

บทที่ 4

ผลการทดลอง วิเคราะห์และวิจารณ์

การศึกษาการสกัดอะซาดิแรคตินจากเนื้อในเมล็ดสะเดาไทย *Azadirachta indica* var. *siamensis* Valetou ด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ แบ่งออกเป็น 5 ส่วนได้แก่ส่วนแรกเป็นการหาปริมาณน้ำมันและอะซาดิแรคตินจากเนื้อในเมล็ดสะเดา ส่วนที่สองศึกษาการสกัดอะซาดิแรคตินด้วยเมทานอล ส่วนที่สามเป็นการสกัดอะซาดิแรคตินด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ในสภาพของไหลเหนือจุดวิกฤต ส่วนที่สี่เป็นการศึกษาอะซาดิแรคตินโดยใช้คาร์บอนไดออกไซด์ผสมกับตัวทำละลายร่วมเพื่อให้ได้ปริมาณอะซาดิแรคตินในการสกัดมากขึ้น และทำให้สามารถดำเนินงานได้ที่ความดันต่ำกว่าการใช้คาร์บอนไดออกไซด์เพียงอย่างเดียวส่วนที่ห้าเป็นการศึกษาถึงการชะละลายอะซาดิแรคตินออกจากถ่านกัมมันต์ด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ในสภาพของไหลเหนือจุดวิกฤต

การหาปริมาณน้ำมันและอะซาดิแรคตินจากเนื้อในเมล็ดสะเดา

เมล็ดสะเดาที่ใช้ในการทดลองได้จากแหล่งอำเภอสองเนิน จังหวัดนครราชสีมาเป็นส่วนของที่ได้จากผลของสะเดาซึ่งภายในจะมีเมล็ด เปลือกหุ้มเมล็ดคล้ายเปลือกถั่วลิสง เมื่อทำการกระเทาะเปลือกจะพบส่วนที่เป็นเนื้อในเมล็ดซึ่งเป็นส่วนที่มีอะซาดิแรคติน การวิจัยนี้ได้สั่งซื้อเมล็ดสะเดาจากบริษัท พฤษณ์ จำกัด จังหวัดนครราชสีมา ซึ่งจำหน่ายในรูปของเนื้อในเมล็ด มีลักษณะยาวรีเนื้อค่อนข้างแห้งเพราะเก็บไว้นานทำให้ตรวจพบปริมาณอะซาดิแรคตินในปริมาณน้อยมากสำหรับวัตถุประสงค์นี้ต้องเก็บในตู้แช่แข็ง เพื่ออะซาดิแรคตินสลายตัวช้าลง ความชื้นของเมล็ดร้อยละ 9.23 ก่อนเริ่มต้นการวิจัยได้ทำการศึกษาสมบัติเบื้องต้น ได้แก่

1. การหาปริมาณน้ำมันสะเดาด้วยวิธี Soxhlet

ทำการสกัดน้ำมันออกจากเนื้อในเมล็ดสะเดาใช้อัตราส่วนเนื้อในเมล็ดสะเดา 1 กรัม ต่อเฮกเซน 10 มิลลิลิตร เวลาในการสกัด 16 ชั่วโมง พบว่าปริมาณน้ำมันสะเดาที่สกัดได้ทั้งหมดร้อยละ 33 ของเนื้อในเมล็ดสะเดาเริ่มต้น

2. การหาปริมาณอะซาดิแรคตินด้วยวิธี Soxhlet

นำส่วนของสะเคาที่ทำการสกัดน้ำมันแล้วมาใช้ในการสกัดอะซาดิแรคติน โดยการเติมตัวทำละลายเมทานอล 100 มิลลิลิตร เวลาในการสกัด 24 ชั่วโมง สามารถตรวจวัดปริมาณอะซาดิแรคตินด้วยเครื่องHPLC ปริมาณอะซาดิแรคตินที่สกัดได้ 950 ไมโครกรัมต่อกรัมเนื้อในเมล็ดสะเคาหรือประมาณร้อยละ 0.1 ของเนื้อในเมล็ดสะเคาเริ่มต้น

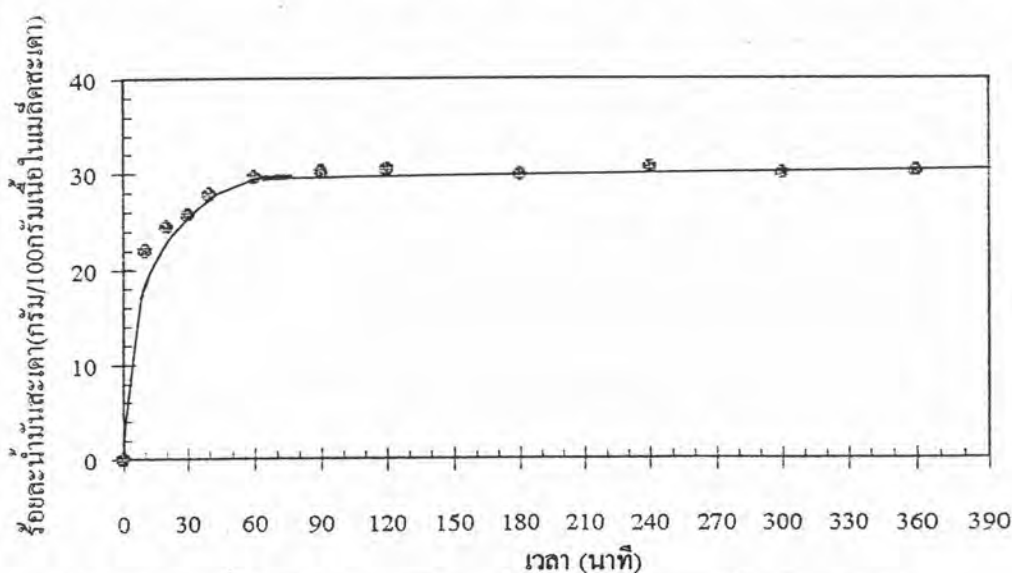
การสกัดแบบ Soxhlet ใช้เวลาในการสกัดที่ค่อนข้างนาน เนื่องจากการสกัดแบบไหลซึมผ่าน ซึ่งอุณหภูมิในการทดลองควบคุมให้อยู่ในระดับ 40 องศาเซลเซียสเพราะอะซาดิแรคตินสามารถสลายตัวได้ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ใช้ปั๊มปรับระบบให้เป็นสุญญากาศเพื่อลดอุณหภูมิของตัวทำละลาย ทำการสกัดจนกระทั่งตัวทำละลายที่กลั่นตัวได้ใสเพื่อหาปริมาณอะซาดิแรคตินที่มีอยู่ในเนื้อในเมล็ดสะเคาสูงสุด

การศึกษาการสกัดอะซาดิแรคตินจากเนื้อในเมล็ดสะเคาด้วยเมทานอล

การศึกษาประกอบด้วยการสกัดน้ำมันออกจากเมล็ดสะเคาเสร็จแล้ว จึงสกัดอะซาดิแรคตินด้วยเมทานอลคั่งขั้นตอนนี้

1. ศึกษาหาเวลาที่เหมาะสมในการสกัดน้ำมันสะเคา

เพื่อใช้เป็นแนวทางในการดำเนินการวิจัยในขั้นต่อไป โดยใช้อัตราส่วนเนื้อในเมล็ดสะเคาต่อตัวทำละลายเฮกเซน 1 กรัมต่อ 10 มิลลิลิตร มีการบดเนื้อในเมล็ดสะเคาก่อนนำมาใช้เพื่อลดขนาดของอนุภาคให้เล็กลงเป็นการเพิ่มพื้นที่ผิวสัมผัสกับตัวทำละลาย มีการกวนเพื่อช่วยให้เกิดการสกัดได้ดีขึ้น กำหนดเวลาในการสกัด 10, 20, 30 นาทีเป็นต้นจนกระทั่งปริมาณน้ำมันอยู่ในช่วงที่ค่อนข้างคงที่ ปริมาณน้ำมันสะเคาที่สกัดได้แสดงอยู่ในรูปที่ 4.1 ผลการทดลองแสดงในภาคผนวก ก.1

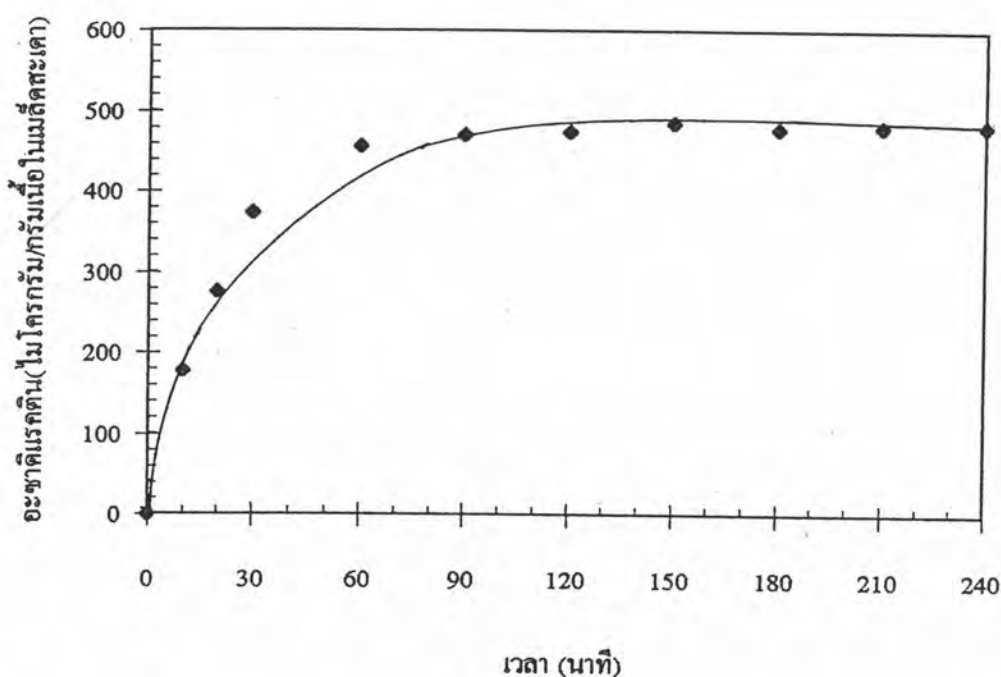


รูปที่ 4.1 ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณน้ำมันสะเคากับเวลาที่ใช้ในการสกัด

พบว่าตัวทำละลายเฮกเซนมีความสามารถในการสกัดน้ำมันสะเคาได้ดี สังเกตจากการสกัดในช่วง 10 นาทีแรกสามารถสกัดน้ำมันได้ประมาณร้อยละ 22 ของเนื้อในเมล็ดสะเคาเริ่มต้นและในช่วงเวลา 60 นาที สามารถสกัดน้ำมันได้ประมาณร้อยละ 30 ของเนื้อในเมล็ดสะเคาเริ่มต้นซึ่งเป็นเวลาที่เหมาะสมในการสกัดเนื่องจากเมื่อเพิ่มเวลาในการสกัดปริมาณน้ำมันสะเคาที่สกัดได้จะไม่เพิ่มขึ้น

