381

# การสร้างต้นแบบถังปฏิกรณ์สำหรับการสกัดพืชสมุนไพรด้วย 1,1,1,2-TETRAFLUOROETHANE

สินศุภา จุ้ยจุลเจิม

ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ องครักษ์ จ.นครนายก

พิชัย อัษฎมงคล

ภาควิชาวิศวกรรมเครื่องกล คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ องครักษ์ จ.นครนายก

รายงานฉบับสมบูรณ์

ทุนวิจัยงบประมาณเงินรายได้มหาวิทยาลัย พ.ศ. 2547

TP248.25
.B55
ส727
2547

TP248.25.B55
I727
2547

S 354406

บริจาค

## กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ได้รับทุนสนับสนุนการวิจัยจากงบประมาณเงินรายได้มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ พ.ศ. 2547ขอบคุณภาควิชาวิศวกรรมเครื่องกลและภาควิชาวิศวกรรมเคมีที่ให้ความอนุเคราะห์ใช้สถานที่ และผู้เขียนขอขอบคุณคุณกิตติโรจน์ หวันตาหลา และนางเกษร บัวทอง นักวิทยาศาสตร์ภาควิชาวิศวกรรมเคมีที่ให้ความอนุเคราะห์ดูแลการใช้เครื่อง HPLC รวมทั้งขอขอบคุณนายนพพล โอฬาริกพันธุ์ และนายพิเชษฐ์ ภูวนกุลชัย นิสิตภาควิชาวิศวกรรมเคมี ที่ช่วยเก็บตัวอย่างและวิเคราะห์ปริมาณแอนโดรกราโฟไลด์

14 ส.ค. 2552

**การสร้างต้นแบบถังปฏิกรณ์สำหรับการสกัดพืชสมุนไพรด้วย 1,1,1,2-TETRAFLUOROETHANE**


**บทคัดย่อ**

งานวิจัยนี้ได้มีการออกแบบและสร้างเครื่องสกัดสมุนไพรโดยใช้ 1,1,1,2-tetrafluoroethane (R134a) เป็นสารสกัด (ตัวทำละลาย) เครื่องนี้จะประกอบด้วยถังสกัดขนาด 500 มิลลิลิตร 1 ถังต่อด้วยคอมเพรสเซอร์อีแวเปอร์เรเตอร์และอุปกรณ์ลดแรงดัน 3 ตัว เครื่องนี้สามารถทำงานได้ในช่วงความดันตั้งแต่ 60-85 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว และช่วงอุณหภูมิระหว่าง 268- 294 เคลวิน ในการทดสอบเครื่องสกัดนี้ จะใช้ตัวทำละลายที่เป็นสารผสมระหว่าง R134a กับเอธานอล 95% เพื่อใช้สกัดสารออกฤทธิ์แอนโดรกราโฟไลน์ (andrographolide) จากต้นฟ้าทะลายโจร (*Andrographolide paniculata Nees*) จากผลการทดลองพบว่าสามารถสกัดแอนโดรกราโฟไลน์ได้ดีที่สุดเมื่อใช้สภาวะในการสกัดคือใช้ความดัน 85 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว และอุณหภูมิ 294 เคลวิน เป็นเวลานาน 6 ช่วงโมง จะได้ผลผลิตสารแอนโดรกราโฟไลน์สูงที่สุดคือ 1.25 มิลลิกรัมแอนโดรกราโฟไลน์ต่อกรัมผงฟ้าทะลายโจร นอกจากนี้ยังพบว่าถ้าให้ความดันในการสกัดเพิ่มขึ้นจะให้ผลผลิตเพิ่มขึ้นด้วย

Design and assembly of reactor for herbal extraction using 1,1,1,2-tetrafluoroethane

Abstract

An extraction unit using 1,1,1,2-tetrafluoroethane (R134a) as an extractant was designed and constructed for herbal extraction. It consists of a 500 ml reactor chamber, a compressor, an evaporator and three capillary tubes. It can be operated at a pressure range of 60-85 psia and a temperature range of 268-294 K. A use of R134a as a co-solvent with 95% v/v ethanol for an andrographolide extraction from *Andrographolide paniculata Nees* was studied in the extraction unit. It was found that the suitable conditions for the andrographolide extraction were a pressure of 85 psia with a temperature of 294 K for 6 hours extraction period. The maximum productivity was 1.25 milligram andrographolide per gram grated *Andrographolide paniculata*. However, it is also found that the andrographolide productivity increased when the operating pressure increased.

สารบัญ


| | หน้า |
|---|---|
| บทนำ-ความสำคัญและที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย | 1 |
| บทที่ 2 ผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้องและทฤษฎี | 4 |
| บทที่ 3 วิธีการออกแบบและสร้างเครื่องสกัดและวิธีการทดลอง | 9 |
| บทที่ 4 วิเคราะห์ผลการทดลอง | 12 |
| บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง | 18 |
| เอกสารอ้างอิง | 19 |

สารบัญภาพ


| | หน้า |
|---|---|
| รูปที่ 1 สูตรโครงสร้างของสารที่สำคัญที่พบในฟ้าทะลายโจร ซึ่งประกอบด้วย แอนโดรกราโฟไลน์ ดีออกซีแอนโดรกราโฟไลน์ และนีโอแอนโดรกราโฟไลน์ | 6 |
| รูปที่ 2 แผนภาพของวงจรของเครื่องสกัดที่ใช้ 1,1,1,2-TETRAFLUOROETHANE เป็นตัวทำละลาย และหมุนเวียนอยู่ในระบบ | 9 |
| รูปที่ 3 เครื่องสกัดสมุนไพร โดยใช้ 1,1,1,2-TETRAFLUOROETHANE เป็นตัวทำละลาย | 10 |
| รูปที่ 4 ถังสกัดและหลอดแก้วมองระดับน้ำยา ลิ้นเปิด-ปิด (วาล์ว) พร้อม oil dryer มาตรวัดความดัน ภาพด้านบนของเครื่องสกัด ภาพแสดงถังสกัดและท่อน้ำยา | 11 |
| รูปที่ 5 Chromatographic fingerprint ของแอนโดรกราโฟไลด์และสารอนุพันธ์อื่น ๆ ที่พบในสารสกัดฟ้าทะลายโจร | 13 |
| รูปที่ 6 ปริมาณสารแอนโดรกราโฟไลด์ที่สกัดได้ต่อกรัมผงฟ้าทะลายโจรแห้งเมื่อเวลาที่ใช้ในการสกัดเพิ่มขึ้น | 15 |
| รูปที่ 7 ผลของความดันต่อปริมาณสารแอนโดรกราโฟไลด์ที่สกัดได้ต่อกรัมผงฟ้าทะลายโจร | 16 |
| รูปที่ 8 ผลของอุณหภูมิต่อปริมาณสารแอนโดรกราโฟไลด์ที่สกัดได้ต่อกรัมผงฟ้าทะลายโจร | 17 |

สารบัญตาราง


| | หน้า |
|---|---|
| ตาราง 1 การเปรียบเทียบการสกัดสมุนไพร โดยใช้วิธีทั่วไป วิธีการใช้คาร์บอนไดออกไซด์เหลว และการใช้ 1,1,1,2-TETRAFLUOROETHANE | 2 |
| ตาราง 2 คุณสมบัติของ 1,1,1,2-TETRAFLUOROETHANE | 5 |
| ตาราง 3 สารเคมีที่พบในฟ้าทะลายโจร | 7 |

# บทที่ 1
# ความสำคัญและที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย

ปัจจุบันมีการนำเอาภูมิปัญญาท้องถิ่นเข้ามาประยุกต์ใช้ในชีวิตมากขึ้น สมุนไพรก็เป็นอีกส่วนหนึ่งที่เข้ามามีบทบาทในชีวิตประจำวัน แต่ก็ยังมีอัตราการใช้ค่อนข้างต่ำเมื่อเปรียบเทียบกับการใช้ยาในการรักษาโรคด้วยการแพทย์แผนปัจจุบัน เนื่องจากในการบริโภคยาสมุนไพรเพื่อใช้ในการรักษาโรคหนึ่ง ๆ จำเป็นจะต้องบริโภคยาคู่กับยาสมุนไพรอื่นๆ ที่มีสรรพคุณทางยาที่เกื้อหนุนควบคู่กันไป อีกทั้งต้องบริโภคยาสมุนไพรแต่ละครั้งในปริมาณมาก เพราะความเข้มข้นของตัวยาในวัตถุดิบต่ำ ยามีรสขม หรือขื่น ทำให้ไม่สะดวกต่อผู้บริโภค ตั้งแต่โบราณมีวิธีการแปรรูปสมุนไพรเพื่อให้มีการบริโภคง่ายขึ้น เช่น การต้ม เอาแต่น้ำ (การสกัดด้วยน้ำร้อน) การทำยาลูกกลอน (สมุนไพรตากแห้ง บด แล้วขึ้นรูป) แต่การบริโภคต่อครั้งก็ยัง ต้องใช้ปริมาณสูงเหมือนเดิม

ในปัจจุบันจึงมีนักวิจัยพยายามหาวิธีสกัดสมุนไพรให้มีความบริสุทธิ หรือ ทำให้สมุนไพรมีความเข้มข้นขึ้น โดยไม่ทำลายตัวยา หรือฤทธิ์ของยา เทคนิคการสกัดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์เหลวเป็นที่สนใจมากในวงการ แพทย์ และ อุตสาหกรรมต่าง ๆ เนื่องจากเป็นกระบวนการที่กระทำที่ความดันสูง และอุณหภูมิต่ำ ประหยัดพลังงาน และสามารถใช้สกัดสารที่ไม่เสถียรที่อุณหภูมิสูง สามารถแยกคาร์บอนไดออกไซด์เหลว ออกจากผลิตภัณฑ์ได้ง่าย แต่ข้อจำกัดของการใช้คาร์บอนไดออกไซด์เหลวคือ ในการปฏิบัติการต้องใช้ ความดันสูงมากกว่า 500 บาร์ และต้องทิ้งคาร์บอนไดออกไซด์เหลวทุกครั้งที่เสร็จสิ้นกระบวนการสกัดในหนึ่งกะ

