

การศึกษาเชิงเปรียบเทียบของวิธีการสกัดน้ำมันจากเมล็ดเทียนดำโดยการอัดสกรูและ
คาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาเคมีเทคนิค ภาควิชาเคมีเทคนิค
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2564
ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

COMPARATIVE STUDY OF EXTRACTION METHODS FOR BLACK CUMIN SEED OIL BY
SCREW PRESS AND SUPERCRITICAL CO₂



A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science in Chemical Technology

Department of Chemical Technology

FACULTY OF SCIENCE

Chulalongkorn University

Academic Year 2021

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การศึกษาเชิงเปรียบเทียบของวิธีการสกัดน้ำมันจากเมล็ด เทียนดำโดยการอัดสกรูและคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือ วิกฤต
โดย	น.ส.บัณฑิตา สุกุลกิตติบุตร
สาขาวิชา	เคมีเทคนิค
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	ศาสตราจารย์ ดร.สมเกียรติ งามประเสริฐสุสิทธิ์
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม	ดร.เรืองวิทย์ สว่างแก้ว

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้บัณฑิตวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

..... คณบดีคณะวิทยาศาสตร์
(ศาสตราจารย์ ดร.พลกฤษณ์ แสงวณิช)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

..... ประธานกรรมการ
(ศาสตราจารย์ ดร.ณัฐธยาน์ พงศ์สถาปตี)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(ศาสตราจารย์ ดร.สมเกียรติ งามประเสริฐสุสิทธิ์)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม
(ดร.เรืองวิทย์ สว่างแก้ว)

..... กรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ดร.เก็จวลี พฤกษาทร)

..... กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วินัฏฐา ศักดาศรี)

บัณฑิตา สุกฤตติยุด : การศึกษาเชิงเปรียบเทียบของวิธีการสกัดน้ำมันจากเมล็ดเทียน
ดำโดยการอัดสกรูและคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต. (COMPARATIVE STUDY
OF EXTRACTION METHODS FOR BLACK CUMIN SEED OIL BY SCREW PRESS
AND SUPERCRITICAL CO₂) อ.ที่ปรึกษาหลัก : ศ. ดร.สมเกียรติ งามประเสริฐสิทธิ์, อ.
ที่ปรึกษาร่วม : ดร.เรืองวิทย์ สว่างแก้ว

น้ำมันเมล็ดเทียนดำเป็นน้ำมันหอมระเหยซึ่งถูกนำมาประยุกต์ได้อย่างกว้างขวาง โดยเฉพาะด้านการแพทย์แผนโบราณ ในช่วงไม่กี่ปีที่ผ่านมาเทคโนโลยีการสกัดสะอาด (green extraction technology) ได้รับความสนใจใช้เป็นวิธีเลือกในการสกัดสารจากธรรมชาติ การสกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต (supercritical carbon dioxide) เป็นหนึ่งในทางเลือกที่น่าสนใจสำหรับการสกัดสารจากธรรมชาติ อีกทั้งแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ไม่เป็นพิษ ไม่ติดไฟ ไม่มีกลิ่น ไม่มีรส เหนียว และมีราคาถูก ในงานวิจัยนี้เป็นการศึกษาเชิงเปรียบเทียบของวิธีการสกัดน้ำมันจากเมล็ดเทียนดำโดยการอัดสกรูและคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตที่ภาวะต่าง ๆ ในช่วงความดัน 200 -300 บาร์และช่วงอุณหภูมิ 40 – 60 องศาเซลเซียส ที่อัตราการไหลของคาร์บอนไดออกไซด์คงที่ 10 กรัมต่อนาที น้ำมันที่สกัดจากเมล็ดเทียนดำบดโดยใช้เฮกเซนเป็นตัวทำละลายมีปริมาณร้อยละ 40.20±1.41 โดยน้ำหนัก น้ำมันที่สกัดจากเมล็ดเทียนดำบดโดยใช้เฮกเซนเป็นตัวทำละลายมีปริมาณร้อยละ 25.41±1.20 โดยน้ำหนัก ในขณะที่ยังมีน้ำมันคงค้างเหลืออยู่ในกากเมล็ดเทียนดำถึงร้อยละ 20.88±0.51 โดยน้ำหนัก น้ำมันที่สกัดจากเมล็ดเทียนดำบดโดยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตพบว่าที่ความดัน 300 บาร์ อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียสเป็นภาวะเหมาะสมที่สุดที่สามารถสกัดเมล็ดเทียนดำบดได้ปริมาณน้ำมันสะสมสูงสุดถึงร้อยละ 36.28 โดยน้ำหนัก องค์ประกอบกรดไขมันที่พบในน้ำมันเทียนดำบดส่วนใหญ่ประกอบด้วยกรดไขมันลิโนเลอิก กรดโอเลอิกและกรดปาล์มมิติก องค์ประกอบหลักทางเคมีที่พบในน้ำมันหอมระเหยคือ เอ็ม-ไซมีน ไทโมควิโนน และลองกิโพลีน

สาขาวิชา เคมีเทคนิค

ปีการศึกษา 2564

ลายมือชื่อนิสิต

ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาหลัก

ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาร่วม

6171995923 : MAJOR CHEMICAL TECHNOLOGY

KEYWORD:

Buntita Sakulkittiyut : COMPARATIVE STUDY OF EXTRACTION METHODS FOR BLACK CUMIN SEED OIL BY SCREW PRESS AND SUPERCRITICAL CO₂.
 Advisor: Prof. Somkiat Ngamprasertsith, Ph.D. Co-advisor: RUEANGWIT SAWANGKAEW, Ph.D.

Black cumin seed oil has known as the widely applicable essential oil, especially in the traditional medicine. In recent year, the green extraction technologies have interested as the alternative methods for gathering natural substances. The supercritical carbon dioxide (SCCO₂) extraction is an attractive method for extracting natural products. Moreover, the carbon dioxide is non-toxic, nonflammable, odorless, tasteless, inert, and inexpensive. In this work, the SCCO₂ extraction was applied to comparative study with the screw-press extraction method. The SCCO₂ extraction was performed under different conditions, pressure (200 – 300 bar), and temperature (40 – 60 °C) with fixed flow rate at 10 g/min. The lipid content of milled seed was identified by Soxhlet method using n-hexane as solvent. It was found that black cumin seed has 40.20±1.41% of extractable lipid. The screw-press method provided the oil yield of 25.41±1.20%, thus the remained oil in seed cake was 20.88±0.51%. Moreover, the yield of extracted oil effectively increased to 36.28 % by applying SCCO₂ extraction at 300 bar and 50 °C. The major components of fatty acids presented in black cumin seed oil are linoleic, oleic, and palmitic acids. The main components in essential oil were m-Cymene, Thymoquinone and Longifolene.

Field of Study: Chemical Technology

Student's Signature

Academic Year: 2021

Advisor's Signature

Co-advisor's Signature

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงลงได้ด้วยความกรุณาจากบุคคลผู้มีพระคุณหลายท่านที่ให้ความช่วยเหลือ ให้คำแนะนำ ให้ข้อคิด และความเห็นทางวิชาการอันเป็นประโยชน์อย่างยิ่ง และความร่วมมือนอกของบุคคลหลายฝ่ายที่ต้องกราบขอบพระคุณ ณ ที่นี้

กราบขอบพระคุณศาสตราจารย์ ดร.สมเกียรติ งามประเสริฐสิทธิ์ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์และกราบขอบพระคุณ ดร.เรืองวิทย์ สว่างแก้ว อาจารย์ที่ปรึกษาร่วมที่ได้สละเวลาอันมีค่ารับเป็นที่ปรึกษาและกรุณาให้คำชี้แนะ ตรวจสอบพิจารณาแก้ไขและให้ความช่วยเหลือสนับสนุนเสมอมา

กราบขอบพระคุณศาสตราจารย์ ณัฐธยาน์ พงศ์สถาปติ ประธานกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ และรองศาสตราจารย์ ดร.เก็จวลี พฤกษาทู และผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วินัญญา ศักดาศรี กรรมการสอบวิทยานิพนธ์ที่สละเวลาเข้าร่วมสอบวิทยานิพนธ์

ขอขอบคุณภาควิชาเคมีเทคนิค คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยที่ให้การสนับสนุนเงินทุนด้านค่าเล่าเรียน ทุนวิจัยงานวิจัยสำเร็จลุล่วงไปด้วยดี และขอขอบคุณคณาจารย์ เจ้าหน้าที่ และเพื่อน ๆ พี่ ๆ น้อง ๆ ภาควิชาเคมีเทคนิคและสถาบันวิจัยเทคโนโลยีชีวภาพที่ให้คำแนะนำ ความช่วยเหลือและกำลังใจเสมอ

สุดท้ายนี้ผู้วิจัยขอกราบขอบพระคุณครอบครัว และผู้ที่เกี่ยวข้องทุกท่าน ผู้ซึ่งให้การสนับสนุนในทุกด้านและคอยเป็นกำลังใจที่สำคัญจนวิทยานิพนธ์นี้สำเร็จไปได้ด้วยดี

สารบัญ

	หน้า
.....	ค
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ค
.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ง
กิตติกรรมประกาศ.....	จ
สารบัญ.....	ฉ
สารบัญตาราง.....	1
สารบัญรูปภาพ.....	1
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์.....	2
1.3 ขอบเขตงานวิจัย.....	3
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
1.5 วิธีการดำเนินการวิจัย.....	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	4
2.1 เมล็ดเทียนดำ (Black cumin seed).....	4
2.1.1 ลักษณะทางพฤกษศาสตร์ของเทียนดำ.....	5
2.1.2 องค์ประกอบในเมล็ดเทียนดำ.....	6
2.1.3 การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของสารสกัด.....	8
2.1.3.1 เทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatography, GC).....	8
2.1.3.2 เทคนิคเฮดสเปซ (Headspace).....	9

2.1.4 การนำเมล็ดเทียนดำไปใช้ประโยชน์.....	12
2.2 เทคนิคการสกัด.....	13
2.2.1 วิธีชอกส์เลต.....	14
2.2.2 วิธีการอัดแบบสกรู.....	14
2.2.3 วิธีการสกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต.....	15
2.2.3.1 ของไหลภาวะเหนือวิกฤต	15
2.2.3.2 สมบัติของคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตที่ส่งผลต่อการสกัด	18
2.2.3.3 ปัจจัยที่ส่งผลต่อการสกัด.....	18
2.2.3.4 ข้อดีของการเลือกใช้คาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต.....	19
2.2.3.5 การเปรียบเทียบข้อดีและข้อเสียของการสกัดน้ำมันด้วยวิธีการที่ต่างกัน	20
2.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	20
บทที่ 3 วิธีดำเนินงานวิจัย.....	22
3.1 อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้	22
3.1.1 อุปกรณ์	22
3.1.2 สารเคมี.....	22
3.2 รายละเอียดวิธีการทดลอง.....	23
3.2.1 การเตรียมตัวอย่าง.....	23
3.2.2 การสกัดน้ำมันจากเมล็ดเทียนดำด้วยชุดสกัดชอกส์เลต.....	23
3.2.3 การสกัดน้ำมันจากเมล็ดเทียนดำด้วยชุดสกัดการอัดสกรู (Screw press Extraction Apparatus).....	24
3.2.4 การสกัดน้ำมันจากเมล็ดเทียนดำด้วยชุดสกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต (Supercritical Carbon dioxide Extraction Apparatus).....	25
3.3 การวิเคราะห์ตัวอย่าง	26
3.3.1 การเตรียมตัวอย่างก่อนการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SHS-GC-FID.....	26

3.3.2 การเตรียมตัวอย่างก่อนการวิเคราะห์กรดไขมัน.....	27
3.3.3 การวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเทคนิค SHS-GC-FID	27
3.3.4 การวิเคราะห์องค์ประกอบของกรดไขมันด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas..... Chromatograph, GC).....	28
3.3.5 การวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเทคนิค SHS-GC-MS	29
บทที่ 4 ผลการทดลองและอภิปรายผล.....	30
4.1 ลักษณะของตัวอย่างก่อนและหลังสกัดด้วยชุดสกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต	30
4.2 การสกัดน้ำมันเทียนดำบดด้วยตัวทำละลาย	30
4.3 การสกัดน้ำมันเทียนดำด้วยชุดสกัดการอัดสุญญากาศ.....	31
4.4 การสกัดน้ำมันเทียนดำบดด้วยชุดสกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต	31
4.4.1 ผลของความดันต่อร้อยละปริมาณน้ำมันสะสมที่ระยะเวลาการสกัดต่าง ๆ.....	32
4.4.2 ผลของอุณหภูมิต่อร้อยละผลได้ของน้ำมันสะสมที่ได้ของเมล็ดเทียนดำบด	33
4.5 องค์ประกอบทางเคมีในน้ำมันหอมระเหยจากเมล็ดเทียนดำบดด้วยเครื่อง Static Headspace-Gas Chromatography (SHS-GC-FID).....	35
4.5.1 ผลวิเคราะห์น้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยการอัดแบบสุญญากาศเทียบกับเมล็ดเทียนดำบด... ..	35
4.5.2 ผลวิเคราะห์น้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยชอกส์เลตเทียบกับเครื่องอัดแบบสุญญากาศ	36
4.5.3 การวิเคราะห์น้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตที่ภาวะ ต่างกัน	37
4.6 องค์ประกอบกรดไขมันของน้ำมันเมล็ดเทียนดำ	39
4.7 องค์ประกอบทางเคมีของน้ำมันเมล็ดเทียนดำที่สกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต	40
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	41
5.1 สรุปผลการทดลอง	41
5.2 ข้อเสนอแนะ	41

ภาคผนวก ก.....	42
ภาคผนวก ข.....	47
บรรณานุกรม.....	69
ประวัติผู้เขียน.....	73



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

สารบัญตาราง

ตารางที่ 2.1	องค์ประกอบเมล็ดเทียนดำ [6].....	6
ตารางที่ 2.2	สมบัติทางเคมีและกายภาพของเมล็ดเทียนดำ [6]	7
ตารางที่ 2.3	องค์ประกอบกรดไขมันของเมล็ดเทียนดำ [6].....	7
ตารางที่ 2.4	สมบัติทางกายภาพของของไหลภาวะเหนือวิกฤตระหว่างแก๊สกับของเหลว [23].....	17
ตารางที่ 2.5	ค่าคงที่วิกฤตของตัวทำละลายบางชนิดที่ใช้เป็นตัวทำละลายของการสกัดด้วยของไหลภาวะเหนือวิกฤต [24].....	17
ตารางที่ 2.6	เปรียบเทียบข้อดีและข้อเสียของแต่ละวิธีการสกัด	20
ตารางที่ 3.1	ภาวะที่ใช้วิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี.....	28
ตารางที่ 3.2	อุณหภูมิและอัตราการเพิ่มอุณหภูมิในแต่ละช่วงเวลา ในการวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี.....	28
ตารางที่ 3.3	ภาวะที่ใช้วิเคราะห์หาองค์ประกอบของกรดไขมันในน้ำมันเมล็ดเทียนดำด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี.....	29
ตารางที่ 3.4	อุณหภูมิและอัตราการเพิ่มอุณหภูมิในแต่ละช่วงเวลา ในการวิเคราะห์หาองค์ประกอบ.....	29
ตารางที่ 4.1	ปริมาณน้ำมันเมล็ดเทียนดำบดและกากเมล็ดเทียนดำที่ผ่านการสกัดด้วยชุดสกัดการอัดสกรูด้วยเฮกเซน	30
ตารางที่ 4.2	แสดงปริมาณน้ำมันที่สกัดจากเมล็ดเทียนดำบดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตที่ภาวะต่างกัน	31
ตารางที่ 4.3	องค์ประกอบทางเคมีของน้ำมันเมล็ดเทียนดำบดที่สกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต ความดัน 300 บาร์ และอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส.....	40

สารบัญรูปภาพ

รูปที่ 1.1	องค์ประกอบในเมล็ดเทียนดำ [4]	1
รูปที่ 2.1	เทียนดำสายพันธุ์ <i>Nigella damascena</i> L. (พบในประเทศอียิปต์).....	4
รูปที่ 2.2	เทียนดำสายพันธุ์ <i>Nigella sativa</i> L. (พบในประเทศเลบานอน)	4
รูปที่ 2.3	เมล็ดเทียนดำ [2].....	5
รูปที่ 2.4	องค์ประกอบทางเคมีในน้ำมันหอมระเหย [6]	8
รูปที่ 2.5	องค์ประกอบของเครื่อง GC [13].....	8
รูปที่ 2.6	ตัวอย่างโครมาโทแกรมที่ได้จากการบันทึกข้อมูลของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี [13]	9
รูปที่ 2.7	ขั้นตอนการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเฮดสเปซ [14]	10
รูปที่ 2.8	อุปกรณ์สำหรับการเก็บตัวอย่างโดยใช้ dynamic head space [15]	10
รูปที่ 2.9	ลักษณะโครงสร้างภายในเข็มเก็บตัวอย่างแก๊ส (gas tight syringe) [15].....	11
รูปที่ 2.10	ไอระเหยที่เกิดบริเวณช่องว่างโดยใช้เทคนิคสแตติกเฮดสเปซ [15].....	11
รูปที่ 2.11	เมล็ดเทียนดำนำไปใช้ในด้านอาหาร [17]	12
รูปที่ 2.12	ผลิตภัณฑ์จากสารสกัดเทียนดำที่วางจำหน่ายกันในปัจจุบัน [19][20].....	13
รูปที่ 2.13	เครื่องสกัดแบบซอกส์เลต [21].....	14
รูปที่ 2.14	เครื่องสกัดแบบการอัดแบบสกรู [22].....	15
รูปที่ 2.15	แผนผังวัฏภาคที่ความดันและอุณหภูมิใด ๆ [22]	16
รูปที่ 3.1	ตัวอย่างเมล็ดเทียนดำ	23
รูปที่ 3.2	ชุดการสกัดซอกส์เลต.....	24
รูปที่ 3.3	เครื่องระเหยแบบหมุน (Rotary Evaporator).....	24
รูปที่ 3.4	ชุดสกัดการอัดสกรู (Screw press Extraction Apparatus).....	25
รูปที่ 3.5	แผนภาพชุดสกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต (Supercritical Carbon dioxide Extraction Schematic Diagram).....	25

รูปที่ 3.6	ภาพถ่ายชุดสกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต (Supercritical Carbon dioxide Extraction Apparatus) (1) ถังแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ (2) เครื่องทำความเย็น (3) ปุ่มแรงดันสูง (4) อ่างน้ำควบคุมอุณหภูมิ (5) แผงควบคุม (6) เครื่องสกัด (7) ขวดเก็บตัวอย่าง	26
รูปที่ 3.7	Static headspace-gas chromatography (SHS-GC-FID).....	27
รูปที่ 3.8	เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี ยี่ห้อ Agilent รุ่น 6890N	29
รูปที่ 4.1	เมล็ดเทียนดำบดก่อนสกัด (1) เมล็ดเทียนดำบดหลังสกัด (2).....	30
รูปที่ 4.2	แสดงน้ำมันที่สกัดได้และกากเมล็ดเทียนดำหลังสกัดด้วยชุดสกัดการอัดสกรู	31
รูปที่ 4.3	ร้อยละผลได้น้ำมันของการสกัดเมล็ดเทียนดำบดที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส ความดัน 200 บาร์ (40/200) และอุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส 300 บาร์ (40/300)	32
รูปที่ 4.4	ร้อยละผลได้น้ำมันของการสกัดเมล็ดเทียนดำบดที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส ความดัน 200 บาร์ (50/200) และอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส 300 บาร์ (50/300)	33
รูปที่ 4.5	ร้อยละผลได้น้ำมันของการสกัดเมล็ดเทียนดำบดที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ความดัน 200 บาร์ (60/200) และอุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส 300 บาร์ (60/300)	33
รูปที่ 4.6	ร้อยละผลได้น้ำมันของการสกัดเมล็ดเทียนดำบดที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส ความดัน 200 บาร์ (40/200) อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส 200 บาร์ (50/200) และอุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส 200 บาร์ (60/200).....	34
รูปที่ 4.7	ร้อยละผลได้น้ำมันของการสกัดเมล็ดเทียนดำบดที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส ความดัน 300 บาร์ (40/300) อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส 300 บาร์ (50/300) และอุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส 300 บาร์ (60/300).....	34
รูปที่ 4.8	ร้อยละผลได้น้ำมันของการสกัดเมล็ดเทียนดำบดที่อุณหภูมิ 40 50 และ 60 องศาเซลเซียส ความดัน 200 และ 300 บาร์	35
รูปที่ 4.9	โครมาโทแกรมจากเครื่อง SHS-GC-FID (1) น้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยเครื่องอัดแบบสกรู	36
รูปที่ 4.10	โครมาโทแกรมจากเครื่อง GC (1) n-hexane (2) น้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยชุดสกัดซอกส์เลต (3) น้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยชุดสกัดการอัดสกรู.....	37

รูปที่ 4.11 โครมาโทแกรมจากเครื่อง SHS-GC-FID(1) น้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยเครื่องอัดแบบสกรู
 (2) น้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตที่ 200 บาร์ 40 องศาเซลเซียส
 (3) น้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตที่ 200 บาร์ 50 องศาเซลเซียส
 (4) น้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตที่ 200 บาร์ 60 องศาเซลเซียส
 38

รูปที่ 4.12 โครมาโทแกรมจากเครื่อง SHS-GC-FID(1) น้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยเครื่องอัดแบบสกรู
 (2) น้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตที่ 300 บาร์ 40 องศาเซลเซียส
 (3) น้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตที่ 300 บาร์ 50 องศาเซลเซียส
 (4) น้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตที่ 300 บาร์ 60 องศาเซลเซียส
 38

รูปที่ 4.14 โครมาโทแกรมของน้ำมันเมล็ดเทียนดำบดที่ความดัน 300 บาร์ และอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส..... 39

รูปที่ 4.15 แก๊สโครมาโทกราฟีแมสสเปกโตรมิเตอร์ (GC-MS) ของน้ำมันเมล็ดเทียนดำบดที่ความดัน 300 บาร์ และอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส..... 40

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

เมล็ดเทียนดำหรือเมล็ดยี่ห่วยดำ (*Nigella sativa* L.) มีลักษณะเป็นรูปสามเหลี่ยมถึงห้าเหลี่ยม เมื่อเมล็ดแก่จะมีสีดำสนิท ซึ่งต้นเทียนดำเป็นพืชพื้นเมืองที่มักปลูกในประเทศแถบตะวันออกกลางขยายไปยังประเทศอินเดียและเขตปกครองตนเองทิเบต เมล็ดเทียนดำถูกนำมาใช้อย่างแพร่หลายทั้งในวงการอาหารและวงการแพทย์ ทางด้านอาหารเนื่องจากเมล็ดเทียนดำเมื่อนำมาบดจะเกิดกลิ่นหอมฉุน มีรสชาติเผ็ดร้อนคล้ายกับพริกไทยจึงนิยมนำมาปรุงเป็นเครื่องเทศทั้งในประเทศอินเดียและประเทศในแถบตะวันออกกลาง [1] ในทางการแพทย์มีการนำเมล็ดเทียนดำมาใช้ตั้งแต่สมัยโรมันและยังมีบันทึกในตำราอายุรเวทของประเทศอินเดียโดยนำเมล็ดเทียนดำมาใช้เป็นยารักษาเชื้อโรคต่าง ๆ ชาวมุสลิมนิยมใช้น้ำมันจากเมล็ดเทียนดำมาประกอบพิธีกรรมทางศาสนาโดยใช้เป็นทั้งยาและนำมาปรุงอาหาร [2] ในประเทศไทยมีการบันทึกลงในบัญชียาจากสมุนไพรปรากฏการใช้เมล็ดเทียนดำรักษาโรคอย่างแพร่หลาย อาทิเช่น ระบบทางไหลเวียนโลหิต (แก้ลม) ระบบทางเดินอาหาร สุนัขศาสตร์นรีเวชวิทยา เป็นต้น [3] และยิ่งไปกว่านั้นมีบันทึกการใช้เมล็ดเทียนดำรักษาโรคมะเร็งในสัตว์ทดลอง ทั้งนี้เป็นเพราะในเมล็ดเทียนดำนั้นมีองค์ประกอบทางเคมีที่สำคัญหลายชนิด ซึ่งหนึ่งในนั้นคือ สารไทโมควิโนน (Thymoquinone) ในคัมภีร์อัลกุรอานเมล็ดเทียนดำจึงได้รับการขนานนามว่าเป็นยาที่สามารถรักษาได้ทุกโรคยกเว้นความตายเท่านั้น [4]

What's in *Nigella sativa* Seeds ?



รูปที่ 1.1 องค์ประกอบในเมล็ดเทียนดำ [4]

วิธีการสกัดน้ำมันจากเมล็ดเทียนดำมีหลายวิธีซึ่งในงานวิจัยนี้จะกล่าวเพียงสองวิธี โดยวิธีแรกคือ การสกัดด้วยการอัดแบบสกรู (screw press) ซึ่งเป็นเทคนิคดั้งเดิมที่ใช้กันมานาน โดยเทคนิคนี้จะไม่ใช้ความร้อนหรือสารเคมีเข้ามาเกี่ยวข้องทำให้น้ำมันที่สกัดได้ไม่เกิดการสูญเสียคุณภาพและไม่ปนเปื้อนสารเคมี ซึ่งข้อดีของวิธีนี้คือ สามารถทำได้ง่าย เครื่องมือสกัดมีราคาไม่แพงจึงทำให้ต้นทุนการสกัดต่ำ อีกทั้งยังไม่ใช้อุปกรณ์หรือเครื่องมือที่มีความซับซ้อนเข้ามาเกี่ยวข้อง แต่ข้อเสียของวิธีนี้คือ จะได้สารสำคัญออกมาหลายตัวทำให้จำเป็นต้องมีกระบวนการแยกซ้ำ น้ำมันที่สกัดออกมาได้มีความบริสุทธิ์และร้อยละผลได้ (yield) ต่ำ [5] ต่อมาจึงมีวิธีการสกัดที่พัฒนาขึ้นมาใหม่ คือ การสกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต (supercritical CO₂) โดยที่เทคนิคนี้มีประสิทธิภาพและมีข้อได้เปรียบกว่าเทคนิคการสกัดแบบดั้งเดิมหลายประการ เนื่องจากที่ภาวะเหนือวิกฤตคาร์บอนไดออกไซด์มีสถานะของไหลเหมือนตัวทำละลาย มีสมบัติคล้ายของเหลวและแก๊ส โดยมีความหนาแน่นใกล้เคียงกับของเหลว มีความหนืดต่ำและมีสัมประสิทธิ์การแพร่สูงใกล้เคียงกับแก๊ส สมบัติเหล่านี้ทำให้สามารถกระจายตัวและแทรกซึมเข้าสู่โครงสร้างตัวถูกละลายได้ดี การสกัดสามารถควบคุมได้โดยการปรับความดันและอุณหภูมิ เทคนิคนี้เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมเนื่องจากคาร์บอนไดออกไซด์แยกออกจากสารสกัดด้วยการเปลี่ยนสถานะจากของไหลภาวะเหนือวิกฤตเป็นแก๊สที่อุณหภูมิห้องและนำกลับไปใช้สกัดซ้ำได้ ทำให้มีต้นทุนดำเนินการ (operating cost) ต่ำ เทคนิคนี้ไม่เหลือตัวทำละลายตกค้างส่งผลให้ได้สารสกัดมีความบริสุทธิ์สูง ส่งผลดีต่อผู้บริโภค

งานวิจัยนี้มีจุดมุ่งหมายในการศึกษาเพื่อเปรียบเทียบประสิทธิภาพของวิธีการสกัดน้ำมันจากเมล็ดเทียนดำด้วยเครื่องอัดแบบสกรูและคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต วิเคราะห์องค์ประกอบของสารสกัดน้ำมันจากเมล็ดเทียนดำเพื่อเปรียบเทียบคุณภาพ เพื่อนำสารสกัดไปใช้ในอุตสาหกรรมอาหารและเพิ่มมูลค่าแก่วัตถุดิบ

1.2 วัตถุประสงค์

1.2.1 เปรียบเทียบวิธีการสกัดน้ำมันจากเมล็ดเทียนดำด้วยเครื่องอัดแบบสกรูและคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต

1.2.2 หาภาวะที่เหมาะสมในการสกัดน้ำมันจากเมล็ดเทียนดำด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตที่ส่งผลต่อปริมาณร้อยละน้ำมันสะสมสูงสุด

1.2.3 ศึกษาองค์ประกอบน้ำมันที่สกัดได้จากเมล็ดเทียนดำด้วยเครื่องอัดแบบสกรูและคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตโดยใช้เครื่อง Static Headspace-Gas Chromatography (SHS-GC-FID) และเครื่อง Static Headspace-Gas Chromatography-Mass Spectrometer (SHS-GC-MS)

1.3 ขอบเขตงานวิจัย

1.3.1 ศึกษาการสกัดน้ำมันจากเมล็ดเทียนดำด้วยการอัดแบบสกรู

1.3.2 ศึกษาการสกัดน้ำมันจากเมล็ดเทียนดำบดโดยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตในเครื่องสกัดแบบกึ่งต่อเนื่องขนาด 130 มิลลิลิตร

1.3.3 วิเคราะห์องค์ประกอบน้ำมันที่สกัดได้จากเมล็ดเทียนดำ

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

ทราบถึงวิธีการสกัดที่เหมาะสมและองค์ประกอบน้ำมันที่สกัดได้จากเมล็ดเทียนดำ

1.5 วิธีการดำเนินการวิจัย

1.5.1 สืบค้นข้อมูลและศึกษางานวิจัยทั้งภายในและภายนอกประเทศ

1.5.2 วางแผน ออกแบบการทดลองให้สอดคล้องกับวัตถุประสงค์พร้อมทั้งจัดเตรียมชุดเครื่องมือ สารสกัดที่ใช้ในการทดลอง

1.5.3 สกัดน้ำมันจากเมล็ดเทียนดำบดวิธีซอกซ์เลต (soxhlet extraction) โดยใช้เฮกเซนเป็นตัวทำละลาย ที่อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 6 ชั่วโมง

1.5.4 สกัดน้ำมันจากเมล็ดเทียนดำโดยการอัดแบบสกรู (screw press)

1.5.5 สกัดน้ำมันจากเมล็ดเทียนดำบดโดยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต (supercritical carbon dioxide extraction) โดยใช้อัตราการไหลของคาร์บอนไดออกไซด์ 10 กรัมต่อนาที เป็นระยะเวลา 6 ชั่วโมง

- อุณหภูมิ 40-60 องศาเซลเซียส

- ความดัน 200-300 บาร์

1.5.6 สกัดน้ำมันจากเมล็ดเทียนดำที่ผ่านการสกัดด้วยการอัดแบบสกรูแล้วนำมาสกัดหา น้ำมันคงค้างเหลืออยู่โดยวิธีซอกซ์เลต (soxhlet extraction) โดยใช้เฮกเซนเป็นตัวทำละลาย ที่อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 6 ชั่วโมง

1.5.7 วิเคราะห์องค์ประกอบของน้ำมันที่สกัดด้วยตัวทำละลาย การอัดสกรูและคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตด้วยเครื่อง SHS-GC-FID และเครื่อง SHS-GC-MS