2. การศึกษาหาเวลาที่เหมาะสมในการสกัดอะซาดิแรคตินด้วยเมทานอล

ในขั้นตอนนี้เมล็ดสะเคาที่นำมาใช้จะผ่านการสกัดน้ำมันออกก่อน เนื่องจากน้ำมันจะเป็นตัวขัดขวางการสกัดอะซาดิแรคตินทำให้เมทานอลซึมผ่านผนังเซลล์ได้น้อยลง ปริมาณอะซาดิแรคตินที่ได้จากการสกัดด้วยเนื้อในเมล็ดสะเคาเริ่มต้น 1 กรัมต่อเมทานอล 10 มิลลิลิตร แสดงผลการทดลองในภาคผนวก ค.2 และรูปที่ 4.2



รูปที่ 4.2 ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณอะซาดิแรคตินกับเวลาที่ใช้ในการสกัด

จากรูป 4.2 เวลาที่เหมาะสมในการสกัดคือ 1 ชั่วโมง สามารถสกัดอะซาดิแรคตินได้ 470 ไมโครกรัม/กรัมเนื้อในเมล็ดหรือร้อยละ 49 เมื่อเทียบกับการสกัดแบบ Soxhlet

การสกัดอะซาดิแรคตินด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ในสภาพของไหลเหนือจุดวิกฤต

ทำการสกัดในเครื่องสกัดสารในสภาพของไหลเหนือจุดวิกฤต ที่ความดัน 90 - 340 บาร์ อุณหภูมิ 35 - 55 องศาเซลเซียส เวลาในการสกัด 0 - 7 ชั่วโมง โดยเก็บตัวอย่างในแต่ละช่วงเวลาของการสกัดวิเคราะห์หาปริมาณอะซาดิแรคตินด้วยเครื่องHPLCคำนวณปริมาณอะซาดิแรคตินในหน่วยไมโครกรัมต่อกรัมเนื้อในเมล็ดสะเดาเริ่มต้น แสดงผลการทดลองในตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 อิทธิพลของความดันที่มีต่อปริมาณอะซาดิแรคตินที่สกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์

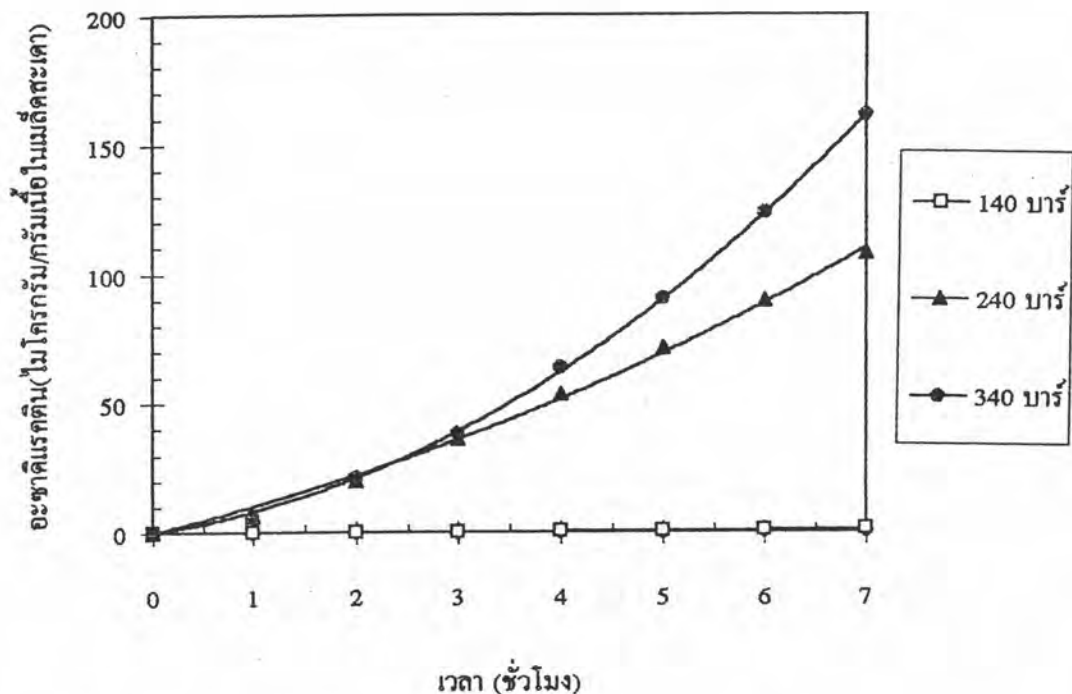
ในสภาพของไหลเหนือจุดวิกฤต อุณหภูมิ 35 -55 องศาเซลเซียส

อุณหภูมิ °ซ	เวลา ชั่วโมง	ปริมาณอะซาดิแรคติน (ไมโครกรัม/กรัมเนื้อในเมล็ดสะเดา)			
		90 บาร์	140 บาร์	240 บาร์	340 บาร์
35	1	-	-	6.3	6.0
	2	-	-	19.7	21.3
	3	-	-	36.0	38.3
	4	-	0.3	53.5	63.8
	5	-	0.5	71.4	90.2
	6	0.3	0.7	89.6	123.4
	7	0.6	1.1	107.7	160.9
45	1	-	-	4.5	6.7
	2	-	-	12.1	18.6
	3	-	-	26.9	38.1
	4	-	-	34.0	61.2
	5	-	0.1	43.5	85.0
	6	0.2	0.3	59.4	113.6
	7	0.4	0.7	77.0	139.4
55	1	-	-	0.2	5.4
	2	-	-	3.4	14.0
	3	-	-	9.8	28.2
	4	-	-	24.0	43.9
	5	-	-	36.4	65.8
	6	-	-	53.1	87.7
	7	-	0.3	68.2	107.3

ผลการวิเคราะห์นำมาแสดงเปรียบเทียบกับตัวแปรต่างๆ ดังนี้

1. อิทธิพลของความดันต่อการสกัดอะซาดิแรคตินด้วยคาร์บอนไดออกไซด์

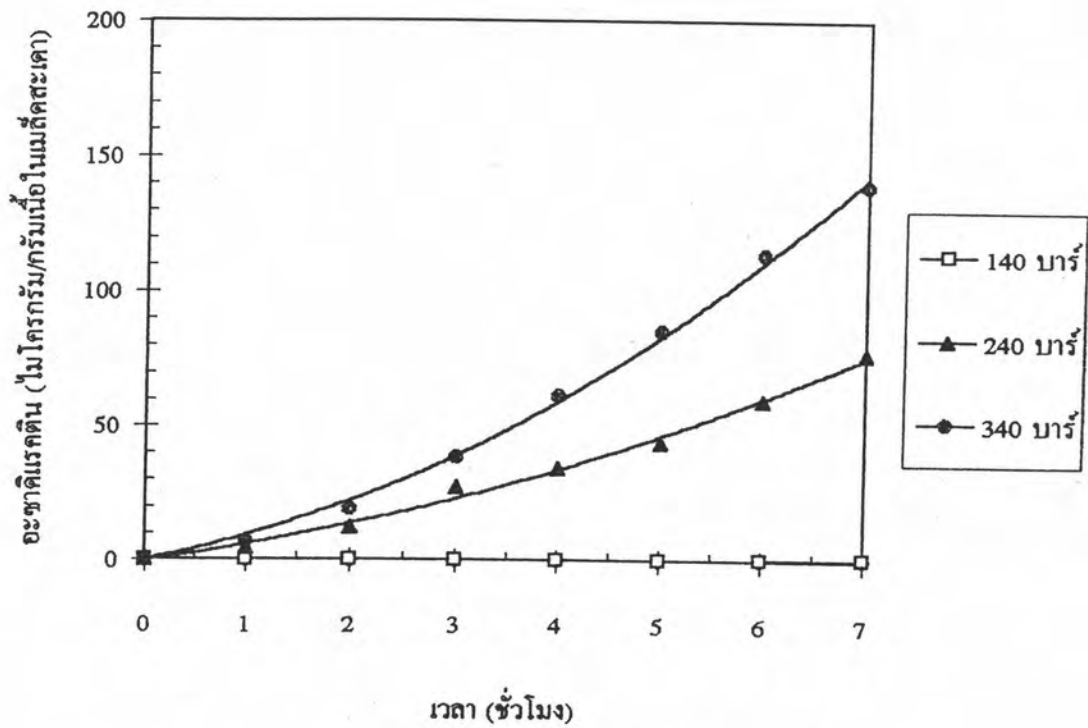
กำหนดอุณหภูมิในช่วง 35 - 45 องศาเซลเซียส แปรค่าความดันที่ 90, 140, 240 และ 340 บาร์ เวลาในการสกัดทั้งหมด 7 ชั่วโมง รูปที่ 4.3 แสดงให้เห็นถึงความสามารถในการสกัดอะซาดิแรคตินด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ พบว่าปริมาณอะซาดิแรคตินที่สกัดได้จะเพิ่มขึ้นตามความดันแต่ที่ 90 บาร์ไม่สามารถสกัดอะซาดิแรคตินออกมาได้เลย



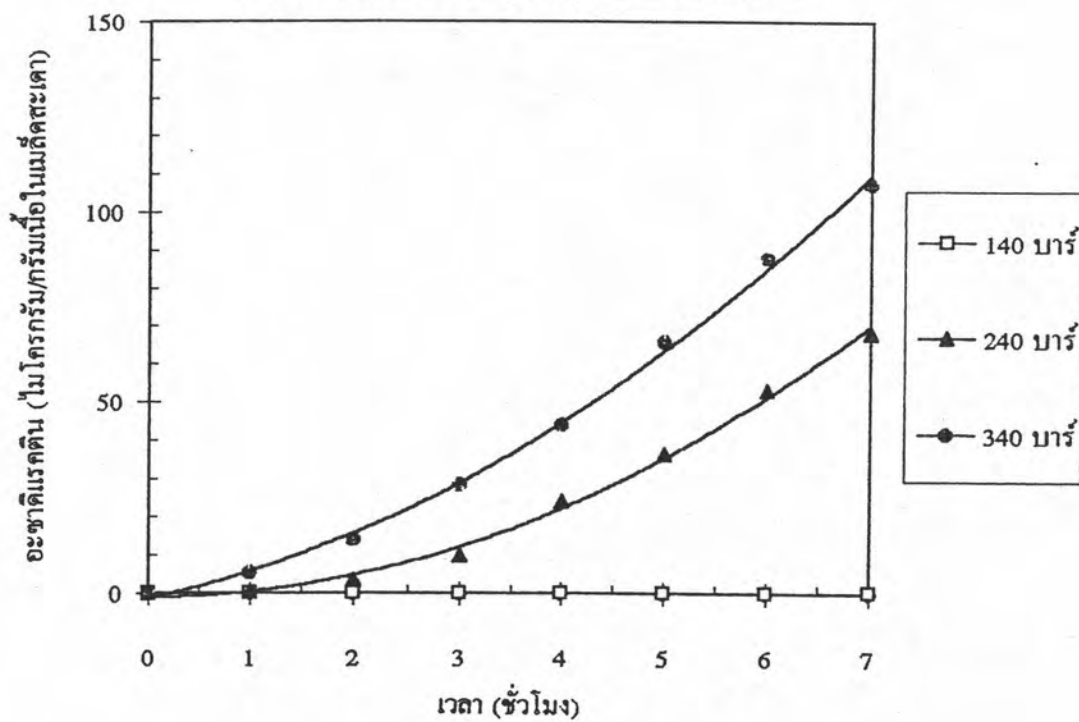
รูปที่ 4.3 อิทธิพลของความดันที่มีต่อการสกัดอะซาดิแรคตินด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ อุณหภูมิ 35 องศาเซลเซียส

