บทที่ 3

การทดลอง

3.1 วัตถุดิบ

วัตถุดิบที่ใช้เป็นแป้งมันสำปะหลังธรรมชาติ ระดับ food grade โดยได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัทไทยวา จำกัด

3.2 ขั้นตอนและวิธีการทดลอง

3.2.1 ศึกษาสมบัติทางกายภาพ - เคมีของแป้งมันสำปะหลังธรรมชาติ

3.2.1.1 ความชื้น วิเคราะห์ตามวิธีใน A.O.A.C.1980-14.004 (23) (ภาคผนวก ก.1)

3.2.1.2 ความเป็นกรด-ด่าง (pH) วิเคราะห์ตามวิธีของ มอก.637-2529 (24) (ภาคผนวก ก.2)

3.2.1.3 ปริมาณฟอสฟอรัส วิเคราะห์ตามวิธีของ Smith และ Caruso(25) (ภาคผนวก ก.3)

3.2.1.4 ปริมาณอะไมโลส วิเคราะห์ตามวิธีของ Balagopalan และคณะ (26) (ภาคผนวก ก.4)

3.2.1.5 การละลาย (solubility) และกำลังการพองตัว (swelling power) วิเคราะห์ตามวิธีของ Schoch (27) (ภาคผนวก ก.5)

3.2.1.6 ความหนืด (viscosity)และอุณหภูมิแป้งสุก (pasting temperature) โดยใช้เครื่อง Brabender Visco - Amylograph (Brabender- OHG Duisburg , 8004 40 8012, 700 cmg.cartridge) ตามวิธีของ Watson (28) (ภาคผนวก ก.6)

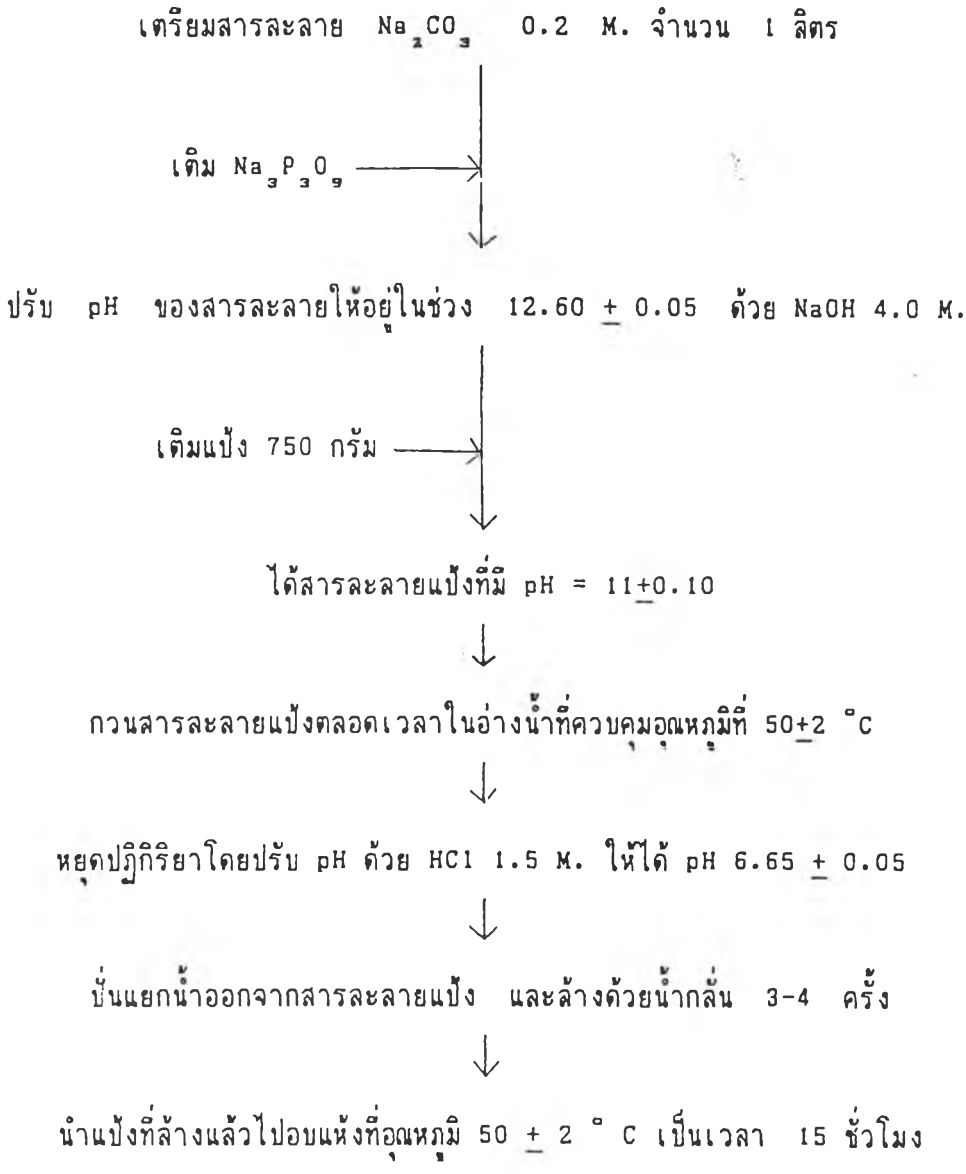
3.2.2 ศึกษาการดัดแปรแป้งมันสำปะหลังธรรมชาติด้วยปฏิกิริยาเคมี