1.5.8 วิเคราะห์ สรุปผลการทดลอง และเขียนวิทยานิพนธ์

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 เมล็ดเทียนดำ (Black cumin seed)

เทียนดำ มีชื่อทางวิทยาศาสตร์ว่า *Nigella arvensis* L. (ชื่อพ้อง *Nigella arvensis* Mill.) จัดอยู่ในวงศ์พวงแก้วกุดั่น *Ranunculaceae* โดยจะมีชื่อเรียกตามภาษาท้องถิ่นอื่น ๆ ว่า เทียนดำหลวง เฮยจิ่งเฉา (จีนกลาง) และยี่หระดำ เป็นต้น นอกจากนี้ยังพบว่ายังมีเทียนดำอีกหลายสายพันธุ์ อาทิเช่น *Nigella damascena* L. พบในประเทศอียิปต์ *Nigella glandulifera* Freyn & Sint. พบในมณฑลซินเจียง ประเทศจีน และสายพันธุ์ *Nigella arvensis* L. พบได้ในประเทศซีเรีย อินเดีย เลบานอนและเขตปกครองตนเองทิเบต โดยเทียนดำทั้งสามชนิดมีสมบัติและสรรพคุณคล้ายคลึงกัน สามารถนำมาใช้ทดแทนกันได้แต่จะแตกต่างกันตรงลักษณะภายนอกเท่านั้น โดยสายพันธุ์จากประเทศอียิปต์จะมีกลีบเลี้ยงออกเป็นสีอมม่วงและมีเกสรออกเป็นสีเหลืองอมเขียวมากกว่าพันธุ์จากประเทศเลบานอน แสดงดังรูปที่ 2.1 และ 2.2 ตามลำดับ [2]



รูปที่ 2.1 เทียนดำสายพันธุ์ *Nigella damascena* L. (พบในประเทศอียิปต์)



รูปที่ 2.2 เทียนดำสายพันธุ์ *Nigella arvensis* L. (พบในประเทศเลบานอน)

2.1.1 ลักษณะทางพฤกษศาสตร์ของเทียนดำ

ต้นเทียนดำ

จัดเป็นพืชไม้ล้มลุกขนาดเล็ก อายุราว 1 ปี ลำต้นกลมและตั้งตรง ความสูงของต้นอยู่ในช่วง 30-60 เซนติเมตร แตกกิ่งก้านบริเวณกลางลำต้น ต้นมีขนสีเหลืองอ่อนขึ้นปกคลุม [2]

ใบเทียนดำ

เป็นใบประกอบแบบขนนก ขอบใบหยักลึก ใบบนใหญ่กว่าใบล่าง ก้านใบสั้น ลักษณะของใบย่อยเป็นรูปสามแฉกโดยมีรูปร่างลักษณะเป็นเส้น ปลายแหลม ซึ่งจะมีขนขึ้นปกคลุมช่วงล่าง ใบย่อยกว้าง 2-3 เซนติเมตรและยาว 4-5 เซนติเมตร [2]

ดอกเทียนดำ

เป็นดอกเดี่ยว ออกดอกบริเวณปลายยอดหรือตามซอกใบ มีกลีบเลี้ยง 5 กลีบ มีขนาดใหญ่และยาวกว่ากลีบดอกมาก ดอกมีทั้งสีขาวและสีฟ้าอ่อนอมม่วงขึ้นอยู่กับสายพันธุ์ มีหลายกลีบดอกโดยที่กลีบดอกจะมีขนาดเล็กเป็นสีเหลืองอมเขียว ที่ปลายกลีบมีเส้นคาดเป็นสีม่วง ดอกมีเกสรเพศผู้สีเหลืองจำนวนมาก ยาว 8-12 มิลลิเมตร ส่วนกลีบเลี้ยงยาว 2-3 มิลลิเมตร [2]

ผลและเมล็ดเทียนดำ

ผลแก่จะแตกออก รูปร่างคล้ายคลึงกับผลฝิ่น เมล็ดเทียนดำแสดงดังรูปที่ 2.3 มีความยาว 8-15 มิลลิเมตร มีเมล็ดอยู่ภายในโดยที่ลักษณะเป็นรูปสามเหลี่ยมถึงห้าเหลี่ยม ขนาดกว้าง 1.4-1.8 มิลลิเมตรและยาว 2.5-3.0 มิลลิเมตร ภายนอกเมล็ดเป็นสีดำสนิทผิวหยาบหรือขรุขระ ไม่มีขน มีกลิ่นเล็กน้อย ส่วนเนื้อในจะมีเมล็ดเป็นสีขาว เมล็ดค่อนข้างแข็ง [2]



รูปที่ 2.3 เมล็ดเทียนดำ [2]

2.1.2 องค์ประกอบในเมล็ดเทียนดำ

เมล็ดเทียนดำประกอบไปด้วยคาร์โบไฮเดรต ไขมัน โปรตีน เถ้า และความชื้น แสดงดังตารางที่ 2.1 โดยที่สัดส่วนขององค์ประกอบแต่ละชนิดขึ้นอยู่กับพื้นที่เพาะปลูก (อุณหภูมิ ความชื้นและบรรยากาศ) ระยะเวลาเก็บเกี่ยวและสิ่งแวดล้อม สมบัติทางเคมีและกายภาพของเมล็ดเทียนดำ แสดงดังตารางที่ 2.2 องค์ประกอบในไขมันพบน้ำมันระเหยยาก (Fixed oil) ประกอบไปด้วย กรดลิโนเลอิกมากที่สุด ตามมาด้วยกรดโอเลอิก และกรดปาล์มิติก ตามลำดับ แสดงดังตารางที่ 2.3

ตารางที่ 2.1 องค์ประกอบเมล็ดเทียนดำ [6]

ผู้เขียน	Mohammed et al., 2016	Solati et al., 2014	Atta, 2003	Khoddami et al., 2011
แหล่งที่มาวัตถุดิบ	West, Malaysia	Solo, Indonesia	Alexandria, Egypt	Isfahan, Iran
ไขมันทั้งหมด (Total fat, %wt.)	32.26 ± 0.09	31.72 ± 0.42	34.80 ± 1.90	37.33 ± 0.15
ความชื้น (Moisture, %wt.)	6.67 ± 0.20	4.99 ± 0.29	7.00 ± 0.50	5.40 ± 0.13
เถ้า (Ash, %wt.)	6.82 ± 0.10	5.29 ± 0.41	3.70 ± 0.70	6.72 ± 0.02
โปรตีน (Protein, %wt.)	19.19 ± 0.20	23.07 ± 1.05	20.80 ± 1.10	20.02 ± 0.27
คาร์โบไฮเดรต (Carbohydrate, %wt.)	35.04 ± 0.30	34.91 ± 1.22	33.70 ± 0.50	30.53 ± 0.00

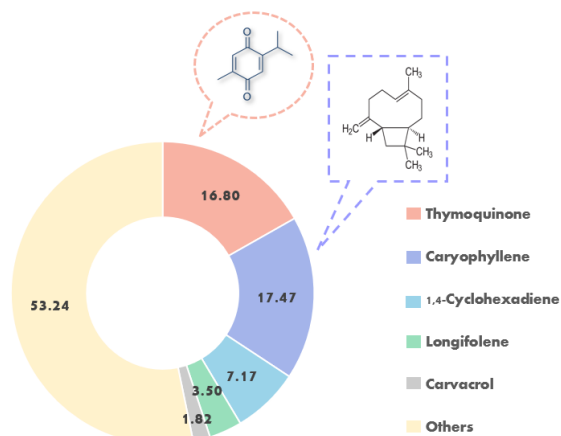
ตารางที่ 2.2 สมบัติทางเคมีและกายภาพของเมล็ดเทียนดำ [6]

สมบัติ	ค่า
ปริมาณกรดไขมันอิสระ (เทียบกับ %กรดไขมันโอเลอิก)	5.98 ± 0.00
ค่าสะพอนิฟิเคชัน (มิลลิกรัมของโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ต่อน้ำมัน 1 กรัม)	243.52 ± 0.30
ปริมาณไอโอดีน (กรัมของไอโอดีนต่อน้ำมัน 100 กรัม)	115.10 ± 0.24
ค่าเพอร์ออกไซด์ (มิลลิกรัมสมมูลเพอร์ออกไซด์ออกซิเจนต่อน้ำมัน 1 กิโลกรัม)	3.40 ± 0.05
ดัชนีการหักเหแสง (ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส)	1.47 ± 0.00
ค่าความหนืด (เซนติพอยซ์)	6.26 ± 0.07

ตารางที่ 2.3 องค์ประกอบกรดไขมันของเมล็ดเทียนดำ [6]

ชนิดของกรดไขมัน	ร้อยละ
กรดปาล์มติก (C16:0)	12.53 ± 0.08
กรดสเตียริก (C18:0)	2.17 ± 0.01
กรดโอเลอิก (C18:1)	23.21 ± 0.12
กรดลิโนเลอิก (C18:2)	60.74 ± 0.46
กรดลิโนเลนิก (C18:3)	0.68 ± 0.00
กรดไขมันอิ่มตัว	14.70 ± 0.12
กรดไขมันไม่อิ่มตัวที่มีพันธะคู่หนึ่งตำแหน่ง	23.21 ± 0.12
กรดไขมันไม่อิ่มตัวที่มีพันธะคู่ตั้งแต่ 2 ตำแหน่งขึ้นไป	61.42 ± 0.29
สัดส่วนปริมาณไขมันไม่อิ่มตัวต่อไขมันอิ่มตัว	5.75 ± 0.01

นอกจากนี้ยังพบว่ามีน้ำมันระเหยง่าย (Volatile oil) ที่มีองค์ประกอบทางเคมีให้ฤทธิ์ในการรักษาโรคต่าง ๆ อาทิเช่น แคลิโอฟิลลีน (caryophyllene) มีฤทธิ์ในทางด้านการอักเสบ ถูกใช้เป็นยารักษาความเจ็บปวด ด้านทานโรคมะเร็งและต่อต้านการติดเชื้อ และสารเคมีที่สำคัญที่มีฤทธิ์คล้ายคลึงกันนั้นคือ ไทโมควิโนน (Thymoquinone) โดยจะให้ฤทธิ์ด้านการอักเสบ ด้านอนุมูลอิสระ ช่วยเสริมภูมิคุ้มกันด้านทานโรค อีกทั้งยังช่วยรักษาสมดุลของระบบหลอดเลือดหัวใจ โรคเบาหวาน และโรคเกี่ยวกับระบบประสาท อีกทั้งยังพบสารเคมีอีกหลายตัวที่ให้ฤทธิ์ทางเภสัชวิทยา [6] องค์ประกอบทางเคมีในน้ำมันหอมระเหยแสดงดังรูปที่ 2.4

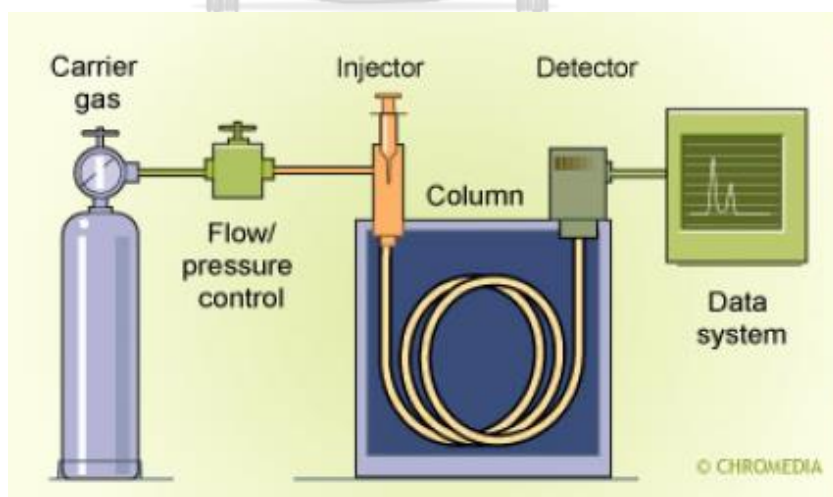


รูปที่ 2.4 องค์ประกอบทางเคมีในน้ำมันหอมระเหย [6]

2.1.3 การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของสารสกัด

2.1.3.1 เทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatography, GC)

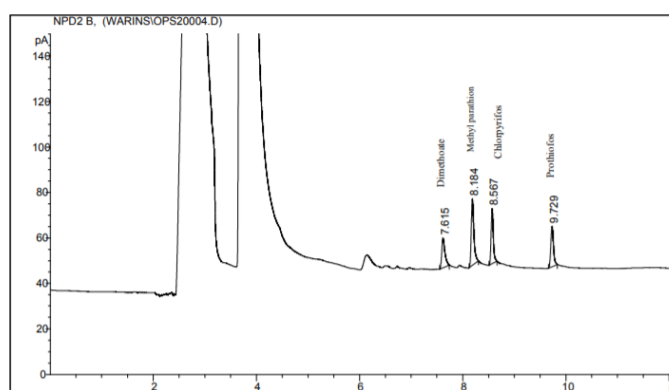
Gas Chromatography (GC) เป็นวิธีการแยกสารที่สนใจที่มีองค์ประกอบของสารตั้งแต่ 2 ชนิดขึ้นไป โดยตัวอย่างจะถูกทำให้เป็นไอที่อุณหภูมิหนึ่ง จากนั้นจะผ่านเข้าคอลัมน์ที่บรรจุด้วยเฟสคงที่ (stationary phase) ซึ่งอาศัยการพาไปของเฟสเคลื่อนที่ (mobile phase) หรือ carrier gas ส่งผลให้องค์ประกอบในสารผสมที่มีความสามารถในการเคลื่อนที่ กระจายตัวผ่านเฟสคงที่ต่างกัน เกิดการแยกออกจากกัน [8] ซึ่งองค์ประกอบภายในเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี แสดงดังรูปที่ 2.5



รูปที่ 2.5 องค์ประกอบของเครื่อง GC [9]

ในการวิเคราะห์ตัวอย่างสารผสมจะถูกฉีดเข้าไปยัง injector port จากนั้นสารจะถูกให้ความร้อนจนเกิดการกลายเป็นไอแล้วถูกพาไปยังคอลัมน์ด้วยเฟสเคลื่อนที่ โดยองค์ประกอบของสารผสมจะถูกแยกออกจากกันเคลื่อนที่ผ่านคอลัมน์และถูกตรวจวัดด้วย detector ซึ่งสัญญาณที่ตรวจวัดได้จะแสดงออกมาในรูปโครมาโทแกรม (chromatogram) แสดงดังรูปที่ 2.6 สำหรับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟีสามารถวัดได้ทั้งเชิงคุณภาพและเชิงปริมาณ โดยเชิงคุณภาพจะหมายถึงการหาชนิดของสารโดยเปรียบเทียบกับค่า retention time ของสารมาตรฐาน ส่วนในเชิงปริมาณสามารถคำนวณปริมาณความเข้มข้นสารที่ได้จากการเปรียบเทียบพื้นที่ใต้พีคหรือความสูงของพีคสารตัวอย่างเทียบกับพีคของสารมาตรฐาน [9]

Retention time (RT) คือ เวลาที่สารแต่ละตัวใช้ในการเคลื่อนที่ผ่านคอลัมน์ นับจากเวลาเริ่มต้นของการวิเคราะห์จนถึงตำแหน่งเวลาที่ detector อ่านสัญญาณสูงสุด (peak) จากการตรวจวัดสารนั้น

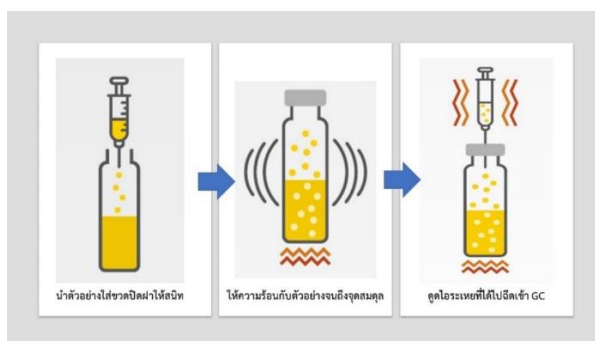


รูปที่ 2.6 ตัวอย่างโครมาโทแกรมที่ได้จากการบันทึกข้อมูลของเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี [9]

CHULALONGKORN UNIVERSITY

2.1.3.2 เทคนิคเฮดสเปซ (Headspace)

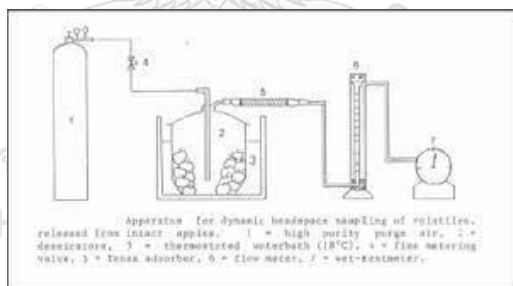
การวิเคราะห์นี้จะใช้ร่วมกับเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatography, GC) เพื่อวิเคราะห์สารที่ระเหยง่ายจากส่วนสกัดของผลิตภัณฑ์ธรรมชาติสกัดหยาบ (Crude extract) ซึ่งเทคนิคนี้อาศัยหลักการของสภาพสมดุลของเหลว-ไอภายในขวดเก็บตัวอย่าง เทคนิคเฮดสเปซแตกต่างจากเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟีทั่วไปคือ ในการฉีดตัวอย่างจะนำส่วนที่เป็นไอ ไม่เป็นของแข็งหรือของเหลว ฉีดเข้าเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีโดยตรง [10] แสดงดังรูปที่ 2.7 ซึ่งเทคนิคนี้จะแบ่งออกเป็น 2 แบบคือ ไดนามิกและสแตติก



รูปที่ 2.7 ขั้นตอนการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเฮดสเปซ [10]

(1) เทคนิคไดนามิกเฮดสเปซ (Dynamic head space analysis)

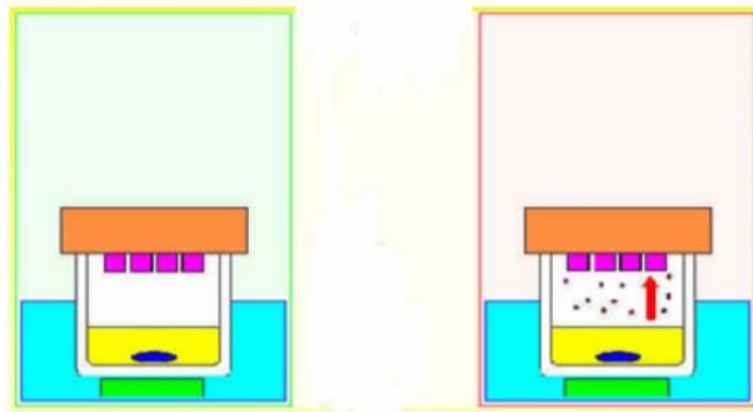
เทคนิคนี้ในระยะแรกเป็นการเตรียมตัวอย่างด้วยการแทนที่สารที่ต้องการวิเคราะห์ด้วยแก๊สเฉื่อยแบบต่อเนื่องเข้าสู่เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี ต่อมาจะทำการโหลดสารตัวอย่างด้วยอัตราเร็วค่าหนึ่งในเวลาที่กำหนดผ่านอุปกรณ์ที่มีความสามารถในการจับสารที่ต้องการวิเคราะห์ ทั้งนี้เพื่อเป็นการเตรียมสารที่ต้องการวิเคราะห์ให้มีความเข้มข้นสูงขึ้น จากนั้นคือการดูดซับ (desorption) ด้วยความร้อนเพื่อให้สารที่ต้องการวิเคราะห์ผ่านเข้าไปยังเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี โดยอุปกรณ์เก็บตัวอย่างโดยอาศัยเทคนิค dynamic head space [11] แสดงดังรูปที่ 2.8



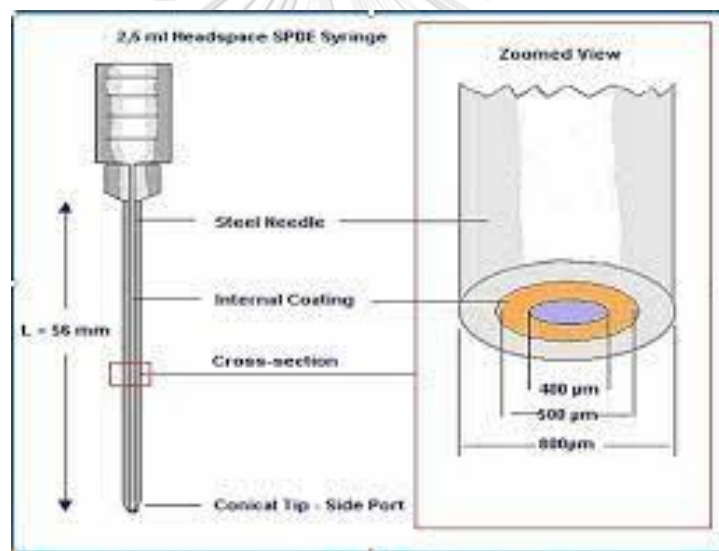
รูปที่ 2.8 อุปกรณ์สำหรับการเก็บตัวอย่างโดยใช้ dynamic head space [11]

(2) เทคนิคสแตติกเฮดสเปซ (Static head space analysis)

เทคนิคนี้ทำโดยการนำตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์บรรจุในภาชนะที่ปิดสนิท (seal container) ซึ่งมีการให้ความร้อนหรือไม่มีการให้ความร้อน เมื่อความดันไอของตัวอย่างและบรรยากาศรอบตัวอย่างภายในภาชนะปิดสนิทถึงจุดสมดุลแสดงดังรูปที่ 2.9 เริ่มเก็บตัวอย่างแก๊สโดยใช้เข็มสำหรับเก็บตัวอย่างแก๊ส (gas tight syringe) แสดงดังรูปที่ 2.10 จากนั้นนำตัวอย่างแก๊สฉีดเข้าเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี เพื่อวิเคราะห์หาองค์ประกอบทางเคมีที่อยู่ในไอระเหยของตัวอย่าง [11]



รูปที่ 2.9 ลักษณะโครงสร้างภายในเข็มเก็บตัวอย่างแก๊ส (gas tight syringe) [11]



รูปที่ 2.10 ไอรระเหยที่เกิดบริเวณช่องว่างโดยใช้เทคนิคสแตติกเฮดสเปซ [11]

ปัจจัยที่ส่งผลต่อเทคนิคเฮดสเปซ

(1) อุณหภูมิ

อุณหภูมิที่เหมาะสมที่สามารถเร่งให้สารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์เคลื่อนที่จากเฟสตัวอย่างเข้าไปสู่เฟสเฮดสเปซหรือเป็นการเพิ่มพลังงานจลน์ให้กับสารที่ต้องการวิเคราะห์ [12]

(2) เวลา

เวลาที่เหมาะสมทำให้สารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์เคลื่อนที่ไปยังเฟสเสถสเปซ อย่างสมบูรณ์ หากใช้เวลานี้น้อยไปจะส่งผลให้ปริมาณสารระเหยน้อยลง แต่ถ้าใช้เวลานานเกินไป ปริมาณสารระเหยไม่สามารถมีค่าได้มากกว่าค่าที่เวลาสมดุลเป็นการสิ้นเปลืองเวลาในการวิเคราะห์ [12]

(3) ปัจจัยอื่น ๆ

นอกเหนือจากที่กล่าวมาข้างต้นพบว่ามีปัจจัยอื่นที่สามารถส่งผลต่อผลวิเคราะห์ที่ต้องพิจารณาก่อนทำการวิเคราะห์ อาทิเช่น ขนาดขวดวิเคราะห์ ค่า pH และปริมาณเกลือที่เติมในตัวอย่าง เป็นต้น [12]

2.1.4 การนำเมล็ดเทียนดำไปใช้ประโยชน์

(1) อาหาร

เมื่อนำเมล็ดเทียนดำไปบดจะเกิดกลิ่นหอม อุ่น รสชาติเผ็ดร้อน คล้ายกับพริกไทยดำ ออริกานอ หอมใหญ่ ผู้คนจึงนิยมนำมาใช้เป็นเครื่องเทศในการปรุงอาหารหรือแต่งกลิ่นในขนมปัง [1] แสดงดังรูปที่ 2.11



รูปที่ 2.11 เมล็ดเทียนดำนำไปใช้ในด้านอาหาร [13]

(2) การแพทย์

ในอดีตเมล็ดเทียนดำไม่เพียงแต่ถูกใช้ในทางอาหารเท่านั้น เทียนดำยังถูกนำมาใช้ในทางการแพทย์ตั้งแต่สมัยโรมันและยังมีบันทึกในตำราอายุรเวชของประเทศอินเดีย โดยนำเมล็ดเทียนดำมาใช้เป็นยาระงับเชื้อโรคต่าง ๆ ในส่วนของประเทศไทยมีการบันทึกลงในบัญชียาจากสมุนไพร ปรากฏการใช้เมล็ดเทียนดำรักษาโรคอย่างแพร่หลาย อาทิเช่น รักษาโรคที่เกี่ยวข้องกับระบบย่อยอาหาร

โรคระบบไหลเวียนโลหิต โรคหัวใจ โรคเบาหวาน โรคที่เกี่ยวข้องกับริเวทวิทยา นอกจากนี้ยังพบว่าการใช้รักษาโรคมะเร็งในสัตว์ทดลอง [1]

(3) ความสวยและความงาม

ภายในองค์ประกอบของเมล็ดเทียนดำพบสารเคมีหลายชนิดที่ให้ผลฆ่าเชื้อแบคทีเรียต้านการอักเสบ มีฤทธิ์ต้านอนุมูลอิสระซึ่งจะส่งผลต่อความสวยและความงามของมนุษย์ เป็นเหตุผลที่ชาวอินเดียใช้น้ำมันเมล็ดเทียนดำมาใช้เพื่อดูแลปกป้องผิวหนัง ผิวจากอนุมูลอิสระที่เป็นอันตรายที่มีอยู่ทั้งภายในและภายนอกร่างกาย สร้างความเสียหายที่จะนำไปสู่สัญญาณผิวเสื่อมสภาพก่อนวัย เช่น ริ้วรอยและร่องลึก นอกจากนี้ น้ำมันเมล็ดเทียนดำยังมีประสิทธิภาพช่วยเพิ่มความชุ่มชื้นให้แก่ผิว แก้ไขปัญหาผิวแห้งอันก่อให้เกิดสิบบนใบหน้า [14] ปัจจุบันพบผลิตภัณฑ์จากน้ำมันเมล็ดเทียนดำในรูปแบบครีมบำรุงผิว ยาสีฟันและน้ำยาบ้วนปาก วางจำหน่ายกันในท้องตลาด แสดงดังรูปที่ 2.12



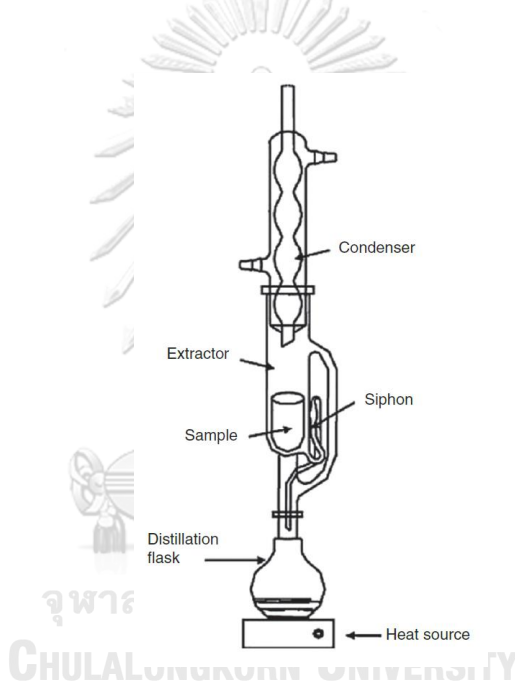
รูปที่ 2.12 ผลิตภัณฑ์จากสารสกัดเทียนดำที่วางจำหน่ายกันในปัจจุบัน [15][16]

2.2 เทคนิคการสกัด

เทคนิคการสกัดเป็นปัจจัยหนึ่งที่ส่งผลต่อคุณภาพของน้ำมัน โดยมีเทคนิคการสกัดหลากหลาย อาทิเช่น วิธีชอกส์เลต วิธีอัดแบบสกรูและวิธีการสกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต เป็นต้น ซึ่งแต่ละเทคนิคมีข้อดีและข้อเสีย แตกต่างกันไป จึงจำเป็นต้องพิจารณาจากจุดประสงค์ของผู้ผลิต

2.2.1 วิธีซอกส์เลต

การสกัดแบบซอกส์เลต (Soxhlet extraction) แสดงดังรูปที่ 2.13 เป็นการสกัดด้วยตัวทำละลายอย่างต่อเนื่องเพื่อวิเคราะห์หาปริมาณน้ำมัน ใช้ตัวทำละลายเป็นสารประกอบไฮโดรคาร์บอน อาทิเช่น เฮกเซน และปิโตรเลียมอีเทอร์ ซึ่งเป็นสารที่ทำให้เกิดอันตรายต่อสุขภาพ จึงมีการใช้เทคนิคอื่นทดแทน เช่น Accelerated Solvent Extraction โดยหลักการของวิธีการสกัดนี้คือ ให้ความร้อนจนตัวทำละลายระเหยขึ้นไปสัมผัสกับระบบหล่อเย็นแล้วควบแน่นตกลงมาผ่านตัวอย่างที่บรรจุในเซลล์โลสทิมเบอร์ เมื่อสารที่สกัดได้สูงถึงระดับกาลักน้ำ สารสกัดจะไหลกลับลงมาในขวดกักกมล การสกัดวนจนครบวงจรเสร็จสมบูรณ์ สามารถสังเกตจากสีของตัวทำละลายได้ วิธีนี้อาจทำให้สารสำคัญบางตัวเกิดการสลายตัวเนื่องจากความร้อน



รูปที่ 2.13 เครื่องสกัดแบบซอกส์เลต [17]

ปริมาณน้ำมันที่สกัดได้ขึ้นอยู่กับปัจจัยหลายอย่าง อาทิเช่น ตัวทำละลายที่ใช้ ปริมาตรตัวทำละลายที่ใช้ ระยะเวลาที่ใช้ในการสกัด ขนาดอนุภาคของตัวอย่าง เป็นต้น

2.2.2 วิธีการอัดแบบสกรู

การสกัดด้วยเครื่องอัดแบบสกรู (Screw press extraction) แสดงดังรูปที่ 2.14 เป็นวิธีการสกัดด้วยแรงกลซึ่งเป็นวิธีดั้งเดิมที่ใช้กันมานาน ทำได้ง่าย ไม่ยุ่งยากซับซ้อน เครื่องนี้มีราคาไม่แพง โดยวิธีนี้ไม่ใช่สารเคมี เหมาะสำหรับเมล็ดพืชน้ำมันเปลือกแข็งและมีปริมาณน้ำมันสูง เนื่องจากวิธีนี้