นักวิจัยจึงพยายามหาสารสกัดที่มีคุณสมบัติใกล้เคียงมาใช้ทดแทน ในอเมริกาและยุโรปได้มีการนำ "Florasol" (1,1,1,2-TETRAFLUOROETHANE) มาทำการสกัดแทนคาร์บอนไดออกไซด์ เนื่องจากคุณสมบัติของ "Florasol" มีคุณสมบัติคล้ายกับคาร์บอนไดออกไซด์เหลว แต่มีข้อดีคือเมื่อใช้ในกระบวนการสกัดจะกระทำได้ที่ความดันและอุณหภูมิต่ำกว่ากระบวนการที่ใช้คาร์บอนไดออกไซด์เหลว "Florasol" เป็นสาร ที่ใช้สกัดได้ที่อุณหภูมิห้อง หรือ ณ จุดที่ต่ำกว่าอุณหภูมิห้อง การสกัดนี้ไม่ใช้ความร้อนจึงสามารถใช้กับ ผลิตภัณฑ์ที่ไม่เสถียรต่อความร้อน ซึ่งส่วนใหญ่จะเป็นผลิตภัณฑ์ทางชีวภาพ และผลิตภัณฑ์ยา สามารถนำสาร 1,1,1,2-TETRAFLUOROETHANE กลับมาใช้ได้ใหม่หลังการสกัด (recycle) นอกจากนี้ระบบใช้พลังงานน้อย และใช้กระแสไฟฟ้าต่ำกว่าการสกัดด้วยไอน้ำ (Wilde and Company's "Florasol") และเมื่อต้องการแยก สารสกัดออกจากผลิตภัณฑ์ ก็ไม่จำเป็นต้องใช้กระบวนการอื่นมาช่วยแยก ใช้เพียงคุณสมบัติความแตกต่าง ของการระเหยที่ความดันและอุณหภูมิต่าง ๆ

ตาราง 1 การเปรียบเทียบการสกัดสมุนไพร โดยใช้วิธีทั่วไป วิธีการใช้คาร์บอนไดออกไซด์เหลว และการใช้ 1,1,1,2-TETRAFLUOROETHANE

| ข้อเปรียบเทียบ | การสกัดโดยใช้ไอน้ำ | การสกัดโดยใช้แอลกอฮอล์ | การสกัดโดยใช้คาร์บอนไดออกไซด์เหลว | การสกัดโดยใช้ 1,1,1,2-TETRAFLUOROETHANE |
|---|---|---|---|---|
| ความสามารถในการสกัด | แยกน้ำมันระเหยได้ | สกัดสารที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำ | สกัดองค์ประกอบของสารที่มีอยู่ในธรรมชาติได้หมด | สกัดองค์ประกอบของสารที่มีอยู่ในธรรมชาติได้หมด |
| ความสะดวก | สะดวก ใช้อุปกรณ์ง่าย | สะดวก ใช้อุปกรณ์ง่าย | สะดวก แต่อุปกรณ์ที่ใช้มีความซับซ้อน | สะดวก แต่อุปกรณ์ที่ใช้มีความซับซ้อน |
| ความปลอดภัย | มีความปลอดภัย | มีความปลอดภัย | มีความปลอดภัย | มีความปลอดภัย |
| ค่าใช้จ่ายในการสกัด | ค่าไอน้ำ | ค่าสารเคมี (เอทานอลนำกลับมาใช้ได้ ประมาณ 60% | ค่าสารเคมี (คาร์บอนไดออกไซด์ไม่สามารถนำกลับมาใช้ได้) | ค่าสารเคมี (1,1,1,2-TETRAFLUOROETHANE นำกลับมาใช้ได้ ประมาณ 95% |
| ความบริสุทธิ์ของ ผลิตภัณฑ์ | ต้องใช้กระบวนการแยกเพิ่มเติม เพื่อให้ได้สารบริสุทธิ์ | ต้องใช้กระบวนการแยกเพิ่มเติม เพื่อให้ได้สารบริสุทธิ์ | มีความบริสุทธิ์สูง โดยการเลือกความดันและอุณหภูมิ ในการสกัดต่าง ๆ กัน | มีความบริสุทธิ์สูง โดยการเลือกความดัน และอุณหภูมิ ในการสกัดต่าง ๆ กัน |
| ความคงตัวของผลิตภัณฑ์ | ผลิตภัณฑ์บางส่วนสลายตัวเมื่อได้รับความร้อนในช่วงสกัด | ผลิตภัณฑ์บางส่วนสลายตัวเมื่อได้รับความร้อนช่วงแยกเอธานอลกลับมาใช้ใหม่ | ผลิตภัณฑ์คงตัวสูง | ผลิตภัณฑ์คงตัวสูง |
| เปอร์เซ็นต์ผลได้ของผลิตภัณฑ์ (ฟ้าทะลายโจร) | ไม่สามารถสกัดได้เนื่องจากสารออกฤทธิ์สลายตัวเมื่อได้รับความร้อน | ประมาณ 50 % หรือ 8 มิลลิกรัม andrographolide ต่อกรัมฟ้าทะลายโจร (สถาบันวิจัยสมุนไพรไทย, 2542) | ไม่มีรายงานที่ใช้กับฟ้าทะลายโจร ประมาณ 85-90% เมื่อใช้แยก santonin (lactone ชนิดหนึ่ง) (Lang and Wai, 2001) | ไม่มีรายงานที่ใช้กับฟ้าทะลายโจร ประมาณ 0.1 กรัมน้ำมันกุหลาบ ต่อ 1 กรัม กลีบกุหลาบ (Wilde PF, 1994) |

ผงสมุนไพรฟ้าทะลายโจร ซึ่งจะใช้ในงานวิจัยนี้ มีสารออกฤทธิ์ คือ andrographolide (สารประเภท lactone) มีคุณสมบัติ ในการลดการอักเสบ ต้านการติดเชื้อ ในงานวิจัยนี้ จะใช้ 1,1,1,2-TETRAFLUOROETHANE มาทำการสกัด เพื่อให้ได้ตัวยาที่ได้มีความเข้มข้นสูงขึ้นและบริสุทธิ์ขึ้น งานวิจัยนี้จะสามารถปรับปรุงไปใช้กับงานทางเภสัชกรรม หรืออุตสาหกรรมการสกัดสารชีวภาพอื่นๆภายในประเทศ เพื่อผลิตยาหรืออาหารที่ดีขึ้น ซึ่งจะทำให้ผู้ป่วย หรือผู้บริโภครับประทานยาในขนาดหรือปริมาณที่ลดน้อยลง แต่จะได้รับสารที่มีฤทธิ์ทางยาเทียบเท่ากับปริมาณ ของสมุนไพรก่อนการผ่านกระบวนการต่างๆ

**วัตถุประสงค์**

1 เพื่อออกแบบและสร้างเครื่องสกัดโดยใช้ 1,1,1;2-TETRAFLUOROETHANE เป็นสารสกัดที่ความดันไม่เกิน 100 บาร์

2 เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมเพื่อใช้ในการสกัด andrographolide ออกจากผงสมุนไพรฟ้าทะลายโจร

3 เพื่อศึกษาวิธีวิเคราะสารออกฤทธิ์ andrographolide โดยการใช้เครื่องวิเคราะห์ high performance liquid chromatography (HPLC)

4 เพื่อเป็นแนวทางในการออกแบบถังปฏิกรณ์ (Bioseparator) และขยายขนาดระบบ

**ระเบียบวิธีวิจัย**

1 ทำการศึกษาข้อมูลเครื่องมือที่ใช้ในการสกัดสารที่ความดันสูง ในช่วง 50-100 บาร์

2 ออกแบบ และสร้างเครื่องสกัดเบื้องต้นเพื่อใช้ในการวิจัย

3 ทดลองหาความเป็นไปได้ในการสกัดสาร andrographolide จากผงสมุนไพรฟ้าทะลายโจร

4 ทดลองหาผลกระทบของความดันที่ใช้ในระบบต่อประสิทธิภาพการสกัด

5 ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมที่จะใช้วิเคราะห์สาร andrographolide ด้วยเครื่องวิเคราะห์แบบ HPLC

**ขอบเขตของการวิจัย**

1 ออกแบบและสร้างเครื่องมือ (เครื่องสกัด) เพื่อใช้ในงานวิจัย

2 ทดลองหาความเป็นไปได้ของการใช้ 1,1,1,2-TETRAFLUOROETHANE เพื่อสกัด andrographolide จากผงสมุนไพรฟ้าทะลายโจร

3 ทดลองหาผลกระทบของความดันที่ใช้ในการสกัดต่อประสิทธิภาพของการสกัด

4 ใช้เครื่อง.ด้วยเครื่องวิเคราะห์แบบ high performance liquid chromatography หาปริมาณของ andrographolide