รูปที่ 4.3 ทำการทดลองที่ 35 องศาเซลเซียส ใช้เวลาในการสกัด 7 ชั่วโมงที่ความดัน 90, 140, 240 และ 340 บาร์ตามลำดับ พบว่าปริมาณอะซาดิแรคตินสกัดได้ร้อยละ 0.06, 0.12, 11 และ 16 เมื่อเทียบกับการสกัดแบบ Soxhlet

รูปที่ 4.4 ทำการทดลองที่ 45 องศาเซลเซียส ใช้เวลาในการสกัด 7 ชั่วโมง สามารถสกัดอะซาดิแรคตินได้เช่นกันแต่แนวโน้มในการสกัดเป็นไปในทางลดลงคือสกัดได้ร้อยละ 0.04, 0.07, 9 และ 15 ที่ความดัน 90, 140, 240 และ 340 บาร์ตามลำดับ



รูปที่ 4.4 อิทธิพลของความดันที่มีต่อการสกัดอะซาดิเรคตินด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4.5 อิทธิพลของความดันที่มีต่อการสกัดอะซาดิเรคตินด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส

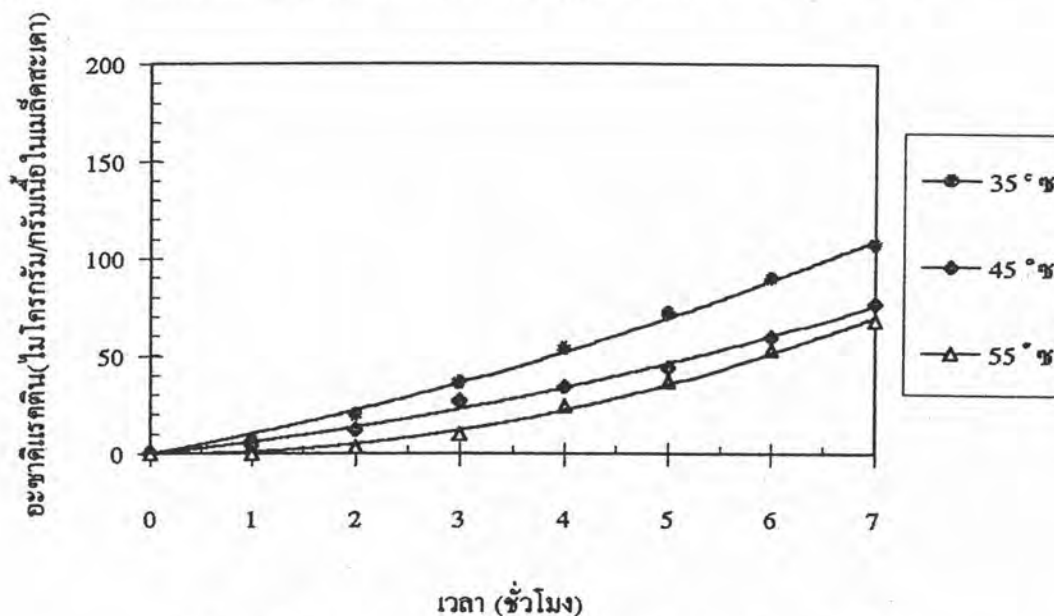
รูปที่ 4.5 ทำการทดลองที่ 55 องศาเซลเซียส ใช้เวลาในการสกัด 7 ชั่วโมง สามารถสกัดอะซาดิแรคตินได้เช่นกัน โดยมีแนวโน้มคล้ายกับรูปที่ 4.4 คือสกัดอะซาดิแรคตินได้ร้อยละ 0.05, 7 และ 12 เมื่อเทียบกับการสกัดแบบ soxhlet ความดัน 140, 240 และ 340 บาร์ ตามลำดับ ส่วนที่ความดัน 90 บาร์ไม่สามารถสกัดอะซาดิแรคตินได้

ดังนั้นแนวโน้มของการสกัดอะซาดิแรคตินจะเพิ่มขึ้นตามความดันเนื่องจากว่าคาร์บอนไดออกไซด์สามารถมีขั้วได้ในสถานะของไหลเหนือจุดวิกฤต และเมื่อเพิ่มความดันให้สูงกว่าความดันวิกฤตหลายๆสภาพมีขั้วจะเพิ่มขึ้นตามความดัน หรือการเพิ่มความดันที่อุณหภูมิเหนือจุดวิกฤตทำให้ความหนาแน่นเพิ่มขึ้น จำนวนอิเล็กตรอนอิสระบริเวณอะตอมออกซิเจนอยู่ใกล้ชิดมากขึ้นทำให้เกิดการเคลื่อนที่อย่างไม่เป็นระเบียบก่อให้เกิดสภาพมีขั้วการคำนวณหาความหนาแน่นของคาร์บอนไดออกไซด์ แสดงในภาคผนวก จ

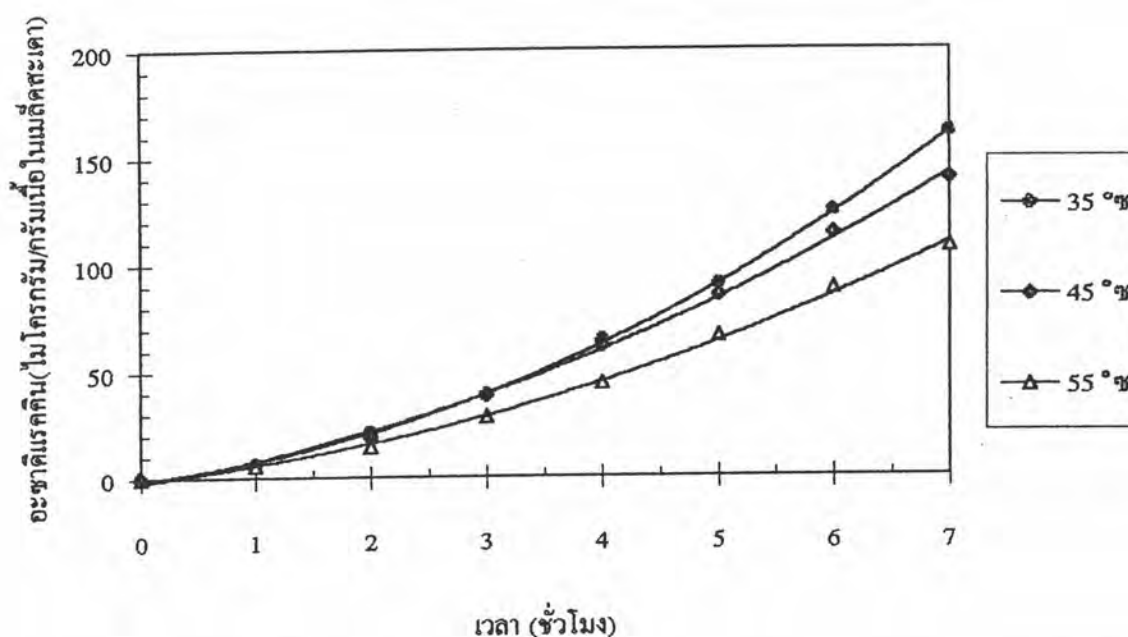
นั่นคือในสถานะของไหลคาร์บอนไดออกไซด์มีสภาพขั้วหรือมีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูง (dielectric constant) การเพิ่มความดันเป็นการเพิ่มความหนาแน่นทำให้สภาพมีขั้วเพิ่มขึ้นจึงสามารถสกัดอะซาดิแรคตินซึ่งมีขั้วได้

2. อิทธิพลของอุณหภูมิที่มีต่อการสกัดอะซาดิแรคตินด้วยคาร์บอนไดออกไซด์

กำหนดความดันในช่วง 90 - 340 บาร์โดยแปรค่าอุณหภูมิที่ 35, 45 และ 55 องศาเซลเซียส เวลาการสกัดทั้งหมด 7 ชั่วโมง รูปที่ 4.6 และ 4.7 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณอะซาดิแรคตินและเวลาในการสกัด ที่ความดันคงที่ 240 และ 340 บาร์ตามลำดับ



รูปที่ 4.6 อิทธิพลของอุณหภูมิที่มีต่อการสกัดอะซาดิแรคตินด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ ความดัน 240 บาร์



รูปที่ 4.7 อิทธิพลของอุณหภูมิที่มีต่อการสกัดอะซาคิแรคตินด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ ที่ความดัน 340 บาร์

ปริมาณอะซาคิแรคตินที่สกัดได้จะลดลงเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น และที่อุณหภูมิ 35 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นบริเวณใกล้อุณหภูมิวิกฤตสกัดได้มากกว่าอุณหภูมิ 45 และ 55 องศาเซลเซียสและที่ความดันต่ำๆใกล้จุดวิกฤตคือ 90 บาร์ไม่สามารถสกัดอะซาคิแรคตินได้ในช่วงอุณหภูมินี้ส่วนที่ความดัน 240 และ 340 บาร์ การเพิ่มอุณหภูมิมิมีแนวโน้มทำให้อะซาคิแรคตินถูกสกัดออกมาน้อยลงเนื่องจากการเพิ่มอุณหภูมิทำให้โมเลกุลอยู่ห่างกันมากขึ้นจึงมีแรงยึดเหนี่ยวระหว่างโมเลกุลลดลง สภาพความมีขี้จะลดลงและความหนาแน่นลดลง

การสกัดอะซาคิแรคตินด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ผสมกับตัวทำละลายร่วม