สามารถสกัดได้ปริมาณน้ำมันเพียงร้อยละ 50-60 ของปริมาณน้ำมันทั้งหมด หลักการสกัด คือ ตัวอย่างถูกพาให้เคลื่อนที่อย่างต่อเนื่องไปยังข้างหน้าด้วยสกรูที่หมุนอยู่ภายในกระบอกอัด ระหว่างทางเกิดการบีบอัดตลอดระยะเวลาความยาวของสกรูส่งผลให้ผนังเซลล์แตก น้ำมันพืชไหลออกมาทางรูระบายน้ำมันด้านล่างของกระบอกอัด ส่วนกากจะออกมาบริเวณปลายสกรู น้ำมันที่สกัดได้อาจไม่บริสุทธิ์จึงต้องนำไปตั้งทิ้งไว้จนตกตะกอน จากนั้นจึงกรองเอาเฉพาะส่วนของน้ำมันที่บริสุทธิ์มาใช้ ข้อเสียอีกประการของการสกัดด้วยวิธีนี้คือ ระหว่างที่ตัวอย่างผ่านเกลียวหมุนจะเกิดแรงเสียดทานขึ้น ส่งผลให้เกิดความร้อนสูงทำลายคุณภาพของน้ำมันที่สกัดได้



รูปที่ 2. 14 เครื่องสกัดแบบการอัดแบบสกรู [18]

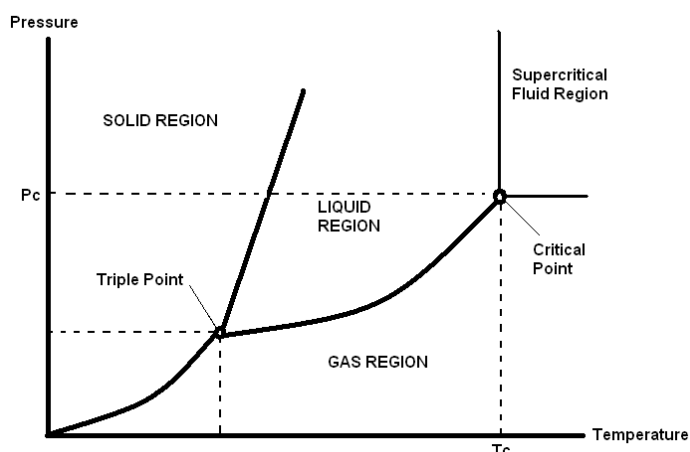
ปัจจัยที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพการสกัดและคุณภาพของน้ำมัน คือ ความเร็วรอบของสกรู ระยะห่างของสกรู ความชื้นของวัตถุดิบ อุณหภูมิและความดันที่เกิดขึ้นระหว่างการบีบอัด ลักษณะของทางออกและการปรับสภาพเบื้องต้นของวัตถุดิบ เช่น การคั่วหรือการกะเทาะเปลือก เป็นต้น

กากที่ได้จากการสกัดด้วยวิธีนี้มีน้ำมันคงค้าง (residual oil) เหลืออยู่ประมาณร้อยละ 40-50 ของปริมาณน้ำมันทั้งหมด จึงจำเป็นต้องอาศัยวิธีการสกัดอื่นมารวมด้วยเพื่อให้ได้ปริมาณน้ำมันทั้งหมด ในอุตสาหกรรมนิยมใช้การสกัดด้วยตัวทำละลายอินทรีย์

2.2.3 วิธีการสกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต

2.2.3.1 ของไหลภาวะเหนือวิกฤต

ของไหลภาวะเหนือวิกฤต (Supercritical fluid) หมายถึง สารใด ๆ ก็ตามที่ไม่สามารถจำแนกได้ว่าเป็นแก๊สหรือของเหลว ซึ่งเกิดจากสารนั้นมีอุณหภูมิและความดันสูงเกินกว่าจุดวิกฤต (critical point) แสดงดังรูปที่ 2.15



รูปที่ 2.15 แผนผังวัฏภาคที่ความดันและอุณหภูมิใด ๆ [18]

เส้นแบ่งสถานะของแข็งกับแก๊ส เรียกว่า เส้นการระเหิด (sublimation line) เส้นแบ่งสถานะของแข็งกับของเหลว เรียกว่า เส้นการหลอมเหลว (Melting line) ส่วนเส้นที่แบ่งความเป็นของเหลวกับแก๊สเรียกว่า เส้นการระเหย (vaporization line) อุณหภูมิและความดันที่สสารทั้ง 3 สถานะอยู่ร่วมกัน เรียกว่า จุดร่วมสาม (triple point) หากพิจารณาเส้นการระเหยจะพบว่า แก๊สสามารถเปลี่ยนไปเป็นของเหลวได้ 2 วิธี คือ การเพิ่มความดัน หรือการลดอุณหภูมิ เพื่อลดพลังงานจลน์ส่งผลให้ระยะระหว่างโมเลกุลลดลงเกิดการควบแน่นเป็นของเหลว แต่หากเพิ่มอุณหภูมิสูงกว่าค่าหนึ่ง โมเลกุลของแก๊สมีพลังงานจลน์มากจนการเพิ่มความดันไม่สามารถเปลี่ยนแก๊สเป็นของเหลวได้ โดยอุณหภูมิสูงสุดที่แก๊สยังสามารถควบแน่นเป็นของเหลวเรียกว่า อุณหภูมิวิกฤต (critical temperature : T_c) และความดัน ณ จุดนี้เรียกว่า ความดันวิกฤต (critical pressure : P_c) และจุดที่อุณหภูมิเท่ากับ T_c ความดันเท่ากับ P_c เรียกว่า จุดวิกฤต (critical point : CP)

หากพิจารณาถึงสมบัติทางกายภาพ (physicochemical properties) ของของไหลสถานะเหนือวิกฤตระหว่างแก๊สกับของเหลว แสดงดังตารางที่ 2.4 พบว่า ของไหลสถานะเหนือวิกฤตมีความหนาแน่น (density) ใกล้เคียงกับของเหลว ถ้านำมาเป็นตัวทำละลาย โมเลกุลจะถูกล้อมรอบด้วยโมเลกุลของของไหลสถานะเหนือวิกฤตเกิดอันตรกิริยา (interaction) ต่อกันก่อให้เกิดพลังงานเอนทัลปี (enthalpy) ลดลง เกิดการละลายที่ดีขึ้น ในขณะที่ความหนืดและสัมประสิทธิ์การแพร่ของของไหลสถานะเหนือวิกฤตใกล้เคียงกับแก๊ส ทำให้แพร่เข้าสู่โครงสร้างภายในตัวถูกละลายได้ดี ด้วยสมบัติที่กล่าวมาทั้งหมด นำไปสู่การใช้ของไหลสถานะเหนือวิกฤตเป็นตัวทำละลาย เนื่องจากมีข้อดีกว่าตัวทำละลายของเหลว มีความสามารถในการละลาย (solvent power) ที่ดีกว่าและมีอัตราถ่ายโอนมวลเร็ว

ตารางที่ 2.4 สมบัติทางกายภาพของของไหลภาวะเหนือวิกฤตระหว่างแก๊สกับของเหลว [19]

สถานะ	ความหนาแน่น (g/cm^3)	สัมประสิทธิ์การแพร่ (cm^2/s)	ความหนืด (cP)
แก๊ส	$(0.6-2) \times 10^{-3}$	0.1-0.4	0.01-0.03
ของไหลภาวะเหนือวิกฤต	0.2-0.1	$(2-7) \times 10^{-4}$	0.01-0.09
ของเหลว	0.6-1.6	$(0.2-2) \times 10^{-5}$	0.2-3.0

ตารางที่ 2.5 ค่าคงที่วิกฤตของตัวทำละลายบางชนิดที่ใช้เป็นตัวทำละลายของการสกัดด้วยของไหลภาวะเหนือวิกฤต [20]

สารประกอบ	อุณหภูมิวิกฤต (องศาเซลเซียส)	ความดันวิกฤต (บาร์)	ความหนาแน่นวิกฤต (กรัม/มิลลิลิตร)
เอทิลีน	9.90	51.20	0.23
คาร์บอนไดออกไซด์	31.10	73.80	0.47
ไนตรัสออกไซด์	36.50	72.60	0.46
โพรเพน	96.70	42.60	0.22
ซิลเฟอร์เฮกซะฟลูออไรด์	45.70	37.60	0.75
เมทานอล	240.30	79.90	0.27
น้ำ	363.90	221.00	0.32
แอมโมเนีย	132.30	113.00	0.24
เอิน-เพนเทน	196.70	33.70	0.23

สมบัติวิกฤตของคาร์บอนไดออกไซด์ตามตารางที่ 2.5 เมื่ออยู่ในภาวะเหนือวิกฤต (supercritical state) คาร์บอนไดออกไซด์มีสภาพเป็นของไหล มีความหนาแน่นอยู่ระหว่างแก๊สและของเหลว สามารถใช้สกัดสารที่ต้องการออกมาได้โดยควบคุมความดันและอุณหภูมิให้เหมาะสม สามารถกำจัดคาร์บอนไดออกไซด์โดยลดความดันเพื่อเปลี่ยนวัฏภาคเป็นแก๊สระเหยออกจากสารสกัด ส่งผลให้สารสกัดมีความบริสุทธิ์

2.2.3.2 สมบัติของคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตที่ส่งผลต่อการสกัด

(1) สมบัติการถ่ายโอน (transportation Property)

คาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต มีความหนืดต่ำและมีสัมประสิทธิ์การแพร่สูง ทำให้สามารถกระจายตัวอย่างทั่วถึง แทรกซึมเข้าสู่โครงสร้างอนุภาคตัวถูกละลายได้ดี ส่งผลให้ตัวถูกละลายที่ละลายเข้าไปในคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตกระจายตัวออกจากบริเวณการสกัดไปบริเวณอื่นได้ง่ายและมีอัตราการถ่ายโอนมวลสูง [20]

(2) สมบัติในการละลายของตัวทำละลาย (solvent power property)

ความสามารถในการละลายของตัวทำละลายเป็นสมบัติที่โดดเด่นของคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตซึ่งเหนือกว่าตัวทำละลายทั่วไป เนื่องจากสามารถเลือกและปรับให้ได้ค่าตามที่ต้องการโดยการปรับอุณหภูมิ หากพิจารณาตัวทำละลายเป็นของเหลว การที่เพิ่มอุณหภูมิมีส่วนช่วยให้เกิดการละลายที่ดีขึ้น ดังนั้นการเพิ่มอุณหภูมิในการสกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตเป็นการเพิ่มการละลายของตัวถูกละลายเช่นกัน แต่การเพิ่มอุณหภูมิจะทำให้ความหนาแน่นของคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตลดลงซึ่งส่งผลให้โมเลกุลของคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตกับตัวถูกละลายอยู่ห่างกัน ผลลัพธ์ที่เกิดขึ้นคือ การละลายโดยรวมของตัวถูกละลายมีค่าลดลง ซึ่งปัญหานี้แก้ไขได้โดยการเพิ่มความดันให้กับคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต ทำให้เกิดความหนาแน่นเพิ่มขึ้นจนใกล้เคียงกับภาวะเริ่มต้นก่อนที่จะเพิ่มอุณหภูมิ ดังนั้นการปรับอุณหภูมิและความดันให้เหมาะสมจึงมีความสำคัญในการสกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต [20]

(3) สมบัติในการเลือกสกัด (Selectivity Property)

ความสามารถในการเลือกสกัดของคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต เป็นอีกสมบัติที่ดีของคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต ซึ่งการเลือกสกัดทำได้โดยการปรับอุณหภูมิและความดัน เพื่อให้มีความสามารถในการละลายที่เหมาะสม ส่งผลให้ได้สารสกัดที่ต้องการโดยมีสารอื่นปนเปื้อนออกมาน้อยที่สุด [20]

2.2.3.3 ปัจจัยที่ส่งผลต่อการสกัด

(1) ความดัน

การปรับความดันมีผลต่อความสามารถในการละลายของคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต หากเพิ่มความดันจะทำให้เกิดความหนาแน่นของตัวทำละลายสูงขึ้น เกิดการใกล้ชิดระหว่างโมเลกุลส่งผลให้อัตราการแพร่ของอนุภาคกับตัวทำละลายสูงขึ้น ทว่าการเพิ่มความดันก็ส่งผลให้ความดันไอของสารที่ต้องการสกัดลดลงด้วยเช่นกัน

(2) อุณหภูมิ

การปรับอุณหภูมิมีผลต่อความหนาแน่นของคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต หากเพิ่มอุณหภูมิจะทำให้ความหนาแน่นของคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตลดลงแต่ในขณะเดียวกัน ความดันไอของตัวถูกละลายจะเพิ่มขึ้น มีผลให้เกิดอัตราการถ่ายโอนมวลที่สูงขึ้น ดังนั้นอุณหภูมิจะส่งผลต่อการสกัดทั้งด้านดีหรือไม่ดีขึ้นอยู่กับที่ภาวะนั้นความหนาแน่นหรือความดันไอจะส่งผลต่อการสกัดมากกว่ากัน

(3) ความหนาแน่น

ที่ภาวะอุณหภูมิกคงที่ การสกัดจะดีขึ้นหากความหนาแน่นของคาร์บอนไดออกไซด์เพิ่มขึ้น ซึ่งมีผลมาจากสมบัติในการละลายของตัวทำละลาย

(4) ตัวทำละลายร่วม

หากเลือกใช้ตัวทำละลายร่วม เช่น เอทานอล เป็นการช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการสกัดให้ดียิ่งขึ้น เพราะว่าจะช่วยเพิ่มความหนาแน่นของคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตและเป็นการเพิ่มความเข้มข้นซึ่งจะส่งผลให้สามารถสกัดสารที่มีขั้วได้มากขึ้น

(5) ขนาดอนุภาค

ขนาดของอนุภาคส่งผลต่อการสกัด เนื่องจากการลดขนาดอนุภาคเป็นการเพิ่มพื้นที่ผิวสัมผัสของตัวทำละลาย ยิ่งไปกว่านั้นการบดยังช่วยทำให้ผนังเซลล์พืชแตกออกมีผลให้ความต้านทานการถ่ายโอนมวลลดลงซึ่งจะทำให้ตัวทำละลายเข้าถึงสารสกัดได้ง่ายยิ่งขึ้น

(6) อัตราการไหลของคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต

อัตราการไหลมีผลต่อความต้านทานการถ่ายโอนมวลและระยะเวลาในการสกัด ถ้าหากเพิ่มอัตราการไหลจะทำให้ความต้านทานการถ่ายโอนมวลลดลงและยังช่วยลดระยะเวลาในการสกัด แต่หากเพิ่มอัตราการไหลมากเกินไปจะทำให้เกิดการอุดตันของน้ำแข็งแข็งที่ขาออกของเครื่องสกัดได้ เนื่องจากการขยายตัวของคาร์บอนไดออกไซด์ทำให้อุณหภูมิที่ขาออกลดลงอย่างรวดเร็ว

2.2.3.4 ข้อดีของการเลือกใช้คาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต

การสกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต เป็นวิธีการสกัดที่ถูกพัฒนาขึ้น ซึ่งภายหลังพบว่ามีการใช้กันอย่างแพร่หลายในปัจจุบัน เนื่องจากเทคนิคนี้ค่อนข้างมีประสิทธิภาพและมีข้อดีเหนือกว่าวิธีการสกัดแบบดั้งเดิมหลายประการ อาทิเช่น สารสกัดมีความบริสุทธิ์ วิธีการสกัดเป็นมิตร

กับสิ่งแวดล้อม ขั้นตอนไม่ซับซ้อน ประหยัดเวลา เป็นต้นคาร์บอนไดออกไซด์เป็นแก๊สเฉื่อยที่ไม่เป็นพิษ ไม่ไวไฟ ไม่มีกลิ่น มีราคาถูก และหาซื้อได้ง่าย

2.3.3.5 การเปรียบเทียบข้อดีและข้อเสียของการสกัดน้ำมันด้วยวิธีการที่ต่างกัน

จากตารางที่ 2.6 จะพบว่า การสกัดด้วยวิธีซอกส์เลตมีข้อดีคือ ได้ปริมาณสารสกัดสูง เครื่องมือราคาถูก แต่วิธีนี้มีข้อเสียคือมีการใช้ตัวทำละลายอินทรีย์ทำให้เกิดการปนเปื้อนของตัวทำละลาย ใช้เวลาสกัดนานและอาจเกิดการสูญเสียสารสำคัญบางอย่างอันเนื่องมาจากความร้อน ส่วนวิธีสกัดด้วยการอัดแบบสกรูมีข้อดี คือ ไม่ใช้สารเคมี สามารถสกัดได้ง่าย ขั้นตอนไม่ซับซ้อน แต่มีข้อเสียคือ สกัดสารออกมาไม่หมด ทำให้เหลือสารสกัดคงค้างอยู่ สารสกัดที่ได้มีความบริสุทธิ์ค่อนข้างต่ำ การสกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตมีข้อได้เปรียบในด้านเป็นเทคโนโลยีสะอาด สามารถสกัดน้ำมันจากเมล็ดพืชได้ดี ช่วยประหยัดเวลา ประหยัดพลังงาน และไม่มีผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อม

ตารางที่ 2.6 เปรียบเทียบข้อดีและข้อเสียของแต่ละวิธีการสกัด

วิธีการสกัด	ข้อดี	ข้อเสีย
ซอกส์เลต	<ul style="list-style-type: none"> - สารที่สกัดได้มีปริมาณสูง - เครื่องมือมีราคาถูก 	<ul style="list-style-type: none"> - มีการปนเปื้อนตัวทำละลายอินทรีย์ - ใช้เวลาสกัดนาน - สูญเสียสารบางอย่างอันเนื่องมาจากความร้อน - ไม่เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อมและสิ่งมีชีวิต
การอัดแบบสกรู	<ul style="list-style-type: none"> - ไม่ใช้สารเคมี - ทำได้ง่าย 	<ul style="list-style-type: none"> - สกัดสารออกมาไม่หมด มีสารคงค้างเหลืออยู่ - สารสกัดไม่บริสุทธิ์ มีคุณภาพต่ำ
คาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต	<ul style="list-style-type: none"> - ไม่มีตัวทำละลายอินทรีย์ - สารที่สกัดได้มีความบริสุทธิ์สูง 	<ul style="list-style-type: none"> - ราคาเครื่องมือสูง

2.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Nameer และคณะ [6] ศึกษาฤทธิ์ต้านอนุมูลอิสระ องค์ประกอบทางเคมีและพฤติกรรมเมื่อได้รับความร้อนของน้ำมันจากเมล็ดเทียนดำของวิธีการสกัดที่แตกต่างกัน คือ วิธีสกัดด้วยการอัดสกรูที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมงและการสกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตที่ความดัน 400 บาร์ อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากผลการทดลองพบว่า ได้น้ำมันโอลิอิกสูง

ร้อยละ 5.98 และร้อยละ 6.15 ตามลำดับ ปริมาณโทโมควิโนน 1.56 และ 6.63 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ตามลำดับ และความเข้มข้นที่ให้ผลในการต้านอนุมูลอิสระลดลงครึ่งหนึ่ง (IC_{50}) ของสองวิธีมีค่า 2.3086 และ 1.5873 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ตามลำดับ

Mustafa และคณะ [21] ศึกษาสมบัติทางเคมีฟิสิกส์และเสถียรภาพของน้ำมันจากเมล็ดเทียนดำที่สกัดด้วยวิธีที่แตกต่างกันโดยมีวิธีสกัดสามแบบ คือ การสกัดด้วยการอัดสกรูทำที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง การสกัดด้วยไมโครเวฟทำที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 50 นาทีและการสกัดซอกส์เลตใช้เฮกเซนเป็นตัวทำละลาย เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จากผลการทดลองพบว่าได้น้ำมันโอเลอิกสูงร้อยละ 7.49 ร้อยละ 9.51 และร้อยละ 9.28 ตามลำดับ ได้ปริมาณโทโมควิโนน 14.40 5.65 และ 6.20 ไมโครกรัมต่อกรัม ตามลำดับ และยังพบว่าน้ำมันที่สกัดด้วยเทคนิคอัดสกรูไว่ต่อปฏิกิริยาออกซิเดชันมากที่สุดจากทั้งสามเทคนิคที่ได้ทำการทดลอง

Zeinab และคณะ [22] ศึกษาฤทธิ์ต้านอนุมูลอิสระ ปริมาณโทโมควิโนนและสมบัติทางเคมีของน้ำมันจากเมล็ดเทียนดำที่สกัดด้วยวิธีที่แตกต่างกันคือ วิธีการสกัดซอกส์เลตใช้ปิโตรเลียมอีเทอร์เป็นตัวทำละลาย ระยะเวลา 4 ชั่วโมงและการสกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตทำที่ความดัน 350 บาร์ อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 1 ชั่วโมง ผลการทดลองพบว่า ได้น้ำมันโอเลอิกสูงร้อยละ 6.40 และร้อยละ 5.83 ตามลำดับ ได้ปริมาณโทโมควิโนน 1.06 และ 4.07 มิลลิกรัมต่อกรัม ตามลำดับ และความเข้มข้นที่ให้ผลในการต้านอนุมูลอิสระลดลงครึ่งหนึ่ง (IC_{50}) ของสองวิธีมีค่า 8.26 และ 2.59 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ตามลำดับ

Madduri และคณะ [23] ศึกษาเปรียบเทียบผลผลิตและองค์ประกอบที่ได้จากการสกัดน้ำมันของเมล็ดเทียนดำด้วยวิธีการสกัดที่แตกต่างกัน คือ การสกัดด้วยตัวทำละลายโดยใช้เฮกเซนหรือเมทานอล ใช้ระยะเวลาสกัด 12 ชั่วโมงและการสกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตที่ความดัน 100-400 บาร์ อุณหภูมิ 40-70 องศาเซลเซียส ปริมาตรคาร์บอนไดออกไซด์ 50-400 มิลลิลิตร จากผลการทดลองพบว่า ได้ปริมาณน้ำมันเมล็ดเทียนดำร้อยละ 28.1 ด้วยตัวทำละลายเฮกเซน ร้อยละ 29.2 ด้วยตัวทำละลายเมทานอล และได้ปริมาณน้ำมันร้อยละ 0.84-31.7 ด้วยวิธีการสกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตที่ภาวะการสกัดต่าง ๆ ปัจจัยที่ส่งผลต่อการสกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต คือ ความดัน อุณหภูมิและปริมาตรคาร์บอนไดออกไซด์ พบว่าที่ความดัน 400 บาร์ อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียสและปริมาตรคาร์บอนไดออกไซด์ 100 มิลลิลิตรให้ร้อยละผลได้สูงสุด

Karina และ Pawel [24] ศึกษาสภาพการละลายแบบไดนามิกและเสถียรของโทโมควิโนนโดยการสกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต ผลการทดลองพบว่า ความสามารถในการละลายของโทโมควิโนนเพิ่มขึ้นเมื่อความดันเพิ่มขึ้นที่แต่ละไอโซเทอม ในขณะที่การเพิ่มอุณหภูมิกลับให้ผลที่ตรงข้ามกัน

บทที่ 3

วิธีดำเนินงานวิจัย

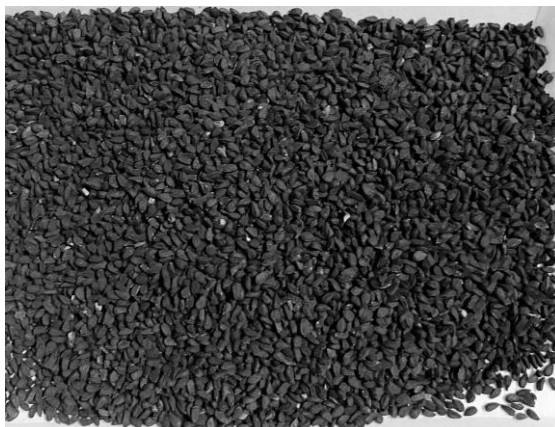
3.1 อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้

3.1.1 อุปกรณ์

- ชุดสกัดซอกซ์เลต (Soxhlet Extraction Apparatus)
- ชุดสกัดการอัดสกรู (Screw press Extraction Apparatus) ยี่ห้อ BEAUTISUN รุ่น Model LBT01
- ชุดสกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต (Supercritical Carbon dioxide Extraction Apparatus)
- เครื่องระเหยแบบหมุน (Rotary Evaporator)
- เตาทลูมให้ความร้อน (Heating Mantle)
- ตู้อบ (Oven)
- เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatography: GC) ยี่ห้อ Shimadzu รุ่น GC2030
- เครื่องฉีดสารตัวอย่างของเหลวหรือของแข็งโดยใช้ไอ (static-headspace autosampler) ยี่ห้อ Shimadzu รุ่น HS-10
- เครื่องชั่งสารดิจิทัลความละเอียด 4 ตำแหน่ง (Analytical Balance) จากบริษัท Mettler Toledo
- ไมโครปิเปต (Micropipette) ขนาด 100 – 1000 ไมโครลิตร
- ไมโครปิเปตทิป (Micropipette Tips) ขนาด 100 – 1000 ไมโครลิตร
- เครื่องปั่นอาหารแห้ง ยี่ห้อ Philips รุ่น HR2056
- ตะแกรง (Sieves) ขนาด 850 710 และ 600 ไมครอน

3.1.2 สารเคมี

- เมล็ดเทียนดำ (Black cumin seed) ของร้าน ตั้งวงษ์
- เฮกเซน (n-Hexane) เกรดวิเคราะห์ (AR grade) ของบริษัท RCI Labscan
- เฮปเทน (n-heptane) เกรดวิเคราะห์ (AR grade) ของบริษัท RCI Labscan
- คาร์บอนไดออกไซด์ (Carbon Dioxide, 99.9%) จากบริษัท ลินเต็ด (ประเทศไทย) จำกัด มหาชน
- น้ำกลั่น (Distilled Water)



รูปที่ 3.1 ตัวอย่างเมล็ดเทียนดำ

3.2 รายละเอียดวิธีการทดลอง

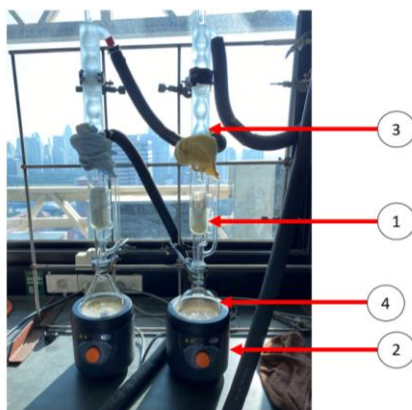
งานวิจัยนี้ศึกษาเชิงเปรียบเทียบของวิธีการสกัดน้ำมันจากเมล็ดเทียนดำโดยการอัดแบบสกรูและคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต โดยที่วิธีการสกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตทำการทดลองในช่วงอุณหภูมิ 40-60 องศาเซลเซียส และความดัน 200-300 บาร์ เพื่อหาภาวะที่เหมาะสมในการสกัดน้ำมันจากเมล็ดเทียนดำให้ได้ปริมาณสูงสุด อีกทั้งยังศึกษาเปรียบเทียบองค์ประกอบของน้ำมันที่สกัดจากเมล็ดเทียนดำจากทั้งสองวิธี

3.2.1 การเตรียมตัวอย่าง

นำเมล็ดเทียนดำไปปัดด้วยเครื่องปั่นอาหารแห้ง เพื่อให้เมล็ดเทียนดำแตก ส่งผลให้สามารถสกัดน้ำมันได้ง่าย

3.2.2 การสกัดน้ำมันจากเมล็ดเทียนดำด้วยชุดสกัดซอกส์เลต

เตรียมเฮกเซนปริมาตร 200 มิลลิลิตร ใส่ในขวดก้นกลมขนาด 500 มิลลิลิตร (หมายเลข 4) จากนั้นชั่งตัวอย่างเมล็ดเทียนดำที่ผ่านการบดแล้วประมาณ 20 กรัม ใส่ในหลอดกระดาษกรองสำหรับการสกัด (extraction thimble) ตามหมายเลข 1 หลังจากประกอบชุดสกัดซอกส์เลตดังรูป 3.2 เริ่มเปิดเครื่องทำความร้อน (หมายเลข 2) เพื่อให้เฮกเซนระเหยขึ้นไปผ่านส้อมฝักระบายหล่อเย็น (หมายเลข 3) และเกิดการควบแน่นตกลงมาไหลผ่านตัวอย่าง สารที่สกัดได้จะไหลลงมาอยู่ในขวดก้นกลมซึ่งจะผสมกับเฮกเซน (หมายเลข 4) โดยเฮกเซนจะระเหยกลับขึ้นไปใหม่และควบแน่นลงมาสัมผัสกับตัวอย่าง กระบวนการวนซ้ำแบบนี้จนเกิดการสกัดสมบูรณ์ สังเกตได้จากสีของหลอดกระดาษกรองที่เปลี่ยนจากสีเหลืองเป็นไม่มีสี หลังจากนั้นนำตัวอย่างที่สกัดได้ไประเหยตัวทำละลายออกด้วยเครื่องระเหยแบบหมุน (Rotary Evaporator) แสดงดังรูปที่ 3.3 ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส ความดัน 170 มิลลิบาร์ เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง



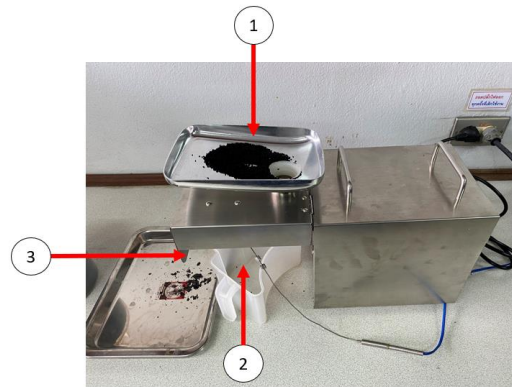
รูปที่ 3.2 ชุดการสกัดซอกซ์เลต



รูปที่ 3.3 เครื่องระเหยแบบหมุน (Rotary Evaporator)

3.2.3 การสกัดน้ำมันจากเมล็ดเทียนดำด้วยชุดสกัดการอัดสกรู (Screw press Extraction Apparatus)

เตรียมตัวอย่างเมล็ดเทียนดำประมาณ 1 กิโลกรัม มาปีบด้วยชุดสกัดการอัดสกรูดังรูปที่ 3.4 ดำเนินการโดยการใส่ตัวอย่างลงผ่านกรวยเติมสาร (หมายเลข 1) จากนั้นตัวอย่างตกลงมายังกระบอกรูอัดสกรูด้วยอัตราเร็วในการหมุน 20 รอบต่อนาที ระหว่างนั้นสกรูเกิดการเคลื่อนที่ต่อเนื่องไปยังข้างหน้า ระหว่างทางจะเกิดการบีบอัด น้ำมันไหลออกมาทางรูระบายน้ำมัน (หมายเลข 2) ส่วนกากจะออกมาบริเวณปลายสกรู (หมายเลข 3) โดยกำหนดอัตราการป้อนตัวอย่าง 1 กิโลกรัมต่อชั่วโมง เพื่อควบคุมอุณหภูมิระหว่างสกัด (ไม่เกิน 50 องศาเซลเซียส) จากนั้นน้ำมันที่สกัดออกมาได้ให้ตั้งทิ้งไว้ข้ามคืนเพื่อให้เกิดการแยกชั้น หลังจากนั้นกำจัดตะกอนด้วยการกรองและเก็บตัวอย่าง

