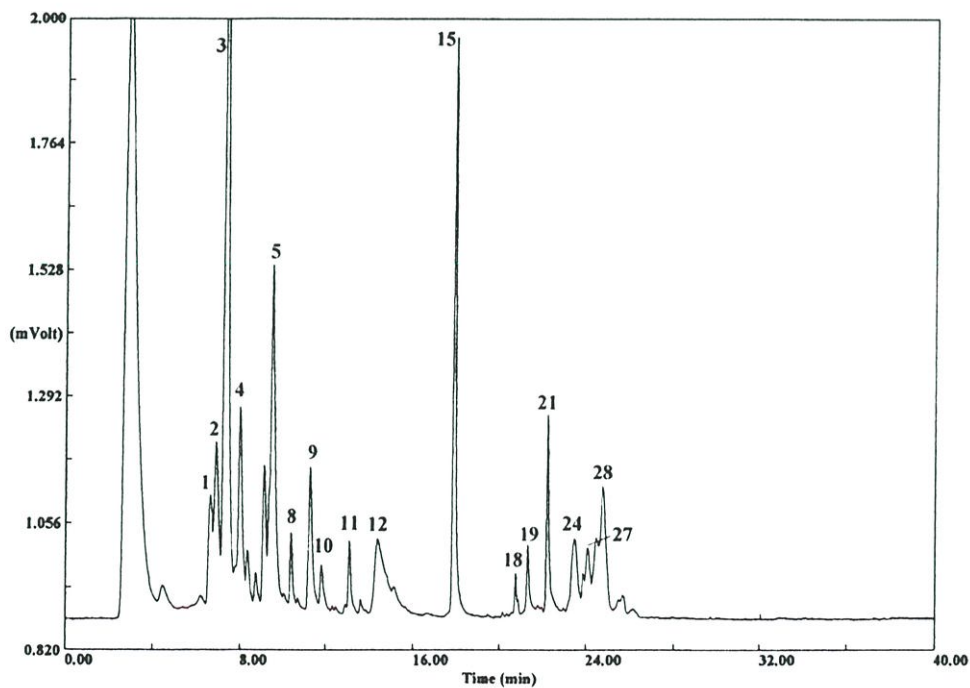
รูป ข.8.5 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PDMS ในรากของกระชายดำ



รูป ข.8.6 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PEG ในรากของกระชายดำ



รูป ข.8.7 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วย Purge and Trap ในเหง้าของกระชายดำ



รูป ข.8.8 โครมาโทแกรมจากการสกัดด้วย Purge and Trap ในรากของกระชายดำ

ภาคผนวก ค.

การคำนวณ

ค.1. การคำนวณขีดจำกัดการตรวจวัด

การทดสอบและการคำนวณเพื่อหาขีดจำกัดการตรวจวัด ทำการทดสอบและคำนวณตามวิธีของ International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC)

1. สูตรการคำนวณและวิธีทดสอบ

1.1 เตรียมสารมาตรฐานที่ความเข้มข้นที่แน่นอนต่าง ๆ กัน แล้วนำไปทำการทดลอง นำผลการทดลองที่ได้มาสร้างกราฟระหว่างความเข้มข้นกับพื้นที่ใต้พีคที่ได้ จะได้กราฟเส้นตรง สามารถหาความชันของกราฟได้จากสมการ

$$Y = aX + b$$

เมื่อ a คือ ความชันของกราฟ

b คือ จุดตัดแกน Y

1.2 เมื่อหาความชันของกราฟได้แล้ว นำสารละลายที่ปราศจากสารมาตรฐาน (blank solution) นำไปทำการทดลองเช่นเดียวกัน แล้วนำมาคำนวณหาค่าเฉลี่ย และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน

$$\text{ค่าเฉลี่ย blank } (\bar{Y}_b) = \frac{\sum_{j=1}^{n_b} Y_{b_j}}{n_b}$$

$$\text{Standard Deviation of blank } (S_b) = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^{n_b} (Y_{b_j} - \bar{Y}_b)^2}{(n_b - 1)}}$$

1.3 นำค่าที่ได้ทั้งหมดมาคำนวณหาค่าสัญญาณต่ำสุดที่สามารถวัดได้ หรือค่าขีดจำกัดการตรวจวัด และ ขีดจำกัดในการตรวจวิเคราะห์ปริมาณ

$$\text{สัญญาณต่ำสุดที่วัดได้ } (Y_L) = \bar{Y}_b + 3(S_b)$$

(เมื่อ 3 คือค่า $k = \text{confidence Level of } 99.86\%$ เมื่อ $Y_L \geq \bar{Y}_b + 3(S_b)$)

$$\text{Limits of Detection } (C_L) = \frac{(Y_L - \bar{Y}_B)}{a}$$

หรือ

$$C_L = \frac{3(S_B)}{a}$$

เมื่อ

- Y_L คือ สัญญาณต่ำสุดที่วัดได้
 \bar{Y}_B คือ ค่าเฉลี่ยของสัญญาณจาก Blank
 S_B คือ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของ Blank
 C_L คือ ความเข้มข้นต่ำสุดที่วัดได้
 a คือ ความชันของกราฟ (สภาพไว)

2. การคำนวณขีดจำกัดการตรวจวัด เมื่อทำการสกัดสารมาตรฐานทั้ง 4 ชนิด ที่มีความเข้มข้นในช่วง 20-500 นาโนกรัม/มิลลิลิตร และวิเคราะห์ด้วย GC-MS ได้ผลการทดลองดังตารางที่ ค.1