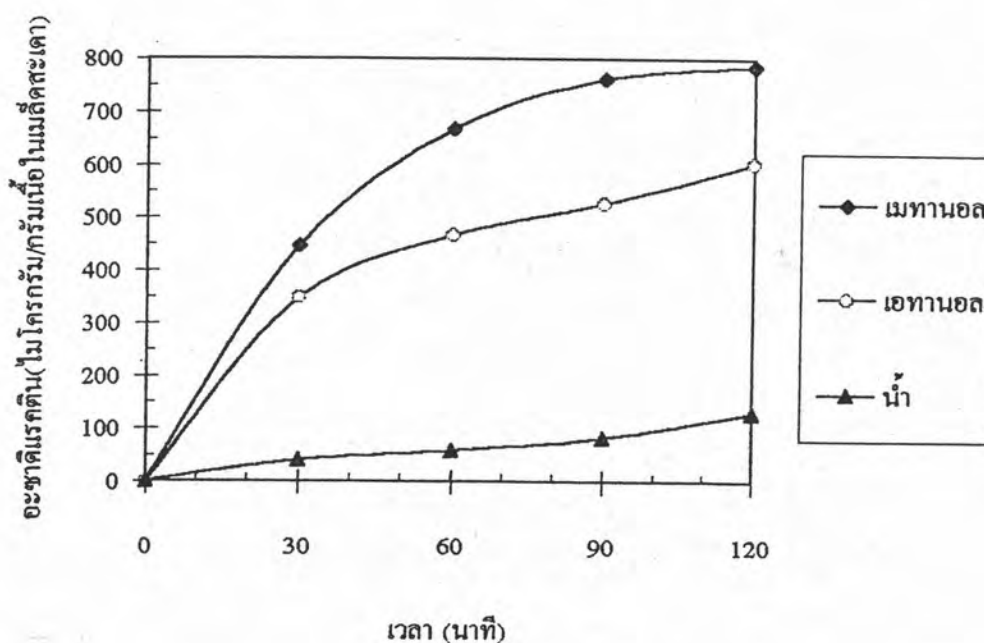
จากข้อจำกัดในการทดลองสกัดอะซาคิแรคตินด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ในสภาพของไหลเหนือจุดวิกฤต ทำให้พบว่าคาร์บอนไดออกไซด์ทำหน้าที่เป็นตัวทำละลายมีขี้ได้ และสภาพมีขี้จะเกิดได้ดีที่ความดันสูงๆ แต่สภาพมีขี้ที่เกิดขึ้นนั้นยังน้อยกว่าสภาพมีขี้ของอะซาคิแรคติน ดังนั้นจึงได้นำตัวทำละลายร่วมที่เป็นสารอินทรีย์เข้ามามีบทบาทในการสกัดร่วมกับคาร์บอนไดออกไซด์ ในการทดลองกำหนดที่ความดัน 40 - 80 บาร์ อุณหภูมิ 10 - 40 องศา

เซลเซียส เวลาการสกัด 0 - 120 นาที ทำการสกัดในเครื่องปฏิกรณ์เคมีแบบถังกวนชนิดทนความดันสูง โดยศึกษาตัวแปรต่างๆ ดังนี้

1. ชนิดของตัวทำละลายร่วมที่มีผลต่อการสกัด แปรค่าชนิดของตัวทำละลายร่วมได้แก่ เมทานอล เอทานอลและน้ำอัตราส่วนเนื้อในเมล็ดสะเดาต่อตัวทำละลายร่วม 1 กรัมต่อ 5 มิลลิลิตร ความดัน 80 บาร์ อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส

ตารางที่ 4.2 การสกัดอะซาดิแรคตินด้วยคาร์บอนไดออกไซด์กับตัวทำละลายร่วมชนิดต่างๆ ที่ความดัน 80 บาร์ อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส

เวลา นาที	ปริมาณอะซาดิแรคติน (ไมโครกรัม/กรัมเนื้อในเมล็ด)		
	เมทานอล	เอทานอล	น้ำ
30	446	347	40
60	667	467	59
90	761	527	82
120	785	604	130



รูปที่ 4.8 การสกัดอะซาดิแรคตินด้วยคาร์บอนไดออกไซด์กับตัวทำละลายร่วมชนิดต่างๆ ความดัน 80 บาร์ อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส

จากรูปที่ 4.8 การใช้เมทานอลเป็นตัวทำละลายร่วม สามารถสกัดอะซาดิแรคตินได้มากกว่าการใช้เอทานอลและน้ำคือน้ำร้อยละ 24 และ 84 ตามลำดับ ถ้าพิจารณาสภาพมีขั้วของตัวทำละลายร่วมเรียงลำดับจากมากไปน้อยคือ น้ำ เมทานอลและเอทานอล จากการทดลองการใช้น้ำจะให้ผลการสกัดน้อยที่สุด เมื่อพิจารณาโครงสร้างของอะซาดิแรคตินจากรูปที่ 2.3 ซึ่งประกอบด้วยส่วนที่ละลายน้ำและส่วนที่ไม่ละลายน้ำ น้ำจึงละลายได้เฉพาะส่วนที่มีขั้วของอะซาดิแรคตินเท่านั้น ทำให้เกิดการละลายไม่สมบูรณ์ และเนื่องจากน้ำสามารถละลายในคาร์บอนไดออกไซด์ได้น้อยมาก ทำให้เกิดการแยกวัฏภาค โอกาสที่คาร์บอนไดออกไซด์จะไปล้อมรอบและดึงโมเลกุลให้หลุดออกมา มากกว่าการใช้เมทานอลและเอทานอล ทั้งนี้เพราะคาร์บอนไดออกไซด์สามารถละลายในเมทานอลและเอทานอลได้ทุกอัตราส่วน ดังนั้นโอกาสที่คาร์บอนไดออกไซด์จะแพร่เข้าสู่โมเลกุลของอะซาดิแรคตินจึงมีมากกว่าการใช้น้ำ และเนื่องจากโมเลกุลคาร์บอนไดออกไซด์มีขนาดเล็กและมีสัมประสิทธิ์การแพร่สูง ความหนืดต่ำโมเลกุลของเมทานอลและเอทานอลจึงสัมผัสกับอะซาดิแรคตินได้อย่างใกล้ชิด และล้อมรอบโมเลกุลอะซาดิแรคตินได้ดี ช่วยให้โมเลกุลอะซาดิแรคตินเกิดการไหลได้ง่ายขึ้นและเกิดการละลายในส่วนที่มีขั้วและไม่มีขั้วของอะซาดิแรคตินออกมาสู่ตัวทำละลายได้อย่างดีขึ้น จากกลไกดังกล่าวทำให้โมเลกุลของอะซาดิแรคตินถูกสกัดออกมาได้มากขึ้น

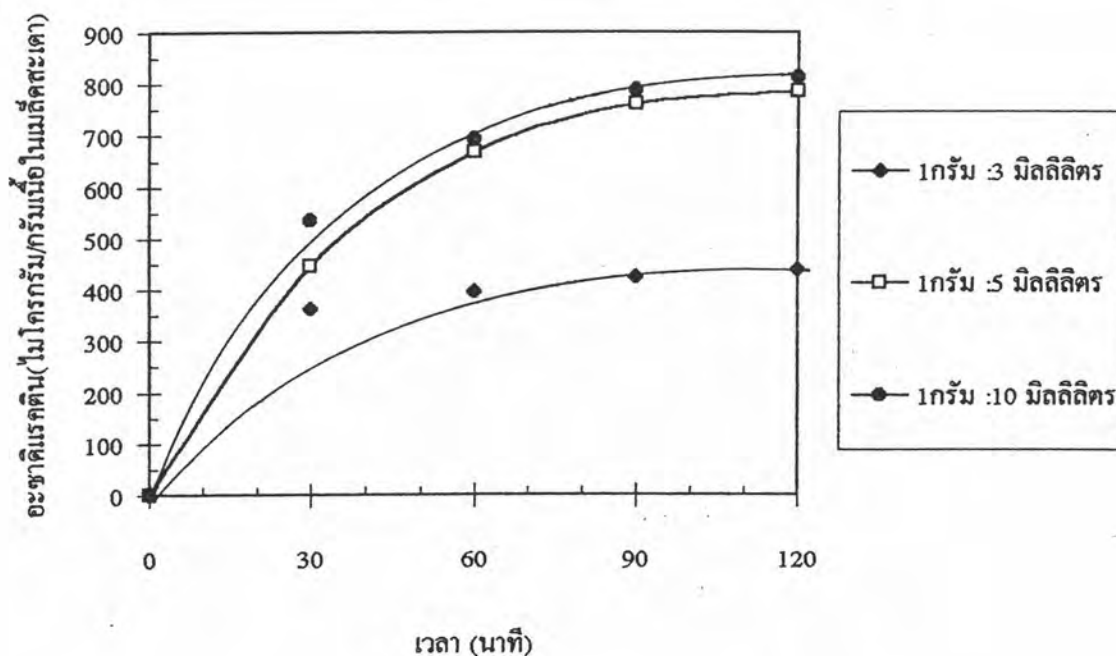
เมื่อเปรียบเทียบระหว่างการใช้เมทานอลกับเอทานอล พบว่าการใช้เมทานอลจะสกัดได้ดีกว่าเอทานอล โดยที่โครงสร้างของเมทานอลและเอทานอลคล้ายคลึงกันเพียงแต่เอทานอลจะมีโมเลกุลใหญ่กว่าทำให้มีแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลมากกว่า ความหนืดจึงมากกว่า โอกาสที่โมเลกุลของเมทานอลจะแพร่เข้าสู่อะซาดิแรคตินจึงมีมากกว่า

2. อัตราส่วนของตัวทำละลายร่วมที่มีต่อการสกัด

ตัวทำละลายร่วมที่มีประสิทธิภาพช่วยเพิ่มการสกัดได้ดีที่สุดคือเมทานอล จึงได้ทำการศึกษาอัตราส่วนที่เหมาะสมในการสกัด โดยกำหนดที่ความดัน 80 บาร์ อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส เวลา 0 - 120 นาที แปรค่าอัตราส่วนเนื้อในเมล็ดสะเดาต่อตัวทำละลายร่วม 1 กรัมต่อ 3 มิลลิลิตร, 1 กรัมต่อ 5 มิลลิลิตรและ 1 กรัมต่อ 10 มิลลิลิตร

ตารางที่ 4.3 การสกัดอะซาดิแรคตินด้วยคาร์บอนไดออกไซด์กับเมทานอลในอัตราส่วนต่างๆ ความดัน 80 บาร์ อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส

เวลา นาที	ปริมาณอะซาดิแรคติน (ไมโครกรัม/กรัมเนื้อในเมล็ดสะเดา)		
	1 กรัมต่อ 3 มิลลิลิตร	1 กรัมต่อ 5 มิลลิลิตร	1 กรัมต่อ 10 มิลลิลิตร
30	362	446	536
60	397	667	692
90	425	761	789
120	440	785	812