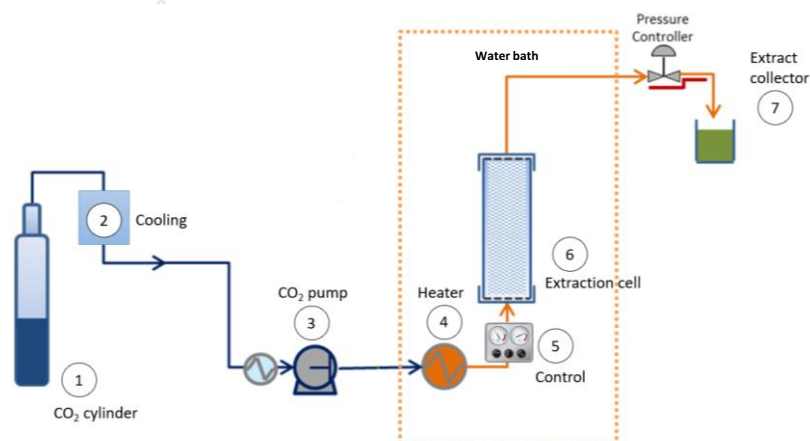


รูปที่ 3.4 ชุดสกัดการอัดสกรู (Screw press Extraction Apparatus)

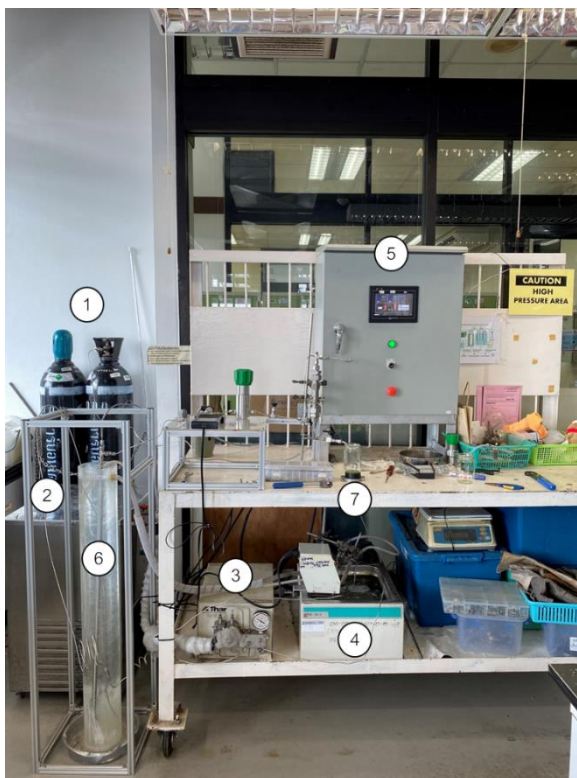
3.2.4 การสกัดน้ำมันจากเมล็ดเทียนดำด้วยชุดสกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต (Supercritical Carbon dioxide Extraction Apparatus)

ชุดสกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตดังรูปที่ 3.5 และ 3.6 ดำเนินการโดยคาร์บอนไดออกไซด์ (1) ไหลผ่านเข้าไปยังเครื่องหล่อเย็น (2) เพื่อเปลี่ยนแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ให้อยู่ในรูปของเหลว จากนั้นปั๊ม (3) คาร์บอนไดออกไซด์เหลวผ่านท่อที่แช่ในอ่างน้ำร้อน (4) เพื่อควบคุมอุณหภูมิในการสกัด เมื่อกำหนดอุณหภูมิของการสกัดแล้วให้คาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตไหลผ่านเครื่องสกัดจากด้านล่างสู่ด้านบนของเครื่องสกัด (6) โดยจะมีการควบคุมอัตราการไหลของคาร์บอนไดออกไซด์ด้วยแผงควบคุม (5) จากนั้นสารสกัดที่ได้จะไหลออกทางข้างบนสู่ขวดเก็บตัวอย่าง (7) โดยคาร์บอนไดออกไซด์เปลี่ยนเป็นแก๊สที่อุณหภูมิห้องและความดันบรรยากาศ

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.5 แผนภาพชุดสกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต (Supercritical Carbon dioxide Extraction Schematic Diagram)



รูปที่ 3.6 ภาพถ่ายชุดสกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต (Supercritical Carbon dioxide Extraction Apparatus) (1) ถังแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ (2) เครื่องทำความเย็น (3) ปัม แรงดันสูง (4) อ่างน้ำควบคุมอุณหภูมิ (5) แผงควบคุม (6) เครื่องสกัด (7) ขวดเก็บตัวอย่าง

ในงานวิจัย แต่ละการทดลองจะทำการชั่งตัวอย่างประมาณ 10 กรัมใส่ลงในเครื่องสกัด หลังจากนั้นควบคุมอุณหภูมิ (40 – 60 องศาเซลเซียส) และความดัน (200 – 300 บาร์) ตามค่าการ ออกแบบการทดลอง ควบคุมอัตราการไหลของคาร์บอนไดออกไซด์อยู่ที่ 10 กรัมต่อนาทีและเก็บ ตัวอย่างทุก ๆ 30 นาทีเป็นเวลา 6 ชั่วโมง

3.3 การวิเคราะห์ตัวอย่าง

3.3.1 การเตรียมตัวอย่างก่อนการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SHS-GC-FID

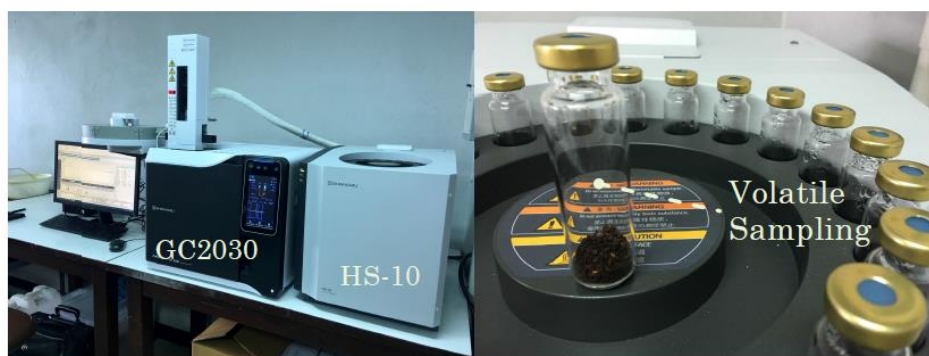
ใส่ตัวอย่าง ได้แก่ เมล็ดเทียนดำบด น้ำมันเทียนดำบดที่สกัดด้วยซอกส์เลต น้ำมันเทียนดำที่ สกัดด้วยการอัดแบบสกรู น้ำมันเทียนดำที่สกัดด้วยชุดสกัดคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต ปริมาตร 1 มิลลิลิตรลงในขวดแก้วขนาด 20 มิลลิลิตร จากนั้นทำการปิดด้วยจุกยางและฝา อะลูมิเนียมด้วย vial capper แล้วนำไปตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SHS-GC-FID

3.3.2 การเตรียมตัวอย่างก่อนการวิเคราะห์กรดไขมัน

การเปลี่ยนกรดไขมันให้อยู่ในรูปเมทิลเอสเทอร์ (FAMES) ก่อนการวิเคราะห์ ใช้สารโบรอนไตรฟลูออไรด์ในเมทานอล (BF_3 in methanol) ตามวิธีของ IUPAC (1979) โดยชั่งน้ำมันตัวอย่าง 0.040 กรัมลงในขวดก้นกลม (Round bottom flask) ขนาด 50 มิลลิลิตร ต่อเข้ากับชุดรีฟลักซ์ (Reflux) ทำการบ่มในอ่างน้ำร้อน (water bath) ที่อุณหภูมิ 76 องศาเซลเซียส ต่อจากนั้นทำการเติม 0.5 นอัมลาร์ โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide) ในเมทานอล (Methanol) ปริมาตร 4 มิลลิลิตร เมื่อสังเกตเห็นฟองอากาศ ให้ใช้เวลาในการสกัด 15 นาที หลังจากนั้นทำการเติมโบรอนไตรฟลูออไรด์ในเมทานอล ปริมาตร 4 มิลลิลิตร เมื่อสังเกตเห็นฟองเดือดให้ใช้เวลาในการสกัด 3 นาที แล้วเติมเฮปเทน (Heptane) ปริมาตร 1 มิลลิลิตร โดยใช้เวลาในการสกัด 1 นาที หลังจากนั้นนำชุดรีฟลักซ์ออกจากอ่างน้ำร้อน ทิ้งไว้ให้เย็น นำขวดก้นกลมมาเติมโซเดียมคลอไรด์ (Sodium chloride) จนเลยคอขวด ทิ้งไว้ให้แยกชั้น จากนั้นใช้ปิเปตต์ (pipette) ตูดสารละลายเฮปเทนที่มี FAMES ใส่ขวดฉีดยาตัวอย่าง (Vial) เพื่อนำไปใช้ในการวิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas chromatograph, GC)

3.3.3 การวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเทคนิค SHS-GC-FID

ส่งตัวอย่างวิเคราะห์ห้องปฏิบัติการของน้ำมันเทียนดำ ที่สถาบันวิจัยเทคโนโลยีชีวภาพและวิศวกรรมพันธุศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย โดยใช้เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี ยี่ห้อ Shimadzu รุ่น GC2030 แสดงดังรูปที่ 3.7 คอลัมน์ที่ใช้เป็นแบบ capillary column รุ่น DB-1 ความยาวคอลัมน์ 30 เมตร เส้นผ่านศูนย์กลาง 250 ไมโครเมตร ความหนาของชั้นสารที่เคลือบ 0.25 ไมโครเมตร ใช้ดีเทคเตอร์ชนิด Flame ionization detector ซึ่งใช้แก๊สฮีเลียมเป็นแก๊สตัวพา (carrier gas) โดยภาวะที่ใช้ในการวิเคราะห์แสดงดังตารางที่ 3.1 และภาวะโปรแกรมอุณหภูมิ (temperature program) ที่ใช้แสดงดังตารางที่ 3.2



รูปที่ 3.7 Static headspace-gas chromatography (SHS-GC-FID)

ตารางที่ 3.1 ภาวะที่ใช้วิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี

ภาวะ	ค่า
Carrier gas (He) Linear velocity	40 cm/s
Detector Temperature (FID)	280 °C
Split ratio	1:10
Inject volume	1.00 ml

ตารางที่ 3.2 อุณหภูมิและอัตราการเพิ่มอุณหภูมิในแต่ละช่วงเวลา ในการวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี

โปรแกรมอุณหภูมิ	อัตราให้ความร้อน (°C /min)	อุณหภูมิคอลัมน์ (°C)	เวลากดค้าง (min)
Initial		50	2
1	5	150	2

3.3.4 การวิเคราะห์องค์ประกอบของกรดไขมันด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatograph, GC)

วิเคราะห์หาองค์ประกอบของกรดไขมันของน้ำมันเมล็ดเทียนดำที่สกัดได้ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีดังรูปที่ 3.4 ยี่ห้อ Agilent รุ่น 6890N คอลัมน์ที่ใช้เป็นแบบ capillary column รุ่น DB-FATWAX ความยาวคอลัมน์ 30 เมตร เส้นผ่านศูนย์กลาง 250 ไมโครเมตร ความหนาของชั้นสารเคลือบ 0.25 ไมโครเมตร ใช้ดีเทคเตอร์ชนิด Flame ionization detector ซึ่งใช้แก๊สฮีเลียมเป็นแก๊สตัวพา โดยภาวะที่ใช้ในการวิเคราะห์แสดงดังตารางที่ 3.3 และภาวะโปรแกรมอุณหภูมิที่ใช้แสดงดังตารางที่ 3.4



รูปที่ 3.8 เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ ยี่ห้อ Agilent รุ่น 6890N

ตารางที่ 3.3 ภาวะที่ใช้วิเคราะห์หองค์ประกอบของกรดไขมันในน้ำมันเมล็ดเทียนดำด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ

ภาวะ	ค่า
Carrier gas (He) flow rate	1.3 mL/min
Detector Temperature (FID)	280 °C
Split ratio	25:1
Inject volume	0.1 μ L

ตารางที่ 3.4 อุณหภูมิและอัตราการเพิ่มอุณหภูมิในแต่ละช่วงเวลา ในการวิเคราะห์หองค์ประกอบของกรดไขมันจากน้ำมันเมล็ดเทียนดำด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟ

โปรแกรมอุณหภูมิ	อัตราให้ความร้อน (°C /min)	อุณหภูมิคอลัมน์ (°C)	เวลากดค้าง (min)
Initial		170	2
1	3	200	8

3.3.5 การวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเทคนิค SHS-GC-MS

ส่งตัวอย่างวิเคราะห์หองค์ประกอบทางเคมีของน้ำมันเทียนดำ ที่ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย โดยใช้เทคนิคสแตติกเฮดสเปซร่วมกับแก๊สโครมาโทกราฟีแมสสเปกโทรเมตรี (Static Headspace Gas Chromatography-Mass Spectrometry: SHS-GC-MS) โดยใช้ภาวะในการวิเคราะห์เช่นเดียวกับการวิเคราะห์ด้วย SHS-GC-FID (หัวข้อ 3.3.3)

บทที่ 4

ผลการทดลองและอภิปรายผล

4.1 ลักษณะของตัวอย่างก่อนและหลังสกัดด้วยชุดสกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต

จากรูปที่ 4.1 แสดงภาพเปรียบเทียบระหว่างตัวอย่างก่อนสกัดและหลังสกัด พบว่าภายหลังการสกัดตัวอย่างจะมีสีอ่อนลงมาก ทั้งนี้เป็นเพราะองค์ประกอบภายในของเมล็ดเทียนดำบด เช่น สีนํ้ามัน และกลีโคลินของเมล็ดเทียนดำบด ถูกสกัดออกมาจึงทำให้เกิดสีจางลงจากเดิม



รูปที่ 4.1 เมล็ดเทียนดำบดก่อนสกัด (1) เมล็ดเทียนดำบดหลังสกัด (2)

4.2 การสกัดน้ำมันเทียนดำบดด้วยตัวทำละลาย

การสกัดน้ำมันเทียนดำบดด้วยชุดสกัดซอกส์เลต โดยใช้เฮกเซนเป็นตัวทำละลาย ซึ่งเป็นการหาปริมาณน้ำมันสูงสุดจากเมล็ดเทียนดำบดและกากเมล็ดเทียนดำที่ผ่านการสกัดด้วยการอัดแบบสกรู จากตารางที่ 4.1 แสดงร้อยละน้ำมันที่ได้จากการสกัดด้วยชุดสกัดซอกส์เลต พบว่าเมล็ดเทียนดำบดมีปริมาณน้ำมันร้อยละ 40.20 ± 1.41 ส่วนกากเมล็ดเทียนดำ (ที่ผ่านการสกัดการอัดแบบสกรู) ให้ปริมาณน้ำมันคงเหลืออยู่ถึงร้อยละ 20.88 ± 0.51 โดยน้ำหนัก

ตารางที่ 4.1 ปริมาณน้ำมันเมล็ดเทียนดำบดและกากเมล็ดเทียนดำที่ผ่านการสกัดด้วยชุดสกัดการอัดสกรูด้วยเฮกเซน

ตัวอย่าง	ร้อยละของน้ำมันที่สกัดได้
เมล็ดเทียนดำบด	40.20 ± 1.41
กากเมล็ดเทียนดำ (ที่ผ่านการสกัดด้วยชุดสกัดการอัดสกรู)	20.88 ± 0.51

4.3 การสกัดน้ำมันเทียนดำด้วยชุดสกัดการอัดสกรู

การสกัดน้ำมันเมล็ดเทียนดำด้วยชุดสกัดการอัดสกรู ใช้เวลาสกัดประมาณ 1 ชั่วโมงสำหรับตัวอย่าง 1 กิโลกรัม พบว่าได้ปริมาณน้ำมันร้อยละ 25.41 ± 1.20 ภายหลังจากสกัดพบว่า ยังคงมีน้ำมันคงค้างเหลืออยู่ในกากเมล็ดเทียนดำ ทั้งนี้เป็นเพราะเมล็ดเทียนดำมีขนาดค่อนข้างเล็กจึงทำให้แรงเสียดทานระหว่างเมล็ดเทียนดำกับสกรูน้อยส่งผลต่อประสิทธิภาพในการบีบอัดลดลง แก้ไขโดยปรับระยะห่างสกรูแต่จะเพิ่มระยะเวลาสกัดมากขึ้น รูปที่ 4.2 แสดงน้ำมันที่สกัดได้และกากเมล็ดเทียนดำที่สกัดได้จากการอัดแบบสกรู น้ำมันที่สกัดได้ต้องตั้งทิ้งไว้ประมาณ 1 วันเพื่อให้เกิดการตกตะกอนและแยกน้ำมันบริสุทธิ์ด้วยการกรอง



รูปที่ 4.2 แสดงน้ำมันที่สกัดได้และกากเมล็ดเทียนดำหลังสกัดด้วยชุดสกัดการอัดสกรู

4.4 การสกัดน้ำมันเทียนดำบดด้วยชุดสกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต

ปัจจัยที่ส่งผลต่อการสกัดด้วยชุดสกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต ปริมาณน้ำมันสะสมที่สกัดจากเมล็ดเทียนดำบดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต แสดงดังตารางที่ 4.2 ศึกษาช่วงความดัน 200-300 บาร์ ช่วงอุณหภูมิที่ 40-60 องศาเซลเซียส โดยกำหนดอัตราการไหลคาร์บอนไดออกไซด์คงที่อยู่ที่ 10 กรัมต่อนาที ระยะเวลาในการสกัด 6 ชั่วโมง

CHULALONGKORN UNIVERSITY

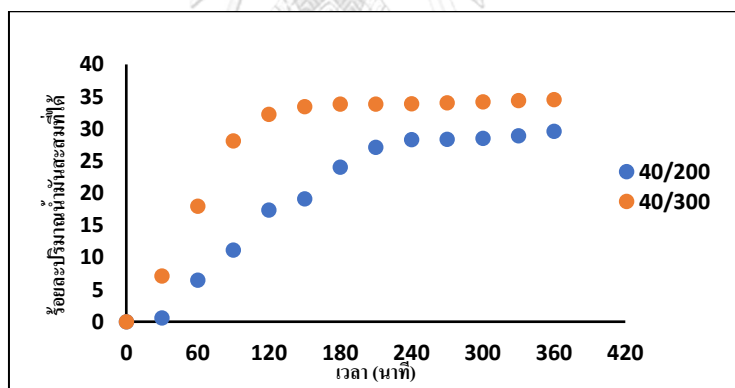
ตารางที่ 4.2 แสดงปริมาณน้ำมันที่สกัดจากเมล็ดเทียนดำบดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตที่ภาวะต่างกัน

การทดลอง	ความดัน (บาร์)	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ร้อยละปริมาณน้ำมันสะสม
1	200	40	29.58
2	200	50	27.14
3	200	60	25.79
4	300	40	34.52
5	300	50	36.28
6	300	60	30.89

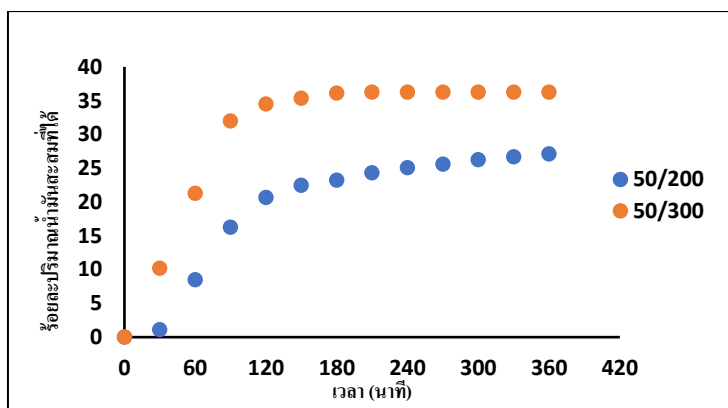
จากตารางที่ 4.2 พบว่า ที่ความดัน 300 บาร์ สามารถสกัดได้ปริมาณน้ำมันสะสมสูงกว่าการสกัดที่ความดัน 200 บาร์ และที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส สามารถสกัดน้ำมันจากเมล็ดเทียนดำบดได้ปริมาณน้ำมันสะสมสูงสุด

4.4.1 ผลของความดันต่อร้อยละปริมาณน้ำมันสะสมที่ระยะเวลาการสกัดต่าง ๆ

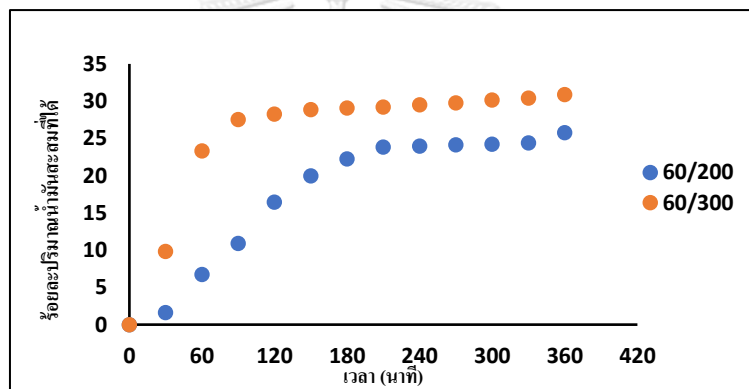
ศึกษาผลของความดันที่มีต่อร้อยละปริมาณน้ำมันสะสมที่ได้ของเมล็ดเทียนดำบด ในช่วงอุณหภูมิ 40-60 องศาเซลเซียส จากรูปที่ 4.3-4.5 จะพบว่า ที่ความดัน 300 บาร์ ทุกอุณหภูมิให้ผลร้อยละปริมาณน้ำมันสะสมของเมล็ดเทียนดำบดสูงกว่าที่ความดัน 200 บาร์ เนื่องจากการเพิ่มความดันเป็นการเพิ่มความหนาแน่นให้คาร์บอนไดออกไซด์ ทำให้คาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตมีความสามารถในการทำละลาย (solvating power) ได้ดีกว่า สามารถเกิดอันตรกิริยากับตัวถูกละลายมากขึ้น ส่งผลให้การสกัดน้ำมันจากเมล็ดเทียนดำมีแนวโน้มดีขึ้น ดังนั้นการเพิ่มความดันที่สูงขึ้นมีผลให้ได้ร้อยละปริมาณน้ำมันสะสมที่สกัดจากเมล็ดเทียนดำบดสูงขึ้น และจากผลการทดลองนี้สันนิษฐานว่าที่ความดันสูงกว่า 300 บาร์มีแนวโน้มให้ร้อยละผลได้ของการสกัดสูงขึ้น แต่ไม่สามารถทำการทดลองได้ เนื่องจากข้อจำกัดของอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง



รูปที่ 4.3 ร้อยละผลได้น้ำมันของการสกัดเมล็ดเทียนดำบดที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส ความดัน 200 บาร์ (40/200) และอุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส 300 บาร์ (40/300)



รูปที่ 4.4 ร้อยละผลได้น้ำมันของการสกัดเมล็ดเทียนดำบดที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส ความดัน 200 บาร์ (50/200) และอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส 300 บาร์ (50/300)

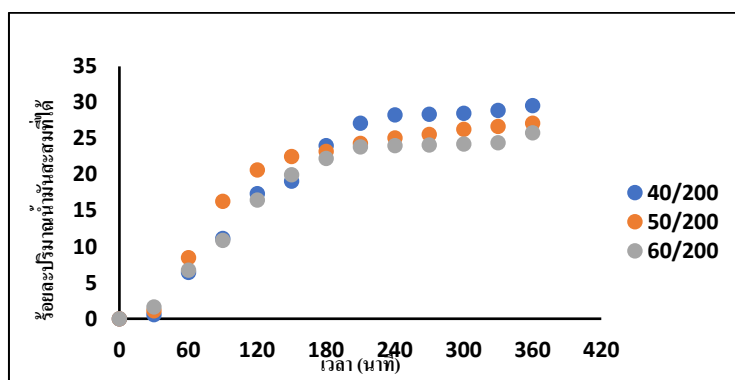


รูปที่ 4.5 ร้อยละผลได้น้ำมันของการสกัดเมล็ดเทียนดำบดที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ความดัน 200 บาร์ (60/200) และอุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส 300 บาร์ (60/300)

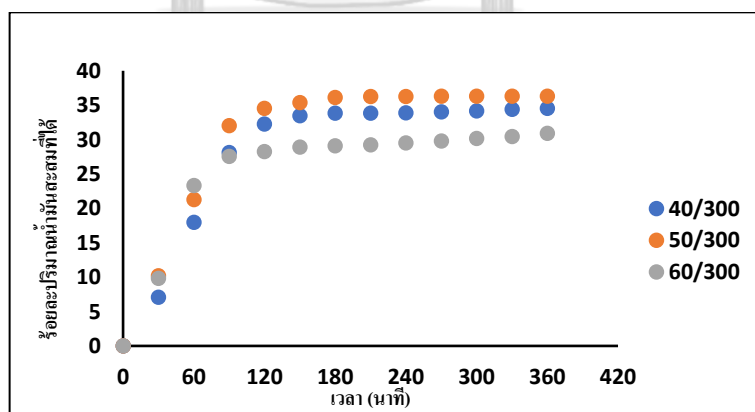
4.4.2 ผลของอุณหภูมิต่อร้อยละผลได้น้ำมันสะสมที่ได้ของเมล็ดเทียนดำบด

ศึกษาผลของอุณหภูมิที่มีต่อร้อยละปริมาณน้ำมันสะสมที่ความดัน 200 และ 300 บาร์ จากรูปที่ 4.6 จะพบว่า ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียสให้ร้อยละผลได้น้ำมันสะสมสูงสุดเมื่อสกัดที่ความดัน 200 บาร์ แต่หากพิจารณารูปที่ 4.7 กลับพบว่า ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียสให้ร้อยละผลได้น้ำมันสะสมสูงสุดเมื่อสกัดที่ความดัน 300 บาร์ ปัจจัยอุณหภูมิส่งผลต่อประสิทธิภาพการสกัดแสดงดังรูปที่ 4.8 จะเห็นได้ว่า ที่ความดัน 200 บาร์เมื่อเพิ่มอุณหภูมิทำให้ร้อยละผลได้การสกัดลดลงเล็กน้อย แต่ที่ความดัน 300 บาร์เมื่อเพิ่มอุณหภูมิจาก 40 องศาเซลเซียสเป็น 50 องศาเซลเซียสพบว่าร้อยละการสกัดสูงขึ้นแต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิจนถึง 60 องศาเซลเซียสพบว่า ร้อยละการสกัดลดลงอย่างชัดเจน ทั้งนี้เป็นเพราะปัจจัยที่ส่งผลต่อความสามารถในการละลายของตัวถูกละลายขึ้นอยู่กับสองปัจจัยนั้น คือ ความหนาแน่นของคาร์บอนไดออกไซด์และความดันไอของตัวถูกละลาย กล่าวคือเมื่อเพิ่มอุณหภูมิจะ

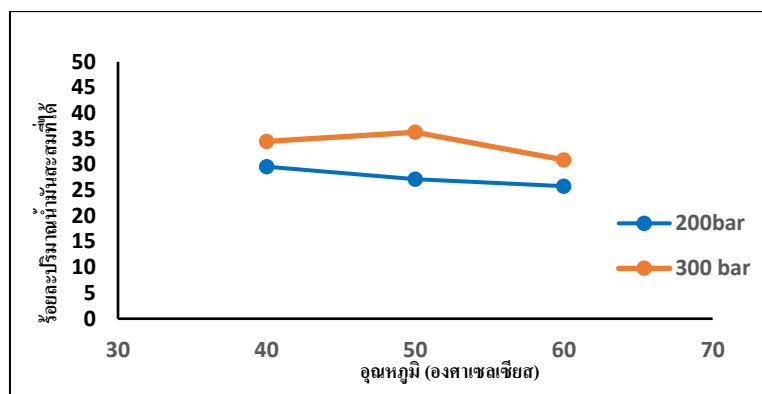
เป็นการเพิ่มความดันไอของตัวถูกละลายส่งผลให้ประสิทธิภาพการสกัดเพิ่มขึ้น ในทางกลับกัน เมื่อความหนาแน่นของคาร์บอนไดออกไซด์ลดลงตามอุณหภูมิที่สูงทำให้ความสามารถในการละลายลดลง เนื่องจากโมเลกุลของคาร์บอนไดออกไซด์กับตัวถูกละลายอยู่ห่างกัน ทำให้เกิดอันตรกิริยาต่อกันได้น้อย ส่งผลให้ประสิทธิภาพในการสกัดลดลงเช่นกัน ดังนั้นการเพิ่มอุณหภูมิให้ทั้งผลดีและผลเสียต่อประสิทธิภาพการสกัดโดยจะขึ้นอยู่กับที่ภาวะนั้นความหนาแน่นของคาร์บอนไดออกไซด์หรือความดันไอของตัวถูกละลายส่งผลต่อการสกัดมากกว่ากัน



รูปที่ 4.6 ร้อยละผลได้น้ำมันของการสกัดเมล็ดเทียนดำบดที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส ความดัน 200 บาร์ (40/200) อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส 200 บาร์ (50/200) และอุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส 200 บาร์ (60/200)



รูปที่ 4.7 ร้อยละผลได้น้ำมันของการสกัดเมล็ดเทียนดำบดที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส ความดัน 300 บาร์ (40/300) อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส 300 บาร์ (50/300) และอุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส 300 บาร์ (60/300)



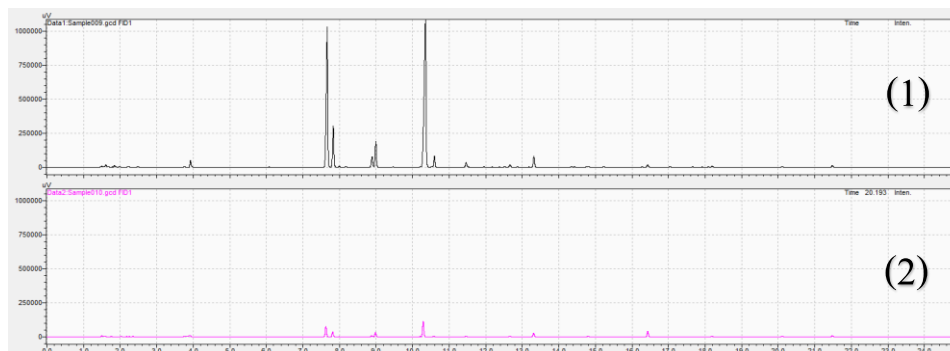
รูปที่ 4.8 ร้อยละผลได้น้ำมันของการสกัดเมล็ดเทียนดำบดที่อุณหภูมิ 40 50 และ 60 องศาเซลเซียส ความดัน 200 และ 300 บาร์

จากผลของความดันและอุณหภูมิสามารถสรุปได้ว่าภาวะที่เหมาะสมสำหรับการสกัดเมล็ดเทียนดำด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต คือ ความดัน 300 บาร์ ซึ่งเป็นความดันสูงสุดที่เครื่องสกัดของห้องปฏิบัติการสกัดสาร (Extraction lab) สามารถทำงานได้อย่างปลอดภัยและอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส อัตราการไหลคาร์บอนไดออกไซด์คงที่ 10 กรัมต่อนาที รวมระยะเวลาการสกัดทั้งสิ้น 2 ชั่วโมง ที่ภาวะนี้ให้ปริมาณน้ำมันสูงถึงร้อยละ 34.52 ของน้ำหนักเมล็ดเทียนดำบดแห้ง คิดเป็นร้อยละ 85.87 ของการสกัดแบบซอกส์เลต