# บทที่ 2
# ผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง และทฤษฎี

ได้มีการจดสิทธิบัตรในอเมริกา และยุโรปในการนำ 1,1,1,2-TETRAFLUOROETHANE มาใช้ในการสกัดกลิ่น (fragrance and flavor) จากพืช สัตว์ และวัตถุดิบทางชีวภาพอื่น ๆ และมีแนวโน้มที่จะใช้สกัดสารออกฤทธิ์ ทางยาได้ (Wilde, EP616821, 1994) มีนักวิจัยหลายท่านได้เสนอว่า 1,1,1,2-TETRAFLUOROETHANE มีคุณสมบัติเป็นสารสกัดที่ดีเทียบเท่ากับคาร์บอนไดออกไซด์เหลว (Catchpole and Proells, 2001, Yu and change, 2001) แต่สามารถปฏิบัติการได้ที่ความดันต่ำกว่า คือในช่วง 50-200 บาร์ (Simoes and Catchpole, 2002) ในขณะที่การสกัดโดยใช้คาร์บอนไดออกไซด์เหลวต้องทำในช่วง 300-500 บาร์ (Gaspar, 2002) ซึ่งในทางปฏิบัติแล้วการสกัดที่ความดันต่ำกว่า จะทำให้การออกแบบและการสร้าง และการปฏิบัติการของหอสกัดง่ายขึ้น รวมทั้งค่าใช้จ่ายที่ใช้จะถูกลง นอกจากนี้เรายังสามารถใช้ 1,1,1,2-TETRAFLUOROETHANE ร่วมกับสารตัวทำละลายชนิดอื่น (cosolvent) เพื่อเพิ่มความสามารถในการสกัด เช่น การเติม dimethyl ether ปริมาณเล็กน้อยลงใน 1,1,1,2-TETRAFLUOROETHANE เพื่อให้สามารถสกัดสาร ไม่มีขั้ว (nonpolar) ได้ดีขึ้น (Powell, WO95/26794, 1995) หรือใช้ methanol เพื่อให้สามารถสกัดสารที่มีขั้ว (polar) ดีขึ้น (Nicola, WO98/45013, 1998) ทำให้เราสามารถสกัดสารได้ในวงกว้างขึ้น คุณสมบัติที่ดีอีกอย่างหนึ่งของ 1,1,1,2-TETRAFLUOROETHANE คือมันจะมีจุดเดือดเพียง 246.5 เคลวิน ที่ความดันบรรยากาศ จึงทำให้เราสามารถ แยก 1,1,1,2-TETRAFLUOROETHANE ออกจากผลิตภัณฑ์ได้ง่ายโดยไม่เหลือเศษปนเปื้อนไว้ จึงสามารถประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมอาหารและยาได้ดี

1,1,1,2-TETRAFLUOROETHANE เป็นก๊าซเหลว (liquefied gas) ไม่มีสี ไม่มีกลิ่น ไม่มีพิษ ไม่ช่วยในการเผาไหม้ มีจุดเดือดเท่ากับ -20 องศาเซลเซียส และมีความดันที่เหมาะสมใช้ในการสกัดเท่ากับ 5.7 บาร์ อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส เนื่องจาก 1,1,1,2-TETRAFLUOROETHANE เป็นตัวทำละลายที่ไม่มีขั้ว แต่สามารถผสมได้กับตัวทำละลายที่มีขั้วตั้งแต่เมธานอล ไปจนถึงตัวทำละลายไม่มีขั้วพวกเพนเทนและพวกไฮโดรคาร์บอนบริสุทธิ์ จึงละลายสารจำพวกโมโนเทอร์ปีน อัลดีไฮน์ และคีโตนิกโมโนเทอร์ปีน รวมทั้งกรดคาร์บอนิกได้

นักวิจัยจึงได้มีการใช้ 1,1,1,2-TETRAFLUOROETHANE เพื่อสกัดน้ำมันตับปลาฉลาม น้ำมันถั่วเหลือง กรดโอลีอิก (Catchpole and Proells, 2001) น้ำมันหอมระเหยจากสมุนไพรdrill (Eldridge, 1996) น้ำมันหอมระเหย จากกุหลาบและวานิลา (Catchpole and Grey, 1999) และสกัดฮอบในอุตสาหกรรมการหมักเบียร์

ความเหมาะสมของ1,1,1,2-TETRAFLUOROETHANE ที่ใช้เป็นตัวทำละลายพิจารณาจากข้อดีดังนี้

1 สมดุลเฟส (Phase equilibrium) 1,1,1,2-TETRAFLUOROETHANE เป็นตัวทำละลายที่ดีสำหรับสารอินทรีย์หลายชนิด มีการละลายซึ่งกันและกันกับน้ำได้น้อย มีค่าการระเหยสัมพัทธ์ (Relative volatility) สูง เมื่อเปรียบเทียบกับสารอินทรีย์ที่สกัดได้ ทำให้สามารถแยกออกจากสารอื่นได้ง่าย

2 สมบัติการขนถ่าย (Transport properties) เนื่องจาก 1,1,1,2-TETRAFLUOROETHANE มีค่าความหนืดต่ำ และมีค่าสัมประสิทธิ์การกระจาย (Diffusion coefficients) สูงจึงสามารถแพร่เข้าไปในมวลสารอินทรีย์ได้ดี ช่วยให้การสกัดเป็นไปได้เร็วขึ้น

3 สมบัติทางเทอร์โมไดนามิกส์ (Thermodynamics properties) สามารถสร้างสภาพที่จุดวิกฤติ (Critical point) ได้ เนื่องจากมีค่าจุดวิกฤติที่ความดันและอุณหภูมิไม่สูงมากนัก มีค่าความร้อนของการระเหย (enthalpy of vaporization) ต่ำจึงไม่ต้องใช้อุณหภูมิและความร้อนสูงในการเปลี่ยนสถานะให้เป็นไอ

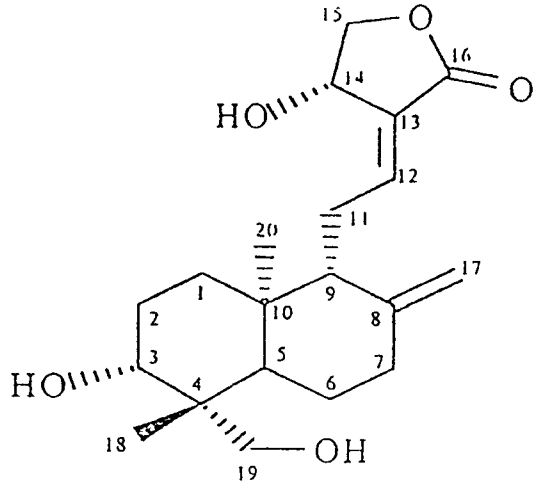
4 ความปลอดภัย (Safety) เพราะ 1,1,1,2-TETRAFLUOROETHANE ไม่เป็นพิษและไม่ติดไฟ จึงเหมาะกับการสกัดสมุนไพรและวิตามิน

ตาราง 2 คุณสมบัติของ 1,1,1,2-TETRAFLUOROETHANE

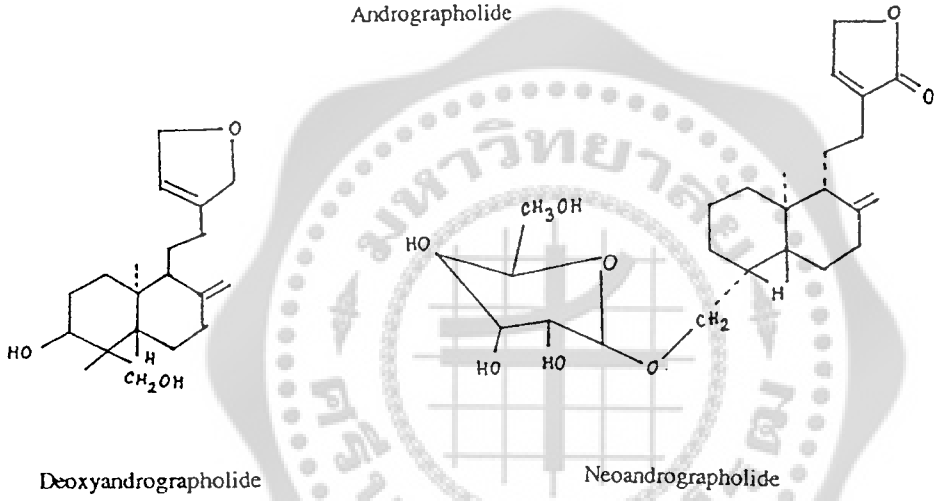
ที่มา: www. dupont.com/suva/na/usa/literature/pdf/h-[illegible].pdf

| | |
|---|---|
| ตระกูล (chemical family) | halogenated hydrocarbon |
| สูตรเคมี | $CH_2FCF_3$ |
| มวลโมเลกุล | 102 |
| จุดเดือด | -26.5°C (-15.7°F) ที่ความดัน 736 mmHg |
| ความดันไอ | 96 psia ที่อุณหภูมิ 25 °C (77°F) |
| ความสามารถในการระเหย | 100 % |
| ความสามารถในการละลายน้ำ | 0.15 WT% at 25°C and 14.7 psia |
| ความหนาแน่นของไอเมื่อเทียบกับอากาศ | 3.18 (Air = 1.0) |
| ความหนาแน่นเมื่อเป็นของเหลว | 1.21 g/cc at 25°C |
| สี | ไม่มีสี |
| กลิ่น | กลิ่นจางมากคล้ายอีเธอร์ (Slight ethereal) |
| ความคงตัว | สารมีความเสถียร แต่ควรระวังอย่าให้อยู่ใกล้เปลวไฟ |

สำหรับผงฟ้าทะลายโจรที่จะนำมาใช้ในการทดลองสกัดนี้ เป็นสมุนไพรที่มีการใช้ในการแพทย์แผนโบราณ โดยใช้เป็นยาแก้ไข้ แก้อักเสบ และแก้ท้องเสีย มีสารออกฤทธิ์ คือ andrographolide, neoandrographolide, deoxyandrographolide เป็นส่วนประกอบทางยาที่สำคัญ (สถาบันวิจัยสมุนไพรไทย, 2542, หน้า 1, 22) สูตรโครงสร้างของสารที่สำคัญที่พบในฟ้าทะลายโจร แสดงในรูปที่ 1 และองค์ประกอบทางเคมีในฟ้าทะลายโจรจะแสดงไว้ในตารางที่ 3



Andrographolide



Deoxyandrographolide

Neoandrographolide

รูปที่ 1 สูตรโครงสร้างของสารที่สำคัญที่พบในฟ้าทะลายโจร ซึ่งประกอบด้วย แอนโดรกราโฟไลน์ ดีออกซีแอนโดรกราโฟไลน์ และนีโอแอนโดรกราโฟไลน์