รูปที่ 4.9 อัตราส่วนของเมทานอลที่มีต่อการสกัดความดัน 80 บาร์ อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส

รูปที่ 4.9 เมื่อพิจารณาที่เวลา 120 นาที สกัดอะซาดิแรคตินได้ประมาณร้อยละ 46, 83 และ 86 ตามลำดับ ที่อัตราส่วนเนื้อในเมล็ดสะเดา 1 กรัมต่อ 3 มิลลิลิตร, 1 กรัมต่อ 5 มิลลิลิตร และ 1 กรัมต่อ 10 มิลลิลิตร จากผลการทดลองดังกล่าวแสดงให้เห็นว่าแนวโน้มของการสกัดเพิ่มขึ้นตามปริมาณของตัวทำละลายรวม ดังนั้นการสกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์กับตัวทำละลายรวม เพื่อปรับปรุงค่าความมีขี้ขั้วและเพิ่มค่าการละลายให้แก่ตัวถูกละลาย ช่วยในการประหยัดค่าใช้จ่าย และ

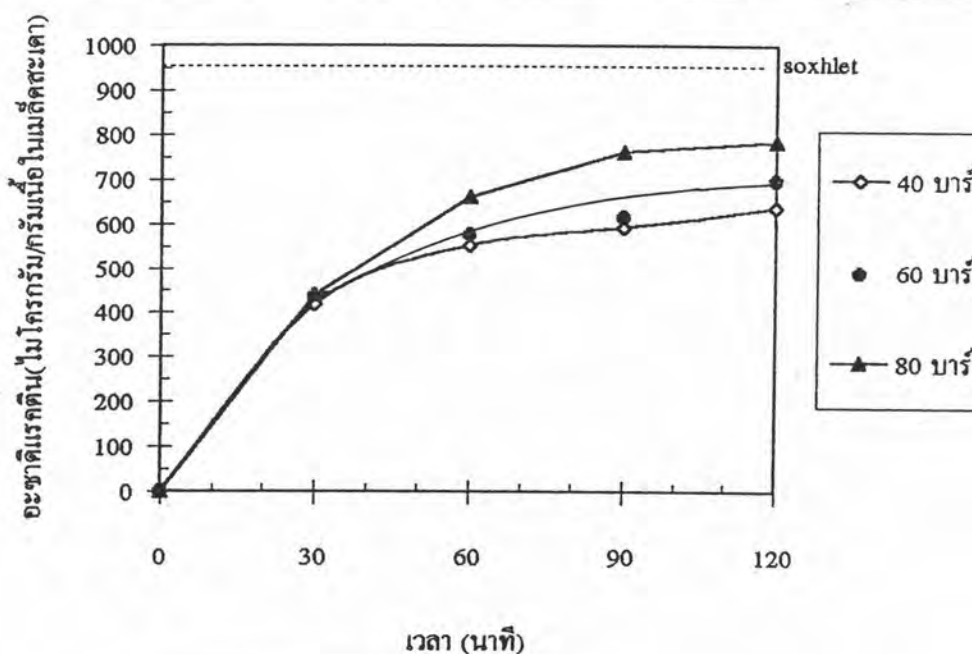
ทำให้ปริมาตรของเครื่องผสมมีขนาดเล็กลง โดยมีอัตราส่วนที่เหมาะสมคือเนื้อในเมล็ดสะเดาคู่เมทานอล 1 กรัมต่อ 5 มิลลิลิตร ดังนั้นการสกัดอะซาดิแรคตินด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ผสมกับเมทานอล จะสามารถลดปริมาณเมทานอลให้น้อยลงกว่าเดิม และทำให้สกัดอะซาดิแรคตินได้ในปริมาณมาก

3. อิทธิพลของความดันที่มีต่อการสกัดอะซาดิแรคติน

ศึกษาที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส ความดัน 40 - 80 บาร์ เวลาในการสกัด 0-120 นาที

ตารางที่ 4.4 อิทธิพลของความดันที่มีต่อการสกัดอะซาดิแรคตินด้วยคาร์บอนไดออกไซด์กับตัวทำละลายร่วมเมทานอลอุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส

เวลา นาที	ปริมาณอะซาดิแรคติน (ไมโครกรัม/กรัมเนื้อในเมล็ดสะเดา)		
	ความดัน 40 บาร์	ความดัน 60 บาร์	ความดัน 80 บาร์
30	418	436	440
60	552	574	661
90	592	615	761
120	637	698	785



รูปที่ 4.10 อิทธิพลของความดันที่มีต่อการสกัดอะซาดิแรคตินด้วยคาร์บอนไดออกไซด์กับเมทานอล อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส

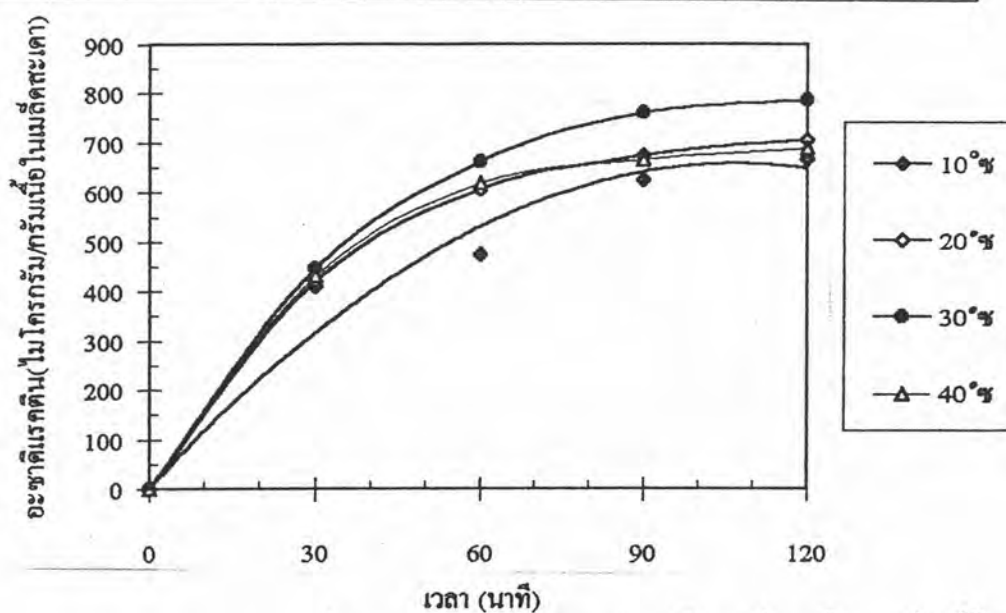
รูปที่ 4.10 แนวโน้มของปริมาณอะซาดิแรคตินที่สกัดได้เพิ่มขึ้นตามความดัน โดยที่ความดัน 80 บาร์ เป็นความดันเหนือจุดวิกฤติของคาร์บอนไดออกไซด์ สามารถสกัดได้ดีกว่าที่ความดัน 60 และ 40 บาร์ พบว่าปริมาณอะซาดิแรคตินที่สกัดได้ที่ความดัน 80, 60 และ 40 บาร์ สกัดได้ร้อยละ 83, 73 และ 67 เมื่อเทียบกับการสกัดแบบ Soxhlet แสดงให้เห็นว่าการใช้คาร์บอนไดออกไซด์ในการสกัดอะซาดิแรคตินมีเมทานอลเป็นตัวทำละลายร่วมนั้นสามารถลดความดันเพื่อให้ปฏิบัติงานที่ความดันต่ำกว่าจุดวิกฤติได้

4. อิทธิพลของอุณหภูมิที่มีต่อการสกัด

กำหนดความดัน 80 บาร์ อุณหภูมิ 10 - 40 องศาเซลเซียส เวลาในการสกัด 0 - 120 นาที แสดงผลดังตาราง

ตารางที่ 4.5 อิทธิพลของอุณหภูมิที่มีต่อการสกัดอะซาดิแรคตินด้วยคาร์บอนไดออกไซด์กับตัวทำละลายร่วมเมทานอล ความดัน 80 บาร์

เวลา นาที	ปริมาณอะซาดิแรคติน (ไมโครกรัม/กรัมเนื้อในเมล็ด)			
	10 °ซ	20 °ซ	30 °ซ	40 °ซ
30	410	420	446	430
60	473	605	661	617
90	624	675	761	666
120	667	707	785	688



รูปที่ 4.11 อิทธิพลของอุณหภูมิที่มีต่อการสกัดอะซาดิแรคตินด้วยคาร์บอนไดออกไซด์กับตัวทำละลายร่วมเมทานอล ความดัน 80 บาร์

พิจารณาที่เวลา 120 นาที ที่อุณหภูมิ 10, 20, 30 และ 40 องศาเซลเซียส สามารถสกัดอะซาคิแรคตินได้ประมาณร้อยละ 70, 75, 83 และ 73 เมื่อเทียบกับการสกัดแบบ soxhlet และอุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียสสกัดได้มากกว่า 20 และ 10 องศาเซลเซียสร้อยละ 9 และ 15 เมื่อเทียบกับปริมาณอะซาคิแรคตินที่สกัดที่ 30 องศาเซลเซียส ดังนั้นในช่วงอุณหภูมิต่ำกว่าอุณหภูมิจุดวิกฤตปริมาณอะซาคิแรคตินที่สกัดได้จะเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิ ทั้งนี้เนื่องจากความหนาแน่นของคาร์บอนไดออกไซด์จะลดลงจาก 790, 703 และ 567 กิโลกรัม/ลูกบาศก์เมตร โมเลกุลจะอยู่ห่างกันมากขึ้นแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลจะลดลงประกอบกับการเพิ่มอุณหภูมิจะทำให้โมเลกุลของเมทานอลมีโอกาสแทรกตัวอยู่ในช่องว่างได้ง่ายขึ้นและเกิดการล้อมรอบโมเลกุลอะซาคิแรคตินได้ดีการสกัดจึงเพิ่มขึ้น แต่เมื่อพิจารณาที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียสการสกัดอะซาคิแรคตินได้น้อยกว่าที่ 30 องศาเซลเซียส ทั้งนี้เพราะการเพิ่มของอุณหภูมิทำให้ความหนาแน่นลดลงอย่างมากเหลือเพียง 267 กิโลกรัม/ลูกบาศก์เมตร ความสามารถในการเป็นตัวทำละลายจะต่ำมาก ในขณะที่อุณหภูมิสูงทำให้เกิดช่องว่างระหว่างโมเลกุลมากขึ้น ความสามารถในการสกัดจึงขึ้นกับเมทานอลเพียงอย่างเดียว ดังนั้นในการสกัดที่มีระบบตัวทำละลายร่วมผสมอยู่ด้วยภาวะที่เหมาะสมในการสกัดจึงขึ้นอยู่กับอิทธิพลจากความหนาแน่นของคาร์บอนไดออกไซด์และความหนืดของระบบที่อยู่ในภาวะที่พอเหมาะ