4.5 องค์ประกอบทางเคมีในน้ำมันหอมระเหยจากเมล็ดเทียนดำบดด้วยเครื่อง Static Headspace-Gas Chromatography (SHS-GC-FID)

4.5.1 ผลวิเคราะห์น้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยการอัดแบบสกรูเทียบกับเมล็ดเทียนดำบด

จากการวิเคราะห์หาองค์ประกอบทางเคมีของน้ำมันหอมระเหยโดยใช้เครื่อง SHS-GC-FID พบว่า องค์ประกอบทางเคมีของน้ำมันหอมระเหยในเมล็ดเทียนดำบดและน้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยชุดสกัดการอัดสกรูมีองค์ประกอบทางเคมีที่คล้ายคลึงกัน แสดงดังรูปที่ 4.9 แต่พบว่าความเข้มข้นของสัญญาณที่ตรวจวัดได้ในเมล็ดเทียนดำบดมีค่าสัญญาณต่ำกว่าสัญญาณในน้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยชุดสกัดการอัดสกรู และองค์ประกอบทางเคมีของน้ำมันหอมระเหยที่มีมวลโมเลกุลขนาดกลางถูกสกัดออกมาด้วยเครื่องอัดแบบสกรู



รูปที่ 4.9 โครมาโทแกรมจากเครื่อง SHS-GC-FID

(1) น้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยเครื่องอัดแบบสกรู (2) น้ำมันหอมระเหยในเมล็ดเทียนดำบด

4.5.2 ผลวิเคราะห์น้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยซอกส์เลตเทียบกับเครื่องอัดแบบสกรู

จากผลการวิเคราะห์การหาค่าองค์ประกอบทางเคมีของน้ำมันหอมระเหยแสดงดังรูปที่ 4.10 พบว่าองค์ประกอบทางเคมีในน้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยชุดสกัดซอกส์เลตมีความแตกต่างกันอย่างชัดเจนกับองค์ประกอบทางเคมีในน้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยเครื่องอัดแบบสกรู สังเกตได้จาก Retention time (RT) ในช่วงระยะเวลา 1-6 นาที จากรูปที่ 4.10 (1) พบองค์ประกอบของ n-Hexane ซึ่งจะสอดคล้องกับผลโครมาโทแกรมที่ 4.10 (2) โดยพบว่าผลวิเคราะห์ของน้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยชุดสกัดซอกส์เลตนั้นมีการตกค้างของตัวทำละลาย n-Hexane อยู่ อย่างไรก็ตามที่ Retention time (RT) ในช่วงระยะเวลา 7-9 นาที ไม่พบพีคของ n-Hexane ปรากฏในน้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยชุดสกัดซอกส์เลต องค์ประกอบหลักในน้ำมันหอมระเหยที่สกัดจากเมล็ดเทียนดำนั้น ถูกตรวจพบที่ Retention time (RT) 7.60 7.80 8.90 9.00 10.40 10.60 11.50 และ 13.25 นาที ตามลำดับ ซึ่งมีการรายงานองค์ประกอบหลักในน้ำมันหอมระเหยที่สกัดจากเมล็ดเทียนดำนั้น ประกอบไปด้วย Cymene (60.2%, $R_{I_{exp}} = 1022$), γ -Terpinene (12.9%, $R_{I_{exp}} = 1051$), and trans-4-Methoxythujane (4.0%, $R_{I_{exp}} = 1110$) ตามลำดับ ค่า $R_{I_{exp}}$ จากรายงานวิจัยเป็นของคอลัมน์ CP-Sil5 แต่อย่างไรก็ตามพบว่าความเข้มของสัญญาณที่ตรวจวัดองค์ประกอบหลักในน้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยชุดสกัดซอกส์เลตมีค่าสัญญาณต่ำกว่าสัญญาณในน้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยชุดสกัดการอัดสกรูมาก จึงตั้งสมมติฐานว่า องค์ประกอบในน้ำมันหอมระเหยถูกสลายตัวด้วยความร้อน (70 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 6 ชั่วโมง)

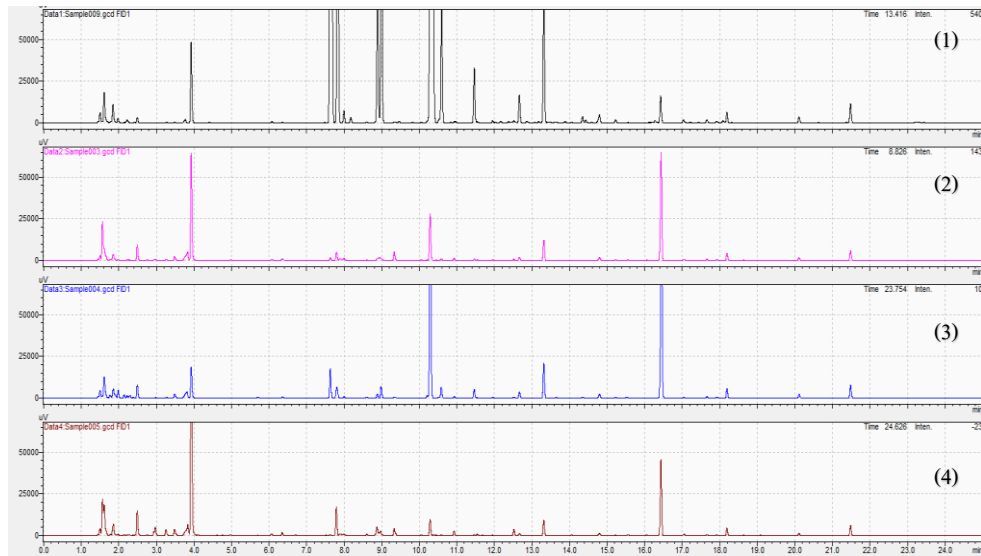


รูปที่ 4.10 โครมาโทแกรมจากเครื่อง GC (1) n-hexane

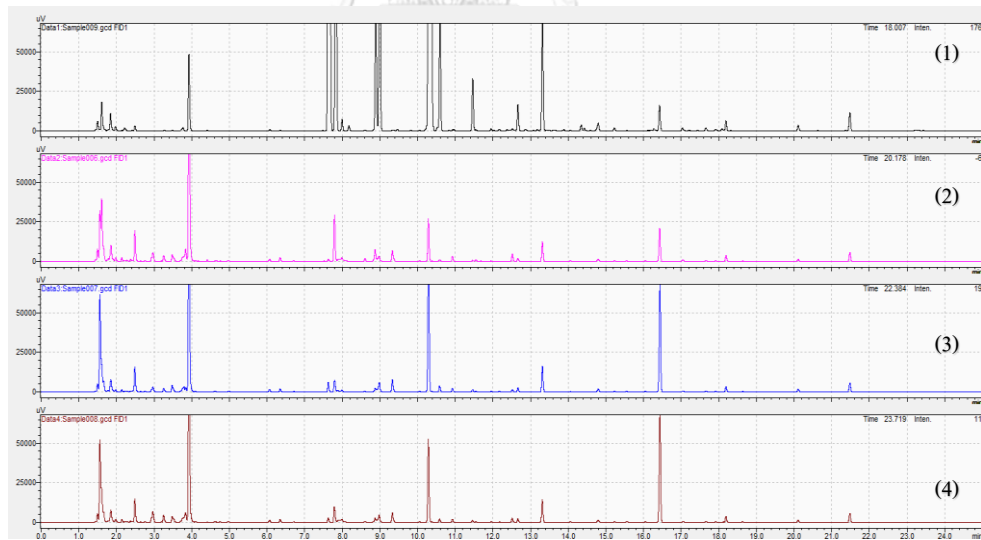
(2) น้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยชุดสกัดซอกส์เลต (3) น้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยชุดสกัดการอัดสกรู

4.5.3 การวิเคราะห์น้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตที่ ภาวะต่างกัน

ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบในน้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตที่ความดัน 200 และ 300 บาร์ อุณหภูมิ 40 50 และ 60 องศาเซลเซียส เทียบกับน้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยเครื่องอัดแบบสกรู แสดงดังรูปที่ 4.11-4.12



- รูปที่ 4.11 โครมาโทแกรมจากเครื่อง SHS-GC-FID(1) น้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยเครื่องอัดแบบสกรู
- (2) น้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตที่ 200 บาร์ 40 องศาเซลเซียส
 - (3) น้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตที่ 200 บาร์ 50 องศาเซลเซียส
 - (4) น้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตที่ 200 บาร์ 60 องศาเซลเซียส

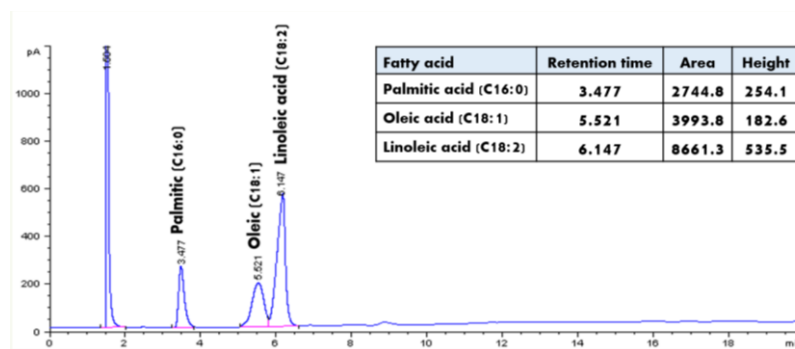


- รูปที่ 4.12 โครมาโทแกรมจากเครื่อง SHS-GC-FID(1) น้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยเครื่องอัดแบบสกรู
- (2) น้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตที่ 300 บาร์ 40 องศาเซลเซียส
 - (3) น้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตที่ 300 บาร์ 50 องศาเซลเซียส
 - (4) น้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตที่ 300 บาร์ 60 องศาเซลเซียส

องค์ประกอบในน้ำมันหอมระเหยที่สกัดจากเมล็ดเทียนดำด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตจะขึ้นอยู่กับอุณหภูมิและความดันที่ใช้ในการสกัด ซึ่งจะเห็นได้ชัดว่าโครมาโทแกรมของน้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตมีความแตกต่างกันกับน้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยชุดสกัดการอัดสกรูแสดงดังรูปที่ 4.11-4.12 โดยองค์ประกอบหลักในน้ำมันหอมระเหยที่สกัดจากเมล็ดเทียนดำด้วยชุดสกัดคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตนั้นถูกตรวจพบที่ Retention time (RT) 3.90 10.40 13.25 และ 16.50 นาที ตามลำดับ ซึ่งมีการรายงานองค์ประกอบหลักในน้ำมันหอมระเหยที่สกัดจากเมล็ดเทียนดำนั้นประกอบไปด้วย o-Cymene (11.0-7.6%, $R_{Exp} = 1027$), Thymoquinone (86.2-77.2%, $R_{Exp} = 1252$), Carvacrol (2.9-5.8%, $R_{Exp} = 1303$), and Longifolene (1.9-2.4%, $R_{Exp} = 1402$) ตามลำดับ ค่า R_{Exp} สำหรับคอลัมน์ HP-5 น้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตที่ความดัน 200 บาร์ มีปริมาณของสารประกอบที่มีจุดเดือดต่ำกว่าสารประกอบในน้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตที่ความดัน 300 บาร์ สังเกตได้จาก retention time ที่มีค่าน้อยกว่า 5 นาที โดยสารประกอบที่มีจุดเดือดต่ำพบได้น้อยในเมล็ดเทียนดำที่ยังไม่ผ่านการสกัดและน้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยเครื่องอัดแบบสกรู ดังแสดงในรูปที่ 4.9 (2) และรูปที่ 4.11 (1) องค์ประกอบที่ Retention time (RT) 7.80 นาทีของน้ำมันหอมระเหยที่สกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตทั้ง 2 ความดันพบว่า มีปริมาณสารดังกล่าวต่ำ นอกจากนี้ยังพบว่าองค์ประกอบที่ Retention time (RT) time 16.50 นาที มีปริมาณสารสูงกว่าการสกัดด้วยเครื่องอัดแบบสกรู

4.6 องค์ประกอบกรดไขมันของน้ำมันเมล็ดเทียนดำ

ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบของกรดไขมันด้วยการเปลี่ยนเป็นเมทิลเอสเทอร์และเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี น้ำมันที่สกัดจากเมล็ดเทียนดำด้วยการสกัดทุกวิธีมีกรดไขมันหลัก คือ กรดปาล์มมิติก กรดโอเลอิกและกรดลิโนเลอิก ซึ่งมีความสอดคล้องกับงานวิจัยอื่น ๆ [25][26]

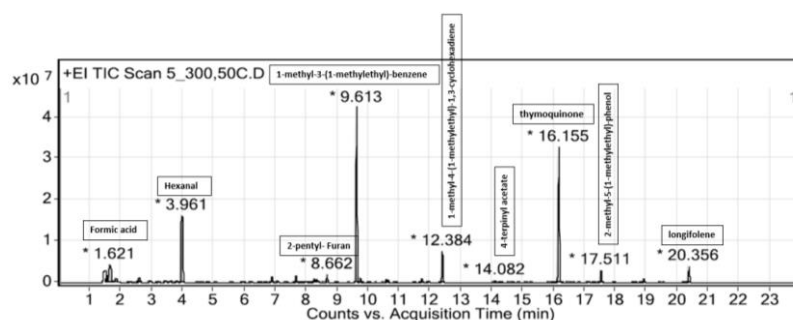


รูปที่ 4.13 โครมาโทแกรมของน้ำมันเมล็ดเทียนดำบดที่ความดัน 300 บาร์ และอุณหภูมิ 50 องศา

เซลเซียส

4.7 องค์ประกอบทางเคมีของน้ำมันเมล็ดเทียนดำที่สกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต

จากการวิเคราะห์ตัวอย่างน้ำมันเมล็ดเทียนดำบดที่สกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโตรมิเตอร์ (GC-MS) พบว่าในน้ำมันเมล็ดเทียนดำบดมีองค์ประกอบสารระเหยที่ตรวจพบทั้งหมด 66 ชนิด (ภาคผนวก ข) แต่องค์ประกอบหลักของสารระเหยมี 9 ชนิด แสดงดังรูปที่ 4.14 และ ตารางที่ 4.3 โดยมี Hexanal, 1-methyl-4-(1-methylethyl)-1,3-Cyclohexadiene และ thymoquinone มากถึงร้อยละ 21.75, 31.26 และ 26.58 ตามลำดับ



รูปที่ 4.14 แก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโตรมิเตอร์ (GC-MS) ของน้ำมันเมล็ดเทียนดำบดที่ความดัน 300 บาร์ และอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส

ตารางที่ 4.3 องค์ประกอบทางเคมีของน้ำมันเมล็ดเทียนดำบดที่สกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต ความดัน 300 บาร์ และอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส

	สารประกอบ	RT	MW	Peak area (%)
1	formic acid	1.621	46.03	7.15
2	Hexanal	3.961	100.16	21.75
3	2-pentyl-furan	8.662	138.21	1.30
4	1-methyl-3-(1-methylethyl)-benzene	9.613	176.30	1.40
5	1-methyl-4-(1-methylethyl)-1,3-Cyclohexadiene	12.384	136.23	31.26
6	4-Terpinenyl acetate	14.082	196.29	5.41
7	thymoquinone	16.155	164.20	26.58
8	2-methyl-5-(1-methylethyl)-Phenol	17.511	150.22	2.11
9	longifolene	20.356	204.36	3.04

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

เทคนิคการสกัดเป็นปัจจัยหนึ่งที่ส่งผลต่อคุณภาพและปริมาณของน้ำมัน งานวิจัยนี้ศึกษาเชิงเปรียบเทียบของวิธีการสกัดน้ำมันจากเมล็ดเทียนดำโดยการอัดสกรูและคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต การสกัดด้วยการอัดสกรูมีข้อดีคือ ทำได้ง่าย เครื่องมือมีราคาไม่สูงแต่น้ำมันที่สกัดออกมาได้มีความบริสุทธิ์ต่ำและได้ปริมาณน้อย ในทางกลับกันการสกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตมีข้อได้เปรียบกว่าหลายประการ อาทิเช่น คุณภาพของน้ำมันที่สกัดออกมาได้ ปริมาณน้ำมัน และไม่มีตัวทำละลายอินทรีย์ตกค้าง ซึ่งในงานวิจัยนี้สามารถหาภาวะที่เหมาะสมสำหรับการสกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตได้ พบว่าปริมาณน้ำมันสูงสุดที่สกัดจากเมล็ดเทียนดำได้ร้อยละ 34.52 โดยน้ำหนักแห้ง คิดเป็นร้อยละ 85.87 ของการสกัดแบบซอกส์เลต ที่ความดัน 300 บาร์ อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส อัตราการไหลคาร์บอนไดออกไซด์คงที่ 10 กรัมต่อนาที รวมระยะเวลาการสกัดทั้งสิ้น 2 ชั่วโมง

การวิเคราะห์องค์ประกอบกรดไขมันในน้ำมันเทียนดำที่สกัดได้ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี แสดงให้เห็นว่า น้ำมันที่สกัดจากเมล็ดเทียนดำมีกรดไขมันหลัก คือ กรดลิโนเลอิก กรดโอเลอิกและกรดปาล์มมีติก วิธีการสกัดไม่มีผลอย่างมีนัยสำคัญกับองค์ประกอบของกรดไขมันในน้ำมันเมล็ดเทียนดำแต่มีผลกับองค์ประกอบทางเคมีของน้ำมันหอมระเหยในน้ำมันเมล็ดเทียนดำ การสกัดน้ำมันเมล็ดเทียนดำด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตทำให้ความเข้มข้นของน้ำมันหอมระเหยสูงขึ้น

จากการวิเคราะห์องค์ประกอบในน้ำมันหอมระเหยที่สกัดจากเมล็ดเทียนดำด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโตรมิเตอร์ (GC-MS) แสดงให้เห็นว่าในน้ำมันที่สกัดจากเมล็ดเทียนดำด้วยวิธีการสกัดแบบต่าง ๆ พบองค์ประกอบหลักคือ เอ็ม-ไซมิน ไทโมควิโนน และลองกิโพลีน

5.2 ข้อเสนอแนะ

เครื่องมือที่ใช้ทำการทดลองควรมีสภาพสมบูรณ์เพื่อให้ผลการทดลองมีเสถียรภาพภายใต้ภาวะต่าง ๆ แล้วสามารถทำการทดลองซ้ำได้ ควรทำการศึกษาการเก็บรักษาน้ำมันเพื่อไม่ให้น้ำมันเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันขึ้นส่งผลต่อคุณภาพน้ำมัน และในการวิเคราะห์กรดไขมัน การฉีดยามาตรฐานเป็นสิ่งจำเป็นเพื่อให้ทราบชนิดของกรดไขมันและยังสามารถคำนวณหาปริมาณกรดไขมันได้หากทราบความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลายมาตรฐาน

ภาคผนวก ก

การสกัดน้ำมันเมล็ดเทียนดำ

ก.1 สีของน้ำมันที่สกัดด้วยตัวทำละลาย การอัดแบบสกรู และคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต

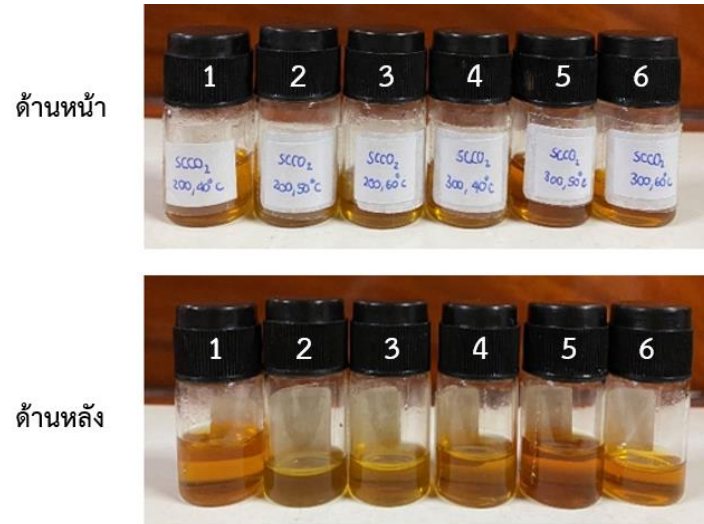
น้ำมันที่สกัดจากเมล็ดเทียนดำบดด้วยซอกส์เลตโดยใช้เฮกเซนเป็นตัวทำละลาย แสดงดังรูปที่ ก.1 พบว่า สีของน้ำมันสกัดได้มีสีเข้มที่สุด ซึ่งคาดว่ามีความผลมาจากความร้อนในการสกัด น้ำมันที่สกัดจากเมล็ดเทียนดำด้วยสกัดด้วยวิธีการอัดแบบสกรู แสดงดังรูปที่ ก.2 พบว่าสีของน้ำมันมีสีอ่อนสุด น้ำมันเทียนดำที่สกัดจากเมล็ดเทียนดำด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตที่ภาวะต่างกัน แสดงดังรูปที่ ก.3 พบว่าในแต่ละภาวะมีสีน้ำมันที่แตกต่างกัน น้ำมันที่สกัดจากกากเมล็ดเทียนดำ (seed cake) ของเครื่องอัดแบบสกรูด้วยวิธีซอกส์เลตโดยใช้เฮกเซนเป็นตัวทำละลาย แสดงดังรูปที่ ก.4 พบว่ามีสีจางลงจากการสกัดเมล็ดเทียนดำบดเมื่อเทียบกับรูปที่ ก.1



รูปที่ ก.1 น้ำมันที่สกัดจากเมล็ดเทียนดำด้วยวิธีซอกส์เลตโดยใช้เฮกเซนเป็นตัวทำละลาย



รูปที่ ก.2 น้ำมันที่สกัดจากเมล็ดเทียนดำด้วยวิธีการอัดแบบสกรู



รูปที่ ก.3 น้ำมันที่สกัดจากเมล็ดเทียนดำด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตที่ภาวะต่างกัน

1	2	3	4	5	6
40°C	50°C	60°C	40°C	50°C	60°C
200 bar	200 bar	200 bar	300 bar	300 bar	300 bar



รูปที่ ก.4 น้ำมันที่สกัดจากกากเมล็ดเทียนดำ (seed cake) ของเครื่องอัดแบบสกรู ด้วยซอกส์เลตโดยใช้เฮกเซนเป็นตัวทำละลาย

ก.2 ปริมาณน้ำมันจากเมล็ดเทียนดำบดที่สกัดด้วยวิธีซอกส์เลตโดยใช้เฮกเซนเป็นตัวทำละลาย

ปริมาณน้ำมันที่สกัดได้จากเมล็ดเทียนดำบดด้วยวิธีซอกส์เลตโดยใช้เฮกเซนเป็นตัวทำละลาย ที่อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 6 ชั่วโมง แสดงดังตาราง ก.1

ตาราง ก.1 ร้อยละผลได้น้ำมันจากเมล็ดเทียนดำบดที่สกัดด้วยวิธีซอกส์เลต

ครั้ง	เวลาสกัด (ชั่วโมง)	เมล็ดเทียนดำบด (กรัม)	ผลได้ (กรัม)	ร้อยละผลได้ (%)
1	6	14.3824	5.5550	38.62
2	6	23.0459	9.1389	39.66
3	6	23.0945	9.0808	39.32
4	6	16.9619	7.0793	41.74
5	6	16.9704	7.0662	41.64
			ค่าเฉลี่ย	40.20
			ค่าเบี่ยงเบน	1.41

ก.3 ปริมาณน้ำมันจากกากเมล็ดเทียนดำ (ที่ผ่านการสกัดด้วยชุดสกัดการอัดสกรู) สกัดด้วยวิธีซอกส์เลตโดยใช้เฮกเซนเป็นตัวทำละลาย

ปริมาณน้ำมันที่สกัดได้จากกากเมล็ดเทียนดำด้วยวิธีซอกส์เลตโดยใช้เฮกเซนเป็นตัวทำละลาย ที่อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 6 ชั่วโมง แสดงดังตาราง ก.2

ตาราง ก.2 ร้อยละผลได้น้ำมันจากกากเมล็ดเทียนดำที่สกัดด้วยวิธีซอกส์เลต

ครั้ง	เวลาสกัด (ชั่วโมง)	กากเมล็ดเทียนดำ (กรัม)	ผลได้ (กรัม)	ร้อยละผลได้ (%)
1	6	21.4357	4.6377	21.64
2	6	22.0176	4.7061	21.37
3	6	21.5860	4.3940	20.36
4	6	21.2895	4.3705	20.53
5	6	21.1508	4.4024	20.81
6	6	21.5555	4.4348	20.57
			ค่าเฉลี่ย	20.88
			ค่าเบี่ยงเบน	0.51

ก.4 ปริมาณน้ำมันจากเมล็ดเทียนดำที่สกัดด้วยการอัดแบบสกรู

ปริมาณน้ำมันที่สกัดได้จากเมล็ดเทียนดำด้วยการอัดแบบสกรูที่อุณหภูมิห้อง เป็นระยะเวลา 1 ชั่วโมง แสดงดังตารางที่ ก.3

ตาราง ก.3 ร้อยละผลได้น้ำมันจากเมล็ดเทียนดำที่สกัดด้วยการอัดสกรู

ครั้ง	เวลาสกัด (ชั่วโมง)	เมล็ดเทียนดำ (กรัม)	ผลได้ (กรัม)	ร้อยละผลได้ (%)
1	1	1001.53	256.27	25.58
2	1	1000.54	241.55	24.14
3	1	1001.87	265.74	26.52
			ค่าเฉลี่ย	25.41
			ค่าเบี่ยงเบน	1.20

ก.5 ปริมาณน้ำมันจากเมล็ดเทียนดำที่สกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต

ปริมาณน้ำมันที่สกัดได้จากเมล็ดเทียนดำด้วยวิธีคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต ซึ่งน้ำหนักทุก ๆ 30 นาที เป็นเวลา 6 ชั่วโมง โดยกำหนดภาวะที่ทำการทดลอง คือ ความดันช่วง 200 – 300 บาร์ อุณหภูมิช่วง 40 – 60 องศาเซลเซียส และอัตราการไหลคาร์บอนไดออกไซด์คงที่ 10 กรัมต่อนาทีแสดงดังตารางที่ ก.4

ตาราง ก.4 ร้อยละผลได้น้ำมันเมล็ดเทียนดำที่สกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤต

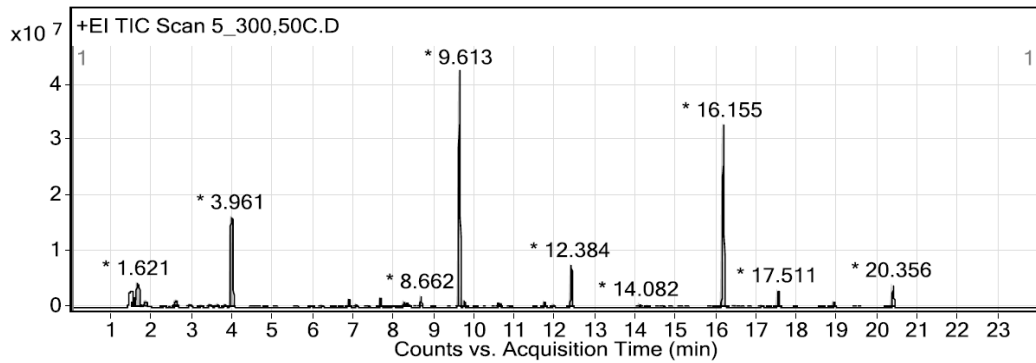
เวลา (นาที)	ร้อยละผลได้น้ำมันเมล็ดเทียนดำ					
	200 บาร์			300 บาร์		
	40 °C	50 °C	60 °C	40 °C	50 °C	60 °C
0	0	0	0	0	0	0
30	0.58	1.09	1.64	7.08	10.21	9.84
60	6.45	8.50	6.73	17.97	21.28	23.32
90	11.13	16.28	10.9	28.12	32.01	27.56
120	17.34	20.66	16.48	32.24	34.52	28.26
150	19.11	22.50	19.99	33.45	35.38	28.9
180	24.02	23.23	22.24	33.83	36.12	29.11

เวลา (นาที)	ร้อยละผลได้น้ำมันเมล็ดเทียนดำ					
	200 บาร์			300 บาร์		
	40 °C	50 °C	60 °C	40 °C	50 °C	60 °C
210	27.11	24.32	23.85	33.85	36.27	29.23
240	28.28	25.1	24	33.88	36.27	29.51
270	28.37	25.59	24.13	34.04	36.28	29.8
300	28.5	26.27	24.25	34.16	36.28	30.18
330	28.92	26.7	24.41	34.38	36.28	30.44
360	29.58	27.14	25.79	34.52	36.28	30.89



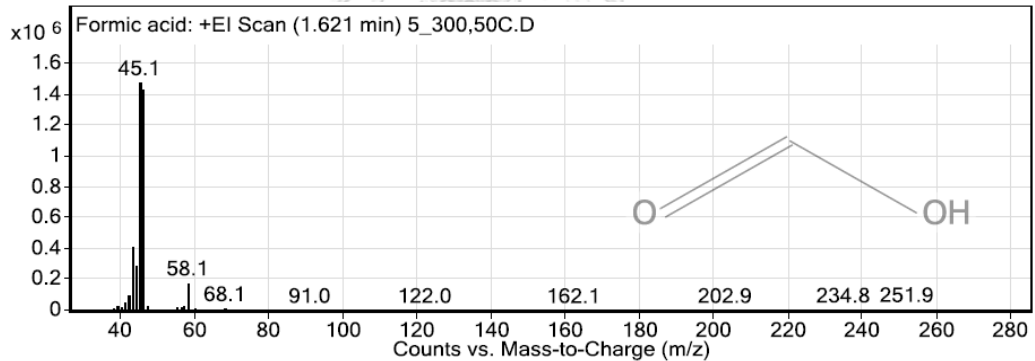
ภาคผนวก ข

การวิเคราะห์ห้องค์ประกอบในน้ำมันจากเมล็ดเทียนดำบดที่สกัดจากคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟีแมส-สเปกโตรมิเตอร์ (GC-MS)

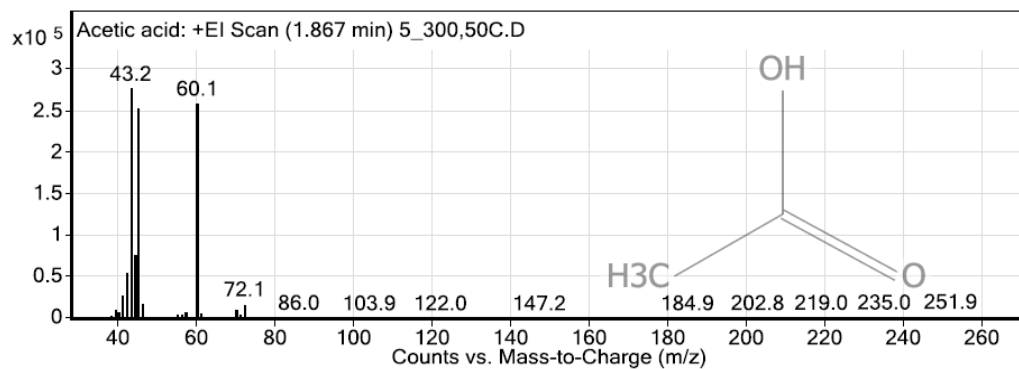


รูปที่ ค.1 โครมาโทแกรมของตัวอย่างน้ำมันเมล็ดเทียนดำบดที่สกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ภาวะเหนือวิกฤตที่ความดัน 300 บาร์ และอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส

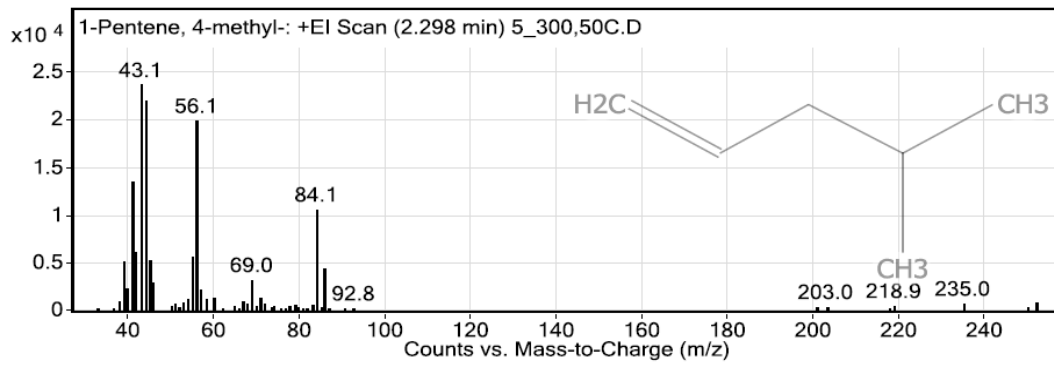
จากรูปที่ ค.1 สามารถวิเคราะห์สารประกอบในตัวอย่างน้ำมันเมล็ดเทียนดำบดได้ดังนี้



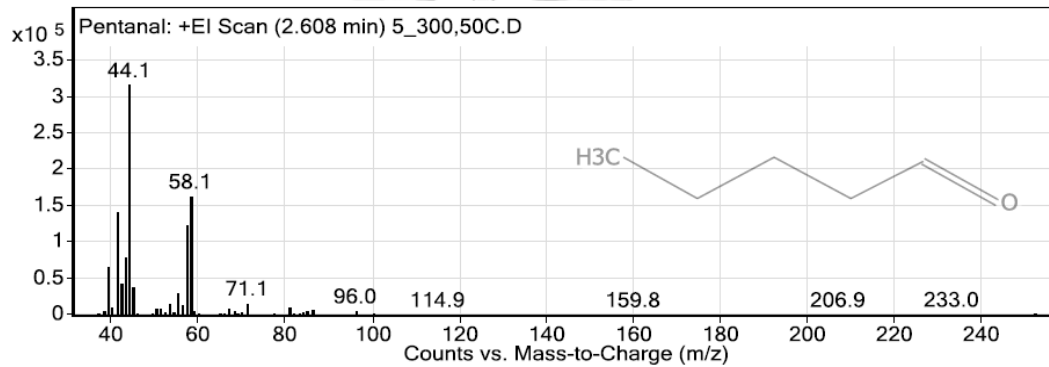
รูปที่ ค.2 Formic acid



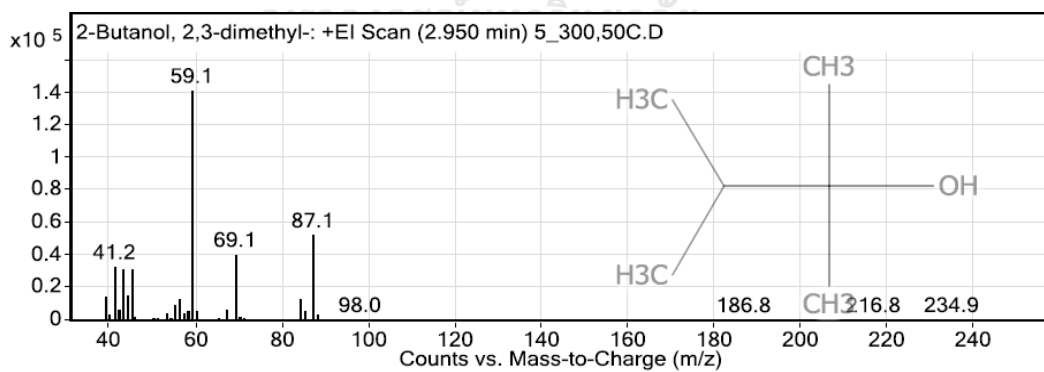
รูปที่ ค.3 Acetic acid



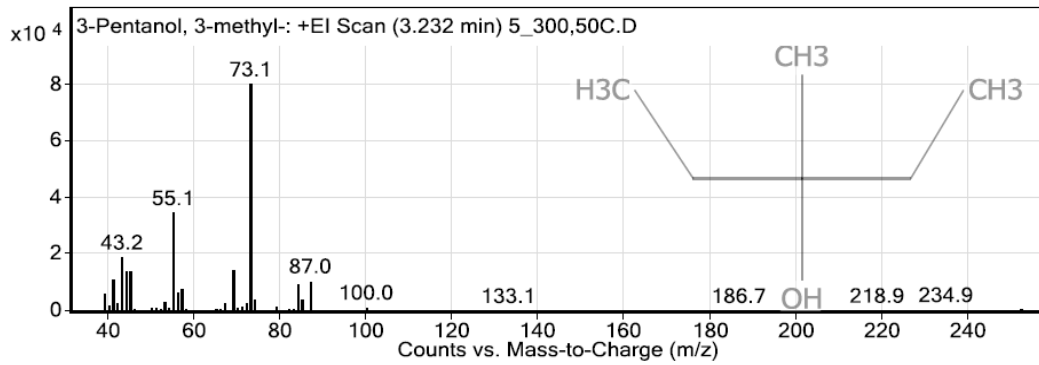
รูปที่ ค.4 4-methyl-1-Pentene



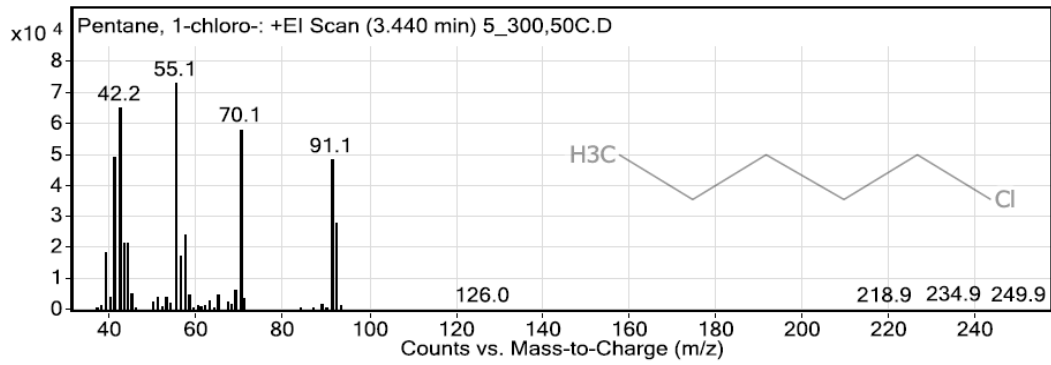
รูปที่ ค.5 Pentanal



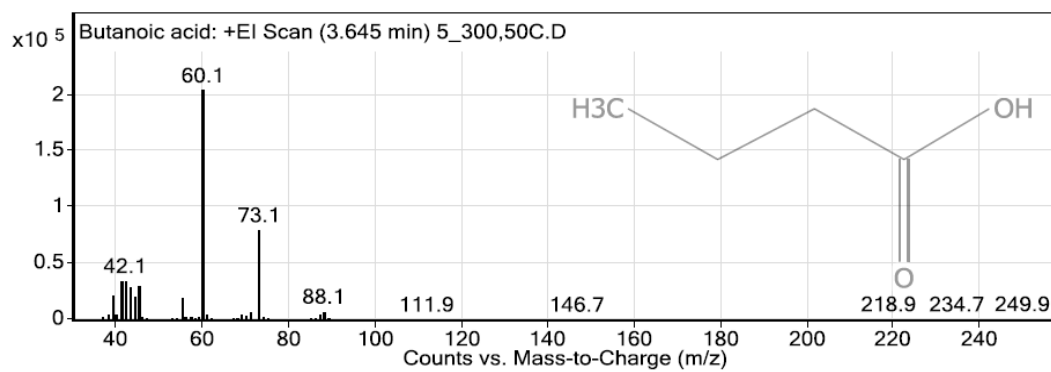
รูปที่ ค.6 2,3-dimethyl-2-Butanol



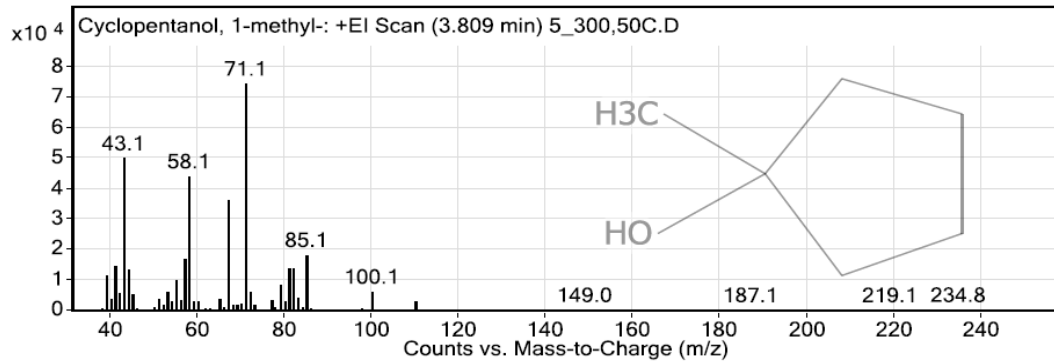
รูปที่ ค.7 3-methyl-3-Pentanol



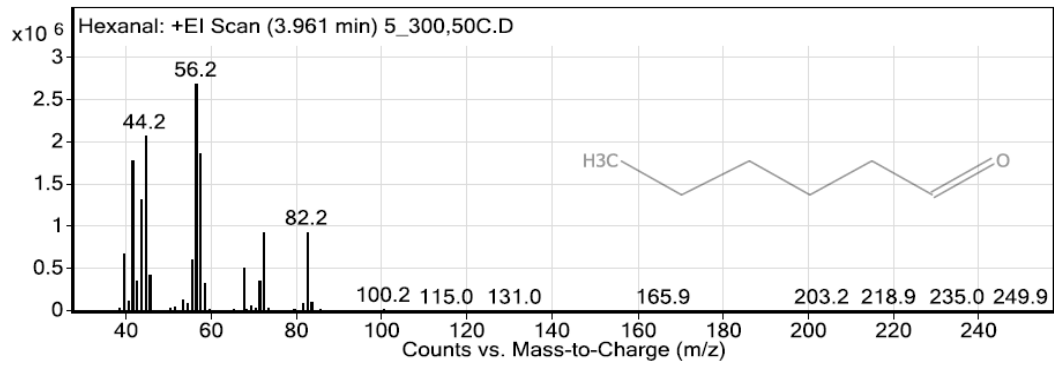
รูปที่ ค.8 1-chloro-Pentane



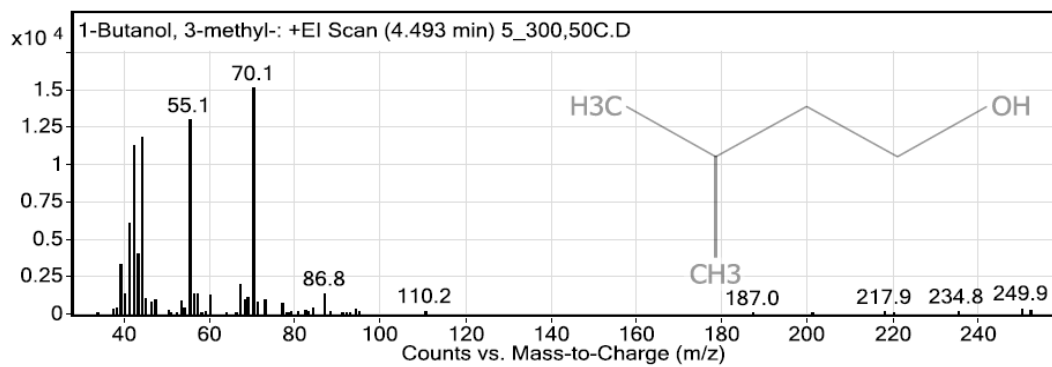
รูปที่ ค.9 Butanoic acid



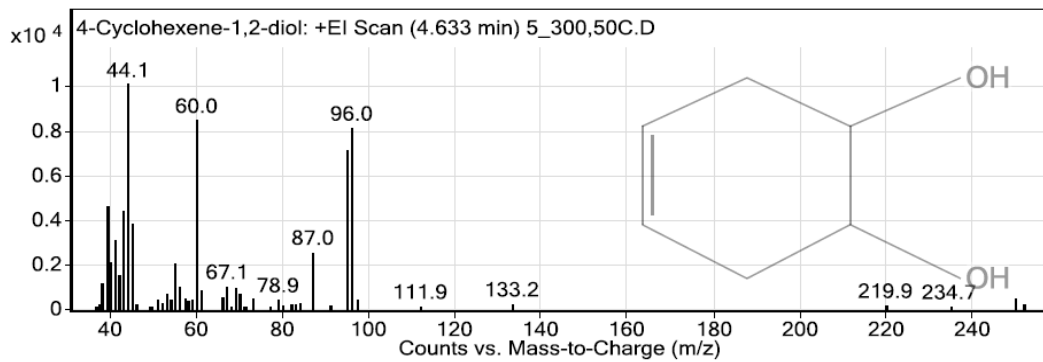
รูปที่ ค.10 1-methyl-Cyclopentanol



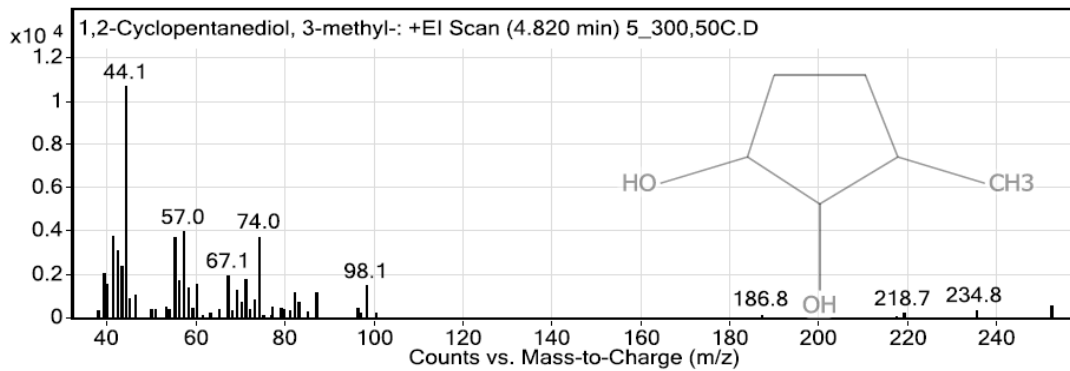
รูปที่ ค.11 Hexanal



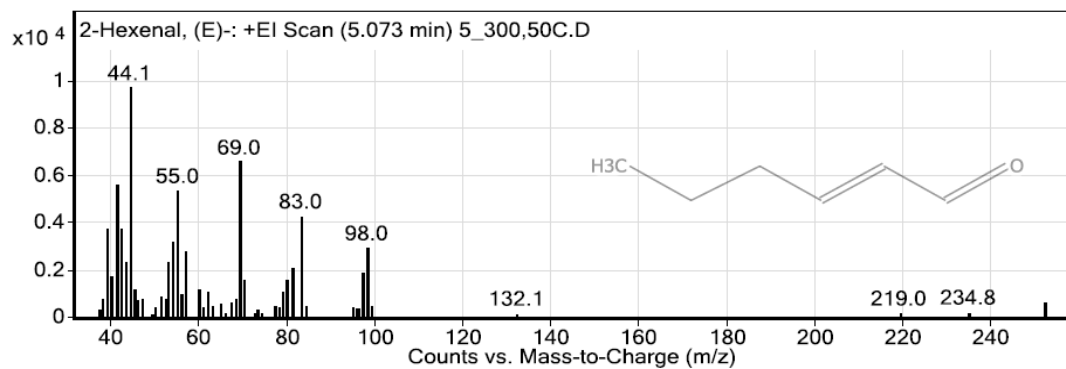
รูปที่ ค.12 3-methyl-1-Butanol



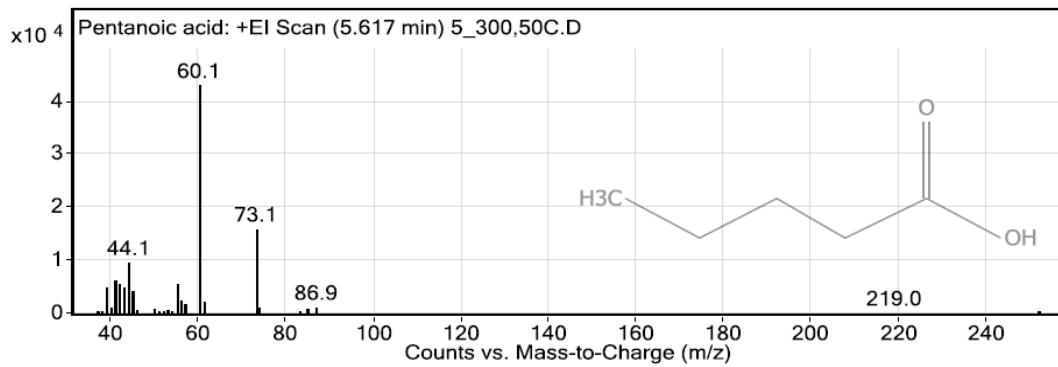
รูปที่ ค.13 4-Cyclohexene-1,2-diol



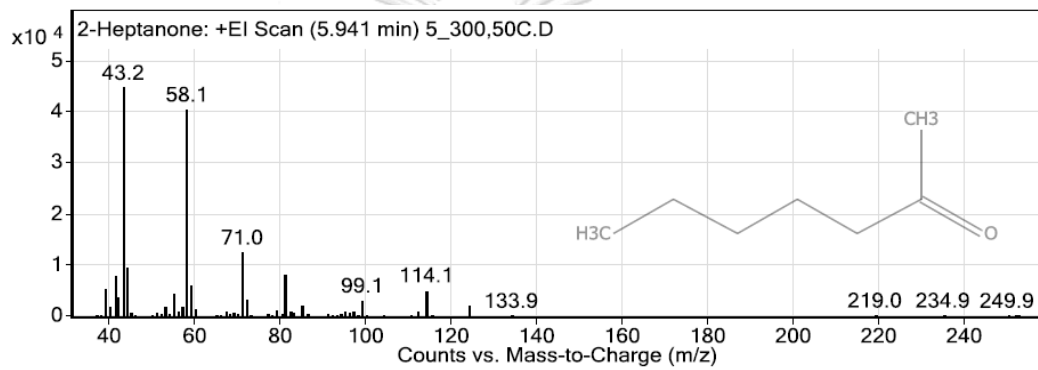
รูปที่ ค.14 3-methyl-1,2-Cyclopentanediol



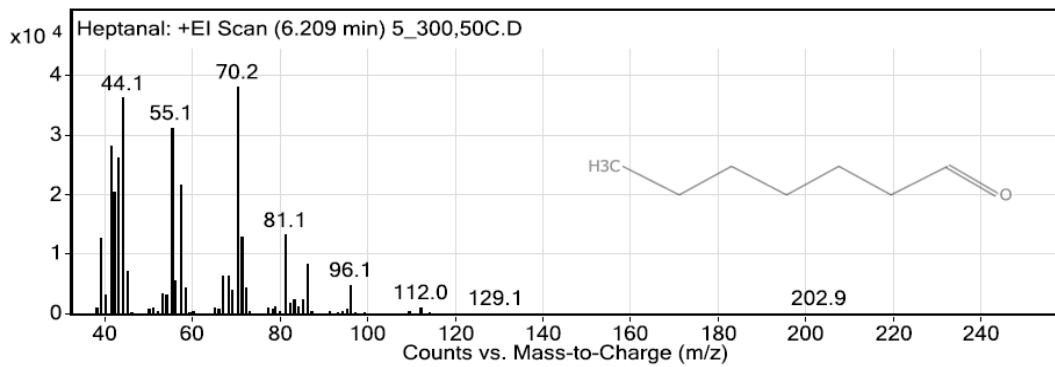
รูปที่ ค.15 2-Hexenal



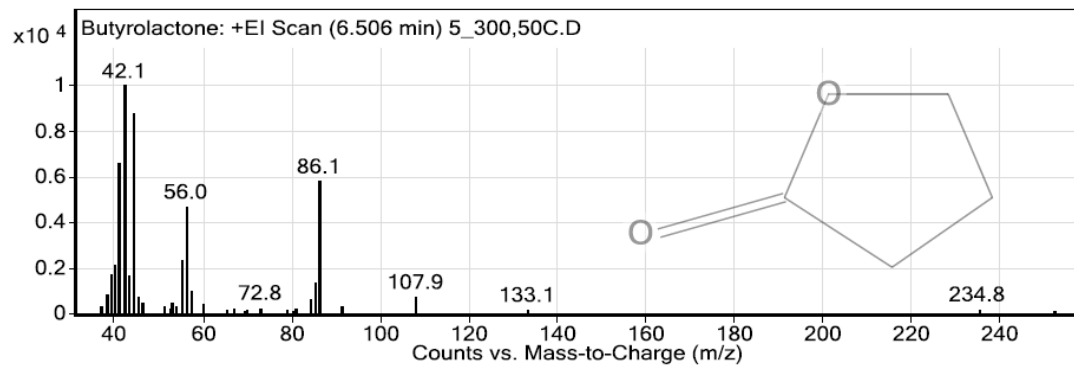
รูปที่ ค.16 Pentanoic acid



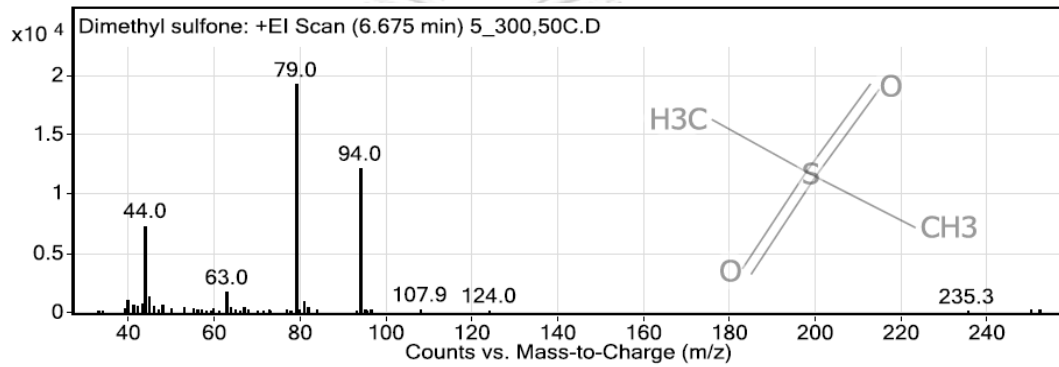
รูปที่ ค.17 2-Heptanone



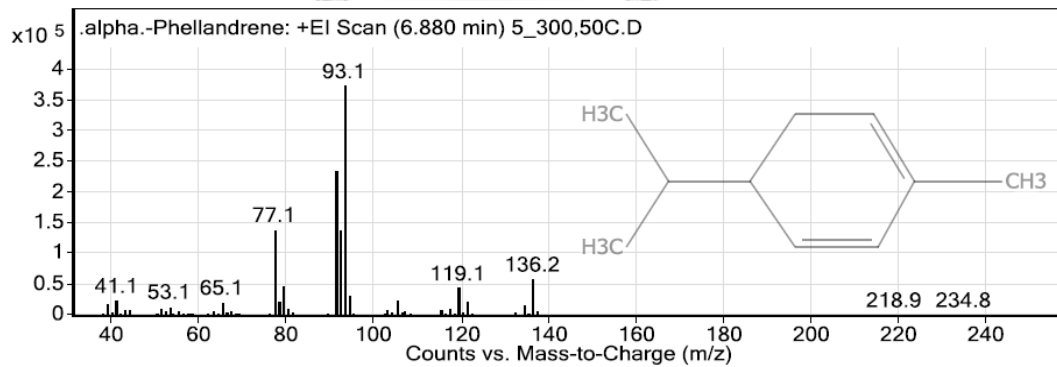
รูปที่ ค.18 Heptanal

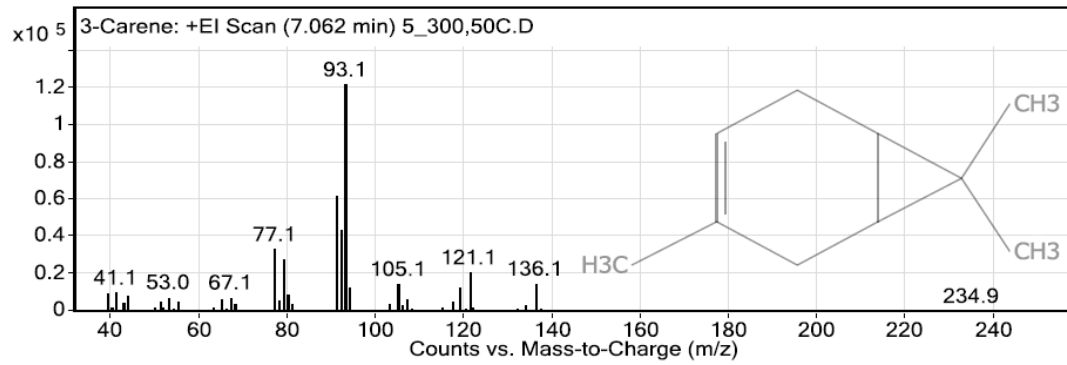


รูปที่ ค.19 Butyrolactone

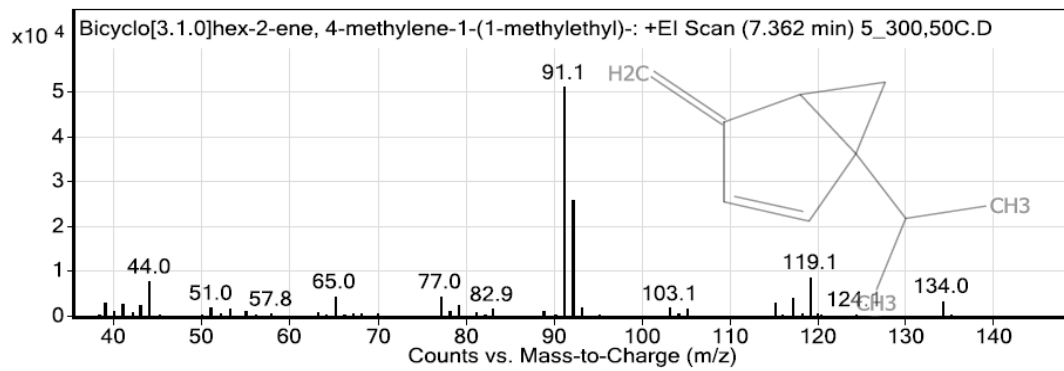


รูปที่ ค.20 Dimethyl sulfone

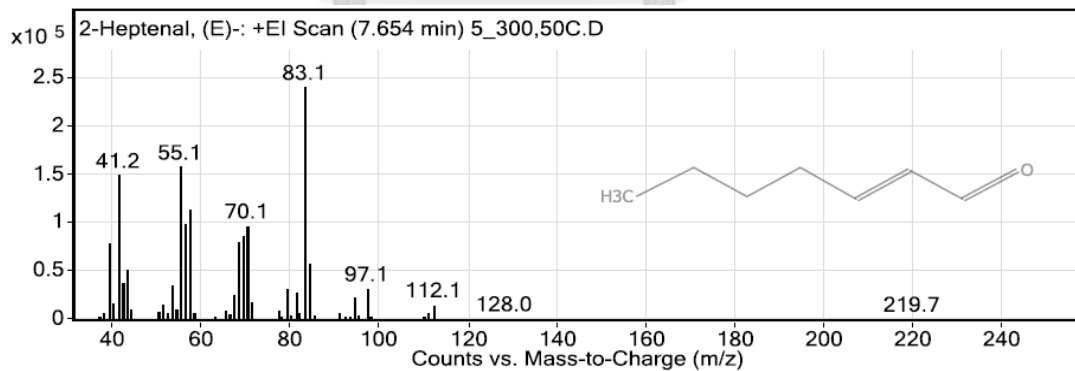
รูปที่ ค.21 α -Phellandrene



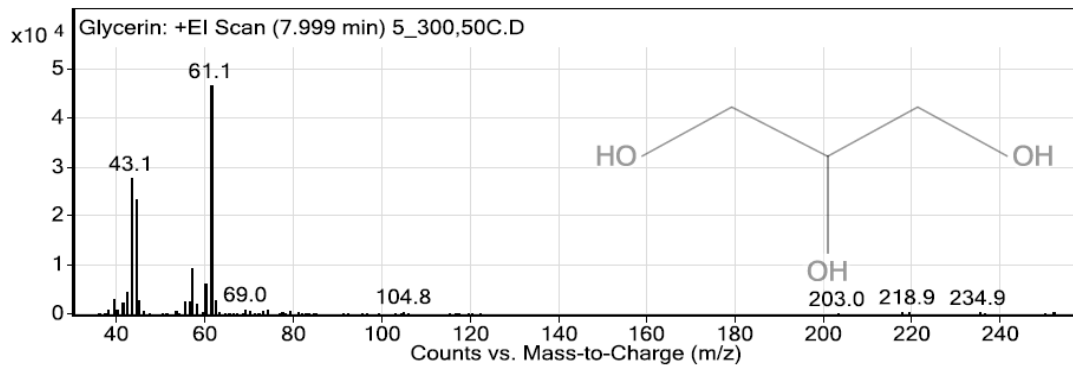
รูปที่ ค.22 3-Carene



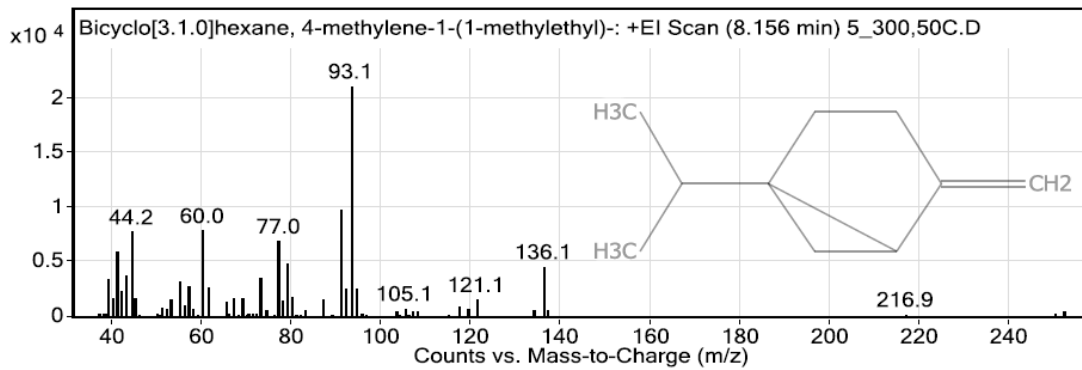
รูปที่ ค.23 Bicyclo[3.1.0]hex-2-ene, 4-methylene-1-(1-methylethyl)-