ตาราง 3 สารเคมีที่พบในฟ้าทะลายโจร

ที่มา : วันวิสาข์และศิริรัตน์ 2542

| ประเภท | ชื่อส่วนประกอบ | สูตรโมเลกุล | จุดหลอมเหลว | ส่วนของยา |
|---|---|---|---|---|
| LACTONE | Andrographolide | $C_{20}H_{30}O_5$ | 228-30 | ใบ |
| | Neo-Andrographolide | $C_{26}H_{40}O_8$ | 167-8 | ใบ |
| | Deoxy-andrographolide | $C_{20}H_{30}O_4$ | 175-6.5 | ใบ |
| | Homo-andrographolide | $C_{22}H_{32}O_4$ | 115 | ใบ |
| | Panicolide | $C_{10}H_{28}O_4$ | 175-5.5 | ใบ |
| | 14-Deoxy-11-Oxandrogra-pholide | $C_{20}H_{28}O_5$ | 98-100 | ทั้งต้น |
| | 14-Deoxy-11,12-didehydrogra-pholide | $C_{20}H_{28}O_4$ | 260-2 | ใบ |
| | สารรูปร่างไม่แน่นอนสีเหลือง ผลึกรูปเข็ม สีขาว | | 201-3 | ใบ |
| | Paniculide A | $C_{15}H_{20}O_4$ | 120-1 | เนื้อเยื่อ |
| | Paniculide B | $C_{15}H_{20}O_4$ | 145-6 | เนื้อเยื่อ |
| | Paniculide C | $C_{15}H_{18}O_5$ | น้ำมัน | เนื้อเยื่อ |
| FLAVONE | Andrographin | $C_{18}H_{16}O_6$ | 190-1 | ราก |
| | Panicolin | $C_{17}H_{14}O_6$ | 263-4 | ราก |
| | Mono-o-methylwightin | $C_{19}H_{18}O_7$ | 150 | ราก |
| | Apigenin-7,4-dimethy ether | | - | ราก |
| | Flavone | $C_{16}H_{14}O_5$ | 166 | ราก |
| อื่นๆ | Androgarphan | $C_{40}H_{82}$ | 67-8 | ใบ |
| | Andrographon | $C_{32}H_{40}$ | 85 | ใบ |
| | Panicula-wachs | - | 30 | ใบ |
| | Andrographosterin | $C_{23}H_{38}O$ | 135 | ใบ |
| | Glycoside | $C_{35}H_{60}O_6$ | 298-300 | ใบ |
| | KCL | | - | ทั้งต้น |
| | NaCl | | - | ทั้งต้น |

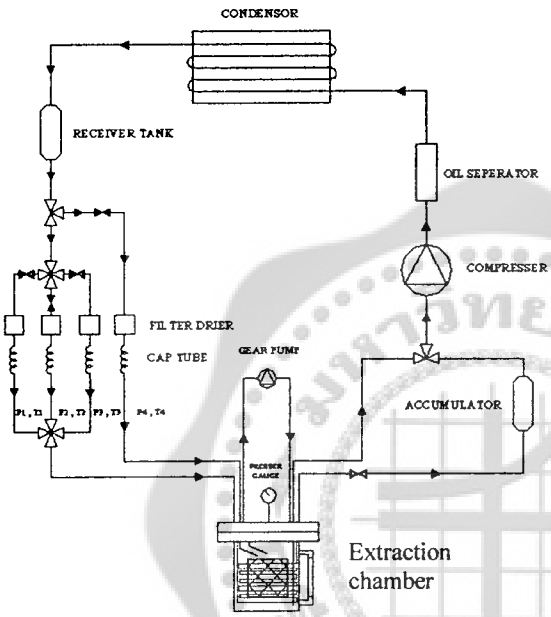
จากตารางจะพบว่าองค์ประกอบหลักของแอนโดรกราโฟไลน์จะมีอยู่เป็นจำนวนมากที่ใบ จากการวิเคราะห์ของ Shama และคณะ (1992) โดยใช้เครื่องวิเคราะห์ High Performance Liquid Chromatography (HPLC) พบว่าในใบฟ้าทะลายโจรมีแอนโดรกราโฟไลน์อยู่มากที่สุดคือ 2.39 เปอร์เซนต์โดยน้ำหนัก และพบในเมล็ดน้อยที่สุด แอนโดรกราโฟไลน์เป็นสารประเภทแลคโตน ซึ่งเป็นสารที่มีขั้ว จึงใช้เมธานอล หรือเอทานอล เป็นสารสกัดได้ดี

Saxena และคณะ (2000) รายงานว่าเมธานอลเป็นตัวทำละลายที่ดีที่สุดในการสกัดแอนโดรกราโฟไลน์ ส่วน Rajani และคณะ (2000) ใช้ตัวทำละลายผสมระหว่าง dichloromethane และ methanol ในอัตราส่วนที่เท่ากัน แต่เนื่องจากเมธานอลเป็นพิษถ้าใช้ในการบริโภค จึงได้มีการใช้เอธานอลในการสกัดแทน (กนกกัณฑ์ เนียมทันต์ และเวชยันต์ สุวรรรมาโจ, 2543) แต่เนื่องจากต้องใช้เวลาในการสกัดนาน (มากกว่า 24 ชั่วโมง) และปริมาณเอทานอลที่ใช้ต่อปริมาณ ผงฟ้าทะลายโจรมีอัตราส่วนค่อนข้างสูง (20มิลลิตร ต่อ ผงฟ้าทะลายโจร 1 กรัม) และเมื่อสกัดได้แล้ว ต้องระเหยเอาเอธานอลออกในปริมาณมาก ต้องใช้อุณหภูมิต่ำในการระเหยเอธานอลออกมา เนื่องจากแอนโดรกราโฟไลน์เสื่อมสภาพที่อุณหภูมิสูงกว่า 60 องศาเซลเซียส และใช้เวลานาน จึงเป็นข้อด้อยในการทำใน อุตสาหกรรม ผู้ทดลองจึงได้มีการใช้ 1,1,1,2-TETRAFLUOROETHANE เพื่อศึกษาความเป็นไปได้ในการสกัดแอนโดรกราโฟไลน์จากฟ้าทะลายโจรผง (ใบและก้าน) โดยใช้เครื่องสกัดที่ออกแบบและสร้างขึ้นเอง

# บทที่ 3
# วิธีการออกแบบและสร้างเครื่องสกัดและวิธีการทดลอง

## การออกแบบและสร้างเครื่องสกัด

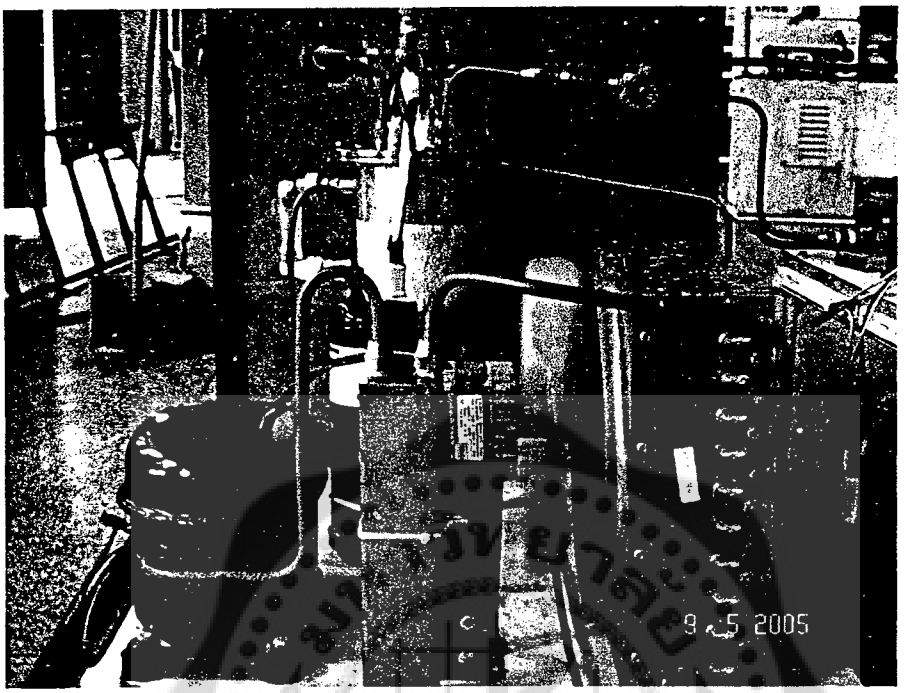
เครื่องสกัดนี้อาศัยหลักการของเครื่องทำความเย็นโดยมี 1,1,1,2-TETRAFLUOROETHANE เป็นสารอยู่ในระบบ เครื่องสกัดจะมีอุปกรณ์หลักเหมือนเครื่องทำความเย็น คือประกอบด้วยคอมเพรสเซอร์ คอนเดนเซอร์ อีแวปเปอร์เรเตอร์ และลิ้นลดความดัน นอกจากนี้ยังมีถังสกัดใส่เพิ่มเข้าไปในระบบ รูปที่ 2 จะแสดงวงจรของเครื่องสกัด




รูปที่ 2 แผนภาพของวงจรของเครื่องสกัดที่ใช้ 1,1,1,2-TETRAFLUOROETHANE เป็นตัวทำละลายและหมุนเวียนอยู่ในระบบ