การชะละลายอะซาคิแรคตินออกจากถ่านกัมมันต์ด้วยคาร์บอนไดออกไซด์

ในสภาพของไหลเหนือจุดวิกฤต

อะซาคิแรคตินที่สกัดได้จะอยู่ในรูปสารละลาย นำมาทำการดูดซับไว้ในถ่านกัมมันต์ และสามารถทำการชะละลายได้ โดยใช้คาร์บอนไดออกไซด์ในสภาพของไหลเหนือจุดวิกฤต ทำการชะละลายที่ความดัน 90 - 340 บาร์ อุณหภูมิ 35 - 55 องศาเซลเซียส เวลาในการทดลอง 0 - 7 ชั่วโมง วิเคราะห์ปริมาณอะซาคิแรคตินทุกๆ 1 ชั่วโมง

ตารางที่ 4.6 การชะละลายอะซาดิแรคตินที่อุณหภูมิต่างๆ ในถ่านกัมมันต์ออกโดยใช้
คาร์บอนไดออกไซด์ในสภาพของไหลเหนือจุดวิกฤต

อุณหภูมิ °C	เวลา ชั่วโมง	ร้อยละของอะซาดิแรคตินที่ชะละลายออกมาได้ที่มีความดันต่างๆ		
		140 บาร์	240 บาร์	340 บาร์
35	0.5	-	-	-
	1.0	-	2.02	2.88
	1.5	-	5.23	6.64
	2.0	-	10.53	12.83
	2.5	-	17.03	20.45
	3.0	-	22.40	26.88
	3.5	-	27.67	31.89
	4.0	-	31.64	36.54
	4.5	-	34.94	39.90
	5.0	-	37.52	42.99
	5.5	-	39.88	46.20
	6.0	-	42.56	48.40
	6.5	0.07	44.02	50.26
7.0	0.18	45.20	50.89	
45	0.5	-	-	-
	1.0	-	1.84	2.29
	1.5	-	4.93	5.70
	2.0	-	10.27	12.10
	2.5	-	17.34	18.78
	3.0	-	22.64	23.53
	3.5	-	27.80	28.18
	4.0	-	31.83	32.09
	4.5	-	34.53	36.39
	5.0	-	37.28	40.21
	5.5	-	39.32	43.60
	6.0	-	41.46	46.04

อุณหภูมิ °ซ	เวลา ชั่วโมง	ร้อยละของอะซาดิแรคตินที่ชะละลายออกมาได้ที่ความดันต่างๆ		
		140 บาร์	240 บาร์	340 บาร์
45	6.5	-	42.75	48.40
	7.0	-	43.32	48.40
55	0.5	-	-	-
	1.0	-	-	2.18
	1.5	-	2.53	5.69
	2.0	-	7.40	11.59
	2.5	-	12.25	18.08
	3.0	-	18.04	23.56
	3.5	-	22.09	27.46
	4.0	-	25.99	32.25
	4.5	-	29.08	35.48
	5.0	-	31.82	38.84
	5.5	-	35.08	41.42
	6.0	-	37.49	43.53
	6.5	-	38.66	44.46
7.0	-	39.85	44.58	

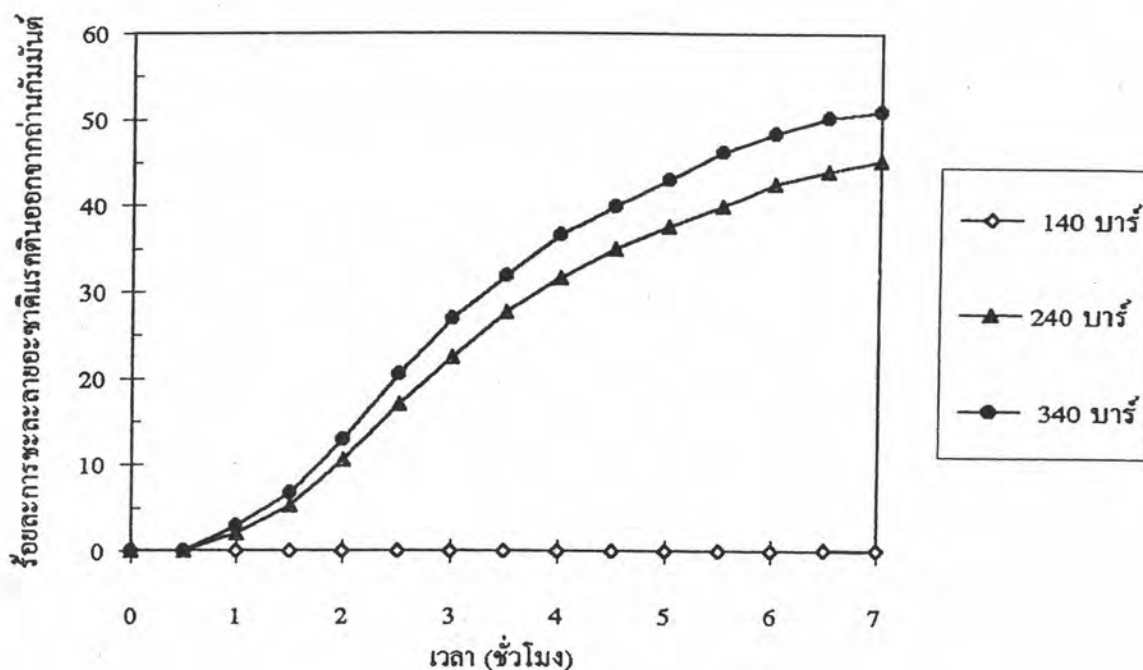
หมายเหตุ : ที่ความดัน 90 บาร์ ไม่สามารถชะละลายอะซาดิแรคตินออกมาได้

1. อิทธิพลของความดันที่มีต่อการชะละลายอะซาดิแรคตินออกจากถ่านกัมมันต์

กำหนดในช่วงอุณหภูมิ 35-55 องศาเซลเซียส แปรค่าความดัน 90, 140, 240 และ 340 บาร์ เวลาในการชะละลายทั้งหมด 7 ชั่วโมง ปริมาณอะซาดิแรคตินที่ชะละลายออกจากถ่านกัมมันต์แสดงในรูปที่ 4.12

รูปที่ 4.12 พิจารณาที่เวลา 7 ชั่วโมง พบว่าที่ความดัน 90 บาร์ อะซาดิแรคตินไม่สามารถชะละลายออกจากถ่านกัมมันต์ได้ซึ่งมีความหนาแน่น 538 กิโลกรัมต่อลูกบาศก์เมตร ความดัน 140 บาร์ชะละลายได้เพียงร้อยละ 0.18 เทียบกับปริมาณที่ทำการดูดซับไว้ในถ่านกัมมันต์เริ่มต้น กรณีความดันสูงขึ้นคือที่ความดัน 240 และ 340 บาร์ ปริมาณอะซาดิแรคตินถูกชะละลายง่ายขึ้นประมาณร้อยละ 45 และ 51 ตามลำดับ ซึ่งเป็นบริเวณที่มีความหนาแน่น 813 และ 879

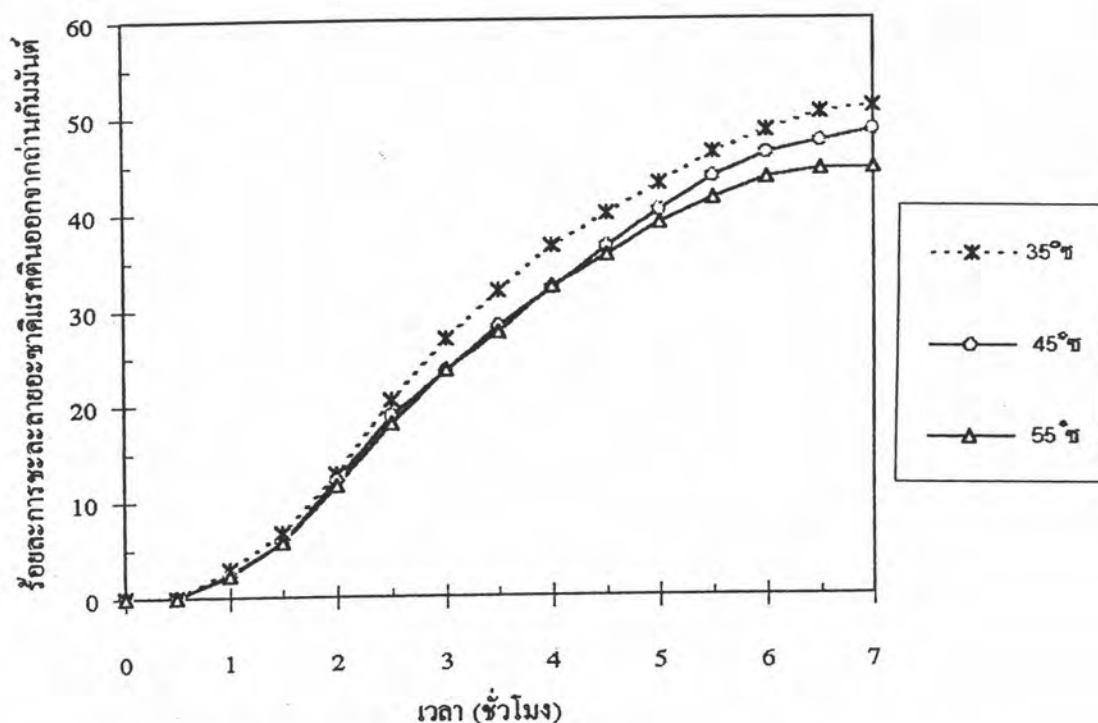
กิโลกรัมต่อลูกบาศก์เมตร แสดงให้เห็นว่าที่ความดันสูง ฌ.อุณหภูมิคงที่การแทรกตัวเข้าไปอยู่ในช่องว่างถ่านกัมมันต์ดีขึ้น จึงสามารถไปผลักโมเลกุลอะซาดิแรคตินที่เกาะในถ่านกัมมันต์ให้ออกมาง่ายขึ้นพร้อมกับล้อมรอบโมเลกุลอะซาดิแรคตินทำให้เกิดการชะละลายออกจากถ่านกัมมันต์ได้



รูปที่ 4.12 อิทธิพลของความดันที่มีต่อการชะละลายอะซาดิแรคตินออกจากถ่านกัมมันต์ ที่อุณหภูมิ 35 องศาเซลเซียส