3.2.2.1 ศึกษาภาวะที่เหมาะสมในการดัดแปรแป้งมันสำปะหลังธรรมชาติด้วยปฏิกิริยา cross - linking

นำแป้งมันสำปะหลังธรรมชาติมาทำการดัดแปรตามวิธีของ Srijesdark และ คณะ (19) ซึ่งมีรายละเอียดขั้นตอนดังนี้

เตรียมสารละลาย sodium carbonate (Na_2CO_3 , A.R. grade) ความเข้มข้น 0.2 M. จำนวน 1 ลิตร เติม sodium trimetaphosphate ($Na_3P_3O_9$, purity 95-97 % , Sigma , A.R. grade) ลงในสารละลายและกวนให้ $Na_3P_3O_9$ ละลายหมด ปรับ pH ของสารละลายและวัดด้วย pH meter (Corning,M220) ให้ pH อยู่ในช่วง 12.60 $\pm$ 0.50 โดยให้สารละลาย sodium hydroxide (NaOH , A.R. grade) ความเข้มข้น 4.0 M. แล้วเติมแป้งมันสำปะหลังธรรมชาติ 750 กรัม และกวนให้เข้ากันจะได้สารละลายแป้งที่มี pH 11.00 $\pm$ 0.10

กวนสารละลายแป้งดังกล่าวข้างต้นด้วยเครื่องกวนโดยควบคุมอุณหภูมิของสารละลายให้เท่ากับ 50 $\pm$ 2 องศาเซลเซียส เมื่อสิ้นสุดเวลาของปฏิกิริยา ให้หยุดปฏิกิริยาโดยปรับ pH ของสารละลายแป้งด้วยกรด hydrochloric (HCl , A.R.grade) ความเข้มข้น 1.5 M. ให้ pH อยู่ในช่วง 6.65 $\pm$ 0.05 ปั่นแยกน้ำออกจากสารละลายแป้งด้วยเครื่อง centrifuge (Haraeus Sepatech , Varifuge F.) และล้างแป้งที่ได้ด้วยน้ำกลั่น 3-4 ครั้ง นำแป้งที่ล้างแล้วไปอบแห้งด้วยเครื่องอบแห้งแบบถาด (Kan Seng Lee Machinery , HA - 20) ที่อุณหภูมิ 50 $\pm$ 2 องศาเซลเซียส เป็นเวลาประมาณ 15 ชั่วโมง และบดแป้งที่อบแห้งด้วยเครื่องบด pin mill ผังการดัดแปรแสดงในรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการดัดแปรแป้งมันสำปะหลังธรรมชาติด้วยปฏิกิริยา cross - linking