ตัวทำละลาย 1,1,1,2-TETRAFLUOROETHANE จะถูกเก็บอยู่ใน receiver tank ซึ่งเป็นการเก็บตัวทำละลายในรูปของเหลวที่ความดันสูงที่ผ่านมาจากคอนเดนเซอร์ เมื่อจะทำการสกัดตัวทำละลาย 1,1,1,2-TETRAFLUOROETHANE จะถูกส่งจาก receiver tank ผ่าน filter dryer เพื่อลดความชื้น และผ่าน capillary tube หรือลิ้นลดความดันเพื่อปรับความดันให้ได้ตามต้องการ และส่งเข้ามายังถังสกัดหรือ extraction chamber ที่มีผงฟ้าทะลายโจรบรรจุอยู่ ถังสกัดทำด้วยเหล็กกล้าไร้สนิม ปริมาตร 300 มิลลิลิตร มีกระจกมองน้ำยาติดอยู่ด้านข้างและมีมาตรวัดความดันติดอยู่ ตัวทำละลายจะไหลผ่านเข้าออกถังผ่านลิ้นปิดเปิดเพื่อควบคุมปริมาตรของตัวทำละลายที่ใช้ อุณหภูมิในถังสามารถควบคุมได้โดยการไหลเวียนของสารทำความเย็นอีกชุดหนึ่งซึ่งก็ใช้ 1,1,1,2-TETRAFLUOROETHANE เป็นสารทำความเย็นเช่นเดียวกัน เมื่อสกัดแล้วตัวทำละลายจะถูกเก็บผ่าน accumulator ซึ่งขณะนี้ตัวทำละลายจะระเหยและอยู่ในสภาวะไอ และเพื่อนำตัวทำละลายมาเก็บไว้ ไอของตัวทำละลายจะถูกเปลี่ยนให้อยู่ในสภาวะของเหลวอุณหภูมิสูงโดยคอมเพรสเซอร์ เมื่อผ่าน oil separator และคอนเดนเซอร์ เพื่อลดอุณหภูมิแล้ว ตัวทำละลาย 1,1,1,2-

TETRAFLUOROETHANE จะถูกนำกลับมาเก็บไว้ที่ receiver tank ดังเดิม จากระบบนี้จะพบว่าจะสามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้ แต่จะมีการสูญเสียน้ำยาไปบางส่วนประมาณ 5-10 %เมื่อมีการเปิดถังสกัดเพื่อเก็บผลิตภัณฑ์ รูปที่ 3 แสดงรูปเครื่องสกัด และรูปที่ 4 แสดงชิ้นส่วนต่าง ๆ ของเครื่องสกัด




รูปที่ 3 เครื่องสกัดสมุนไพร โดยใช้ 1,1,1,2-TETRAFLUOROETHANE เป็นตัวทำละลาย จากรูปจะแสดงขณะเดินเครื่อง จะเห็นน้ำแข็งเกาะที่ถังสกัด เพราะมีการควบคุมอุณหภูมิที่ 0 องศาเซลเซียส ซ้ายมือจะเห็นคอมเพรสเซอร์สีดำและขวามือจะเห็นคอนเดนเซอร์สีฟ้า

**การทดสอบเครื่องสกัด**

การทดสอบเครื่องสกัดจะทำโดยการสกัดแอนโดรกราโฟไลด์จากผงสมุนไพรฟ้าทะลายโจร โดยจะทำการทดลองแบบกะ โดยใช้ผงสมุนไพรฟ้าทะลายโจรแห้ง (จากร้านขายยาสมุนไพร ตลาดบองมาเช่ กรุงเทพ) ที่ทราบเปอร์เซ็นต์ความชื้นปริมาณ 50 กรัมจะถูกบรรจุในถุงชาเพื่อให้สามารถแยกผงสมุนไพรออกจากสารสกัดได้ง่าย ถุงสมุนไพรจะถูกวางในถังสกัด และมีการเติมเอธานอล 95% ปริมาตร 50 มิลลิลิตรลงไปในถังสกัดเพื่อใช้เป็น co-solvent หลังจากนั้นจะต่อถังสกัดเข้ากับเครื่องสกัด เปิดระบบสกัดด้วยการเติมตัวทำละลาย 1,1,1,2-TETRAFLUOROETHANE ลงในถังสกัดจนได้ปริมาตรรวม 500 มิลลิลิตร และมีการกวนด้วยความเร็ว 150 รอบต่อนาที ปรับอุณหภูมิและความดันตามต้องการ โดยมีการเก็บสารตัวอย่างเมื่อสิ้นสุดเวลาที่กำหนด สารละลายผลิตภัณฑ์ที่ได้จะนำไปวิเคราะห์หาปริมาณแอนโดรกราโฟไลน์ด้วยเครื่องวิเคราะห์ HPLC โดยใช้คอลัมน์ Inersil ODS-3 (5 μm, 4.6mm I.D. x 15cm) มีเฟสเคลื่อนที่เป็นเมธานอลและน้ำด้วยอัตราส่วน 60/40 โดยปริมาตร ที่อัตราการไหล 1มิลลิลิตรต่อนาที และใช้ detector ชนิด UV ที่ความยาวคลื่น 254 นาโนเมตร ซึ่งจะให้กราฟของแอนโดรกราโฟไลน์ที่เวลาที่ 5นาที

หอสมุด มศว องครักษ์
http://oklib.swu.ac.th
6641000 ต่อ 1250-6

รูปที่ 4 เรียงจากซ้ายบนตามเข็มนาฬิกา ถังสกัดและหลอดแก้วมองระดับน้ำยา ลิ้นเปิด-ปิด (วาล์ว) พร้อม oil dryer มาตรวัดความดัน ภาพด้านบนของเครื่องสกัด ภาพแสดงถังสกัดและท่อน้ำยา

# บทที่ 4
# วิเคราะห์ผลการทดลอง

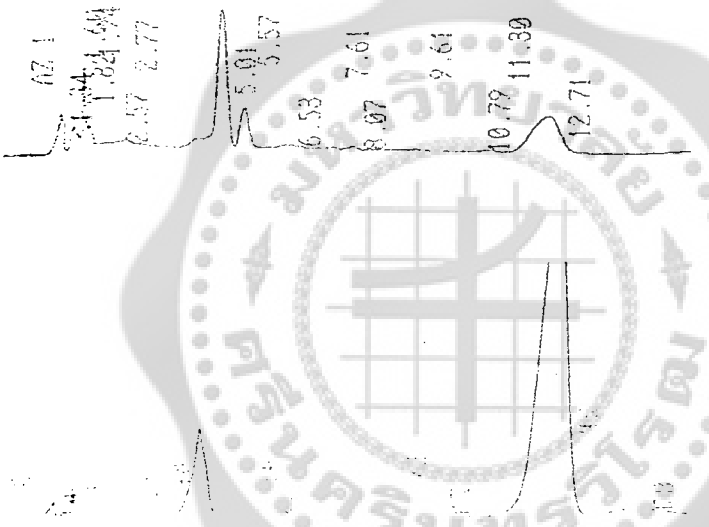
จากผลการทดลองและการคำนวณ สามารถวิเคราะห์ผลการทดลองออกเป็นประเด็นต่าง ๆ ดังต่อไปนี้

1. การจำแนกชนิดของสารโดยใช้ Retention Time (RT)

การจำแนกชนิดของสารโดยใช้เครื่อง HPLC สามารถทำได้โดยการเปรียบเทียบค่า Retention Time ซึ่งเป็นเวลาที่เริ่มตั้งแต่ฉีดสารตัวอย่างเข้าคอลัมน์จนถึงเวลาที่ peak สูงที่สุด โดยค่า Retention Time ของสารแต่ละตัวจะคงที่เป็นค่าเฉพาะแต่ละสารเมื่อผ่านคอลัมน์เดียวกันและสภาวะเหมือนกันทุกครั้ง ในการทดลองใช้ค่า Retention Time ของสารละลายมาตรฐานแอนโดรกราโฟไลด์เป็นตัวเทียบ โดยควบคุมสภาวะต่างๆ ให้คงที่ จากการใช้คอลัมน์ HPLC ชนิด Inertsil ODS-3 (5 micrometre 4.5 mm ID X150 mm), ที่สภาวะที่กำหนดไว้ จะให้ Retention Time ของแอนโดรแกรโฟไลด์ที่ 4.8 นาที ตัวอย่างของ Chromatographic fingerprint ของแอนโดรกราโฟไลด์มาตรฐานแสดงในรูปที่ 5 นอกจากนี้ยังพบว่าที่นาทีที่ 14.6 จะมี peak ที่มีพื้นที่มากกว่า peak ที่นาที 4.8 ซึ่งแสดงว่า R134a สามารถสกัดสารอื่นได้ ซึ่งอาจเป็นอนุพันธ์ของแอนโดรแกรโฟไลด์ (Andrographolide) เช่น นีโอแอนโดรกราโฟไลด์ (Neoandrographolide), ดีออกซีแอนโดรกราโฟไลด์ (deoxyandrographolide) และสามารถแยกออกจากผงฟ้าทะลายโจรได้ด้วยการสกัดเอธานอล (กนกกัณฑ์ เนียมทันต์ และเวชยันต์ สุวรรณมาโจ, 2543)