2. อิทธิพลของอุณหภูมิที่มีต่อการชะละลายอะซาดิแรคตินออกจากถ่านกัมมันต์

กำหนดความดันในช่วง 90 - 340 บาร์ แปรค่าอุณหภูมิ 35, 45 และ 55 องศาเซลเซียส เวลาในการชะละลายทั้งหมด 7 ชั่วโมง ปริมาณอะซาดิแรคตินที่ชะละลายออกจากถ่านกัมมันต์แสดงดังรูปที่ 4.13



รูปที่ 4.13 อิทธิพลของอุณหภูมิที่มีผลต่อการละลายอะซาดิแรคตินออกจากถ่านกัมมันต์ที่ความดัน 340 บาร์

รูปที่ 4.13 เมื่อพิจารณาที่เวลา 7 ชั่วโมง พบว่าการเพิ่มอุณหภูมิมีแนวโน้มทำให้อะซาดิแรคตินถูกชะละลายออกมาน้อยลง ซึ่งปริมาณอะซาดิแรคตินที่ชะละลายออกมาที่ 35, 45 และ 55 องศาเซลเซียสมีประมาณร้อยละ 51, 48 และ 44 ตามลำดับ จากการทดลองพบว่าเมื่อนำข้อมูลไปเขียนกราฟระหว่างปริมาณอะซาดิแรคตินที่อยู่ในถ่านกัมมันต์กับเวลาจะมีลักษณะการลดลงของอะซาดิแรคตินในถ่านกัมมันต์เป็นแบบเอกซ์โพเนนเชียล (exponential) ดังรูปที่ 4.14 สามารถสรุปความสัมพันธ์ดังกล่าวได้ดังนี้

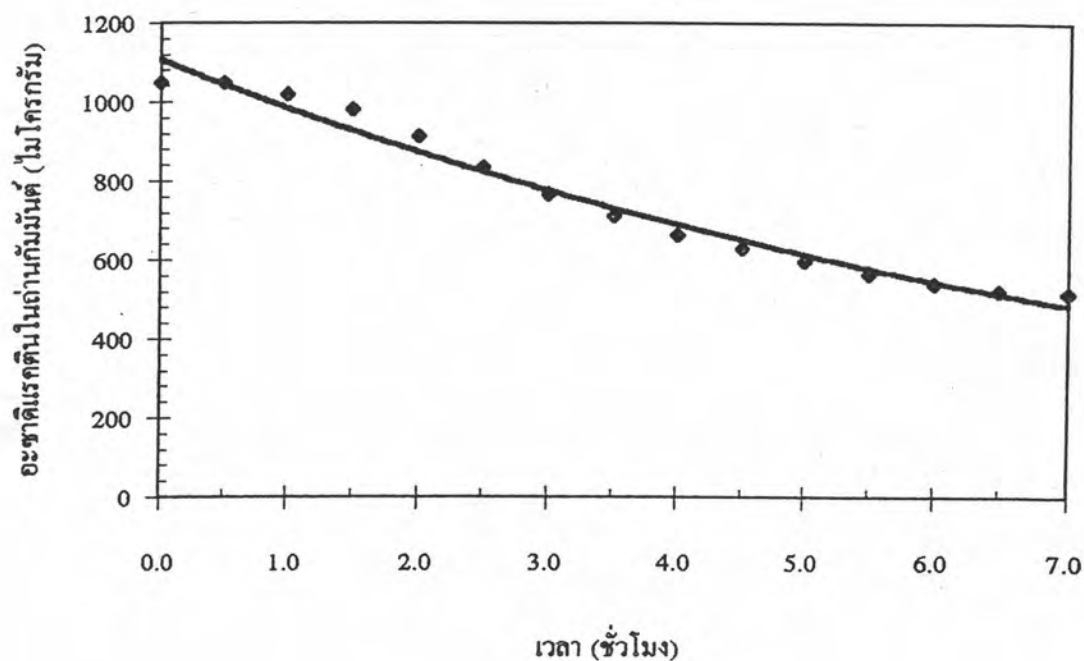
$$S = S_0 \exp(-kt) \quad (4.1)$$

เมื่อ S = ปริมาณอะซาดิแรคตินในถ่านกัมมันต์ที่เวลาต่างๆ (ไมโครกรัม)

S_0 = ปริมาณอะซาดิแรคตินในถ่านกัมมันต์ที่เวลาเริ่มต้น (ไมโครกรัม)

t = เวลาในการละลาย (ชั่วโมง)

k = อัตราในการละลาย (ชั่วโมง)⁻¹



รูปที่ 4.14 การลดลงของอะซาดิแรคตินในถ่านกัมมันต์ที่เวลาต่างๆ
ที่อุณหภูมิ 35 องศาเซลเซียส ความดัน 340 บาร์

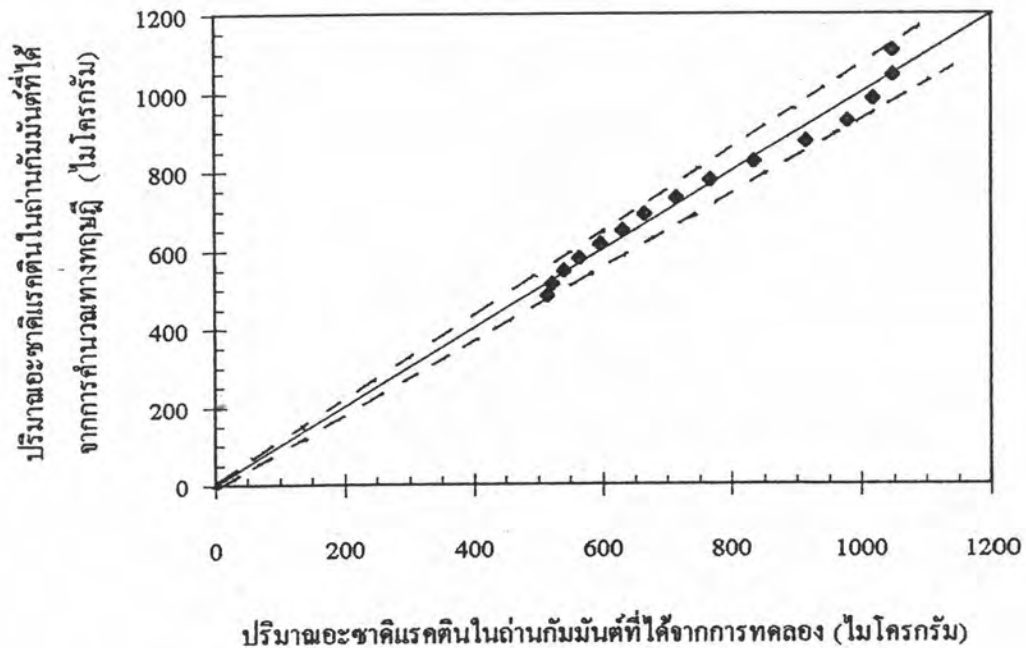
ดังนั้นสามารถหาค่า S_0 และค่า k จากการทดลองได้ และเพื่อเป็นการทดสอบความถูกต้องของสมการดังกล่าวจึงเปรียบเทียบระหว่างค่า S ที่ได้จากการทดลองและค่า S ที่ได้จากทางทฤษฎีดังตารางที่ 4.7

ตารางที่ 4.7 อะซาดิแรคตินในถ่านกัมมันต์ที่ได้จากการทดลองและจากการคำนวณทางทฤษฎี

เวลา ช.ม.	อะซาดิแรคตินที่อยู่ในถ่านกัมมันต์ ได้จากการทดลอง(ไมโครกรัม)	อะซาดิแรคตินที่อยู่ในถ่านกัมมันต์ได้จาก การคำนวณทางทฤษฎี (ไมโครกรัม)
0	1049	1107
0.5	1049	1044
1.0	1019	984
1.5	979	928
2.0	914	874
2.5	834	824
3.0	767	777

เวลา ช.ม.	อะซาดิเรคตินที่อยู่ในถ่านกัมมันต์ ได้จากการทดลอง (ไมโครกรัม)	อะซาดิเรคตินที่อยู่ในถ่านกัมมันต์ได้จาก การคำนวณทางทฤษฎี (ไมโครกรัม)
3.5	714	733
4.0	665	691
4.5	630	651
5.0	598	614
5.5	564	578
6.0	541	545
6.5	521	514
7.0	515	485

เมื่อกำหนดให้ค่าที่ได้จากทางทฤษฎีมีความชันเท่ากับ 1 จะพบว่าค่า S ที่ได้จากการทดลองมีความคลาดเคลื่อนห่างจากทฤษฎีในช่วง $\pm 10\%$ ดังรูปที่ 4.15



รูปที่ 4.15 ปริมาณอะซาดิเรคตินที่อยู่ในถ่านกัมมันต์ได้จากการทดลองและ
จากการคำนวณทางทฤษฎี

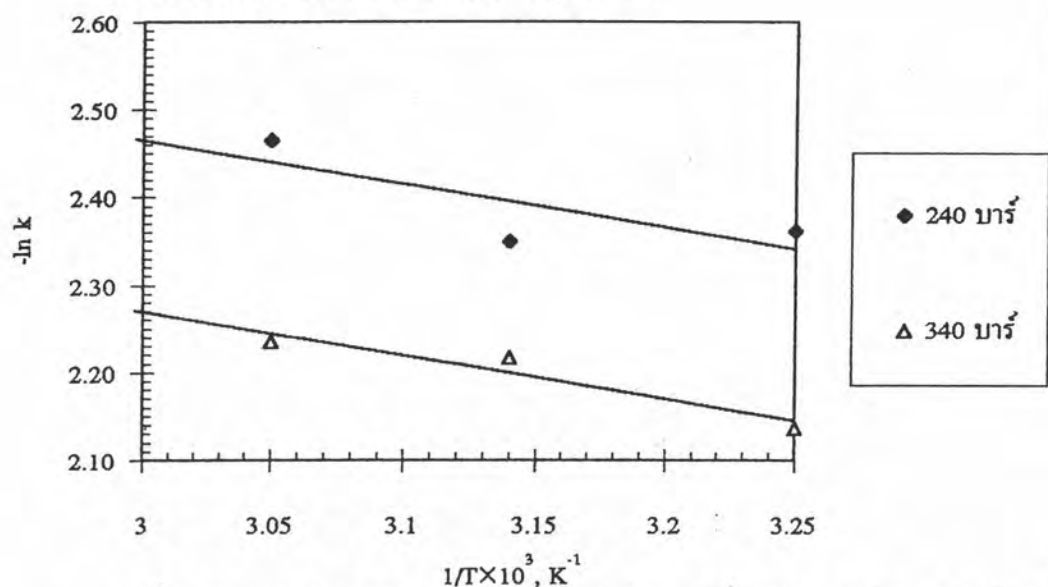
ดังนั้นการทดลองของอะซาดิแรคตินในถ่านกัมมันต์ซึ่งถูกชะละลายด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ในสภาพของไหลเหนือจุดวิกฤตเป็นรูปแบบเอกซ์โพเนนเชียลจริง

เมื่อกำหนดให้อัตราในการชะละลายเป็นไปตามสมการอาร์เรเนียส มีความสัมพันธ์เป็นเส้นตรงดังนี้ :

$$k = k_0 \exp(-E/RT) \quad (4.2)$$

$$-\ln k = -\ln k_0 + E/(RT) \quad (4.3)$$

เมื่อพล็อตระหว่างค่า $-\ln k$ กับ $1/T$ ดังรูปที่ 4.16



รูปที่ 4.16 ความชันของกราฟระหว่าง $-\ln k$ กับ $1/T$ ที่ความดัน 240 และ 340 บาร์

จะได้ค่าความชันคือ E/R นำไปแทนในสมการ (4.3) จะได้ค่า k_0 จากผลการทดลอง นำมาหาค่าเฉลี่ย จะได้ค่าคงที่ k_0 เฉลี่ย โดยความชันที่ได้จะมีค่าเท่ากับ -0.5 ดังตารางที่ 4.8

ตารางที่ 4.8 ค่า k_0 ที่ได้จากการทดลองที่ความดัน 240 และ 340 บาร์ อุณหภูมิต่างๆ

อุณหภูมิ ($^{\circ}\text{C}$)	ความดัน (บาร์)	k_0 จากการทดลอง	k_0 เฉลี่ย
35	240	0.098	0.093
45	240	0.095	
55	240	0.085	
35	340	0.118	0.11
45	340	0.109	
55	340	0.106	

คั้งนั้นที่ความดัน 240 และ 340 บาร์ จะมีค่า k_0 เฉลี่ยประมาณ 0.1 ซึ่งเมื่อนำไปแทนในสมการอาร์เรเนียส(4.2) จะได้

$$k = 0.1 \exp(-0.5/T) \quad (4.4)$$

แทนค่าสมการ(4.4) ลงในสมการ (4.1)จะได้

$$S = S_0 \exp(k_0 \exp(-E/RT)t)$$

เพราะฉะนั้น ความสัมพันธ์เบื้องต้นของปริมาณอะซาดิแรคตินที่ชะละลายออกจากถ่านกัมมันต์ที่เวลาต่างๆแสดงได้ด้วยสมการ

$$\ln \frac{S}{S_0} = 0.1 \exp\left(\frac{-t}{2T}\right)$$

- เมื่อ
- S = ปริมาณอะซาดิแรคตินที่อยู่ในถ่านกัมมันต์ที่เวลาใดๆ (ไมโครกรัม)
 - S_0 = ปริมาณอะซาดิแรคตินที่อยู่ในถ่านกัมมันต์ที่เวลาเริ่มต้น (ไมโครกรัม)
 - t = เวลาในการชะละลายอะซาดิแรคตินออกจากถ่านกัมมันต์ (ชั่วโมง)
 - T = อุณหภูมิที่ใช้ในการชะละลาย (องศาเซลเซียส)

เปรียบเทียบการสกัดอะซาดิแรคตินออกจากเนื้อในเมล็ดสะเดาด้วยวิธีต่างๆ

จากการศึกษาการสกัดอะซาดิแรคตินออกจากเนื้อในเมล็ดสะเดา สามารถทำการสกัดได้หลายวิธีได้แก่

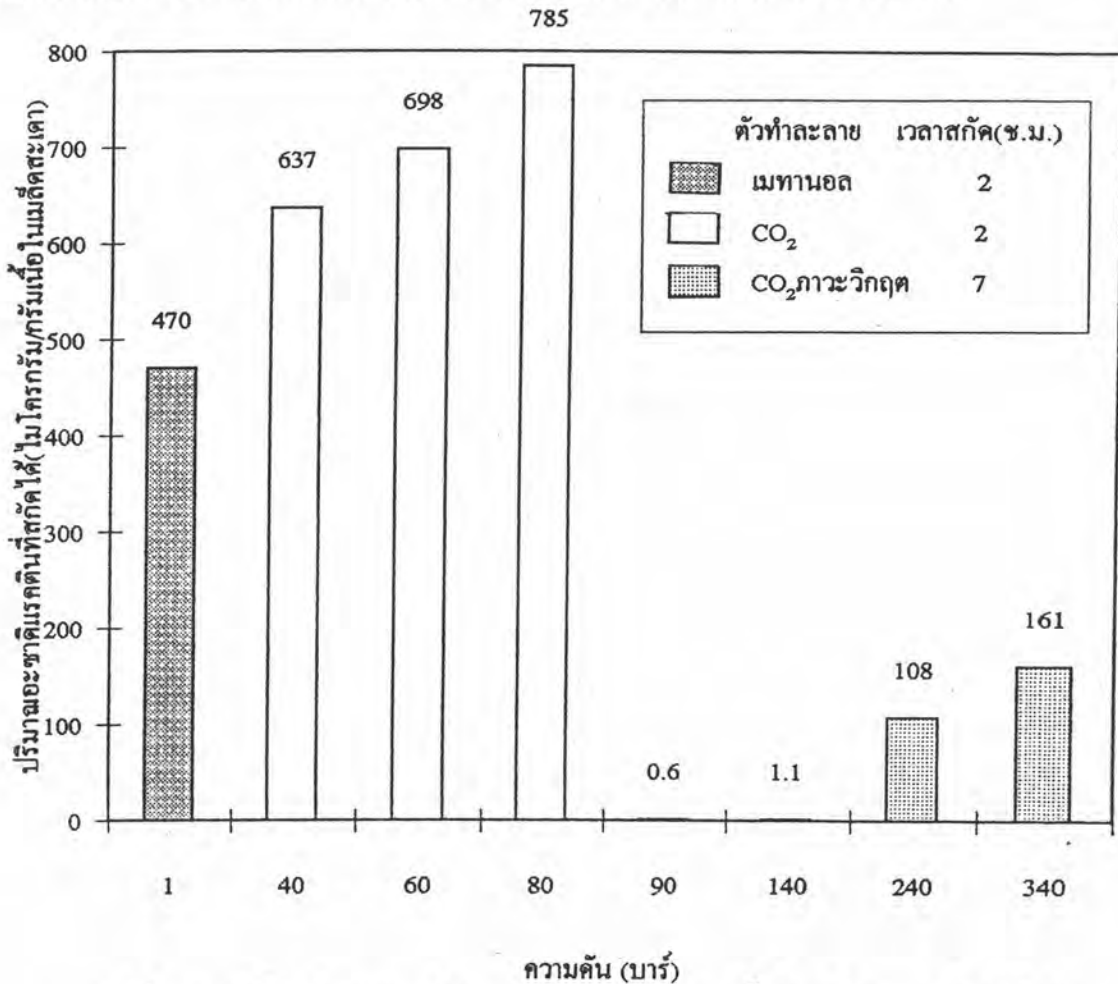
1. การสกัดอะซาดิแรคตินโดยใช้เมทานอล
2. การสกัดอะซาดิแรคตินด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ในสภาพของไหลเหนือจุดวิกฤต
3. การสกัดอะซาดิแรคตินโดยใช้คาร์บอนไดออกไซด์ผสมกับเมทานอล

แสดงการเปรียบเทียบปริมาณอะซาดิแรคตินที่ได้จากการสกัดทั้ง 3 วิธีดังรูปที่ 4.17

การสกัดอะซาดิแรคตินโดยใช้เมทานอลเป็นตัวทำละลายในการสกัด อัตราส่วนเนื้อในเมล็ดสะเดาต่อเมทานอล 1 กรัมต่อ 10 มิลลิลิตร ทำการสกัดในเครื่องปฏิกรณ์เคมีแบบถังกวน เวลาในการสกัด 2 ชั่วโมง สกัดอะซาดิแรคตินได้ร้อยละ 49 เมื่อเทียบกับการสกัดแบบ Soxhlet

การสกัดอะซาดิแรคตินด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ในสภาพของไหลเหนือจุดวิกฤต ความดัน 340 บาร์ อุณหภูมิ 35 องศาเซลเซียส เวลาในการสกัด 7 ชั่วโมง ทำการสกัดในเครื่องสกัดสารในสภาพของไหลเหนือจุดวิกฤตอะซาดิแรคตินที่ถูกสกัดออกจากเนื้อในเมล็ดสะเดาจะ

ออกมาพร้อมกับคาร์บอนไดออกไซด์ ดังนั้นจึงมีการป้อนคาร์บอนไดออกไซด์ใหม่ตลอดเวลาและสามารถสกัดอะซิติกแรคตินออกมาได้ร้อยละ 17 เมื่อเทียบกับการสกัดแบบ Soxhlet



รูปที่ 4.17 เปรียบเทียบการสกัดอะซิติกแรคตินออกจากเนือในเมล็ดสะเดาด้วยวิธีต่างๆ

การสกัดอะซิติกแรคตินด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ผสมกับเมทานอล ทำการสกัดในเครื่องปฏิกรณ์เคมีแบบถังกวน ความดัน 80 บาร์ อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส เวลาสกัด 2 ชั่วโมง ขณะสกัดคาร์บอนไดออกไซด์จะผสมอยู่กับเมทานอลตามระยะเวลาที่กำหนด ใช้อัตราส่วนเนือในเมล็ดสะเดาต่อเมทานอลต่อคาร์บอนไดออกไซด์เท่ากับ 1 ต่อ 4 ต่อ 11 โดยน้ำหนักในเครื่องปฏิกรณ์เคมีแบบถังกวนหลังจากนั้นจะปล่อยคาร์บอนไดออกไซด์ออกสู่บรรยากาศ พบว่าสามารถสกัดอะซิติกแรคตินได้ร้อยละ 83 เมื่อเทียบกับการสกัดแบบ soxhlet วิธีนี้จะให้ปริมาณอะซิติกแรคตินออกมามากกว่าวิธีอื่นและใช้เวลาในการสกัดน้อยกว่าแสดงว่าคาร์บอนไดออกไซด์มีส่วนช่วยในการสกัด เนื่องจากคาร์บอนไดออกไซด์มีโมเลกุลขนาดเล็ก สามารถแทรกอยู่ในโมเลกุลอะซิติกแรคตินและสารต่างๆ ในเนือในเมล็ดสะเดาทำให้เนือในเมล็ดสะเดาขยายตัวออกและคาร์บอนไดออกไซด์ละลายกับเมทานอลได้ทุกอัตราส่วนจึงทำให้ความหนืดของเมทานอล

ลดลงสารละลายผสมนี้อยู่ในสภาพไหลได้ดี การแพร่ผ่านของสารละลายเข้า-ออกจึงเกิดได้ง่ายและเร็ว ดังนั้นการใช้คาร์บอนไดออกไซด์ร่วมกับเมทานอล จึงสกัดอะซาดิแรคตินได้ในปริมาณสูงกว่าวิธีอื่น