ตัวแปรที่ศึกษา ได้แก่ ความเข้มข้นของ $Na_3P_3O_9$ 3 ระดับคือ ร้อยละ 0.20 , 0.25 และ 0.30 (โดยน้ำหนักแป้งแห้ง) และเวลาของปฏิกิริยา 2 ระดับคือ 4 และ 6 ชั่วโมง วางแผนการทดลองแบบ 3 x 2 Asymmetric Factorial และทำการทดลอง 2 ซ้ำ (29,30)

การประเมินผล : นำแป้งมันสำปะหลังเชื่อมขวางที่อบแห้งแล้วมาวิเคราะห์หาอุณหภูมิแป้งสุก และความหนืดใน heating - cooling cycle โดยใช้เครื่อง Brabender Visco-Amylograph ทำการทดลอง 2 ซ้ำ

นำค่าความหนืดต่าง ๆ ของสารละลายแป้งมันสำปะหลังเชื่อมขวางจากกราฟ Barbender มาวิเคราะห์ข้อมูลทางสถิติ เพื่อใช้เป็นเกณฑ์พิจารณาในการคัดเลือกภาวะที่เหมาะสมในการดัดแปรแป้งมันสำปะหลังธรรมชาติด้วยปฏิกิริยา cross-linking โดยจะพิจารณาความหนืดของแป้งเปียกที่อุณหภูมิ 95 องศาเซลเซียส อุณหภูมิ 95 องศาเซลเซียส นาน 30 นาที อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส ผลต่างระหว่างความหนืดของแป้งเปียกที่อุณหภูมิ 95 องศาเซลเซียส และ 95 องศาเซลเซียส นาน30นาที และผลต่างระหว่างความหนืดของแป้งเปียกที่อุณหภูมิ 95 องศาเซลเซียส นาน 30 นาที และ 50 องศาเซลเซียส

3.2.2.2 ศึกษาสมบัติของแป้งมันสำปะหลังเชื่อมขวาง ดังนี้

3.2.2.2.1 ความชื้น

3.2.2.2.2 การละลายและกำลังการพองตัว

3.2.2.2.3 ปริมาณฟอสฟอรัสตกค้าง

3.2.2.2.4 ปริมาณอะไมโลส

3.2.2.3 ศึกษาภาวะที่เหมาะสมในการดัดแปรแป้งมันสำปะหลังเชื่อมขวางด้วยปฏิกิริยา oxidation

นำแป้งมันสำปะหลังเชื่อมขวางที่ได้คัดเลือกแล้วจากข้อ 3.2.2.1 มาทำการ oxidize ด้วย sodium hypochlorite (NaOCl,10% available chlorine, บริษัท S.R.Lab จำกัด , commercial grade) ที่ pH 9.00 $\pm$ 0.10 อุณหภูมิห้อง โดยดัดแปลงจากวิธีของ Herbert และคณะ (31) ซึ่งมีรายละเอียดขั้นตอนดังนี้

เตรียมสารละลายบัฟเฟอร์ของ sodium bicarbonate ($NaHCO_3$, A.R. grade) และ sodium carbonate (Na_2CO_3 , A.R. grade) ให้ pH อยู่ในช่วง 8.95 $\pm$ 0.05 จำนวน 1 ลิตร เติมแป้งมันสำปะหลังเชื่อมขวาง 750 กรัม กวนให้เข้ากันจะได้สารละลายแป้งที่มี pH 8.85 $\pm$ 0.10 เติมสารละลาย NaOCl ปริมาณต่างๆ กวนให้เข้ากันจะได้สารละลายแป้งที่มี pH 9.00 $\pm$ 0.10

กวนสารละลายแป้งดังกล่าวด้วยเครื่องกวน ควบคุมปฏิกิริยาให้อยู่ที่อุณหภูมิห้อง เมื่อสิ้นสุดเวลาของปฏิกิริยา ให้หยุดปฏิกิริยาโดยปรับ pH ของสารละลายแป้งด้วยกรด hydrochloric ความเข้มข้น 1.5 M. ให้มี pH เท่ากับ 6.65 $\pm$ 0.05 ปั่นแยกน้ำออกจากสารละลายแป้งด้วยเครื่อง centrifuge และล้างแป้งที่ได้ด้วยน้ำกลั่น 3-4 ครั้ง นำแป้งที่ล้างแล้วไปอบแห้งด้วยเครื่องอบแห้งแบบถาด ที่อุณหภูมิ 50 $\pm$ 2 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 ชั่วโมง และบดแป้งที่อบแห้งด้วยเครื่องบด pin mill ผังการดัดแปรแสดงในรูปที่ 3.2

เตรียมสารละลายบัฟเฟอร์ของ $NaHCO_3$ และ Na_2CO_3 (pH 8.95 $\pm$ 0.05)จำนวน 1 ลิตร

เติมแป้งเชื่อมขวาง 750 กรัม

↓

ได้สารละลายแป้งที่มี pH 8.85$\pm$0.10

เติม NaOCl

↓

ได้สารละลายแป้งที่มี pH 9.00$\pm$0.10

↓

กวนสารละลายแป้งตลอดเวลาที่อุณหภูมิห้อง

↓

หยุดปฏิกิริยาโดยปรับ pH ด้วย HCl 1.5 M. ให้ได้ pH 6.65 $\pm$ 0.05

↓

ปั่นแยกน้ำออกจากสารละลายแป้งและล้างด้วยน้ำกลั่น 3-4 ครั้ง

↓

นำแป้งที่ล้างแล้วไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 50$\pm$2 °C เป็นเวลา 15 ชั่วโมง

รูปที่ 3.2 ขั้นตอนการดัดแปรแป้งมันสำปะหลังเชื่อมขวางด้วยปฏิกิริยา oxidation

ตัวแปรที่ศึกษาได้แก่ความเข้มข้นของ NaOCl 3 ระดับ คือร้อยละ 3.0, 4.0 และ 5.0 (โดยน้ำหนักแป้งแห้ง) และเวลาของปฏิกิริยา 2 ระดับ คือ 4 และ 6 ชั่วโมง โดยวางแผนการทดลองแบบ 3 x 2 Asymmetric Factorial และทำการทดลอง 2 ซ้ำ (29,30)

การประเมินผล : นำแป้งมันสำปะหลังดัดแปรที่อบแห้งแล้วมาวิเคราะห์หาอุณหภูมิแป้งสุก และความหนืดใน heating- cooling cycle โดยใช้เครื่อง Brabender Visco - Amylograph ทำการทดลอง 2 ซ้ำ

นำค่าความหนืดต่าง ๆ ของสารละลายแป้งมันสำปะหลังดัดแปรจากกราฟ Brabender มาวิเคราะห์ข้อมูลทางสถิติ เพื่อใช้เป็นเกณฑ์พิจารณาในการคัดเลือกภาวะที่เหมาะสมในการดัดแปรแป้งมันสำปะหลังเชื่อมขวางด้วยปฏิกิริยา oxidation โดยจะพิจารณาที่ความหนืดของแป้งเปียกที่อุณหภูมิ 95 องศาเซลเซียส อุณหภูมิ 95 องศาเซลเซียส นาน 30 นาที อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส ผลต่างระหว่างความหนืดของแป้งเปียกที่อุณหภูมิ 95 องศาเซลเซียส และ 95 องศาเซลเซียส นาน 30 นาที และผลต่างระหว่างความหนืดของแป้งเปียกที่อุณหภูมิ 95 องศาเซลเซียส นาน 30 นาที และ 50 องศาเซลเซียส

3.2.2.4 ศึกษาสมบัติของแป้งมันสำปะหลังเชื่อมขวางและออกซิไดซ์ ดังนี้

3.2.2.4.1 ความชื้น

3.2.2.4.2 การละลายและกำลังการพองตัว

3.2.2.4.3 ปริมาณคาร์บอกซิล วิเคราะห์ตามวิธีของ Mattison และ Legendre (32) (ภาคผนวก ก.7)

3.2.2.4.4 ปริมาณอะไมโลส