2. ความเข้มข้นสูงสุดของสารแอนโดรกราโฟไลด์ในผงฟ้าทะลายโจร

แอนโดรกราโฟไลน์เป็นสารประเภทแลคโตน ซึ่งเป็นสารที่มีขั้ว จึงใช้เมธานอล หรือเอทานอล เป็นสารสกัดได้ดี แต่เนื่องจากเมธานอลเป็นพิษถ้าใช้ในการบริโภค จึงได้มีการใช้เอธานอลในการสกัดแทน จากการทดลองได้ใช้ผงฟ้าทะลายโจรแห้ง 50 กรัม ต่อเอธานอล 200 มิลลิลิตร ในการทดลอง และนำไปเขย่าผ่านเครื่องช่วยในการละลาย (Solucicator) 6 ชั่วโมง โดยใช้จำนวนชั่วโมงเท่ากับการสกัดโดยใช้เครื่องสกัด เมื่อนำสารละลายผลิตภัณฑ์ไปวิเคราะห์ปริมาณแอนโดรกราโฟไลด์พบว่าสามารถสกัดสารแอนโดรกราโฟไลด์จากผงฟ้าทะลายโจรได้ปริมาณเท่ากับ 8.15 มิลลิกรัมต่อกรัมฟ้าทะลายโจรแห้ง (0.81%) ซึ่งเป็นปริมาณแอนโดรกราโฟไลด์สูงสุดที่ได้ในการทดลองนี้ เพราะผงฟ้าทะลายโจรที่นำมาใช้จะมาจากหลายส่วนของพืช ซึ่งตรงกับ สถาบันวิจัยสมุนไพรไทย(2542) รายงานว่าองค์ประกอบหลักของแอนโดรกราโฟไลน์จะมีอยู่เป็นจำนวนมากที่ใบ คือ 2.39 เปอร์เซนต์โดยน้ำหนัก และพบในเมล็ดน้อยที่สุด นอกจากนี้การใช้อัตราส่วนระหว่างฟ้าทะลายโจรต่อเอธานอลและเวลาที่ใช้ในการสกัดยังไม่ให้ค่าการสกัดที่ดีที่สุด เนื่องจากรายงานของกนกกัณฑ์ เนียมทันฑ์ และเวชยันต์ สุวรรรมาโจ, 2543 รายงานถึงเวลาในการสกัดที่ต้องใช้มากกว่า 24 ชั่วโมง และปริมาณเอทานอลที่ใช้ต่อปริมาณ ผงฟ้าทะลายโจรมีอัตราส่วนค่อนข้างสูง (20มิลลิตร ต่อ ผงฟ้าทะลายโจร 1 กรัม) และเมื่อสกัดได้แล้ว ต้องระเหยเอาเอธานอลออกในปริมาณมาก ต้องใช้อุณหภูมิต่ำในการระเหยเอธา นอลออกมา เนื่องจากแอนโดรกราโฟไลน์เสื่อมสภาพที่อุณหภูมิสูงกว่า 60 องศาเซลเซียส และใช้เวลานาน จึงเป็นข้อด้อยในการทำใน อุตสาหกรรม ผู้ทดลองจึงได้มีการใช้ 1,1,1,2-TETRAFLUOROETHANE เพื่อศึกษาความเป็นไปได้ในการสกัดแอนโดรกราโฟไลน์จากฟ้าทะลายโจรผง (ใบและก้าน) โดยใช้เครื่องสกัดที่ออกแบบและสร้างขึ้นเอง




รูปที่ 5 Chromatographic fingerprint ของแอนโดรกราโฟไลด์และสารอนุพันธ์อื่น ๆ ที่พบในสารสกัดฟ้าทะลายโจร ภาพบนคือแอนโดรกราโฟไลน์มาตรฐาน ภาพกลางคือองค์ประกอบของสารที่สกัดได้โดยใช้ solucicator และภาพล่างคือสารองค์ประกอบของสารที่สกัดได้โดยใช้ R134a

3. วิเคราะห์ประสิทธิภาพการสกัดฟ้าทะลายโจรโดยใช้ R134a

จากการทดลองที่ใช้ R134a มาสกัดผงฟ้าทะลายโจร โดยใช้ R134a เป็นตัวทำละลายอย่างเดียว พบว่า จะไม่สามารถแยกแอนโดรกราโฟไลด์ออกมาได้ ซึ่งเป็นผลเนื่องมาจากการออกแบบเครื่องสกัดคือ เมื่อใส่ R134a ลงไปสกัดผงฟ้าทะลายโจรจนถึงเวลาที่กำหนด แล้วทำการแยกสาร R134a กลับคืน พบว่าที่ก้นภาชนะสกัดจะมีแต่ผงฟ้าทะลายโจร (Solid phase อย่างเดียว) จึงไม่สามารถบอกได้ว่า R134a สกัดแอนโดรแกรโฟไลด์ออกมาได้หรือไม่ จึงต้องมีการปรับวิธีการทดลองโดยใช้เอธานอล 95% เป็นตัวช่วยทำละลาย (co-solvent) โดยมีข้อสมมตฐานว่าเมื่อ R134a สกัดแอน

โดรกราโฟไลด์ออกจากผงฟ้าทะลายโจรแล้ว แอนโดรกราโฟไลท์น่าจะละลายอยู่ในเอธานอล และสามารถแยกออกมาตรวจสอบปริมาณได้

จากการทดลองการสกัดฟ้าทะลายโจรโดยใช้ R134a เป็นตัวทำละลาย และใช้เอธานอลเป็นตัวทำละลายร่วมในการสกัด จะพบว่าสามารถสกัดฟ้าทะลายโจรได้โดยค่าที่สกัดได้สูงสุดคือได้สารแอนโดรกราโฟไลด์ 1.25 มิลลิกรัมต่อกรัมฟ้าทะลายโจรแห้ง เนื่องจาก R134a เป็นตัวทำละลายที่ไม่มีขั้ว เมื่อใช้ร่วมกับเอธานอล เป็นตัวทำละลายที่มีขั้ว สามารถเข้าไปจับสารแอนโดรกราโฟไลด์ที่มีอยู่ในฟ้าทะลายโจรได้ เนื่องจากสารแอนโดรกราโฟไลด์เป็นสารที่สามารถละลายได้ดีในแอลกอฮอล์ และสามารถละลายในน้ำได้เล็กน้อย (มีขั้วเล็กน้อย, weak polarity)

จากการทดลองของ Owen J. Catchpol และ Kätrin proells (2001) โดยใช้ R134a ในการสกัด squalenes, Oleic acid, Soya oil และ deep sea shark liver oil โดยในการทดลองตอนแรกได้ทำการทดลองใช้ R134a เป็นตัวทำละลายเพียงอย่างเดียวในการสกัด ซึ่งจะพบว่าประสิทธิภาพในการสกัดจะค่อนข้างต่ำ และเมื่อใช้ R134a เป็นตัวทำละลาย โดยมี dimethyl ether และบิวเทน เป็นตัวช่วยทำละลาย จะพบว่าประสิทธิในการสกัดดีขึ้น ซึ่งเป็นการชี้ให้เห็นว่า R134a สามารถที่จะผสมกับตัวทำละลายแล้วช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการสกัดได้

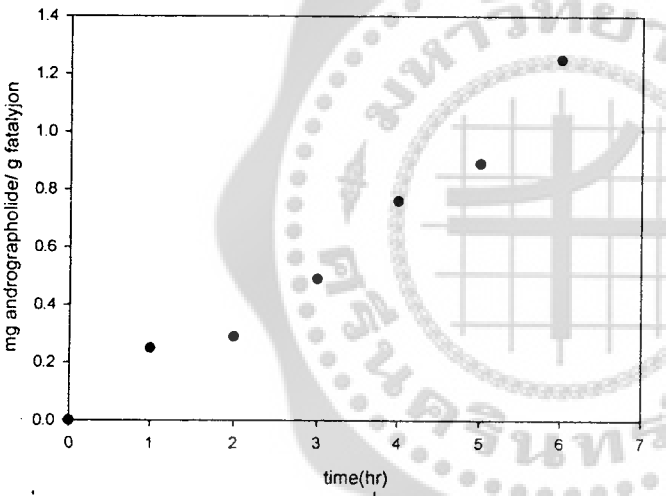
ในการทดลองเพื่อหาประสิทธิภาพการสกัดเมื่อใช้เครื่องสกัดที่สร้างขึ้นโดยใช้เอธานอลเป็นสารสกัดเพียงอย่างเดียว เปรียบเทียบกับการใช้เอธานอลร่วมกับ R134a เป็นสารสกัดพบว่าเมื่อใช้เอธานอลเป็นสารสกัดเพียงอย่างเดียว จะสกัดแอนโดรกราโฟไลด์ได้เท่ากับ 0.22 มิลลิกรัมต่อกรัมผงฟ้าทะลายโจร ส่วนการทดลองที่ใช้เอธานอล 50 มิลลิลิตร ร่วมกับ R134a ประมาณ 300 มิลลิลิตร สกัดฟ้าทะลายโจรแห้งที่น้ำหนักเท่ากัน และจำนวนขั้วโมงเท่ากัน พบว่าสามารถสกัดแอนโดรกราโฟไลด์ได้ 1.25 มิลลิกรัมต่อกรัมผงฟ้าทะลายโจรแห้ง ซึ่งสามารถสรุปได้ว่า R134a ช่วยในการสกัดสารแอนโดรกราโฟไลด์จริง

แต่เมื่อเปรียบเทียบกับปริมาณแอนโดรกราโฟไลด์ที่สกัดโดยใช้ R134a ร่วมกับเอธานอลจากผงฟ้าทะลายโจร กับการสกัดโดยใช้เอธานอลเพียงอย่างเดียวโดยวิธีการเขย่าเพื่อหาปริมาณแอนโดรโฟไลด์สูงสุด พบว่าปริมาณแอนโดรกราโฟไลด์สูงสุดที่ได้จากวิธีเขย่าจะมีค่ามากกว่าจากวิธีสกัดประมาณ 6.5 เท่า สาเหตุอาจจะเนื่องมาจากพื้นที่ผิวสัมผัสระหว่างผงฟ้าทะลายโจรและเอธานอลต่างกันเมื่อใช้การสกัดด้วยเครื่องสกัดกับวิธีเขย่าด้วยเครื่อง solucicator เมื่อใช้เอธานอลเป็นสารสกัด โดยพื้นที่ผิวสัมผัสเมื่อใช้เครื่องสกัดจะน้อยกว่า เนื่องจากว่าต้องบรรจุผงฟ้าทะลายโจรแห้งในภาชนะที่เป็นลักษณะถุงชาเพื่อที่จะนำไปใส่ลงในเครื่องสกัดได้ และอีกสาเหตุหนึ่งอาจเป็นว่า เมื่อทำการทดลองเสร็จสิ้นจะต้องทำการดึง R134a กลับเข้าสู่ระบบของเครื่อง ทำให้อาจมีเอธานอลที่มีสารแอนโดรกราโฟไลด์ระเหยไปด้วยบางส่วน อย่างไรก็ตาม การทดลองนี้แสดงให้เห็นว่าเครื่องสกัดสามารถใช้แยกสารแอนโดรกราโฟไลด์ที่ออกจากผงฟ้าทะลายโจรแห้งได้ วิธีการเขย่าโดยใช้ solucicator นั้นจะบรรจุผงฟ้าทะลายโจรลงในภาชนะขวดรูปชมพู่ผสมร่วมกับเอธานอล โดยใช้ผงฟ้าทะลายโจรปริมาณเท่ากับ 50 กรัมต่อเอธานอล 200 มิลลิลิตร ทำให้มีการผ่านการสัมผัสโดยตรง

เมื่อใช้เอธานอลเป็นสารสกัดเพียงอย่างเดียว แต่วิธีสกัดแตกต่างกันคือ การใช้เครื่องสกัด และใช้เครื่องเขย่า พบว่าความเข้มข้นของสารแอนโดรกราโฟไลด์ที่ได้จากวิธีเขย่าจะมากกว่าความเข้มข้นที่ได้จากวิธีการสกัดประมาณ 37 เท่า ซึ่งเป็นการชี้ให้เห็นว่า พื้นที่ผิวสัมผัสในการสกัดเป็นสาเหตุหนึ่งที่ทำให้ค่าความเข้มข้นของสารแอนโดรแกรโฟไลท์ มีค่าความเข้มข้นน้อยกว่าค่าความเข่มข้นโดยวิธีการเขย่า อย่างไรก็ตาม การใช้เครื่องสกัดในการสกัดสารแอนโดรกราโฟไลด์ ยังให้ประสิทธิภาพในการสกัดต่ำ จึงควรมีการปรับปรุงเครื่องสกัด

4. เวลามีผลต่อความเข้มข้นของตัวยาในผงฟ้าทะลายโจร

จากรูปที่ 6 จะแสดงถึงปริมาณสารแอนโดรกราโฟไลด์ที่สกัดได้ต่อกรัมผงฟ้าทะลายโจรในจำนวนชั่วโมงต่าง ๆ กันไป จะพบว่าเมื่อทำการทดลองสกัดที่ชั่วโมงที่ 1 จะได้แอนโดรกราโฟไลด์ เท่ากับ 0.25 มิลลิกรัมต่อกรัมฟ้าทะลายโจรแห้ง แต่เมื่อทำการเพิ่มเวลาในการสกัด พบว่าปริมาณแอนโดรกราโฟไลด์ที่สกัดได้จะเพิ่มขึ้นจนได้ปริมาณมากที่สุดที่เวลา 6 ชั่วโมง (เวลาที่มากที่สุดที่ใช้ในการทดลองนี้) โดยได้แอนโดรกราโฟไลด์ 1.25 มิลลิกรัมต่อกรัมฟ้าทะลายโจรแห้ง ซึ่งคิดเป็น 15 % ของปริมาณแอนโดรกราโฟไลน์ที่สกัดได้สูงสุดโดยใช้วิธีดั้งเดิม แต่พบว่าปริมาณสารแอนโดรกราโฟไลด์มีแนวโน้มสูงขึ้น เมื่อใช้เวลาในการสกัดเพิ่มมากขึ้น




รูปที่ 6 ปริมาณสารแอนโดรกราโฟไลด์ที่สกัดได้ต่อกรัมผงฟ้าทะลายโจรแห้งเมื่อเวลาที่ใช้ในการสกัดเพิ่มขึ้น สภาวะที่ใช้ในการสกัดคือใช้ความดัน 85 ปอนด์ต่อตารางนิ้วและอุณหภูมิ 294 เคลวิน

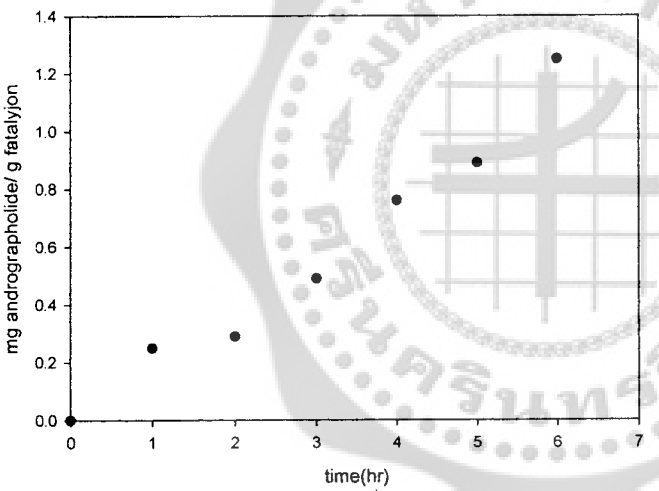
5. วิเคราะห์ผลกระทบของอุณหภูมิและความดันมีผลต่อความเข้มข้นของสารแอนโดรกราโฟไลด์ในผงฟ้าทะลายโจรที่ผ่านการสกัดด้วยเครื่องสกัด

ปริมาณสารแอนโดรกราโฟไลด์ต่อกรัมฟ้าทะลายโจรแห้ง ในสภาวะการสกัดที่อุณหภูมิ 273 เคลวินและความดัน 60, 65, 70, 75, 80, และ 85 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว ตามลำดับ จะแสดงในรูปที่ 4 ซึ่งความดันที่ 85 ปอนด์ต่อตารางนิ้วเป็นความดันสูงสุดที่เครื่องสกัดนี้จะทำได้ จากรูปที่ 7 พบว่าเมื่อสกัดที่ความดัน 60 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว จะได้ปริมาณแอนโดรแกรโฟไลท์ 0.45 มิลลิกรัมต่อกรัมผงฟ้าทะลายโจรแห้ง และเพิ่มขึ้นเป็น 0.87 มิลลิกรัมต่อกรัมผงฟ้าทะลายโจรแห้งเมื่อใช้ความดัน 85 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว ซึ่งผลการทดลองที่ได้มีแนวโน้มเดียวกันกับการทดลองของ Catchpol และ

เมื่อใช้เอธานอลเป็นสารสกัดเพียงอย่างเดียว แต่วิธีสกัดแตกต่างกันคือ การใช้เครื่องสกัด และใช้เครื่องเขย่า พบว่าความเข้มข้นของสารแอนโดรกราโฟไลด์ที่ได้จากวิธีเขย่าจะมากกว่าความเข้มข้นที่ได้จากวิธีการสกัดประมาณ 37 เท่า ซึ่งเป็นการชี้ให้เห็นว่า พื้นที่ผิวสัมผัสในการสกัดเป็นสาเหตุหนึ่งที่ทำให้ค่าความเข้มข้นของสารแอนโดรแกรโฟไลท์ มีค่าความเข้มข้นน้อยกว่าค่าความเข่มข้นโดยวิธีการเขย่า อย่างไรก็ตาม การใช้เครื่องสกัดในการสกัดสารแอนโดรกราโฟไลด์ ยังให้ประสิทธิภาพในการสกัดต่ำ จึงควรมีการปรับปรุงเครื่องสกัด

4. เวลามีผลต่อความเข้มข้นของตัวยาในผงฟ้าทะลายโจร

จากรูปที่ 6 จะแสดงถึงปริมาณสารแอนโดรกราโฟไลด์ที่สกัดได้ต่อกรัมผงฟ้าทะลายโจรในจำนวนชั่วโมงต่าง ๆ กันไป จะพบว่าเมื่อทำการทดลองสกัดที่ชั่วโมงที่ 1 จะได้แอนโดรกราโฟไลด์ เท่ากับ 0.25 มิลลิกรัมต่อกรัมฟ้าทะลายโจรแห้ง แต่เมื่อทำการเพิ่มเวลาในการสกัด พบว่าปริมาณแอนโดรกราโฟไลด์ที่สกัดได้จะเพิ่มขึ้นจนได้ปริมาณมากที่สุดที่เวลา 6 ชั่วโมง (เวลาที่มากที่สุดที่ใช้ในการทดลองนี้) โดยได้แอนโดรกราโฟไลด์ 1.25 มิลลิกรัมต่อกรัมฟ้าทะลายโจรแห้ง ซึ่งคิดเป็น 15 % ของปริมาณแอนโดรกราโฟไลน์ที่สกัดได้สูงสุดโดยใช้วิธีดั้งเดิม แต่พบว่าปริมาณสารแอนโดรกราโฟไลด์มีแนวโน้มสูงขึ้น เมื่อใช้เวลาในการสกัดเพิ่มมากขึ้น




รูปที่ 6 ปริมาณสารแอนโดรกราโฟไลด์ที่สกัดได้ต่อกรัมผงฟ้าทะลายโจรแห้งเมื่อเวลาที่ใช้ในการสกัดเพิ่มขึ้น สภาวะที่ใช้ในการสกัดคือใช้ความดัน 85 ปอนด์ต่อตารางนิ้วและอุณหภูมิ 294 เคลวิน

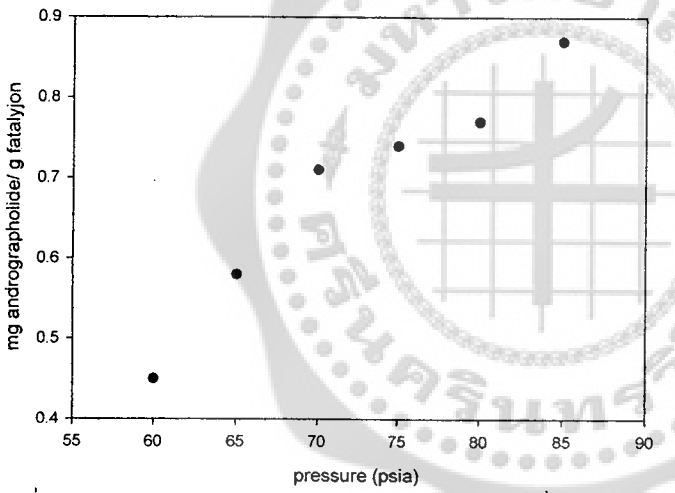
5. วิเคราะห์ผลกระทบของอุณหภูมิและความดันมีผลต่อความเข้มข้นของสารแอนโดรกราโฟไลด์ในผงฟ้าทะลายโจรที่ผ่านการสกัดด้วยเครื่องสกัด

ปริมาณสารแอนโดรกราโฟไลด์ต่อกรัมฟ้าทะลายโจรแห้ง ในสภาวะการสกัดที่อุณหภูมิ 273 เคลวินและความดัน 60, 65, 70, 75, 80, และ 85 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว ตามลำดับ จะแสดงในรูปที่ 4 ซึ่งความดันที่ 85 ปอนด์ต่อตารางนิ้วเป็นความดันสูงสุดที่เครื่องสกัดนี้จะทำได้ จากรูปที่ 7 พบว่าเมื่อสกัดที่ความดัน 60 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว จะได้ปริมาณแอนโดรแกรโฟไลท์ 0.45 มิลลิกรัมต่อกรัมผงฟ้าทะลายโจรแห้ง และเพิ่มขึ้นเป็น 0.87 มิลลิกรัมต่อกรัมผงฟ้าทะลายโจรแห้ง เมื่อใช้ความดัน 85 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว ซึ่งผลการทดลองที่ได้มีแนวโน้มเดียวกันกับการทดลองของ Catchpol และ

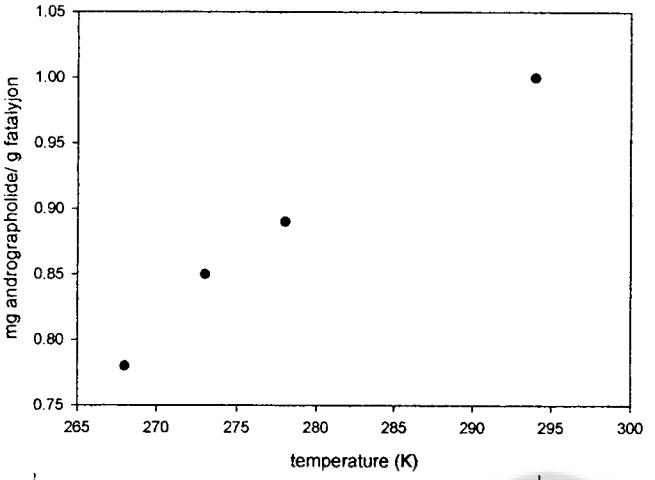
Proells (2001) ซึ่งอาจสรุปได้ว่าเมื่อความดันสูงขึ้น ปริมาณสารแอนโดรกราโฟไลด์ที่สกัดได้มีแนวโน้มสูงขึ้น ซึ่งผลการทดลองที่ได้มีแนวโน้มเดียวกันกับการทดลองของ Owen J. Catchpol และ Katrin proells (2001)

ในการทดลองของ Owen J. Catchpol และ Katrin proells ได้ใช้ Subcritical R134a ในการสกัด squalenes, Oleic acid, Soya oil และ deep sea shark liver oil โดยใช้ความดันที่ 60 bars (870 psia) และอุณหภูมิในช่วง 303 – 353 K จะพบว่าเมื่อทำการทดลองโดยไม่มีการเปลี่ยนความดัน แต่ทำการเพิ่มอุณหภูมิ ปริมาณ lipid ที่ได้จะเพิ่มตามอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นด้วยเช่นกัน อย่างไรก็ตาม การทดลองนี้ใช้ Subcritical R134a เป็นตัวทำละลายในการสกัดจึงทำให้ช่วงของอุณหภูมิที่ใช้คือ 303 – 353 เคลวิน ซึ่งจะสูงกว่าการทดลองนี้ที่ใช้ R134a ที่เป็นของเหลว

ส่วนผลของอุณหภูมิที่ใช้ต่อปริมาณสารแอนโดรกราโฟไลด์ที่สกัดได้จะให้ผลเช่นเดียวกัน ดังแสดงในรูปที่ 8 โดยอุณหภูมิที่ใช้จะอยู่ในช่วง 283 – 294 เคลวิน แต่การสกัดจะไม่สามารถใช้อุณหภูมิสูงกว่า 333 เคลวินได้เนื่องจากแอนโดรกราโฟไลด์จะเสื่อมสภาพที่อุณหภูมิสูงกว่านี้




รูปที่ 7 ผลของความดันต่อปริมาณสารแอนโดรกราโฟไลด์ที่สกัดได้ต่อกรัมผงฟ้าทะลายโจรเมื่อใช้เครื่องสกัดที่อุณหภูมิ 273 เคลวินและใช้เวลาในการสกัด 5 ชั่วโมง




รูปที่ 8 ผลของอุณหภูมิต่อปริมาณสารแอนโดรกราโฟไลด์ที่สกัดได้ต่อกรัมผงฟ้าทะลายโจรเมื่อใช้เครื่องสกัดที่ความดัน 85 ปอนด์ต่อตารางนิ้วและใช้เวลาในการสกัด 5 ชั่วโมง

เมื่อทำการเปรียบเทียบผลการทดลองที่ได้กับผลการทดลองของ Filipe Gaspar (2002) ที่ใช้คาร์บอนไดออกไซด์ ในการสกัด essential oil และไข โดยศึกษาผลกระทบของอุณหภูมิและความดันที่มีผลต่อการสกัด โดยได้ทำการสกัดในช่วงความดัน 50 – 200 bar (725 – 2903 psia) และอุณหภูมิ 300 – 320 เคลวิน โดยได้มีการทดลองเปลี่ยนความดันและอุณหภูมิ 18 ค่า โดยใช้ตัวอย่างเป็น Bracts 30 กรัม ซึ่งช่วงความดันและอุณหภูมิที่ใช้จะทำให้คาร์บอนไดออกไซด์อยู่ในช่วงของ Gas, liquid, และ supercritical คาร์บอนไดออกไซด์ พบว่ายิ่งเมื่อทำการเพิ่มความดันและอุณหภูมิ พบว่ายิ่งเมื่อทำการเพิ่มความดันและอุณหภูมิขึ้น จะทำให้เปอร์เซ็นต์ของการสกัดมากขึ้นด้วย แต่ถ้ามองในช่วงของคาร์บอนไดออกไซด์เหลว จะเห็นว่าเปอร์เซ็นต์ในการสกัดจะเพิ่มขึ้นก็ต่อเมื่อมีการทำการสกัด โดยทำการควบคุมอุณหภูมิให้อยู่ประมาณ 300 เคลวิน (เป็นช่วงอุณหภูมิด้านล่างของการทดลอง) และเพิ่มความดัน เป็นการชี้ให้เห็นถึงสภาวะอันเหมาะสมในการใช้คาร์บอนไดออกไซด์เหลวในการสกัด

# บทที่ 5
# สรุปผลการทดลอง

สามารถใช้เครื่องสกัดที่ใช้ 1,1,1,2-TETRAFLUOROETHANE ร่วมกับเอธานอลสกัดสารแอนโดรกราโฟไลน์จากพืชสมุนไพรฟ้าทะลายโจรได้ แม้ว่าจะให้ประสิทธิภาพไม่ดีเท่าการสกัดแบบดั้งเดิม แต่จะมีข้อดีคือ จะใช้เวลาน้อยลงในการระเหยเอธานอลเพื่อทำให้แอนโดรกราโฟไลน์บริสุทธิ์ขึ้น นอกจากนี้ยังพบว่าการใช้อุณหภูมิและความดันสูงจะทำให้สามารถสกัดแอนโดรกราโฟไลน์ได้ดีขึ้น ซึ่งจากผลการทดลองนี้จะได้นำไปใช้ในการออกแบบและปรับปรุงเครื่องสกัดต่อไป

**เอกสารอ้างอิง**

กนกกัณฑ์ เนียมทันต์ และเวชยันต์ สุวรรรมาโจ, 2543, การอบแห้งสมุนไพรสกัดฟ้าทะลายโจร, โครงงานวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

สถาบันวิจัยสมุนไพรไทย, 2542, มาตรฐานสมุนไพรไทย ฟ้าทะลายโจร, กรมวิทยาศาสตร์การแพทย์ กระทรวงสาธารณสุข, หน้า 1, 22

Catchpole OJ and Proells K, 2001, Solubility of squalene, oleic acid, soya oil, and deep sea shark liver oil in subcritical R134a from 303 to 353K, *Industrial & engineering chemistry research*, 40(3), p 965-972.

Catchpole OJ and Grey JB, 1999, Extraction of natural products using liquid 1,1,1,2-Tetrafluoroethane (R134a). CISF 99, 5th *Conference on supercritical fluids and their applications*, Garda, Italy, p 129

Eldrige RB, 1996, Oil contaminant removal from Drill cuttings by supercritical extraction, *Industrial & engineering chemistry research*, 35, p 1901-1905.

Gaspar F, 2002, Extraction of essential oils and cuticular waxes with compressed CO2: Effect of extraction pressure and temperature, *Industrial & engineering chemistry research*, 40(10), p 2497-2503.

Lang Q, and Wai C.H. , 2001, Supercritical fluid extraction in herbal and natural product studies-a practical review, *Talanta* 53, p 771-782

Nicola M, 1998, Solvent Extraction process, International Patent Application WO98/45013

Powell RL, Naokes TJ, and Wilde PJ, 1995, Solvent Extraction process, International Patent Application WO95/26794.

Roth M, 1996, Thermodynamic prospects of alternative refrigerants as solvents for supercritical fluid extraction, *Analytical Chemistry*, 68(24), p 4474-4480

Simoes PC and Catchpole OJ, 2002, Fractionation of lipid mixtures by subcritical R134a in a packed column, *Industrial & engineering chemistry research*, 41(2), p 267-276.

Wilde PF, 1994, Fragrance Extraction, European Patent Application EP616821 A1.

Yu T and Chang JY, 2001, Measurements of partition coefficients in water-1,1,1,2-tetrafluoroethane by countercurrent cheronatography, *Journal of liquid chromatography&related technologies*, 24(11-12), p 1607-1615.