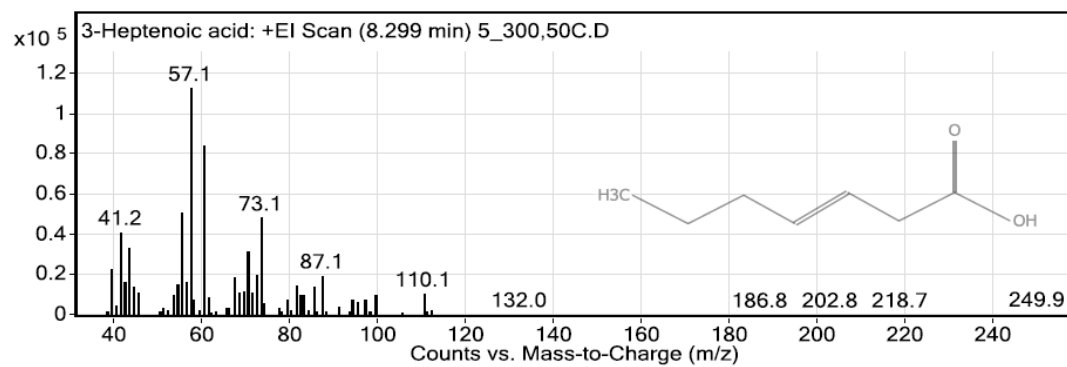
รูปที่ ค.24 (E)-2-Heptenal



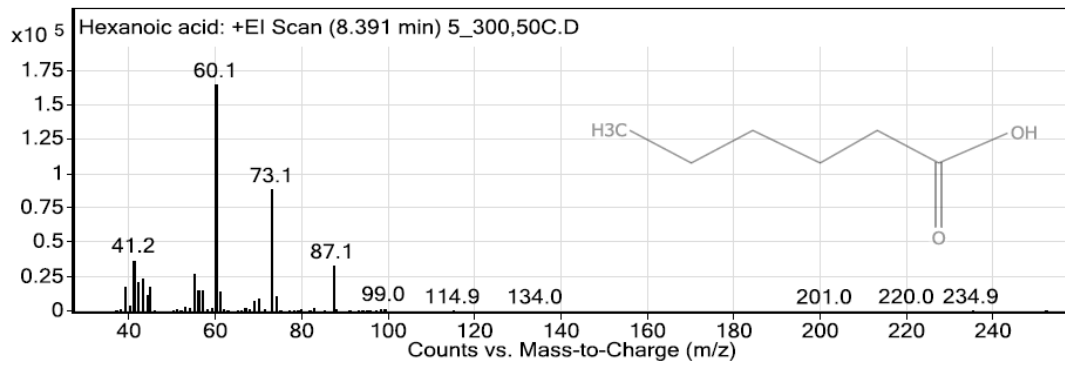
รูปที่ ค.25 Glycerin



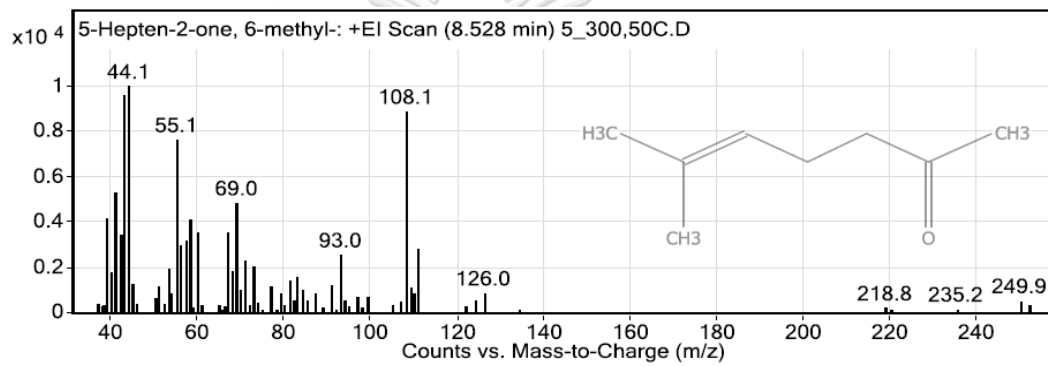
รูปที่ ค.26 Bicyclo[3.1.0]hexane, 4-methylene-1-(1-methylethyl)-



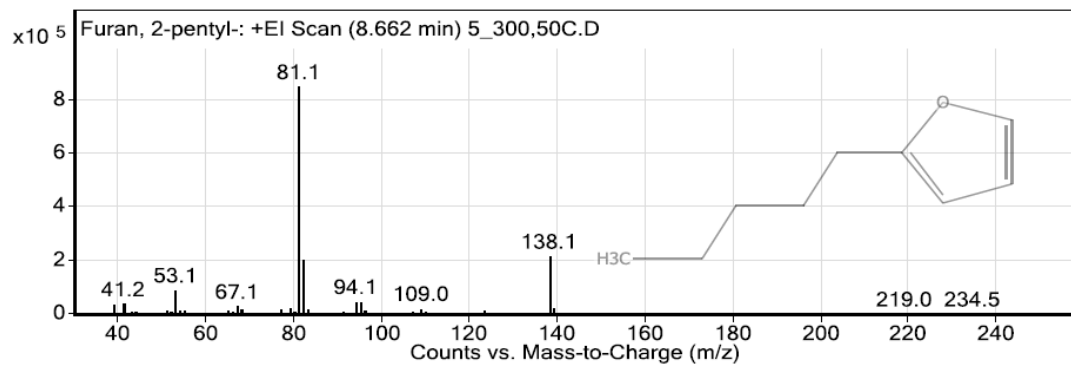
รูปที่ ค.27 3-Heptenoic acid



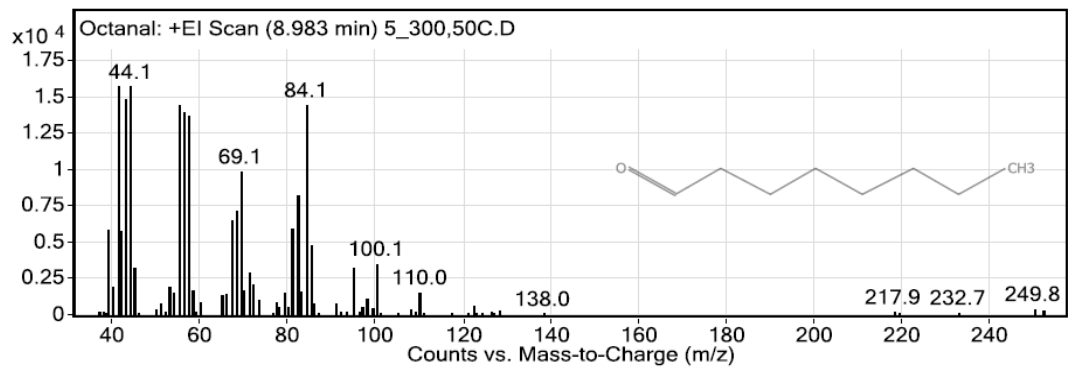
รูปที่ ค.28 Hexanoic acid



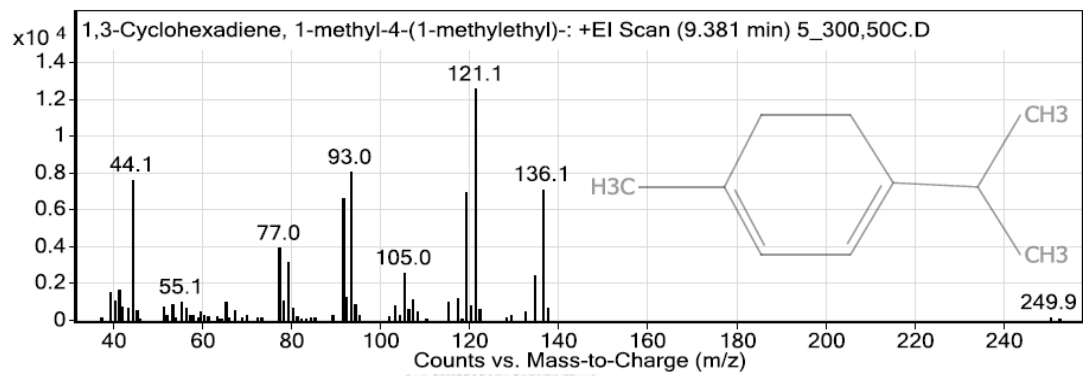
รูปที่ ค.29 6-methyl-5-Hepten-2-one



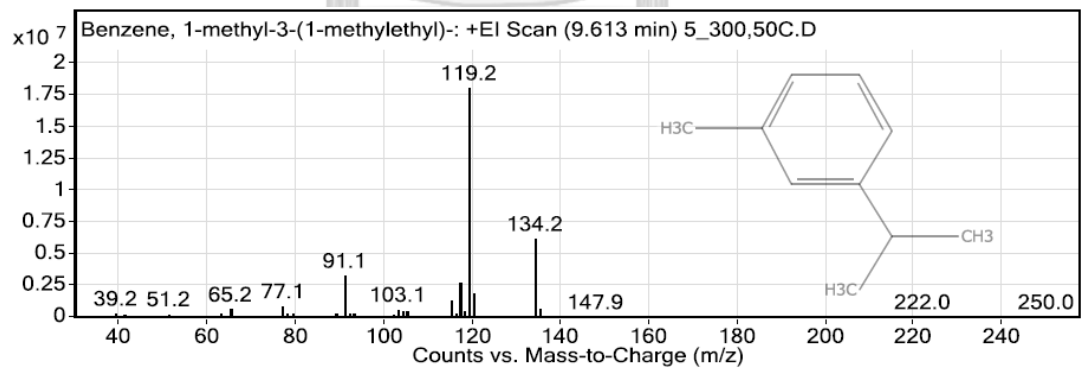
รูปที่ ค.30 2-pentyl-Furan



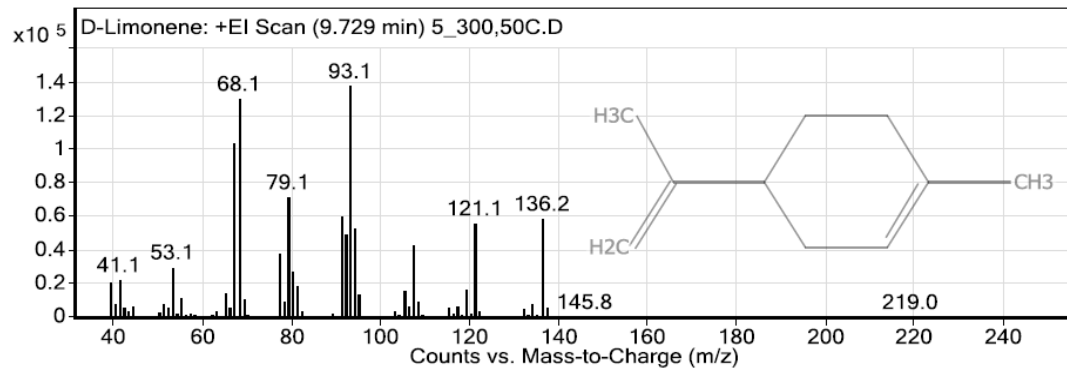
รูปที่ ค.31 Octanal



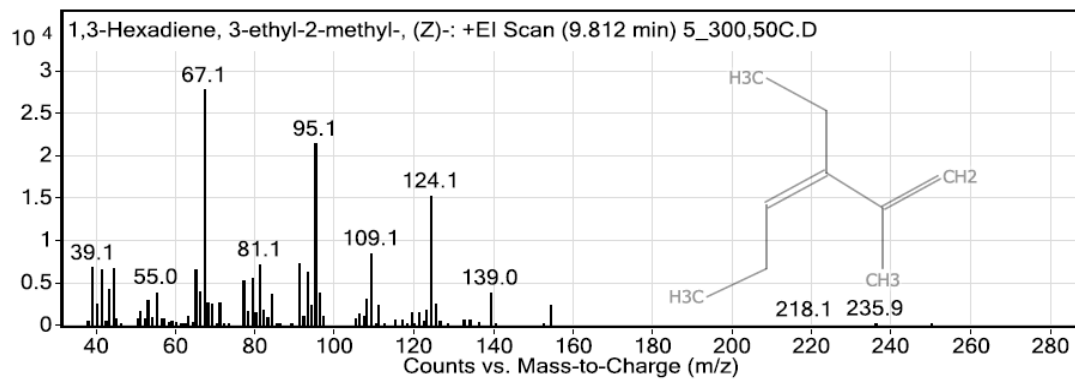
รูปที่ ค.32 1-methyl-4-(1-methylethyl)-1,3-Cyclohexadiene



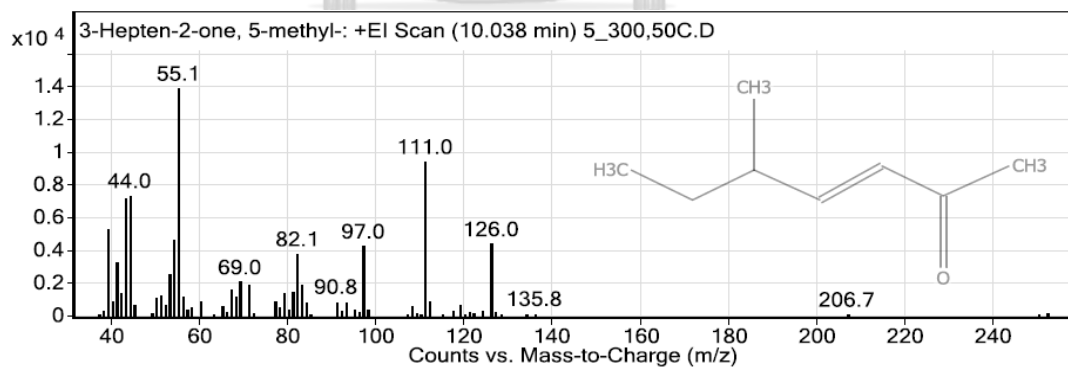
รูปที่ ค.33 1-methyl-3-(1-methylethyl)-Benzene



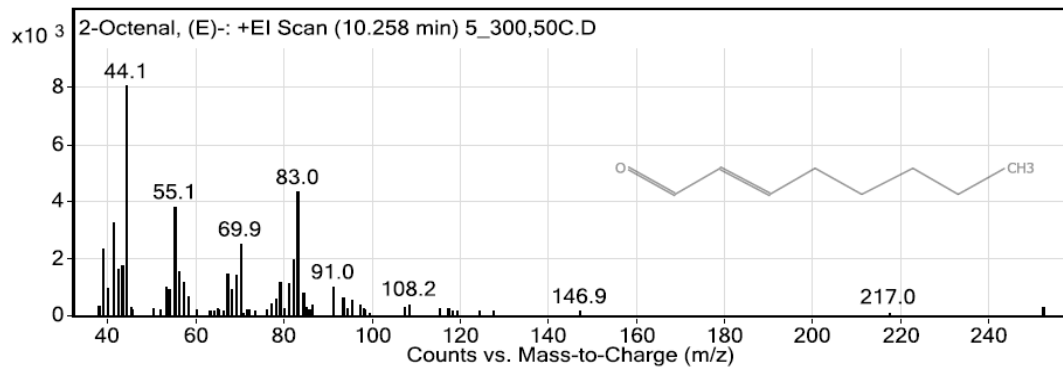
รูปที่ ค.34 D-Limonene



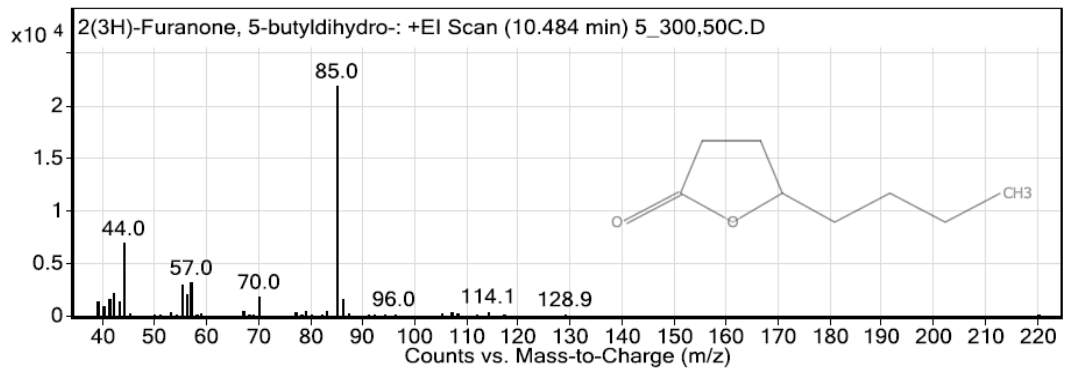
รูปที่ ค.35 (Z)-3-ethyl-2-methyl-1,3-Hexadiene



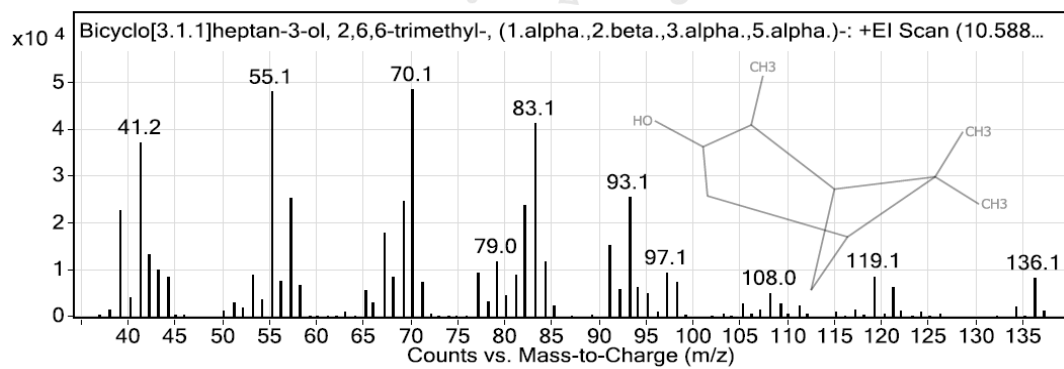
รูปที่ ค.36 5-methyl-3-Hepten-2-one

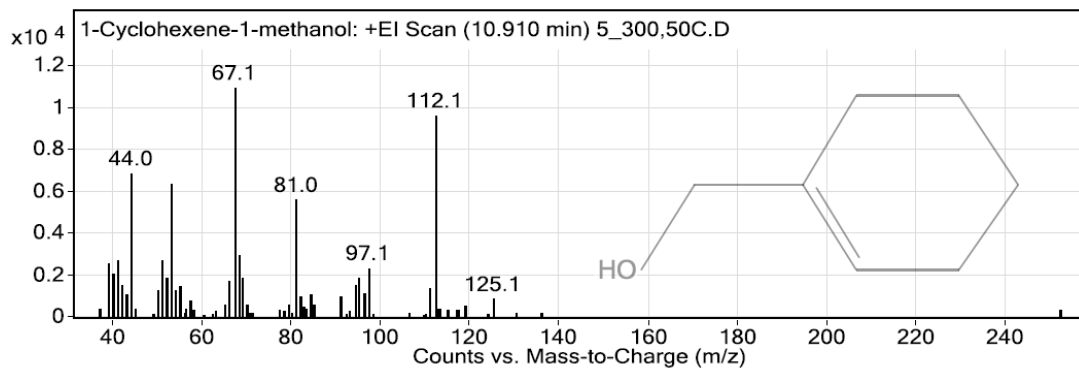


รูปที่ ค.37 (E)-2-Octenal

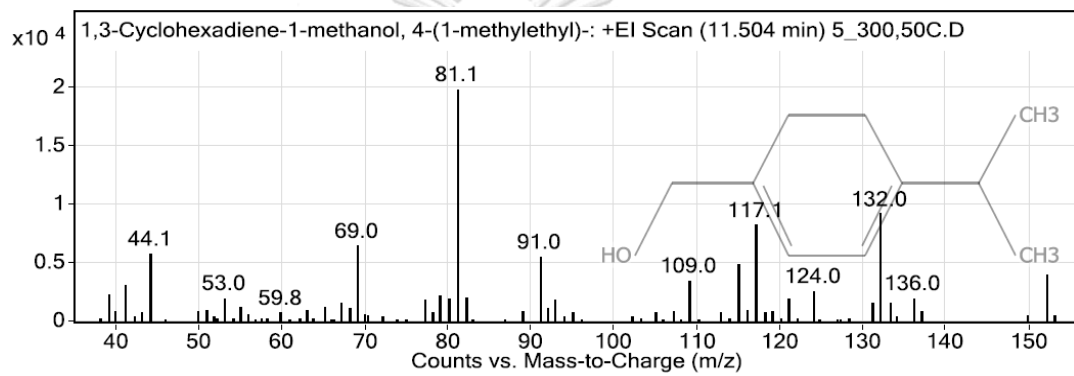


รูปที่ ค.38 5-butylidihydro-2(3H)-Furanone

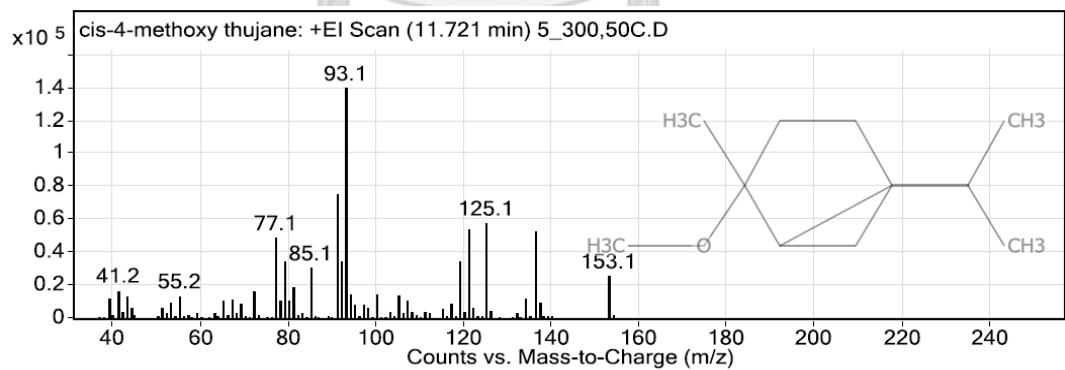
รูปที่ ค.39 Bicyclo[3.1.1]heptan-3-ol, 2,6,6-trimethyl-, (1 α ,2 β ,3 α ,5 α)-



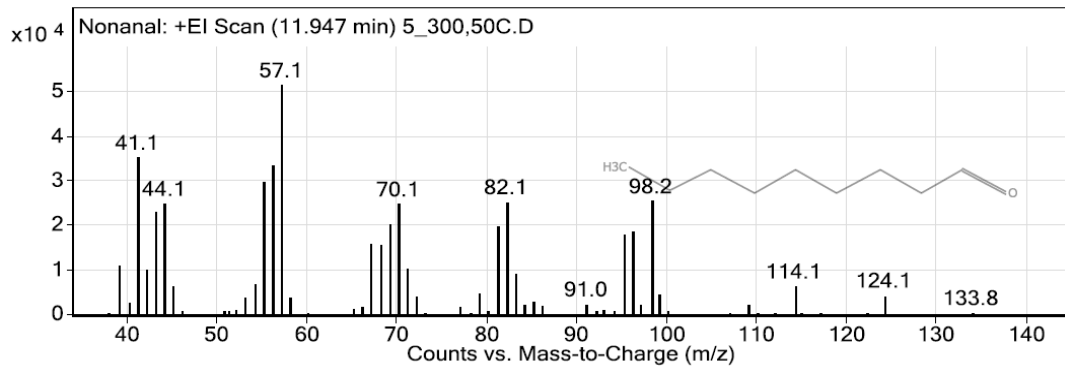
รูปที่ ค.40 1-Cyclohexene-1-methanol



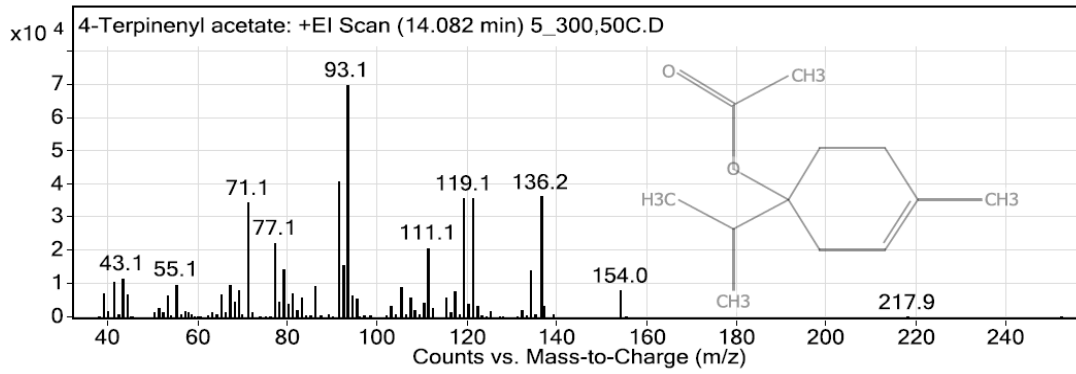
รูปที่ ค.41 1,3-Cyclohexadiene-1-methanol, 4-(1-methylethyl)-



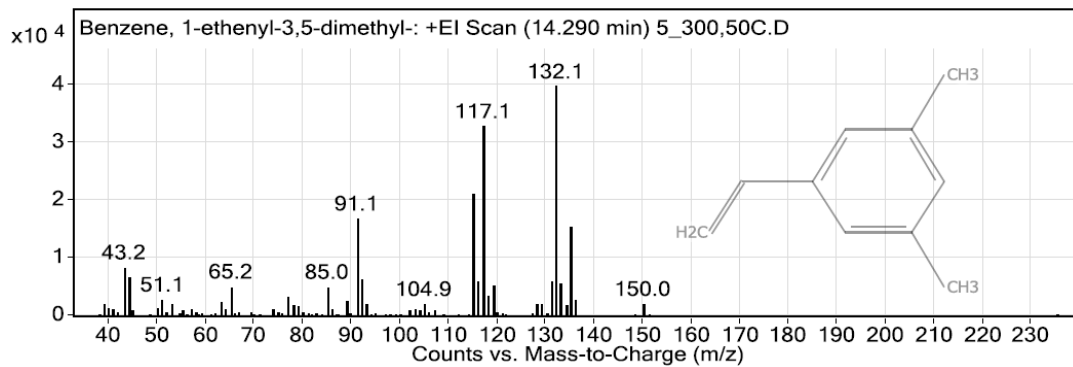
รูปที่ ค.42 cis-4-methoxy thujane



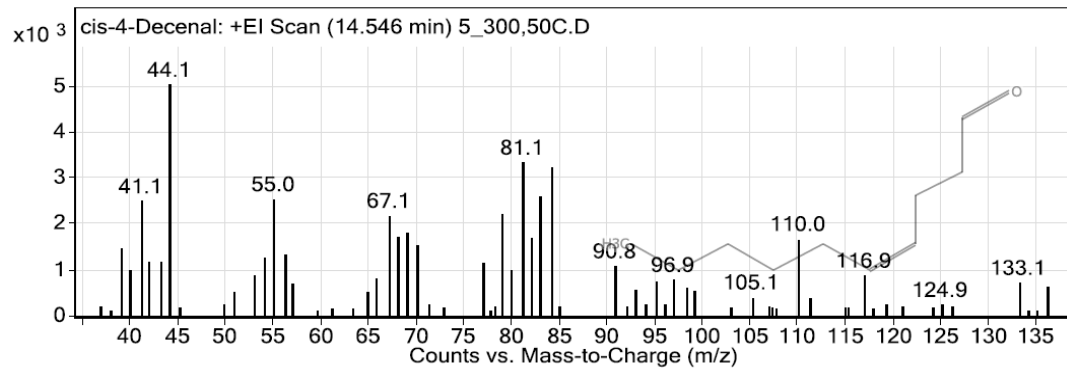
รูปที่ ค.43 Nonanal



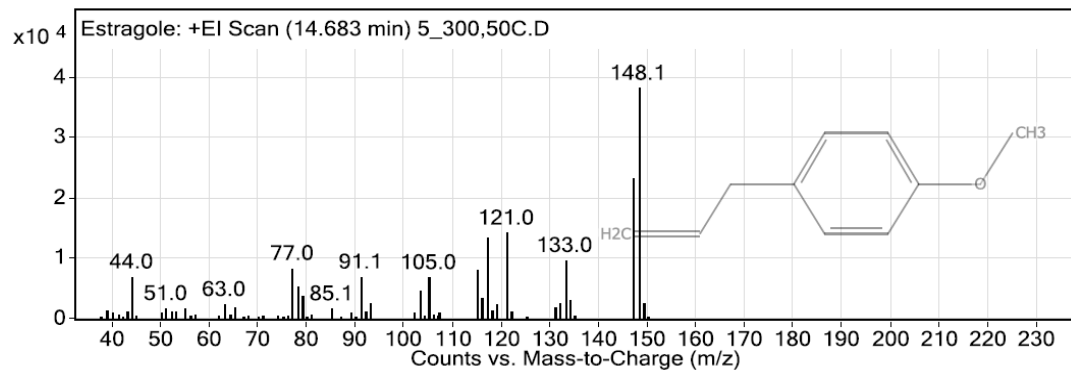
รูปที่ ค.44 4-Terpinenyl acetate



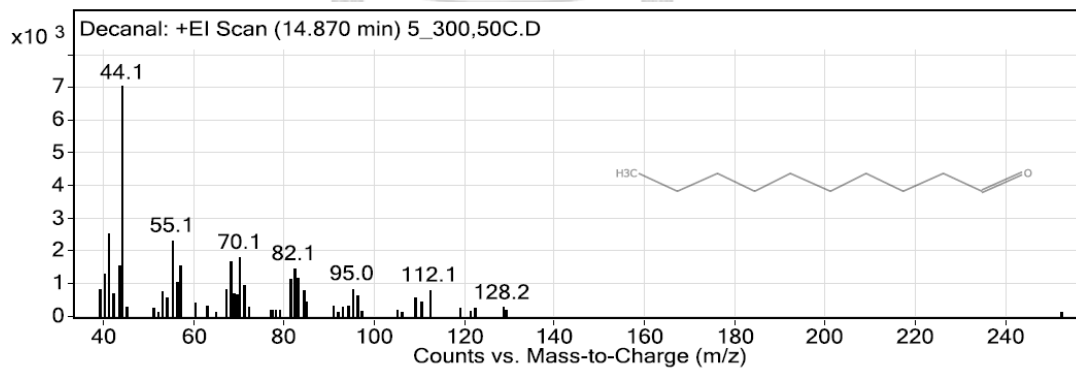
รูปที่ ค.45 1-ethenyl-3,5-dimethyl-Benzene