ตารางที่ ค.1 ผลการทดลองจากการสกัดสารมาตรฐาน 4 ชนิด โดยใช้ไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG

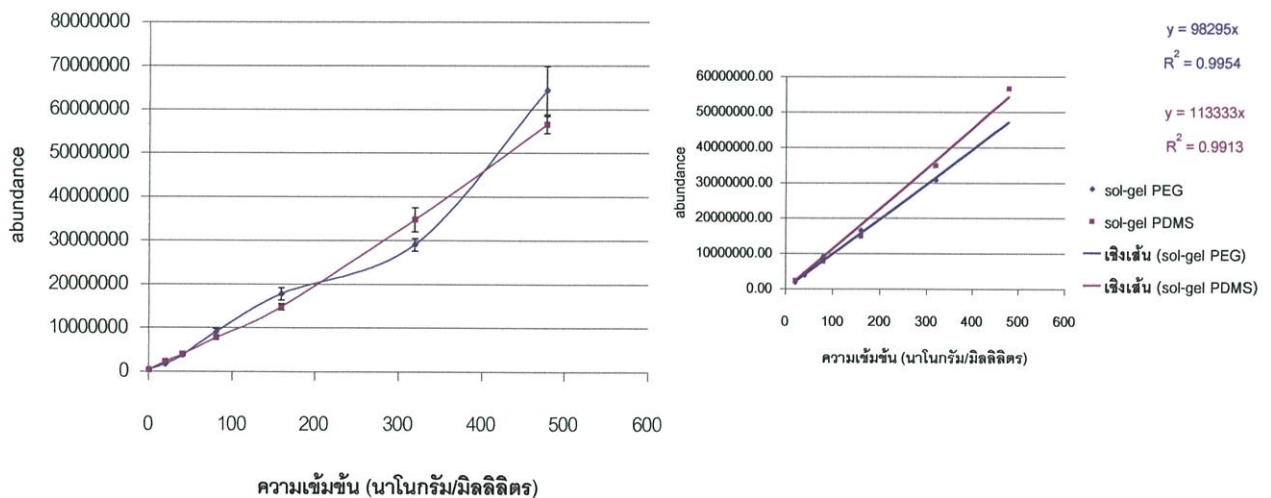
สารมาตรฐาน	ความเข้มข้น	พื้นที่ใต้พีค	
		ไฟเบอร์ sol-gel PDMS	ไฟเบอร์ sol-gel PEG
limonene	19.92	2232376	1712706
	39.84	3887948	3716763
	79.68	7682969	9043036
	159.36	14780559.20	17745000
	318.72	34761572	30693175
γ -terpinene	21.76	2423980	3091456
	43.52	4039161	5674518
	87.04	8665928	9498269
	174.08	16341293	16306728
	348.16	39085874	33754548

ตารางที่ ค.1 (ต่อ)

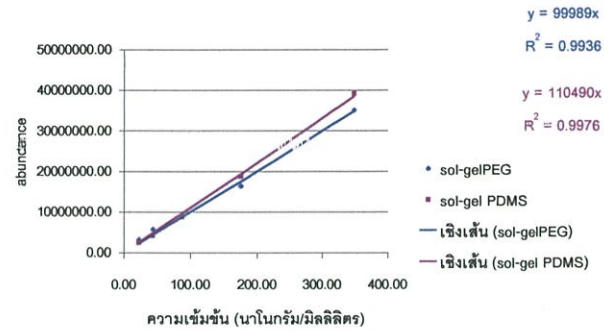
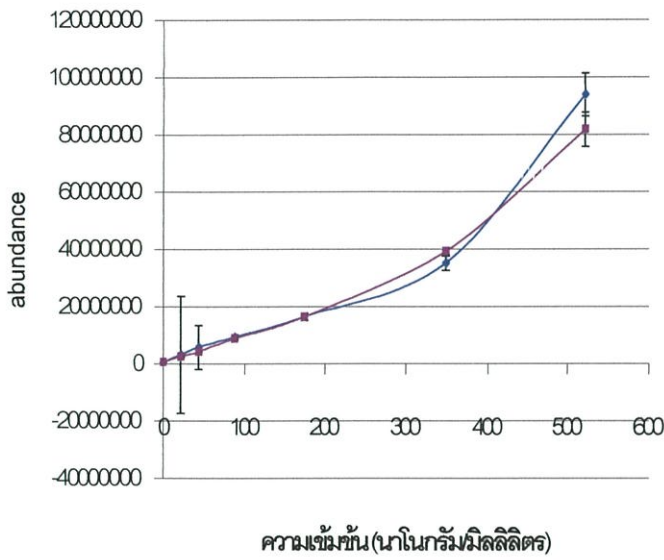
สารมาตรฐาน	ความเข้มข้น	พื้นที่ที่ได้ฟีก	
		ไฟเบอร์ sol-gel PDMS	ไฟเบอร์ sol-gel PEG
safrole	22.40	4814477	24098422
	44.80	11103308	48024218
	89.60	17621797	75458146
	179.20	38138438	140081863
	358.40	70161251	296582649
thymol	20.40	1387690	13923739
	40.80	2637600	14500000
	81.60	4429791	32001519
	163.20	8043317	46712404
	326.00	15509515	90693724

หมายเหตุ พื้นที่ที่ได้ฟีกได้จากค่าเฉลี่ยซึ่งทำการวัดทั้งหมด 5 ซ้ำ

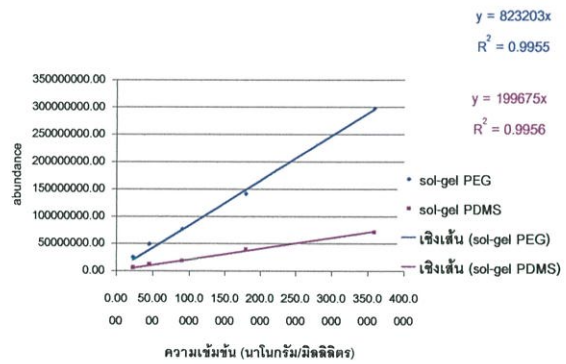
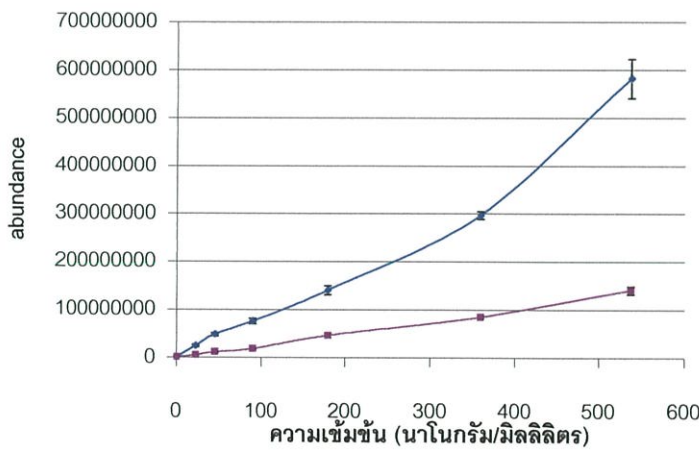
3. นำผลการทดลองจากตาราง ค.1 มาสร้างกราฟระหว่างความเข้มข้นกับพื้นที่ที่ได้ฟีก ทำให้ทราบถึงความชัน สัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R^2) และ ช่วงความสัมพันธ์ที่เป็นเส้นตรง



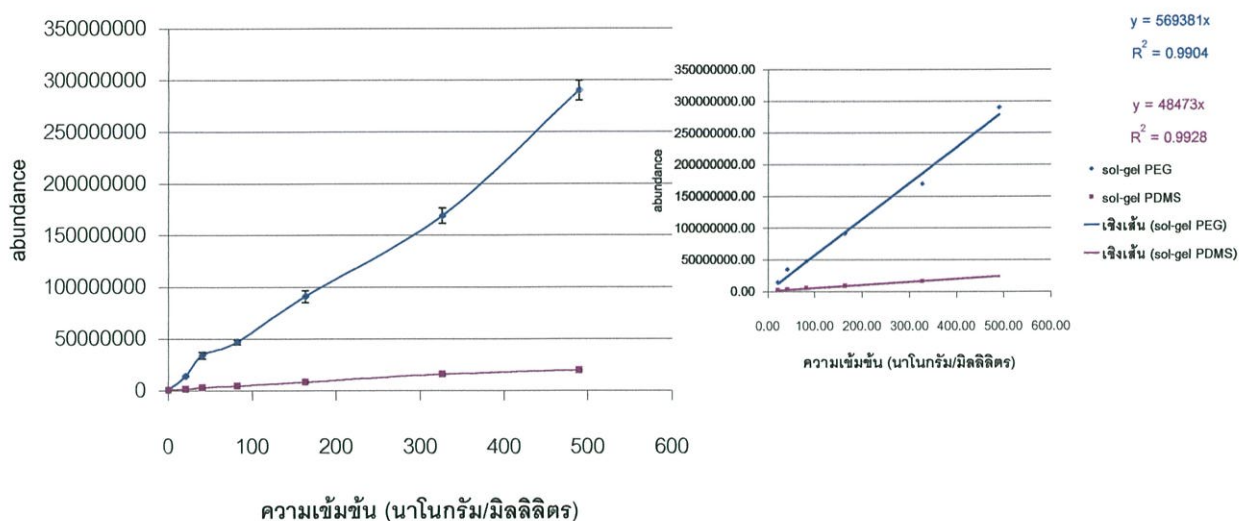
รูปที่ ค.1 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่ที่ฟีกและความเข้มข้นต่าง ๆ ในการสกัดสารมาตรฐาน limonene ด้วยไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG



รูปที่ ค.2 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่พีคและความเข้มข้นต่าง ๆ ในการสกัด สารมาตรฐาน γ -terpinene ด้วยไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG



รูปที่ ค.3 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่พีคและความเข้มข้นต่าง ๆ ในการสกัด สารมาตรฐาน safrole ด้วยไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG



รูปที่ ค.4 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่พีคและความเข้มข้นต่าง ๆ ในการสกัด สารมาตรฐาน thymol ด้วยไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG

4. จากกราฟสามารถสรุปข้อมูลได้ดังนี้

ตารางที่ ค.2 สรุปผลข้อมูลที่ได้จากกราฟ ในรูป ค.1- ค.4

สารเคมี	ช่วงความสัมพันธ์ที่เป็นเส้นตรง		ความเข้มข้น		สัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (r^2)	
	นาโนกรัม/มิลลิลิตร		นาโนกรัม/มิลลิลิตร			
	sol-gel PDMS	sol-gel PEG	sol-gel PDMS	sol-gel PEG	sol-gel PDMS	sol-gel PEG
limonene	1-500	1-500	113333	98295	0.9913	0.9954
γ -terpinene	1-320	1-320	110490	99989	0.9976	0.9936
safrole	1-320	1.320	199675	823203	0.9956	0.9955
thymol	1-500	1-320	48473	569381	0.9928	0.9904

5. หาค่าเฉลี่ยและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของ background (blank)

ตารางที่ ค.3 ข้อมูลและผลการหาค่าเฉลี่ยและ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของ blank

สารเคมี	ครั้งที่	พื้นที่ได้พืช	
		sol-gel PDMS	sol-gel PEG
limonene	1	384213	410564
	2	395804	447891
	3	400834	431028
	4	382873	426846
	5	375315	405934
mean		387807.8	424452.60
S		10331.57	16838.61
%RSD		2.66	3.97
γ -terpinene	1	480169	418495
	2	451440	484868
	3	472812	471266
	4	467587	478952
	5	420552	452539
mean		458512	461224
S		23700.45	26811.19
%RSD		5.17	5.81
safrole	1	383136	350303
	2	397966	388241
	3	371724	372697
	4	400923	339389
	5	381484	378699
mean		322488.83	365865.8
S		12088.74	20342.24
%RSD		3.75	5.56

ตารางที่ ค.3 (ต่อ)

สารเคมี	ครั้งที่	พื้นที่ได้ฟัก	
		sol-gel PDMS	sol-gel PEG
thymol	1	382638	341136
	2	401562	336966
	3	367319	367548
	4	403807	340707
	5	374941	325116
mean		386053.40	342294.6
S		16138.74	15532.99
%RSD		4.18	4.54

6. หาค่าสัญญาณต่ำสุดที่วัดได้ หรือขีดจำกัดการตรวจวัด (Limits of Detection, LODs) คำนวณได้จากสมการ

$$\text{Limit of Detection} \quad Y_{\text{LOD}} = \bar{Y}_B + 3S_B$$

$$\text{หรือ ขีดจำกัดการตรวจวัด} \quad C_{\text{LOD}} = \frac{3(S_B)}{a}$$

ดังนั้นขีดจำกัดในการตรวจวัดของไฟเบอร์ sol-gel PDMS มีค่าดังนี้

limonene	=	$(3 \times 10331.57) / 113333$	=	0.27	นาโนกรัม/มิลลิลิตร
γ -terpinene	=	$(3 \times 23700.45) / 110490$	=	0.64	นาโนกรัม/มิลลิลิตร
safrole	=	$(3 \times 12088.74) / 199675$	=	0.18	นาโนกรัม/มิลลิลิตร
thymol	=	$(3 \times 16138.73) / 48473$	=	1.00	นาโนกรัม/มิลลิลิตร

และขีดจำกัดในการตรวจวัดของไฟเบอร์ sol-gel PEG มีค่าดังนี้

limonene	=	$(3 \times 16838.6) / 98295$	=	0.51	นาโนกรัม/มิลลิลิตร
γ -terpinene	=	$(3 \times 26811.1) / 99989$	=	0.80	นาโนกรัม/มิลลิลิตร
safrole	=	$(3 \times 20342.2) / 823203$	=	0.07	นาโนกรัม/มิลลิลิตร
thymol	=	$(3 \times 15532.99) / 569381$	=	0.08	นาโนกรัม/มิลลิลิตร

7. ปริมาณต่ำสุดของสารที่ต้องการวิเคราะห์ หรือ ขีดจำกัดในการตรวจวิเคราะห์ปริมาณ โดยที่ความถูกต้องแม่นยำอยู่ในเกณฑ์ยอมรับได้ (Limits of Quantitation, LOQs) คำนวณได้จากสมการ

Limit of Quantitation

$$Y_{LOQ} = \bar{Y}_b + 10S_b$$

หรือขีดจำกัดในการตรวจวิเคราะห์ปริมาณ

$$C_{LOQ} = \frac{10(S_b)}{a}$$

ดังนั้นขีดจำกัดในการตรวจวิเคราะห์ปริมาณของไฟเบอร์ sol-gel PDMS มีค่าดังนี้

limonene	=	$(10 \times 10331.57) / 113333$	=	0.91	นาโนกรัม/มิลลิลิตร
γ -terpinene	=	$(10 \times 23700.45) / 110490$	=	2.15	นาโนกรัม/มิลลิลิตร
safrole	=	$(10 \times 12088.74) / 199675$	=	0.61	นาโนกรัม/มิลลิลิตร
thymol	=	$(10 \times 16138.73) / 48473$	=	3.33	นาโนกรัม/มิลลิลิตร

และขีดจำกัดในการตรวจวิเคราะห์ปริมาณของไฟเบอร์ sol-gel PEG มีค่าดังนี้

limonene	=	$(10 \times 16838.6) / 98295$	=	1.71	นาโนกรัม/มิลลิลิตร
γ -terpinene	=	$(10 \times 26811.1) / 99989$	=	2.68	นาโนกรัม/มิลลิลิตร
safrole	=	$(10 \times 20342.2) / 823203$	=	0.25	นาโนกรัม/มิลลิลิตร
thymol	=	$(10 \times 15532.99) / 569381$	=	0.27	นาโนกรัม/มิลลิลิตร

ค.2 การหาค่า Reproducibility

ค.2.1 การหาค่า reproducibility ภายในไฟเบอร์อันเดียวกัน

ค่า reproducibility ในการวิเคราะห์บอกได้โดยใช้ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (Relative standard deviation, RSD) ซึ่งหาได้โดยการหารค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานด้วยค่าเฉลี่ย ค่า RSD นิยมนำเสนอในรูปของค่าเปอร์เซ็นต์เบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD) หรือ เรียกว่าค่าสัมประสิทธิ์ความแปรปรวน (Coefficient of variation, CV)

คำนวณโดยสูตร

$$\%RSD, CV = \frac{S}{\bar{X}} \times 100$$

เมื่อ S = standard deviation

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (x_i - \bar{X})^2}{N-1}}$$

และ \bar{X} = Mean of N measurements

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^N x_i}{N}$$

N = จำนวนครั้งที่ทดลองทั้งหมด

ค่า reproducibility หาได้โดยนำไฟเบอร์ทั้งสองชนิด คือไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG มาทำการสกัดและวิเคราะห์สารมาตรฐานผสมทั้งหมด 4 ชนิด คือ limonene, γ -terpinene, safrole และ thymol ที่ความเข้มข้น 320 นาโนกรัม/มิลลิลิตร แล้วนำพื้นที่ใต้พีคที่ได้ไปคำนวณหาค่าเปอร์เซ็นต์เบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ ได้ผลดังตาราง ค.4

ตารางที่ ค.4 ข้อมูลและผลการหาค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของไฟเบอร์ sol-gel PDMS

ครั้งที่	พื้นที่ใต้พีค			
	limonene	γ -terpinene	safrole	thymol
1	34362187	39021662	84693699	14342354
2	35201616	37613064	79138315	14681666
3	31140165	38861504	87953482	16893871
4	38826330	40804117	86248289	16144849
5	34277561	39129024	82933726	15484339
ค่าเฉลี่ย	34761571.8	39085874	70161251.83	15509515.8
S	2748829.75	1137745.06	3382001.90	1044887
%RSD	7.90	2.91	4.82	6.74

ตารางที่ ค.5 ข้อมูลและผลการหาค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของไฟเบอร์ sol-gel PEG

ครั้งที่	พื้นที่ใต้พีค			
	limonene	γ -terpinene	safrole	thymol
1	26877430	33926338	290657044	162704718
2	30693175	37106635	306138234	166553706
3	29939589	37927637	290211944	179876626
4	28740339	34505938	305151037	162493747
5	28961128	31494780	290754988	172062661
ค่าเฉลี่ย	29042332.2	34992265.60	296582649.40	168738291.60
S	1441782.51	2583219.16	8282312	7336291.42
%RSD	4.96	7.38	2.79	4.35

ค.2.2 การหาค่า Reproducibility ของไฟเบอร์-ต่อ-ไฟเบอร์

การหาค่า reproducibility ระหว่างไฟเบอร์-ต่อ-ไฟเบอร์ ทำได้โดยการใช้ไฟเบอร์ชนิดเดียวกันทั้งหมด 3 ไฟเบอร์ ทำการสกัดสารมาตรฐานทำซ้ำไฟเบอร์ละ 3 ซ้ำ
คำนวณโดยสูตร

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (x_i - \bar{X})^2}{(N-3)}}$$

และระหว่างไฟเบอร์เดียวกันคำนวณโดยใช้สูตร

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (x_i - \bar{X})^2}{N-1}}$$

ผลการคำนวณได้ดังตาราง

ตารางที่ ค.6 ข้อมูลและผลการหาค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของไฟเบอร์ sol-gel PDMS

ครั้งที่	พื้นที่ได้พัก			
	limonene	γ -terpinene	safrole	thymol
1.1	69694419	74421790	57320947	8346162
1.2	76182593	66963494	57582818	9007188
1.3	67157865	66624474	55730831	9554563
ค่าเฉลี่ย	71011745.67	69336586	56878199	8969304
S	46544520.97	4407177	1002239	605090.6
%RSD	6.55	6.35	1.76	6.75
2.1	64442775	78969999	58330705	9536512
2.2	59146222	68529934	49249556	8806894
2.3	58567136	63488306	57669684	9542155
ค่าเฉลี่ย	60718711	70329413	55083315	9295187
S	3238105.10	7896157	5062983	422883.6
%RSD	5.33	11.22	9.19	4.55
3.1	34362187	39021662	79138315	14342854
3.2	35201616	38861504	82933726	14681666
3.3	34277561	40804117	84693693	15484339
ค่าเฉลี่ย	34613788	39562428	82255244.67	14836286.3
S	510829.43	1078312	2839156	586240.2
%RSD	1.47	2.73	3.45	3.95
ค่าเฉลี่ย	55448082	59742808.89	64738919.44	11033592.5
ไฟเบอร์ต่อไฟเบอร์				6
S	19048388.22	18257255	15572026	3341874.33
ไฟเบอร์ต่อไฟเบอร์				
%RSD	34.35	30.56	24.05	30.29
ไฟเบอร์ต่อไฟเบอร์				

ตารางที่ ค.7 ข้อมูลและผลการหาค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของไฟเบอร์ sol-gel PEG

ครั้งที่	พื้นที่ได้ฟัก			
	limonene	γ -terpinene	safrole	thymol
1.1	10394745	9233842	84723483	85649559
1.2	9841916	9726323	87675975	74920272
1.3	9260166	9912881	88311555	85488031
ค่าเฉลี่ย	9832275.67	9624349	86903671	82019287
S	567350.93	350817	1914655	6148458
%RSD	5.77	3.65	2.20	7.50
2.1	12256866	15232185	119878149	116185959
2.2	12506755	18267298	133049138	132615437
2.3	11306800	10290294	115024911	123025311
ค่าเฉลี่ย	12023473.67	16922644	122650732.7	123942235.7
S	633108.98	350817	9326500	8253030
%RSD	5.27	3.65	7.60	6.60
3.1	7933682	10290294	74381245	65898080
3.2	8448122	10585204	78773263	61346389
3.3	8808597	10315388	75990482	60210231
ค่าเฉลี่ย	8396866.33	10396962	76381663.3	62484900
S	439709.56	163504.5	2221986	3009994
%RSD	5.24	1.57	2.91	4.82
ค่าเฉลี่ย ไฟเบอร์ต่อไฟเบอร์	10084183	12314651.56	95312022.33	89482141
S ไฟเบอร์ต่อไฟเบอร์	1908176.04	4111343	24901691	32005421.91
%RSD ไฟเบอร์ต่อไฟเบอร์	18.92	33.39	26.23	35.77

ค.3 การคำนวณหาค่าสัมประสิทธิ์การพาร์ติชัน (partition coefficient, K)

ในขั้นตอนการคำนวณหาค่าสัมประสิทธิ์การพาร์ติชันหาได้จากสมการที่ 2.2, 2.3 และ 2.4

คือ

$$K_m = C_f/C_h$$

$$K_{hs} = C_h/C_s$$

$$K_{fs} = C_f/C_s$$

เมื่อ	K_m	= ค่าสัมประสิทธิ์การพาร์ติชันของสารระหว่างไฟเบอร์กับเฟสแก๊ส
	K_{hs}	= ค่าสัมประสิทธิ์การพาร์ติชันของสารระหว่างเฟสแก๊สกับสารละลายตัวอย่าง
	K_{fs}	= ค่าสัมประสิทธิ์การพาร์ติชันของสารระหว่างไฟเบอร์กับสารละลายตัวอย่าง
	C_f	= ปริมาณของสารที่ต้องการวิเคราะห์ในสถานะสมดุลที่มีในไฟเบอร์
	C_h	= ปริมาณของสารที่ต้องการวิเคราะห์ในสถานะสมดุลที่มีในเฟสแก๊ส
	C_s	= ปริมาณของสารที่ต้องการวิเคราะห์ในสถานะสมดุลที่มีในสารละลายตัวอย่าง

ข้อมูลจากผลการทดลองเมื่อทำการสกัดสารมาตรฐานทั้งสี่ชนิดด้วยไฟเบอร์ sol-gel PDMS และ sol-gel PEG โดยทำการวิเคราะห์ 3 ซ้ำ โดยปริมาตรของเฟสแก๊ส 18 มิลลิลิตร นำมาทำการวิเคราะห์ 1 มิลลิลิตร และ ปริมาตรของสารสกัดที่ได้จากการสกัดสารมาตรฐานในชั้นของสารละลายด้วยเฮกเซนปรับปริมาตร 10 มิลลิลิตร นำมาทำการวิเคราะห์ 1 ไมโครลิตร โดยใช้ GC-MS ผลการคำนวณที่ได้ดังตาราง ค.8 และ ค.9

ตารางที่ ค.8 ผลการทดลองและผลการคำนวณหาค่าสัมประสิทธิ์การพาร์ติชันของไฟเบอร์

sol-gel PDMS

	limonene	γ -terpinene	safrole	thymol
ความเข้มข้นเริ่มต้น (มิลลิกรัม/มิลลิลิตร)	0.03984	0.04352	0.04528	0.0408
สกัดด้วยไฟเบอร์ SPME	พื้นที่ได้พิก			
1	5534448092	8478740087	2881994035	251106419
2	3335351997	4812751403	2742281023	263780972
3	5301565983	6999414543	1787958622	281348459
ค่าเฉลี่ย	4723788691	6763635344	2804077893	265411950

ตารางที่ ค.8 (ต่อ)

	limonene	γ -terpinene	safrole	thymol
จากเฟสแก๊ส	พื้นที่ได้ฟัก			
1	24085744	29860144	44483227	19053670
2	234557249	201793903	220614386	9693311
3	420352109	498312104	178159581	19242458
ค่าเฉลี่ย	226331700	269988743.7	150419064.7	15996479.67
ค่าเฉลี่ย x 18	4073970612	4859797386	2707543164	287936634
สกัดจากสารละลาย	พื้นที่ได้ฟัก			
1	67716874	100148557	404785666	480383852
2	77123222	114929065	465764365	556403511
3	67580969	100154003	407273717	479630181
ค่าเฉลี่ย	70807021.67	105077208.3	425941249.3	505472514.7
ค่าเฉลี่ยx(10x10 ⁶)	7.0807x10 ¹⁴	1.05077x10 ¹⁵	4.2594x10 ¹⁵	5.05473x10 ¹⁵
พื้นที่ได้ฟักทั้งหมด	7.08079x10 ¹⁴	1.05078x10 ¹⁵	4.25942x10 ¹⁵	5.05473x10 ¹⁵
ความเข้มข้นของสารที่มี ในไฟเบอร์	2.65784x10 ⁻⁷	2.80127x10 ⁻⁷	2.98089x10 ⁻⁸	2.14231x10 ⁻⁹
ความเข้มข้นของสารที่มี ในเฟสแก๊ส	2.29222x10 ⁻⁷	2.01277x10 ⁻⁷	2.87827x10 ⁻⁷	2.32413x10 ⁻⁹
ความเข้มข้นของสารที่มี ในสารละลาย	0.039839505	0.043519519	0.045279941	0.040799996
$K_m = C_f/C_h$	1.15950	1.39175	1.03565	0.92177
$K_{hs} = C_h/C_s$	5.75363x10 ⁻⁶	4.62498x10 ⁻⁶	6.35661x10 ⁻⁷	5.69639x10 ⁻⁸
$K_{fs} = C_f/C_s$	6.67136x10 ⁻⁶	6.43682x10 ⁻⁶	6.58325x10 ⁻⁷	5.25077x10 ⁻⁸

ตารางที่ ค.9 ผลการทดลองและผลการคำนวณการหาค่าสัมประสิทธิ์การพาร์ติชันของไฟเบอร์

sol-gel PEG

	limonene	γ -terpinene	safrole	thymol
ความเข้มข้นเริ่มต้น (มิลลิกรัม/มิลลิลิตร)	0.03984	0.04352	0.04528	0.0408
สกัดด้วยไฟเบอร์ SPME	พื้นที่ได้ฟัก			
1	231580968	437978709	1735313860	1593391688
2	1662712540	2496587772	1376215058	1286011245
3	1068947163	1726253382	1716575494	1966446095
ค่าเฉลี่ย	987746890	1553606621	1609368137	1615283009

ตารางที่ ค.9 (ต่อ)

	limonene	γ -terpinene	safrole	thymol
จากเฟสแก๊ส	พื้นที่ได้ฟัก			
1	1022340846	1486589259	612869759	25518427
2	2394182609	2081081427	229176204	44124421
3	4177583831	4509373400	88599769	6797997
ค่าเฉลี่ย	2531369095	2692348029	310215253	25480281.7
ค่าเฉลี่ย x 18	45564643716	48462264516	5583874554	458645070
สกัดจากสารละลาย	พื้นที่ได้ฟัก			
1	30972295	46551976	287741188	336853506
2	77717335	114459029	389620427	486477138
3	91190212	140712291	474630108	589752258
ค่าเฉลี่ย	66626614	100574432	383997241	471027634
ค่าเฉลี่ยx(10x10 ⁶)	6.66266x10 ¹⁴	1.00574x10 ¹⁵	3.83997x10 ¹⁵	4.71028x10 ¹⁵
พื้นที่ได้ฟักทั้งหมด	6.66313x10 ¹⁴	1.00579x10 ¹⁵	3.83998x10 ¹⁵	4.71028x10 ¹⁵
ความเข้มข้นของสารที่มี ในไฟเบอร์	5.90591x10 ⁻⁸	6.72234x10 ⁻⁸	1.89772x10 ⁻⁸	1.39914x10 ⁻⁸
ความเข้มข้นของสารที่มี ในเฟสแก๊ส	2.72439x10 ⁻⁶	2.09693x10 ⁻⁶	6.58435x10 ⁻⁸	3.97274x10 ⁻⁹
ความเข้มข้นของสารที่มี ในสารละลาย	0.039837217	0.043517836	0.045279915	0.040799982
$K_m = C_f/C_h$	0.021677924	0.032058069	0.288217101	3.521858437
$K_{hs} = C_h/C_s$	6.83881x10 ⁻⁵	4.81855x10 ⁻⁵	1.45414x10 ⁻⁶	9.73712x10 ⁻⁸
$K_{fs} = C_f/C_s$	1.48251x10 ⁻⁶	1.54473x10 ⁻⁶	4.19109x10 ⁻⁷	3.42927x10 ⁻⁷

ค.4 ขั้นตอนการหาปริมาณของฟิล์มบางพอลิเมอร์ที่เคลือบบน fused silica fiber

การหาปริมาณของฟิล์มบางพอลิเมอร์ที่เคลือบบนไฟเบอร์ เนื่องจากไฟเบอร์มีรูปทรงกระบอกจึงสามารถคำนวณได้จากสมการ

$$\text{ปริมาตร} = \pi r^2 h$$

เมื่อ $\pi = 3.14$

$r =$ รัศมี

$h =$ ความยาวของไฟเบอร์ 1.5 เซนติเมตร

fused silica fiber เมื่อนำเอา polyimide ออก มีความกว้างของพื้นที่หน้าตัด 168 ไมโครเมตร ดังนั้น จึงมีรัศมี 84 ไมโครเมตร = 84×10^{-4} เซนติเมตร ดังนั้นปริมาตรที่ได้มีค่า

$$= 3.14 \times 1.5 \times (84 \times 10^{-4})^2$$

$$= 3.32 \times 10^{-4} \text{ ตารางเซนติเมตร}$$

ดังนั้นการคำนวณหาปริมาตรของฟิล์มบางพอลิเมอร์ที่เคลือบบนไฟเบอร์ทั้งสองชนิดหาได้ โดยนำปริมาตรของไฟเบอร์ที่ถูกเคลือบด้วยฟิล์มบางพอลิเมอร์ทั้งหมดนำมาลบด้วยปริมาตรของ fused silica fiber ที่ยังไม่ได้เคลือบฟิล์มบางพอลิเมอร์ ดังตาราง

ตารางที่ ค.10 ผลการคำนวณหาปริมาตรของฟิล์มบางพอลิเมอร์ sol-gel PDMS

รัศมีของไฟเบอร์ที่เคลือบด้วยพอลิเมอร์	การคำนวณปริมาตรของไฟเบอร์ที่เคลือบด้วยฟิล์มบางพอลิเมอร์	ปริมาตรของฟิล์มบางพอลิเมอร์ (cm ³)	ความหนาของชั้นฟิล์ม (ไมโครเมตร)
94.41	$(94.41 \times 10^{-4})^2 \times 1.5 \times 3.14 = 4.20 \times 10^{-4} - 3.32 \times 10^{-4}$	8.75×10^{-5}	10.41
95.32	$(95.32 \times 10^{-4})^2 \times 1.5 \times 3.14 = 4.28 \times 10^{-4} - 3.32 \times 10^{-4}$	9.56×10^{-5}	11.32
92.63	$(92.63 \times 10^{-4})^2 \times 1.5 \times 3.14 = 4.04 \times 10^{-4} - 3.32 \times 10^{-4}$	7.18×10^{-5}	8.63
99.57	$(99.57 \times 10^{-4})^2 \times 1.5 \times 3.14 = 4.67 \times 10^{-4} - 3.32 \times 10^{-4}$	1.35×10^{-4}	15.57
เฉลี่ย		9.74×10^{-5}	11.48

ตารางที่ ค.11 ผลการคำนวณหาปริมาตรของฟิล์มบางพอลิเมอร์ sol-gel PEG

รัศมีของไฟเบอร์ที่เคลือบด้วยพอลิเมอร์	การคำนวณปริมาตรของไฟเบอร์ที่เคลือบด้วยฟิล์มบางพอลิเมอร์	ปริมาตรของฟิล์มบางพอลิเมอร์ (cm ³)	ความหนาของชั้นฟิล์ม (ไมโครเมตร)
97.5	$(97.50 \times 10^{-4})^2 \times 1.5 \times 3.14 = 4.48 \times 10^{-4} - 3.32 \times 10^{-4}$	1.15×10^{-4}	13.5
96.23	$(96.23 \times 10^{-4})^2 \times 1.5 \times 3.14 = 4.36 \times 10^{-4} - 3.32 \times 10^{-4}$	1.04×10^{-4}	12.23
93.93	$(93.93 \times 10^{-4})^2 \times 1.5 \times 3.14 = 4.16 \times 10^{-4} - 3.32 \times 10^{-4}$	8.32×10^{-5}	9.93
100.08	$(100.08 \times 10^{-4})^2 \times 1.5 \times 3.14 = 4.72 \times 10^{-4} - 3.32 \times 10^{-4}$	1.39×10^{-4}	16.08
เฉลี่ย		1.10×10^{-4}	12.93

ค.5 การหาปริมาณร้อยละของผลผลิตของน้ำมันหอมระเหย (%yield)

จากการนำส่วนของเหง้าและรากของพืชสดไปทำการสกัดน้ำมันหอมระเหยโดยใช้ clevenger-type apparatus เป็นเวลา 6 ชั่วโมง ปริมาณของน้ำมันหอมระเหยดังตาราง

ตารางที่ ค.12 ขั้นตอนการหาร้อยละของผลผลิตของน้ำมันหอมระเหยที่ได้จากการกลั่นด้วยการต้มกลั่น

พืชสด	ปริมาณพืชสดที่ใช้ในการกลั่น (กรัม)	ปริมาณน้ำมันหอมระเหยที่ได้ (มิลลิลิตร)	ปริมาณร้อยละของน้ำมันหอมระเหย (ปริมาตร/น้ำหนัก)
เหง้ากระชายเหลือง	200	1.00	$(100 \times 1.00) / 200 = 0.5$
รากกระชายเหลือง	200	0.50	$(100 \times 0.50) / 200 = 0.25$
เหง้ากระชายแดง	200	1.20	$(100 \times 1.20) / 200 = 0.60$
รากกระชายแดง	300	1.00	$(100 \times 1.00) / 300 = 0.5$
เหง้าเปราะหอม	200	0.70	$(100 \times 0.70) / 200 = 0.35$
รากเปราะหอม	200	0.10	$(100 \times 0.10) / 200 = 0.05$
เหง้ากระชายดำ	200	0.10	$(100 \times 0.10) / 200 = 0.05$
รากกระชายดำ	1,300	0.50	$(100 \times 0.50) / 1300 = 0.04$

ประวัติผู้เขียน

นางสาวอุบล ฤกษ์อ่ำ เกิดวันที่ 25 เมษายน พ.ศ. 2515 ที่จังหวัดปทุมธานี สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาการศึกษาศาสตรบัณฑิต สาขา วิทยาศาสตร์(เคมี) จากมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ บางเขน ปีการศึกษา 2538 และในปีการศึกษา 2544 ได้เข้าศึกษาต่อระดับปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมี (เคมีวิเคราะห์) คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปัจจุบันดำรงตำแหน่งนักวิชาการ 5 ประจำฝ่ายเภสัชและผลิตภัณฑ์ธรรมชาติ (ฝภผ.) สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย (วว.)