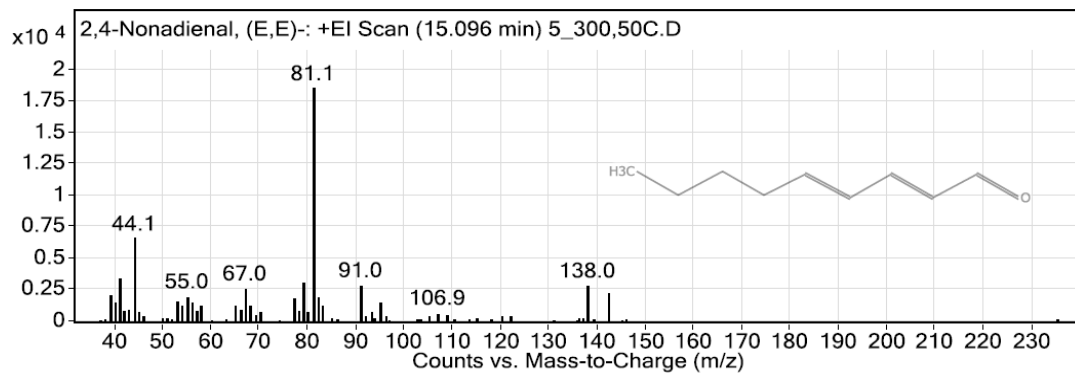
รูปที่ ค.46 cis-4-Decenal



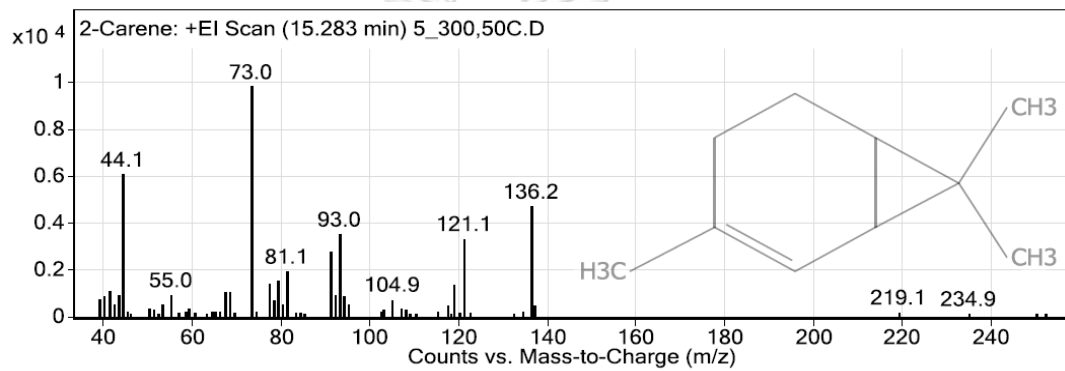
รูปที่ ค.47 Estragole



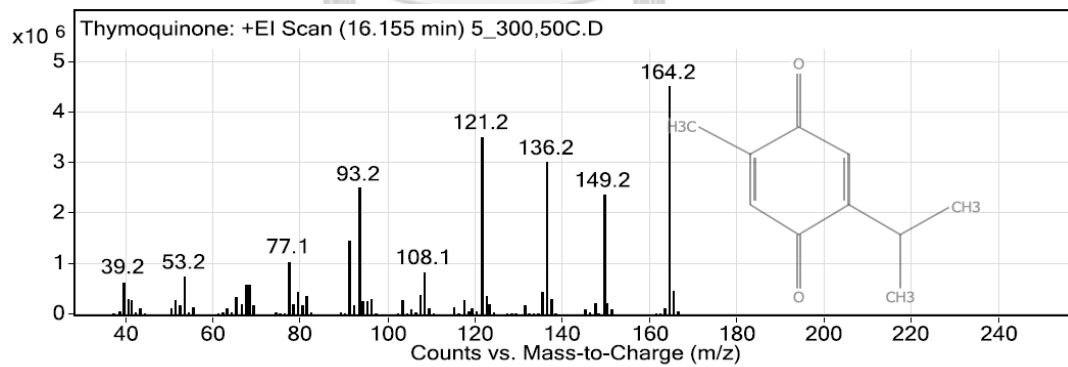
รูปที่ ค.48 Decanal



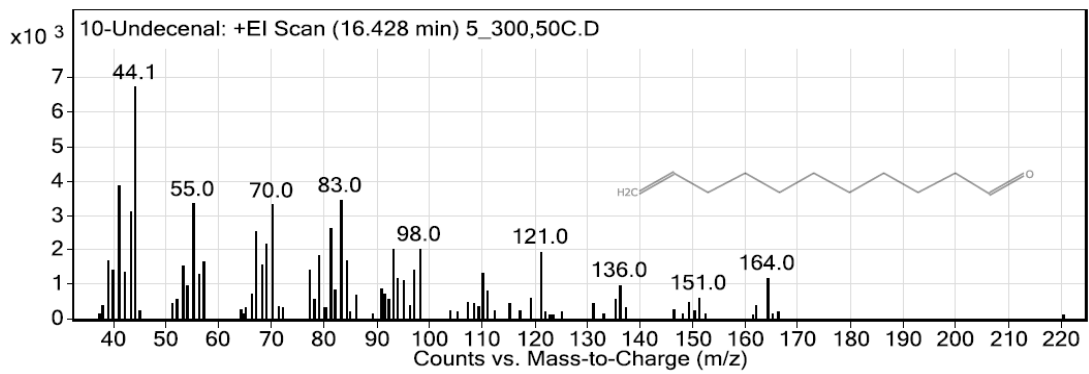
รูปที่ ค.49 (E,E)-2,4-Nonadienal



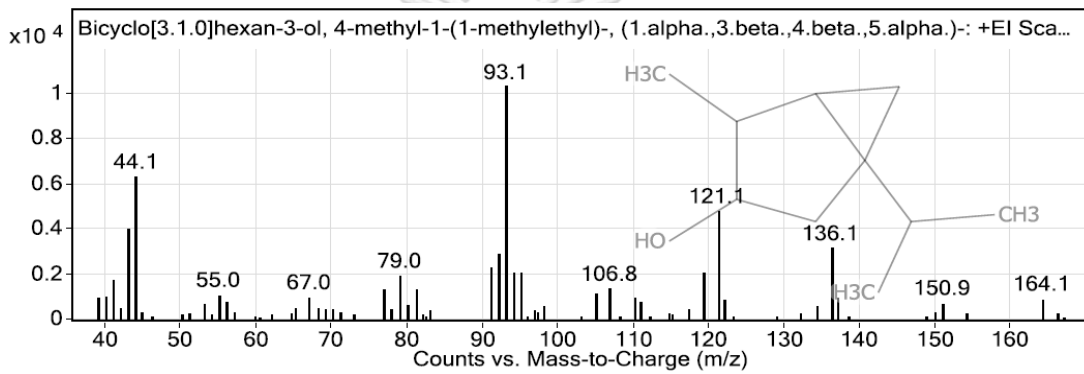
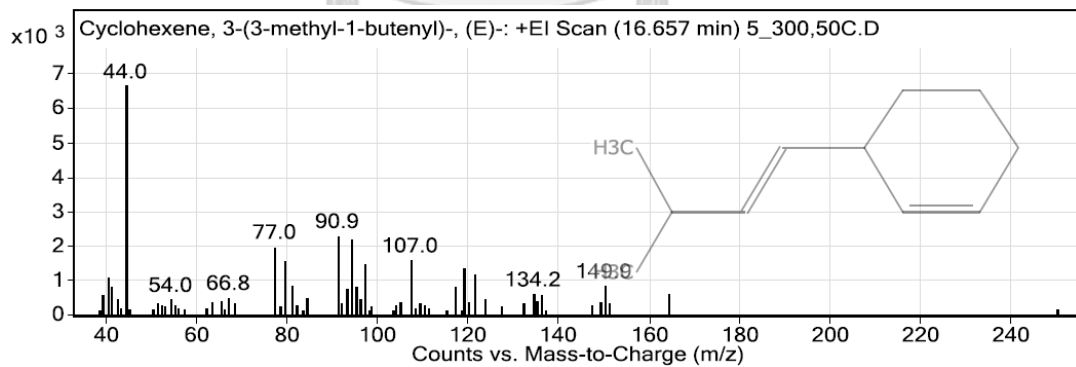
รูปที่ ค.50 2-Carene



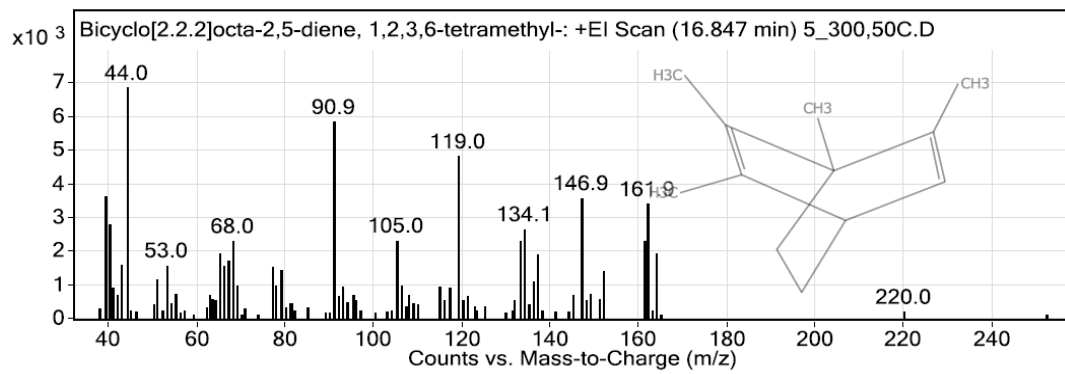
รูปที่ ค.51 Thymoquinone



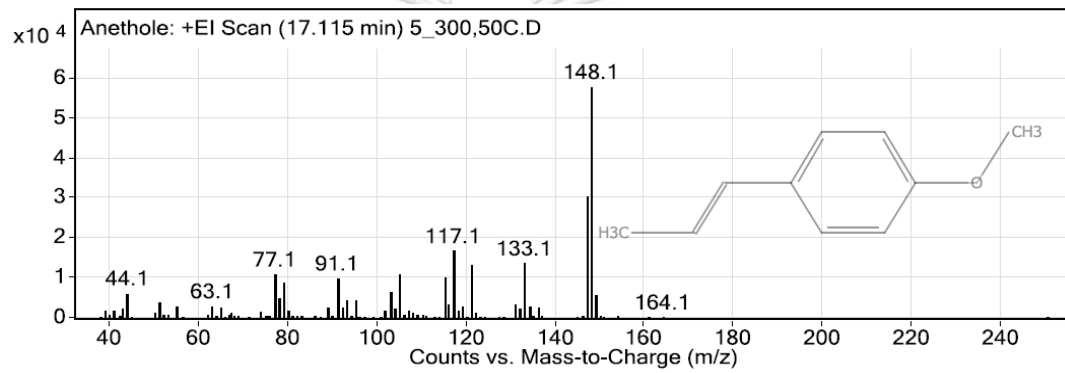
รูปที่ ค.52 10-Undecenal

รูปที่ ค.53 Bicyclo[3.1.0]hexan-3-ol,4methyl-1-(1-methylethyl)-,(1 α ,3 β ,4 β ,5 α)-

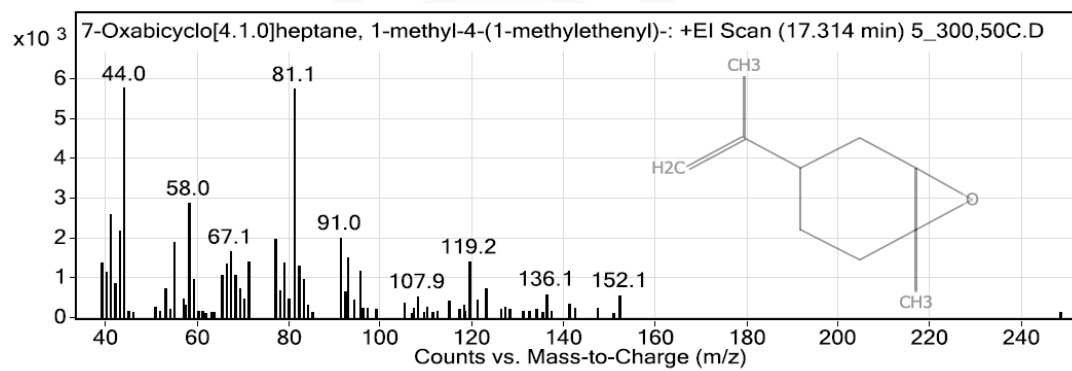
รูปที่ ค.54 Cyclohexene, 3-(3-methyl-1-butenyl)-, (E) -



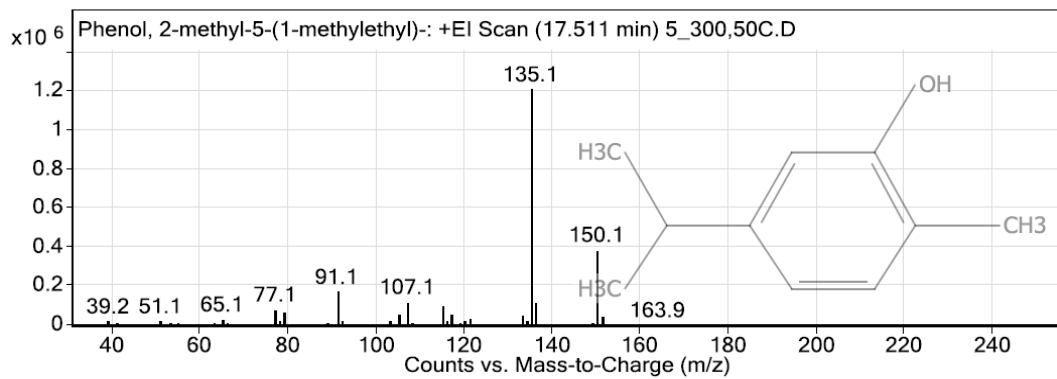
รูปที่ ค.55 Bicyclo[2.2.2]octa-2,5-diene, 1,2,3,6-tetramethyl-



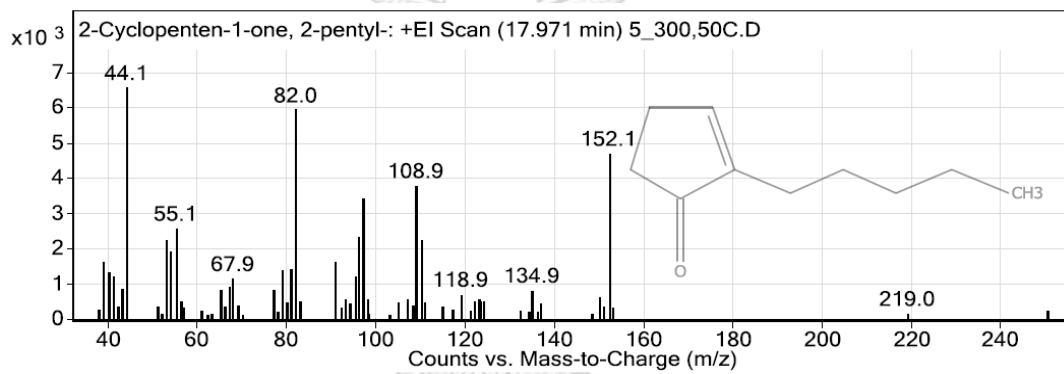
รูปที่ ค.56 Anethole



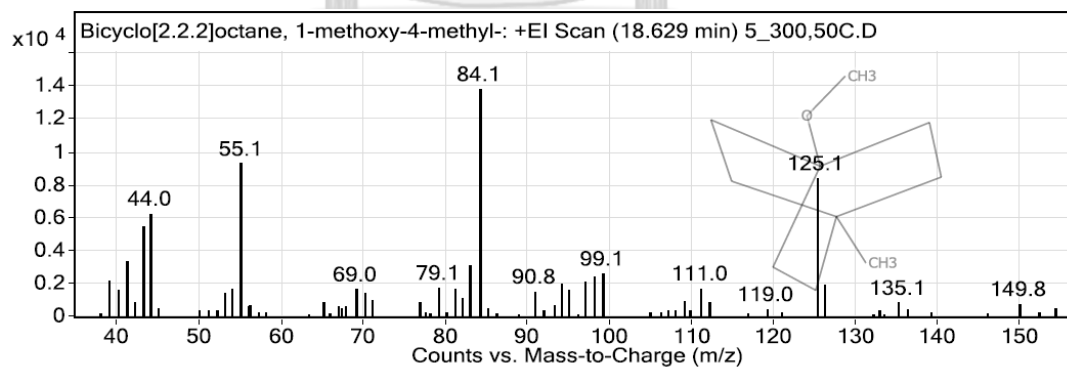
รูปที่ ค.57 7-Oxabicyclo[4.1.0]heptane, 1-methyl-4-(1-methylethyl)-



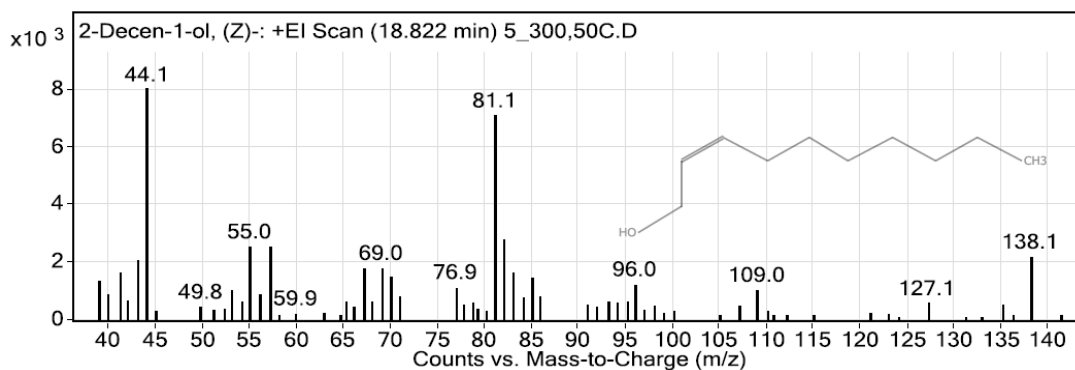
รูปที่ ค.58 Phenol, 2-methyl-5-(1-methylethyl)



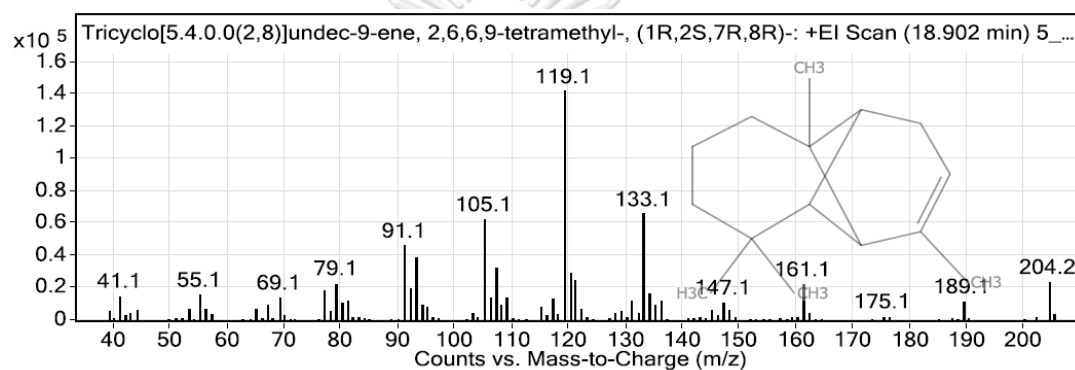
รูปที่ ค.59 2-pentyl-2-Cyclopenten-1-one



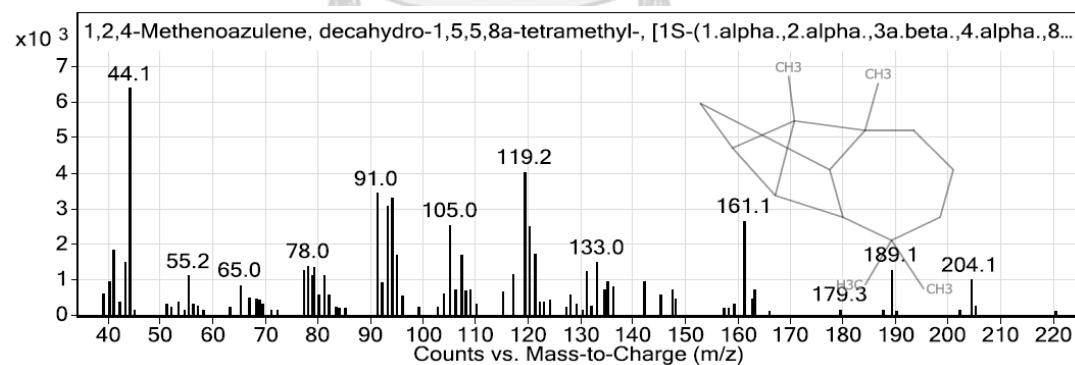
รูปที่ ค.60 Bicyclo[2.2.2]octane, 1-methoxy-4-methyl



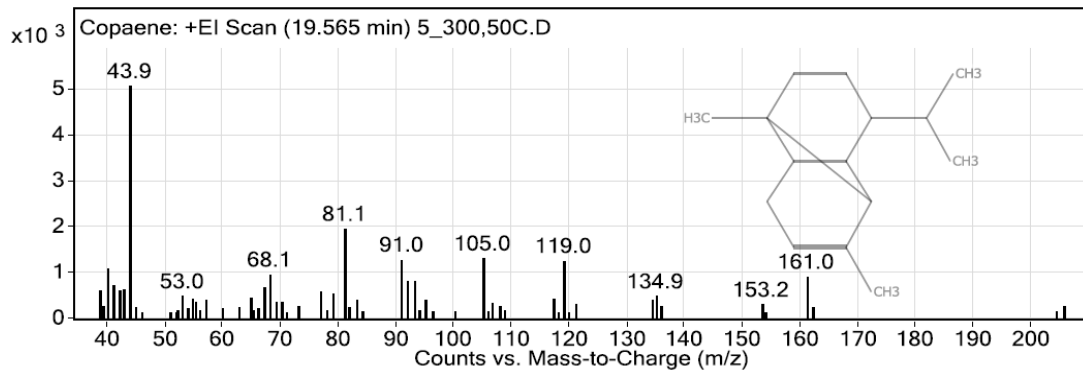
รูปที่ ค.61 (Z)-2-Decen-1-ol



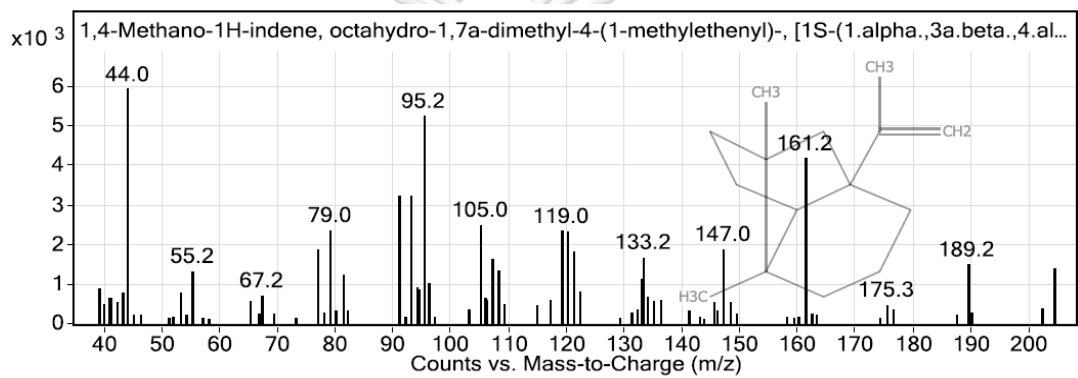
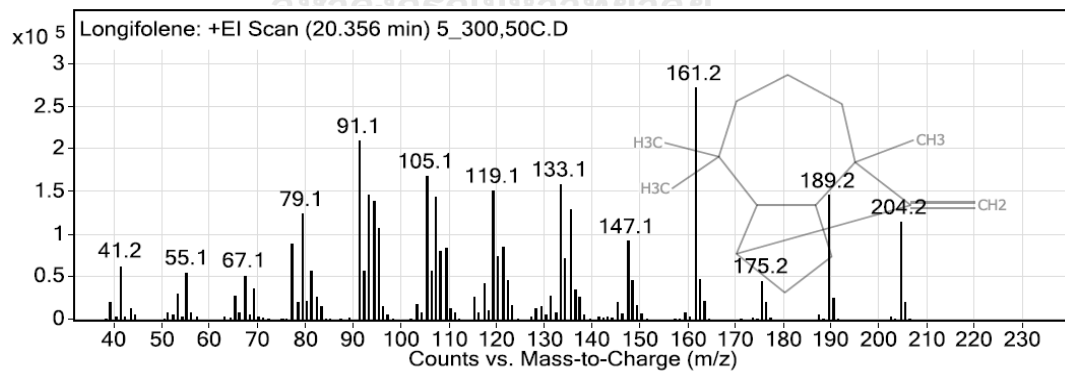
รูปที่ ค.62 Tricyclo[5.4.0.0(2,8)]undec-9-ene, 2,6,6,9-tetramethyl-, (1R,2S,7R,8R)-



รูปที่ ค.63 1,2,4-Methenoazulene, decahydro-1,5,5,8a-tetramethyl-, [1S-(1 α ,2 α ,3 β ,4 α ,8 β ,9R*)]-



รูปที่ ค.64 Copaene

รูปที่ ค.65 1,4-Methano-1H-indene, octahydro-1,7a-dimethyl-4-(1-methylethenyl)-, [1S-(1 α ,3 α β ,4 α ,7 α β)]-

รูปที่ ค.66 Longifolene

บรรณานุกรม

- [1] Disthai, เทียนดำ ประโยชน์ดีๆ สรรพคุณเด่นๆ และข้อมูลงานวิจัย, 2017.
<https://www.disthai.com/17105200/เทียนดำ>.
- [2] Medthai, เทียนดำ สรรพคุณและประโยชน์ของเมล็ดเทียนดำ 67 ข้อ! , 2017.
<http://medthai.com/เทียนดำ>.
- [3] ผศ.ดร.เภสัชกรหญิง สุภารัตน์ หอมหวล, เทียนดำ, 2010.
<http://www.thaicrudedrug.com/main.php?action=viewpage&pid=68>
- [4] kamil-habbatussauda, งานวิจัยเกี่ยวกับการใช้น้ำมันฮับบาตุซเซาเดฮ์รักษาโรคมะเร็ง, 2016. http://kamil-habbatussauda.blogspot.com/2016/03/blog-post_10.html.
- [5] W. Boona, S. Poobunlap, P. Subprung, The tesing of Supercritical Extractor for Ginger Essential Oil Using Liquid CO2, in: W. Boona (Ed.) the 5th conferences and research 2014, Faculty of Engineering and Architecture, Rajamangala University of Technology Isan, 2014, pp. 120-125.
- [6] N.K. Mohammed, M.Y. Abd Manap, C.P. Tan, B.J. Muhialdin, A.M. Alhelli, A.S. Meor Hussin, The Effects of Different Extraction Methods on Antioxidant Properties, Chemical Composition, and Thermal Behavior of Black Seed (*Nigella sativa* L.) Oil, Evid Based Complement Alternat Med 2016 (2016) 6273817.
- [7] V. Dewanto, X. Wu, K.K. Adom, R.H. Liu, Thermal processing enhances the nutritional value of tomatoes by increasing total antioxidant activity, J Agric Food Chem 50(10) (2002) 3010-4.
- [8] ว. ศรีพงษ์พันธุ์กุล, Contamination of organophosphate insecticides in cabbage from markets in Hat Yai city municipality, Changwat Songkhla, Environmental Health, Prince of Songkla University, online, 2548.
- [9] น. อินสว่าง, เครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี (Gas Chromatography, GC), RIC KRU NEWSLETTER, online, 2558, p. 8.
- [10] R. Boonlorm, เทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟีสำหรับการตรวจวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์สี (Paint), 2021. <https://www.scispec.co.th/learning/index.php/blog/chromatography/21042701gc>.
- [11] มหาวิทยาลัยรามคำแหง, บทที่ 3 การวิเคราะห์องค์ประกอบของสารให้กลิ่นรส (Flavor

- Analysis). [http://old-book.ru.ac.th/e-book/f/FY463\(50\)/FY463-3.pdf](http://old-book.ru.ac.th/e-book/f/FY463(50)/FY463-3.pdf).
- [12] หัวกรวด, เทคนิคสกัดแบบ Headspace, 2553. <http://share.psu.ac.th/blog/sci-discus/16504>.
- [13] tarladalal, 90 nigella seeds recipes, 2021. <https://www.tarladalal.com/recipes-using-nigella-seeds-kalonji-onion-seeds-552>.
- [14] B. Nigella, ทำไมน้ำมันเมล็ดเทียนดำ(Black Seed Oil) คือ สุดยอดพืชสมุนไพรที่ใช้ในยาแพทย์แผนโบราณที่มีมานานนับหลายพันปี, 2018. <https://www.blockdit.com/posts/6063bf6d2580800c3127b1be>.
- [15] A. MONTELL, This Magical Middle Eastern Skin Oil Is Finally Gaining Recognition, 2021. <https://www.byrdie.com/black-cumin-seed-oil-for-skin>.
- [16] E. Verde, eco cosmetics Face Care, 2010. <https://www.ecco-verde.com/eco-cosmetics/eco-cosmetics-face-care>.
- [17] M.D. Luque de Castro, F. Priego-Capote, Soxhlet extraction: Past and present panacea, *Journal of Chromatography A* 1217(16) (2010) 2383-2389.
- [18] H.H. Rassem, A.H. Nour, M. YunusR., Techniques For Extraction of Essential Oils From Plants: A Review, 2016.
- [19] C. VITA, D.E. RAYNIE, Meeting the Natural Products Challenge with Supercritical Fluids, *Supercritical Fluids*, American Chemical Society 1997 68-75.
- [20] D.P. Jirukakul, Research and Development on Components Natural oil Extractor with Supercritical carbon dioxide Technique (SC-CO₂) and Combination Mixer Magnetic, in: *กรรมวิชาการการเกษตร* (Ed.) 2019, pp. 1-88.
- [21] M. Kiralan, G. Özkan, A. Bayrak, M.F. Ramadan, Physicochemical properties and stability of black cumin (*Nigella sativa*) seed oil as affected by different extraction methods, *Industrial Crops and Products* 57 (2014) 52-58.
- [22] Z. Solati, B.S. Baharin, H. Bagheri, Antioxidant Property, Thymoquinone Content and Chemical Characteristics of Different Extracts from *Nigella sativa* L. Seeds, *Journal of the American Oil Chemists' Society* 91(2) (2013) 295-300.
- [23] M.V. Rao, A.H. Al-Marzouqi, F.S. Kaneez, S.S. Ashraf, A. Adem, Comparative Evaluation of SFE and Solvent Extraction Methods on the Yield and Composition of Black Seeds (*Nigella Sativa*), *Journal of Liquid Chromatography &*

Related Technologies 30(17) (2007) 2545-2555.

- [24] P.W. Karina GURGENOVA, Dynamic and static solubility of thymoquinone in the supercritical carbone dioxide, Inzynieria Chemiczna i Procesowa 51 (2012) 320-321.





จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-สกุล	บัณฑิตา สกุกิตติยุต
วัน เดือน ปี เกิด	18 กรกฎาคม 2538
สถานที่เกิด	ไทย
วุฒิการศึกษา	ปริญญาตรี คณะวิทยาศาสตร์ สาขาเคมี มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ กำลังศึกษา คณะวิทยาศาสตร์ สาขาเคมีเทคนิค จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ที่อยู่ปัจจุบัน	48/1 ตรอกเพชรพลอย ถนนสีพระยา แขวงสีพระยา เขตบางรัก กรุงเทพมหานคร 10500



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY