

ม. 10 รายงานการวิจัย



311 30 1. การเติมสเตอรินที่เหมาะสมในการตกผลึกน้ำมันปาล์ม ✓
1b Optimum Stearin Adulteration in Palm Oil Crystallization # 100,000,000

งบประมาณแผ่นดิน 2540

1b ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์

710 24 1. มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์, ทบวงมหาวิทยาลัย

คณะผู้วิจัย
นายชาคริต
นายสุธรรม
นางจรรยา

ทองอุไร
สุขมณี # 100,000,000
อินทมณี # 100,000,000

หัวหน้าโครงการ
ผู้ร่วมวิจัย
ผู้ร่วมวิจัย

Order Key 16120
BIB Key 145462

เลขที่ TP684 P3 813
เลขทะเบียน [254101
10/ก.ค. 2541

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาผลของการเติมสเตียรีนในน้ำมันปาล์มรีไฟน์ของกระบวนการตกผลึกแยกสเตียรีนและโอเลอินเพื่อประโยชน์ในการผลิตเชิงอุตสาหกรรม โอเลอินที่ได้ต้องมีคุณสมบัติผ่านมาตรฐานที่ต้องการคือค่าไอโอดีนสูงกว่า 55 - 57 และจุดขุ่นต่ำกว่า 9^oซ. จากการทดลองพบว่าอุณหภูมิการตกผลึกเป็นตัวแปรสำคัญที่จะได้โอเลอินตามมาตรฐานและอุณหภูมิที่ใช้จะต้องไม่เกิน 20^oซ. เวลาในการตกผลึกที่นานมากเกินไปจะทำให้ผลได้ของโอเลอินน้อยลงแต่คุณภาพของโอเลอินจะสูงขึ้น ปริมาณสเตียรีนที่เติมในสัดส่วน 1 : 9 จะได้ผลได้ที่สูงขึ้นและคุณภาพของสเตียรีนที่เติมไม่แสดงอิทธิพลที่สำคัญอย่างเด่นชัด การถ่ายโอนมวลสารและความร้อนที่สม่ำเสมอในการตกผลึกมีส่วนสำคัญอย่างมากต่อผลได้และคุณภาพโอเลอิน

Abstract

Stearin adulteration in refined palm oil crystallization was investigated for industrial separation of stearin and olein. The important standard properties of olein are the iodine number which must be higher than 55 - 57 and the cloud point which must be lower than 9°C . The crystallization temperature is the most important parameter of the process to obtain the standard olein properties and should not exceed 20°C . Longer crystallization time may be the cause of lower yields but higher quality. The stearin adulteration at the ratio of 1 : 9 leads to higher yields but the quality of stearin adulteration shows unimportant effects. The uniformity of heat and mass transfer in the crystallization process are important factors in obtaining higher yields and quality of olein.

สารบัญ

	หน้า
สารบัญ	(1)
รายการตาราง	(4)
รายการภาพประกอบ	(6)
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 บทนำตั้งเรื่อง	1
1.2 ความรู้เบื้องต้นเกี่ยวกับการแปรรูปปาล์มน้ำมัน	2
1.2.1 กระบวนการสกัดน้ำมันปาล์มดิบ	2
1.2.2 มาตรฐานคุณภาพของน้ำมันปาล์มดิบ	4
1.3 การกลั่นน้ำมันปาล์มให้บริสุทธิ์	5
1.3.1 กระบวนการทางเคมี	5
1.3.2 กระบวนการทางกายภาพ	6
1.4 เคมีของน้ำมันปาล์มและน้ำมันเมล็ดใน	8
1.4.1 ธรรมชาติของกรดอินทรีย์ของน้ำมันปาล์ม	9
1.4.2 องค์ประกอบของกรดไขมันของน้ำมันปาล์มและ น้ำมันเมล็ดในปาล์ม	11
1.5 ตรวจเอกสาร	15
1.5.1 กระบวนการแยกลำดับส่วนของน้ำมันปาล์ม	16
1.5.2 การตกผลึก	18
1.5.3 อื่นๆ	22
1.5.4 การศึกษาการตกผลึกจาก Differential Scanning Calorimetry	27
1.5.5 การเติมสเตียรินลงในน้ำมันปาล์ม	28

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
บทที่ 2 ทฤษฎีการตกผลึก	30
2.1 บทนำเบื้องต้น	30
2.2 รูปร่างทางเรขาคณิตของผลึก	31
2.3 สมดุลของการละลายในการตกผลึก	32
2.4 ผลได้ ดุลมวลสารและความร้อนในการตกผลึก	33
2.4.1 ผลได้และดุลมวลสารในการตกผลึก	33
2.4.2 อิทธิพลของความร้อนและดุลความร้อนของ การตกผลึก	33
2.5 เครื่องตกผลึก	34
2.5.1 ตัวอย่างของเครื่องตกผลึก	35
2.6 ทฤษฎีการตกผลึก	37
2.6.1 บทนำ	37
2.6.2 Nucleation	38
2.6.3 อัตราการเติบโตของผลึกและสัมประสิทธิ์การเติบโต	39
2.6.4 กฎ ΔL ของการเติบโตของผลึก	41
บทที่ 3 วิธีการวิจัย	42
3.1 วัสดุ	42
3.2 อุปกรณ์	42
3.3 วิธีดำเนินการ	43
3.3.1 วิธีวิเคราะห์หาร้อยละของกรดไขมันอิสระในรูปกรด โอเลอิก	43
3.3.2 วิธีวิเคราะห์ค่าไอโอดีน	44
3.3.3 วิธีการเตรียมสารละลาย	45
3.4 การคำนวณผลได้	48
3.4.1 กรณีที่ไม่มีการเติมสเตียริน	48
3.4.2 กรณีที่เติมสเตียริน	48

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
3.5 วิธีการวิจัย	49
บทที่ 4 ผลและวิเคราะห์ผลการวิจัย	54
4.1 ชนิดของใบพัดกวนที่เหมาะสม	54
4.2 อัตราการกวนที่เหมาะสม	56
4.3 อุณหภูมิในการตกผลึกเมื่อเติมสเตียริน	58
4.4 เวลาในการตกผลึกเมื่อเติมสเตียริน	60
4.5 สัดส่วนของสเตียรินที่ใช้เติม	62
4.6 อุณหภูมิในการตกผลึกเมื่อเติมสเตียรินด้วยสัดส่วนและ ค่าไอโอดีนต่างกัน	65
บทที่ 5 บทวิจารณ์และสรุปผลการวิจัย	68

รายการตาราง

ตาราง	หน้า
1.1 มาตรฐานคุณภาพของน้ำมันปาล์มดิบ	4
1.2 กรดไขมันสามัญบางชนิด	11
1.3 กรดไขมันของน้ำมันปาล์ม	12
1.4 กรดไขมันของน้ำมันเมล็ดในปาล์ม	13
1.5 กรดไขมันของน้ำมันมะพร้าว	14
1.6 ส่วนประกอบเป็นร้อยละของส่วนที่เป็นของแข็งและของเหลว ที่ได้จากน้ำมันปาล์ม โดยกระบวนการแยกลำดับส่วน	15
1.7 กระบวนการแยกลำดับส่วนของน้ำมันปาล์มโดยวิธีต่างๆ	17
1.8 แสดงพฤติกรรมกรรมการตกผลึกของน้ำมันปาล์มที่มีปริมาณ กรดไขมันอิสระต่างกัน	25
1.9 ผลของไดกลีเซอไรด์ต่อปริมาณของแข็งของน้ำมันปาล์ม	26
1.10 α Lifetime	26
1.11 ชนิดของกลีเซอไรด์ของน้ำมันปาล์ม	27
3.1 ปริมาณตัวอย่างที่ใช้วิเคราะห์ค่าไอโอดีน	44
3.2 สัดส่วนของสเตียรีนที่เติมลงในน้ำมันปาล์มรีไฟน์	49
3.3 สรุปรูปตัวแปรที่ใช้ในการวิจัย	51
4.1 ผลได้และค่าไอโอดีนของสเตียรีนและโอเลอิน เมื่อใช้ใบพัดกวน ต่างกัน	54
4.2 ผลได้และค่าไอโอดีนของสเตียรีนและโอเลอิน เมื่อใช้อัตรา การกวนต่างกัน	56
4.3 ผลได้และค่าไอโอดีนของสเตียรีนและโอเลอิน เมื่อตกผลึกด้วย การเติมสเตียรีน (ค่าไอโอดีน 45.70) โดยใช้อุณหภูมิต่างกัน	58
4.4 ผลได้และค่าไอโอดีนของสเตียรีนและโอเลอิน เมื่อตกผลึกด้วย การเติมสเตียรีน (ค่าไอโอดีน 45.97) โดยใช้เวลาดกผลึกต่างกัน	60

รายการตาราง (ต่อ)

ตาราง	หน้า
4.5 ผลได้และค่าไอโอดีนของสเตียร์นและโอเลอินที่แยกได้ เมื่อเติมสเตียร์นด้วยสัดส่วนต่างกัน	62
4.6 ผลได้และค่าไอโอดีนของสเตียร์นและโอเลอิน เมื่อตกผลึกด้วยการเติมสเตียร์นในสัดส่วนและค่าไอโอดีนต่างกัน	65
5.1 เปรียบเทียบผลการทดลอง เมื่อใช้สัดส่วนของสเตียร์นต่างกัน	69
5.2 แสดงผลได้ที่ลดลง เมื่อตกผลึกโดยการเติมสเตียร์น	69
5.3 เปรียบเทียบผลการทดลองของงานวิจัยกับของธเนศ (2538)	70
ก1. ผลได้และค่าไอโอดีนของสเตียร์นและโอเลอินเมื่อใช้ชนิดใบพัด กวนต่างๆ	75
ก2. ผลได้และค่าไอโอดีนของสเตียร์นและโอเลอินเมื่อใช้อัตรา กวนต่างกัน	76
ก3. ผลได้และค่าไอโอดีนของสเตียร์นและโอเลอินเมื่อตกผลึกด้วย การเติมสเตียร์น(ค่าไอโอดีน=45.70) โดยใช้อุณหภูมิต่างกัน	77
ก4. ผลได้และค่าไอโอดีนของสเตียร์นและโอเลอินเมื่อตกผลึกด้วย การเติมสเตียร์น(ค่าไอโอดีน=45.97) โดยใช้เวลาการตกผลึก ต่างกัน	78
ก5. ผลได้และค่าไอโอดีนของสเตียร์นและโอเลอินเมื่อเติมสเตียร์น ด้วยสัดส่วนที่แตกต่างกัน	79
ก6. ผลได้และค่าไอโอดีนของสเตียร์นและโอเลอินเมื่อตกผลึกด้วย การเติมสเตียร์นในสัดส่วนและค่าไอโอดีนต่างกัน	80
ข1. เปรียบเทียบค่าไอโอดีนและจุดขุ่นของน้ำมันริน,มรกตและพลอย	82

รายการภาพประกอบ

ภาพประกอบ	หน้า
1.1 กระบวนการกลั่นน้ำมันปาล์มบริสุทธิ์	7
1.2 แผนภาพสภาพภูมิคุ้มด้วยวดยิ่ง	18
1.3 ผลของอุณหภูมิต่อสภาพการเกิดนิวเคลียสและการเติบโตของผลึก	20
1.4 ผลของกรดไขมันอิสระต่อปริมาณของแข็งในน้ำมันปาล์มดิบ	24
1.5 แสดงกราฟของการลดอุณหภูมิของน้ำมันปาล์มที่เติมสเตียรีนในสัดส่วนต่างกัน	29
2.1 สภาพการละลายได้ของโซเดียมโซโอสัลเฟตในน้ำ	32
2.2 ชนิดของเครื่องตกผลึก	37
2.3 การอธิบายการตกผลึกเชิงคุณภาพของ Miers	39
3.1 รูปแบบใบพัดกวนที่ใช้ทดลอง	50
3.2 แสดงอุปกรณ์ในการตกผลึก	53
4.1 ผลได้และค่าไอโอดีนของสเตียรีนและโอเลอิน เมื่อใช้ใบพัดกวนต่างกัน	54
4.2 ผลได้และค่าไอโอดีนของสเตียรีนและโอเลอิน เมื่อใช้อัตราการกวนต่างกัน	56
4.3 ผลได้และค่าไอโอดีนของสเตียรีนและโอเลอิน ที่ตกผลึกโดยการเติมสเตียรีน (9:1) เมื่อใช้อุณหภูมิในการตกผลึกต่างกัน	58
4.4 ผลได้และค่าไอโอดีนของสเตียรีนและโอเลอิน ที่ตกผลึกโดยการเติมสเตียรีน (9:1) เมื่อใช้เวลาในการตกผลึกต่างกัน	60
4.5.1 ผลได้และค่าไอโอดีนของสเตียรีนและโอเลอิน ที่ตกผลึกโดยการเติมสเตียรีน (IV.= 43.43) ด้วยสัดส่วนต่างกัน	62
4.5.2 ผลได้และค่าไอโอดีนของสเตียรีนและโอเลอิน ที่ตกผลึกโดยการเติมสเตียรีน (IV.= 38.53) ด้วยสัดส่วนต่างกัน	63

รายการภาพประกอบ (ต่อ)

ภาพประกอบ	หน้า
4.6.1 ผลได้และค่าไอโอดีนของสเตียร์นและโอเลอิน ที่ตกผลึกโดย การเติมสเตียร์น ตกผลึกที่อุณหภูมิและสัดส่วนต่างกัน	66
4.6.2 ผลได้และค่าไอโอดีนของสเตียร์นและโอเลอิน ที่ตกผลึกโดย การเติมสเตียร์น (9:1) ที่มีค่าไอโอดีน และตกผลึกที่อุณหภูมิ ต่างกัน	66

บทที่ 1

บทนำ

1.1 บทนำต้นเรื่อง

ปาล์มน้ำมัน (*Elaeis guineensis*) เป็นพืชเศรษฐกิจทางภาคใต้ของประเทศไทย และน้ำมันปาล์มก็เป็นอุตสาหกรรมการเกษตรที่สำคัญของประเทศ กระบวนการผลิตจะเริ่มจากการหีบผลปาล์มสุก เพื่อให้ได้น้ำมันปาล์มดิบ (crude palm oil : CPO) จากนั้นนำไปกลั่นให้บริสุทธิ์เป็นน้ำมันปาล์มบริสุทธิ์ หรือน้ำมันปาล์มรีไฟน์ (refined palm oil) ซึ่งเป็นน้ำมันที่ประกอบไปด้วยของแข็ง เรียกว่า สเตียริน (stearin) และของเหลว เรียกว่าโอเลอิน (olein) ผสมกันอยู่ ส่วนน้ำมันปาล์มบริสุทธิ์นั้น ต้องการเฉพาะโอเลอิน จึงต้องแยกสเตียรินออก โดยกระบวนการแยกลำดับส่วน (fractionation) ซึ่งประกอบด้วยการตกผลึกโดยอาศัยความแตกต่างของจุดหลอมเหลว และการทำให้ผลึกสเตียรินมีขนาดและรูปร่างที่เหมาะสม ง่ายต่อการกรองแยกในขั้นตอนต่อไป กระบวนการการตกผลึกนี้ มีจุดประสงค์หลักคือ ต้องการผลได้ของโอเลอินสูง โดยมีค่าไอโอดีน (iodine value : IV) ผ่านมาตรฐานที่กำหนด โอเลอินถือเป็นผลิตภัณฑ์หลัก มีสภาพเป็นของเหลวที่อุณหภูมิห้อง นำไปใช้เป็นน้ำมันทอดหรือปรุงอาหารเป็นหลัก ส่วนสเตียรินถือเป็นผลิตภัณฑ์รอง ซึ่งมีสภาพเป็นของแข็งที่อุณหภูมิห้อง สามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้มากมาย แต่ไม่นิยมใช้ทอดหรือปรุงอาหาร เพราะมีลักษณะเป็นไขไม่น่ารับประทาน ส่วนใหญ่ใช้ทำมาการีน หรือทำสบู่ เป็นต้น

กระบวนการตกผลึกต้องอาศัยปัจจัยหลายอย่าง เช่น อุณหภูมิ เวลา อัตราการลดอุณหภูมิ และการกวน เป็นต้น ซึ่งในโรงงานอุตสาหกรรมก็ได้หาสภาวะที่เหมาะสมของปัจจัยเหล่านี้ เพื่อให้ผลได้ของโอเลอินดีที่สุด แต่สิ่งที่ยังไม่ได้คำนึงถึงคือการเพิ่มสัดส่วนของสเตียริน หรือการล่อผลึก (seeding) โดยเติมผลึกของสเตียริน ลงในน้ำมันปาล์มรีไฟน์ อาจจะช่วยให้สเตียรินตกผลึกได้ง่ายขึ้น หรือรวดเร็วขึ้น โดยไม่จำเป็นต้องลดอุณหภูมิลงจนถึงจุดที่เคยใช้ และอาจได้โอเลอินมากขึ้น

1.2 ความรู้เบื้องต้นเกี่ยวกับการแปรรูปปาล์มน้ำมัน

ปาล์มน้ำมันมีหลายพันธุ์ แต่ที่รู้จักกันโดยทั่วไปมี 3 พันธุ์คือ เทเนอร์่า (tenera) ดุร่า (dura) และพิสิเฟอร์่า (pisifera) พันธุ์ที่ให้ผลในเชิงเศรษฐกิจสูง และนิยมปลูกกันในปัจจุบันคือพันธุ์เทเนอร์่า ซึ่งเป็นพันธุ์ที่เปลือก (mesocarp) หนา เนื้อใน (kernel) หนา กะลา (shell) บาง และมีน้ำมันในผลปาล์มสูง ส่วนที่ให้น้ำมันที่มีคุณภาพดีและมีปริมาณมากคือส่วนเปลือกของผลปาล์ม แต่น้ำมันจากเนื้อในมีคุณภาพไม่เหมาะกับการบริโภคและมีปริมาณน้อยกว่า ในกระบวนการสกัดน้ำมันปาล์มดิบ จึงต้องหีบเอาน้ำมันจาก 2 ส่วนนี้ออกมา อาจจะแยกหรือผสมปนกัน ขึ้นอยู่กับกระบวนการที่ใช้

1.2.1 กระบวนการสกัดน้ำมันปาล์มดิบ

การสกัดน้ำมันปาล์มจากทะลายปาล์มสดนั้น มีมานานแล้วโดยชนพื้นเมืองในทวีปแอฟริกา ได้นำผลปาล์มมาต้มกับน้ำ แล้วใส่ครกตำ จากนั้นต้มให้ร้อนเพื่อแยกน้ำมันออกมา ต่อมามีการพัฒนากระบวนการผลิตโดยใช้เครื่องจักรที่ซับซ้อนและมีประสิทธิภาพมากขึ้น เช่น เครื่องหีบน้ำมันแบบแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง (centrifugal press) เครื่องหีบแบบไฮดรอลิก (hydraulic press) และเครื่องหีบแบบเกลียวอัด (screw press) เป็นต้น บางแบบได้รับการพัฒนาจนใช้กันแพร่หลายในปัจจุบัน สำหรับในประเทศไทยมีโรงงานสกัดน้ำมันปาล์มดิบ 3 แบบคือ

- กระบวนการสกัดน้ำมันแบบมาตรฐาน เริ่มจากการนำทะลายปาล์มสดมาอบด้วยไอน้ำที่อุณหภูมิ 120-130 °ซ. ความดันประมาณ 45 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว เป็นเวลา 45 นาที การอบทะลายมีจุดมุ่งหมายเพื่อหยุดปฏิกิริยาไลโปไลซิส ที่ทำให้เกิดกรดไขมันอิสระในผลปาล์ม และช่วยให้ผลปาล์มอ่อนนุ่มขั้วหลุดจากทะลายได้ง่าย ทะลายปาล์มที่อบแล้วจะถูกป้อนเข้าเครื่องแยกผลปาล์มออกจากทะลาย โดยส่วนใหญ่เป็นเครื่องแบบโรตารี ทะลายปาล์มเปล่าจะถูกแยกออกไป ส่วนผลปาล์มจะถูกย่อยด้วยเครื่องย่อยผลปาล์ม ซึ่งมีลักษณะเป็นถังทรงกระบอก ข้างในมีใบพัดกวานผลปาล์ม เพื่อทำให้เส้นใยฉีกย่อยออกจากเมล็ด และเซลล์น้ำมันแตกตัวออกมา ง่ายต่อการหีบน้ำมันจากนั้นจะถูกป้อนเข้าเครื่องหีบแบบเกลียวอัด ส่วนมากเป็นเกลียวอัดคู่ที่ทำงานโดยอัตโนมัติ น้ำมันที่หีบได้จะนำไปผ่านถังกรองเพื่อแยกน้ำมันออกจากน้ำมันกับเศษใยและสิ่งสกปรกอื่นๆ แล้วนำไปเข้าเครื่องเหวี่ยงแยกเพื่อแยกน้ำออก

แล้วไล่ความชื้นออกให้ได้มาตรฐานจึงเก็บในถังขนาดใหญ่ รอจำหน่ายโรงงานกลั่น
น้ำมันปาล์มบริสุทธิ์ต่อไป

ส่วนกากผลปาล์มจะนำมาแยกเอาเส้นใยออกจากเมล็ดด้วยเครื่องแยกเส้นใย
ส่วนใหญ่จะใช้แรงลมเป่าให้แยกออกไป เมล็ดที่แยกเส้นใยออกแล้วสามารถนำไป
กระเทาะเปลือก แล้วนำเมล็ดในไปหีบน้ำมันได้อีก แต่เป็นน้ำมันอีกเกรดหนึ่ง ข้อดี
ของกระบวนการผลิตแบบนี้คือ เครื่องจักรมีประสิทธิภาพสูง สามารถผลิตน้ำมันที่มี
คุณภาพได้มาตรฐาน มีกำลังการผลิตสูง แต่ปัญหาคือ มีน้ำเสียจากกระบวนการผลิต
ประมาณ 2.5 ลบ.เมตร ต่อตันวัตถุดิบ

- **กระบวนการสกัดน้ำมันแบบทอดผลปาล์ม** เป็นเทคโนโลยีที่พัฒนาขึ้นใน
ประเทศไทย โดยนายชาญและนายชิต ลิ้มวรพันธุ์ เมื่อ พ.ศ. 2522 สามารถใช้วัตถุดิบ
ในรูปของทะลายปาล์มสดหรือผลปาล์มร่วง ทะลายปาล์มสดจะนำมาเข้าเครื่องอบ
ทะลาย เช่นเดียวกับประเภทแรกจากนั้นแยกผลปาล์มออกจากทะลาย นำผลปาล์มไป
ทอดในรางด้วยน้ำมันปาล์มที่อุณหภูมิไม่เกิน 120°ซ. นาน 12-20 นาที โดยให้ความ
ร้อนด้วยไอน้ำ รอบรางลำเลียงนั้น วัตถุดิบจำพวกผลปาล์มร่วงจะนำมาทอดตรงจุดนี้
เช่นกัน จากนั้นนำผลปาล์มที่ทอดแล้วไปเข้าเครื่องหีบแบบเกลียวอัดคู่ น้ำมันที่หีบได้
จะถูกนำไปไล่ความชื้นในถังสุญญากาศที่อุณหภูมิ 80-90°ซ. นาน 30-60 นาที แล้ว
นำไปกรองผ่านเครื่องกรองแบบอัดหลายชั้น (filter press) เพื่อแยกสิ่งสกปรกออก
ก่อนบรรจุลงถังเก็บต่อไป ส่วนกากผลปาล์มจะนำไปแยกเอาเมล็ดในออกด้วยขั้นตอน
เช่นเดียวกับประเภทแรก ข้อดีของโรงงานประเภทนี้คือ ไม่มีน้ำเสียในกระบวนการ
ผลิต และสามารถรับวัตถุดิบได้ทั้งทะลายปาล์มและผลปาล์มร่วง

- **กระบวนการหีบน้ำมันผสม** ดัดแปลงจากโรงงานหีบน้ำมันมะพร้าว โดยใช้
ผลปาล์มร่วงเป็นวัตถุดิบ เริ่มจากการย่างผลปาล์มที่อุณหภูมิประมาณ 180-200°ซ.
ในกระบะ โดยเป่าลมร้อนจากเตาฟืนเข้ามาโดยตรง ใช้เวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำ
ผลปาล์มไปหีบน้ำมัน ด้วยเครื่องหีบน้ำมันมะพร้าว ซึ่งน้ำมันจากเปลือกและเมล็ดใน
จะผสมกันหมด นำน้ำมันที่ได้ไปกรองด้วยเครื่องกรองแบบอัดหลายชั้น โรงงาน
ประเภทนี้ใช้เงินลงทุนต่ำ สามารถหีบได้ทั้งผลปาล์ม มะพร้าว และเมล็ดยางพารา
กระบวนการผลิตง่าย ไม่ซับซ้อน แต่มีข้อเสียคือผลปาล์มถูกย่างด้วยความร้อนสูง ได้
น้ำมันที่ไหม้และสกปรก ทำให้การฟอกสีทำได้ยาก น้ำมันที่ได้มีกรดไขมันอิสระสูง
กว่าปกติ อีกทั้งน้ำมันที่ได้เป็นน้ำมันผสม จึงขายได้ในราคาต่ำกว่าน้ำมันจากเปลือก

1.2.2 มาตรฐานคุณภาพของน้ำมันปาล์มดิบ

โดยทั่วไป คุณภาพของน้ำมันปาล์มดิบ จะวัดจากกรดไขมันอิสระ ความชื้น และสิ่งสกปรก ซึ่งมีรายละเอียดดังตารางข้างล่างนี้

ตาราง 1.1 มาตรฐานคุณภาพน้ำมันปาล์มดิบ

รายการ	ระดับคุณภาพ (วัดเป็นร้อยละ)				
	ดีมาก	ดี	ปานกลาง	พอใช้	เลว
กรดไขมันอิสระ	น้อยกว่า 2	2.0-2.7	2.8-3.7	3.8-6.0	เกิน 5.0
ความชื้น	น้อยกว่า 0.1	0.1-0.19	0.2-0.39	0.4-0.6	เกิน 0.6
สิ่งสกปรก	น้อยกว่า 0.005	0.005-0.01	0.01-0.025	0.026-0.05	เกิน 0.05

ที่มา : โครงการส่งเสริมอุตสาหกรรมน้ำมันปาล์มขนาดเล็กตามพระราชดำริ, 2531 :

3-5

นอกจากนี้ การวัดคุณภาพน้ำมันปาล์มยังประกอบด้วย

- ค่าไอโอดีน ซึ่งเป็นตัววัดปริมาณกรดไขมันไม่อิ่มตัวในน้ำมันปาล์ม ค่าที่วัด มีหน่วยเป็น น้ำหนัก (กรัม) ของไอโอดีนที่ทำปฏิกิริยากับน้ำมันหนัก 100 กรัม ค่าไอโอดีนของน้ำมันปาล์มดิบควรอยู่ระหว่าง 52-55
- ค่าเปอร์ออกไซด์ (peroxide value : P.V) เป็นค่าที่ใช้วัดความหืนในน้ำมันปาล์ม โดยวัดเป็นปริมาณออกซิเจนที่ว่องไวต่อปฏิกิริยาทางเคมีที่มีอยู่ในน้ำมัน มีหน่วยเป็นมิลลิกรัมสมมูลต่อน้ำมัน 1 กิโลกรัม ตามมาตรฐาน ค่านี้ไม่ควรเกิน 10
- ปริมาณโลหะหนัก ตามมาตรฐาน
 - เหล็ก (Fe) ไม่เกิน 4 ppm.
 - ทองแดง (Cu) ไม่เกิน 0.2 ppm.
 - สารหนู (As) ไม่เกิน 0.1 ppm.
 - ตะกั่ว (Pb) ไม่เกิน 0.2 ppm.
- ปริมาณสบู่ ไม่เกินร้อยละ 0.005

1.3 การกลั่นน้ำมันปาล์มให้บริสุทธิ์

น้ำมันปาล์มดิบมีสิ่งเจือปนอยู่มากมาย สามารถจำแนกได้เป็น 3 กลุ่มคือ

1. กลุ่มไฮโดรไลติก (hydrolytic) ประกอบด้วยความชื้น สิ่งสกปรก กรดไขมันอิสระ กลีเซอไรด์ และ เอนไซม์ต่าง ๆ
2. กลุ่มออกซิเดทีฟ (oxidative) ประกอบด้วยเศษผงโลหะ สารออกซิเดชันต่าง ๆ เม็ดสี (pigments) โทโคเฟอรอล (tocopherols) และฟอสฟาไทด์ (phosphatides)
3. สารที่เป็นตัวเร่งให้เกิดสารพิษ ได้แก่ สารประกอบพวกไนโตรเจน กำมะถัน ฮาโลเจน ฟอสฟาไทด์ และสารออกซิเดชันต่างๆ ด้วย

สิ่งเจือปนเหล่านี้ต้องถูกกำจัดออกไปจากน้ำมันปาล์มดิบ โดยผ่านกระบวนการกลั่น ซึ่งเป็นการแปรรูปขั้นที่สอง กระบวนการกลั่นน้ำมันบริสุทธิ์มีอยู่ 2 แบบ คือ

1.3.1 กระบวนการทางเคมี (chemical refine) เป็นกระบวนการกลั่นน้ำมันโดยใช้สารเคมีเป็นส่วนใหญ่ ทำให้ต้นทุนการผลิตต่อหน่วยค่อนข้างสูง และมีการสูญเสียน้ำมันในระหว่างการผลิตมาก กระบวนการเริ่มจากการกำจัดฟอสโฟไลปิดหรือฟอสฟาไทด์ ออกไปก่อนด้วยกรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) จากนั้นกำจัดกรดไขมันอิสระเรียกขั้นตอนนี้ว่ากระบวนการทำให้เป็นกลาง (neutralization) โดยใช้สารละลายโซดาไฟ มาทำปฏิกิริยากับกรดไขมันอิสระ กลายเป็นโซสบู่ ซึ่งเป็นสารแขวนลอยและละลายน้ำได้ ซึ่งต้องแยกออกด้วยการล้างด้วยน้ำร้อนหลายๆ ครั้ง จนน้ำมันมีกรดไขมันอิสระไม่เกินร้อยละ 0.3 นำน้ำมันที่ได้ไปไล่ความชื้นแล้วเข้าสู่กระบวนการฟอกสี (bleaching) โดยใช้ดินฟอกสี กระทำที่อุณหภูมิ 90-100°ซ. จากนั้นกรองดินฟอกสีออกแล้วเข้าสู่กระบวนการกำจัดกลิ่น (deodorization) โดยพ่นไอน้ำเข้าไปภายใต้สุญญากาศเพื่อแยกเอากรดที่หลงเหลืออยู่รวมทั้งแอลดีไฮด์ (aldehyde) และคีโตน (ketone) ซึ่งเป็นตัวทำให้น้ำมันหืนออกไป กระบวนการนี้จะฟอกสีน้ำมันได้ด้วยน้ำมันที่ผ่านกระบวนการนี้ไปเรียกว่าน้ำมันปาล์มรีไฟน์ หรือน้ำมันปาล์มบริสุทธิ์ ซึ่งพร้อมที่จะนำไปใช้ในอุตสาหกรรมขั้นต่อไปได้

1.3.2 กระบวนการทางกายภาพ (physical refine) เป็นกระบวนการแบบต่อเนื่อง ประกอบด้วย 3 ขั้นตอนคือ

-กำจัดสิ่งเจือปนจำพวกฟอสฟาไทด์ และโปรตีนด้วยกรดฟอสฟอริกเช่นเดียวกัน โดยที่สารเจือปนจะรวมตัวกันเป็นก้อน

-ฟอกสีน้ำมัน ด้วยดินฟอกสี ประมาณร้อยละ 1-2 จากนั้นผ่านเข้าเครื่องกรองเพื่อแยกเอาดินฟอกสี ตะกอนของฟอสฟาไทด์และโปรตีนออกจากน้ำมัน

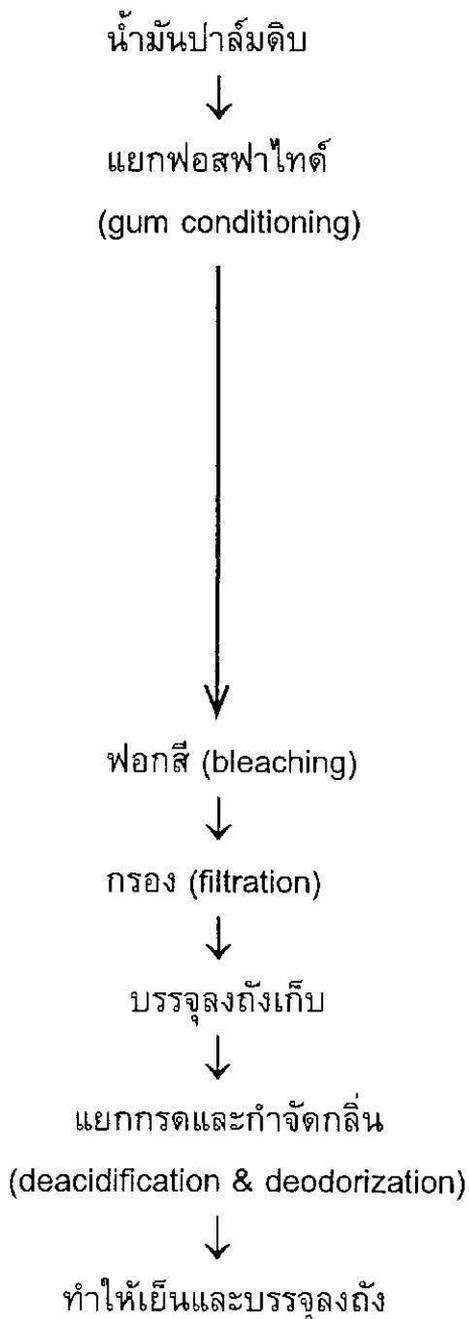
-กำจัดกรด (deacidification) พร้อมๆ กับการกำจัดกลิ่นเพื่อแยกเอากรดอิสระ สารออกซิเดชัน เม็ดสี แอลดีไฮด์ และคีโตนออกจากน้ำมัน โดยพ่นไอน้ำที่อุณหภูมิ 240-260°ซ. ภายใต้สุญญากาศที่ 1-4 มม.ปรอท นาน 1-2 ชั่วโมง

กระบวนการทางกายภาพมีข้อดีหลายประการ คือ ต้นทุนการผลิตต่อหน่วยต่ำกว่า เพราะใช้สารเคมีน้อย การสูญเสียน้ำมันน้อย สามารถแยกกรดไขมันอิสระที่มีความบริสุทธิ์สูงถึงร้อยละ 95 ออกมาได้ และไม่มีน้ำเสียที่เกิดจากการล้างไขสบู่ เช่น กระบวนการทางเคมี

กระบวนการทางเคมี



กระบวนการทางกายภาพ



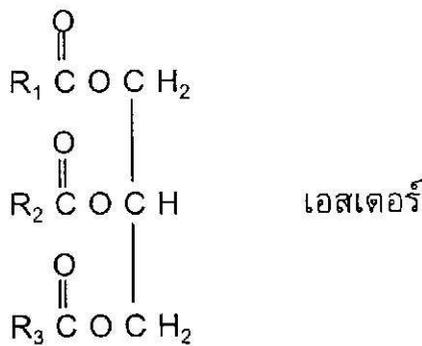
ภาพประกอบ 1.1 กระบวนการกลั่นน้ำมันปาล์มบริสุทธิ์

ที่มา : โครงการส่งเสริมอุตสาหกรรมน้ำมันปาล์มขนาดเล็กตามพระราชดำริ, 2531 :

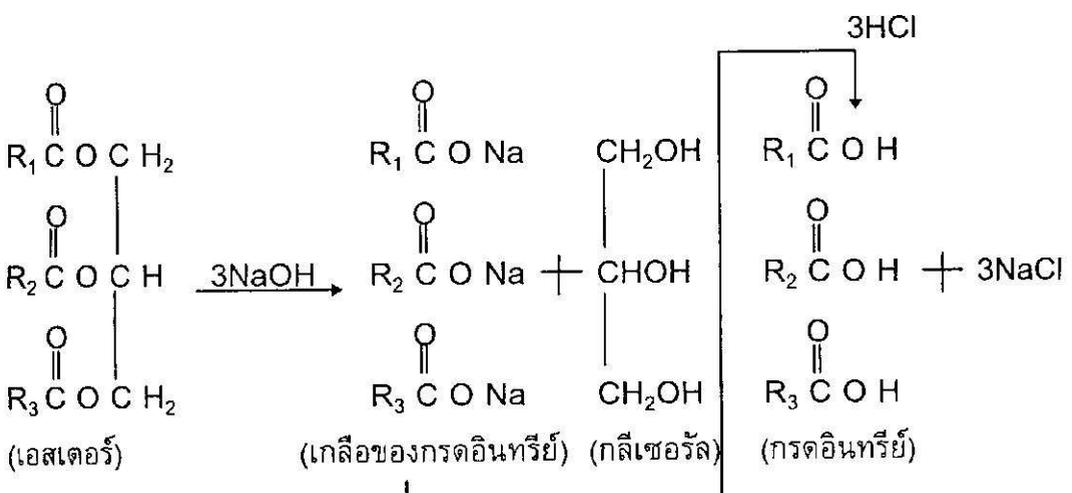
1.4 เคมีของน้ำมันปาล์มและน้ำมันเมล็ดใน

น้ำมันปาล์มและน้ำมันเมล็ดในปาล์ม ก็เหมือนกับน้ำมันพืชและไขมันสัตว์ที่ทานได้ (edible oil) ชนิดอื่นๆ เช่น น้ำมันมะพร้าว ถั่วเหลือง ถั่วลิสง มะกอก มันหมู มันวัว ซึ่งเป็นสารอินทรีย์ ประเภทหนึ่ง เรียกว่า เอสเตอร์ (ester)

เมื่อนำน้ำมันชนิดใดชนิดหนึ่งตั้งตัวอย่างที่ยกมาข้างต้น มาทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส โดยการเติมเบสแก่ เช่น โซดาไฟ หรือโซเดียมดรอกไซด์ (NaOH) แล้วทำให้ร้อน โมเลกุลจะแตกออกเป็นสองส่วน คือ กลีเซอรอล และเกลือของกรดอินทรีย์ โดยการเติมกรด เช่น กรดเกลือหรือกรดไฮโดรคลอริก (HCl) จะได้กรดอินทรีย์เป็นผลผลิต หรือโดยเอนไซม์ไลเปส (lypase) ก็ให้ผลอย่างเดียวกัน คือโมเลกุลของไขมันให้กลีเซอรอล และกรดอินทรีย์เป็นผลผลิต สูตรโดยทั่วไปของน้ำมันแสดงได้ ดังนี้



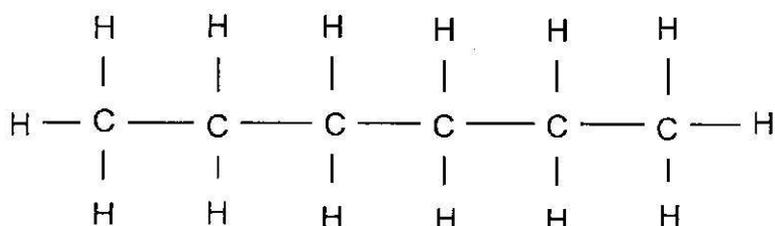
โมเลกุลของน้ำมัน (ไขมัน) และการแตกตัวออกของโมเลกุลเมื่อเติม NaOH แสดงได้ดังนี้



โดยสาเหตุที่กรดอินทรีย์ได้มาจากน้ำมันหรือไขมันจึงนิยมเรียกว่ากรดไขมัน ส่วนกรดไขมันที่พบในน้ำมันพืชรวมทั้งน้ำมันปาล์มและน้ำมันเมล็ดในปาล์ม เมื่อนำมาวิเคราะห์ นิยมเรียกว่า กรดไขมันอิสระ

1.4.1 ธรรมชาติของกรดอินทรีย์ของน้ำมันปาล์ม

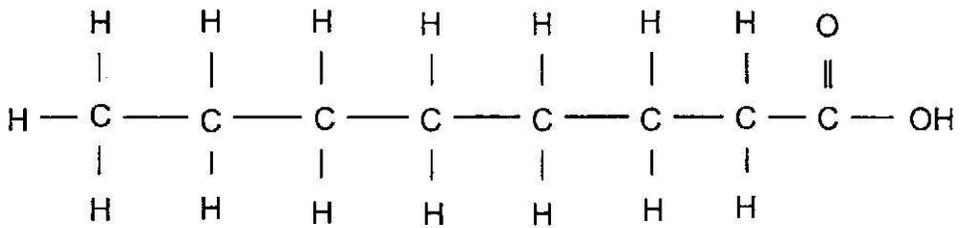
อักษร R (นิยมเรียกว่า หมู่ R) ในสูตรโมเลกุลของน้ำมัน แทนไฮโดรคาร์บอนโซ่ยาว หมายความว่าโมเลกุลของ R มีธาตุคาร์บอน (C) และไฮโดรเจน (H) เท่านั้น โดยมีคาร์บอนอะตอมต่อกันเป็นแถวยาว (เรียกว่าโซ่) ดังนี้



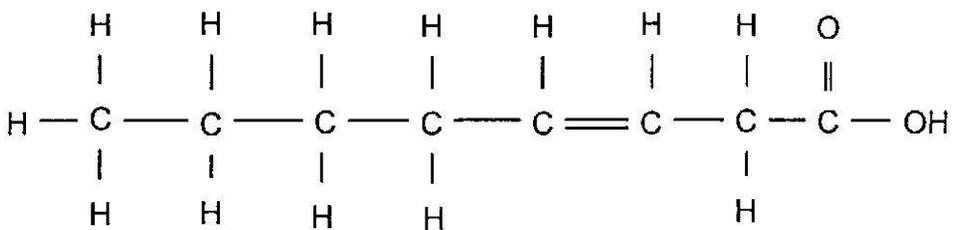
โซ่ไฮโดรคาร์บอน

แต่ละโซ่มีจำนวน C อะตอมไม่เท่ากัน (เป็นเหตุผลที่เราใช้อักษร R₁, R₂ และ R₃ เพื่อเน้นว่า R ทั้งหมดแตกต่างกัน) แต่ละโซ่จะมีจำนวน C อะตอมเป็นเลขคู่เสมอ (ถ้านับ C ของ C=O ด้วยแล้ว กรดอินทรีย์ของน้ำมันหรือไขมันมีจำนวน C อะตอมเป็นเลขคู่เสมอ) โดยทั่วไปมีจำนวนคาร์บอน 11-19 ตัว นอกจากนี้แล้วโซ่คาร์บอนอาจเป็นชนิดอิ่มตัว (saturated) หรือไม่อิ่มตัว (unsaturated) ก็ได้ โซ่คาร์บอนอิ่มตัว หมายถึง พันธะระหว่างคาร์บอน-คาร์บอน เป็นพันธะเดี่ยวทั้งหมด ส่วนโซ่คาร์บอนไม่อิ่มตัว จะมีพันธะระหว่างคาร์บอน-คาร์บอน เป็นพันธะคู่ ซึ่งอาจมีเพียงหนึ่งพันธะหรือมากกว่านั้นก็ได้

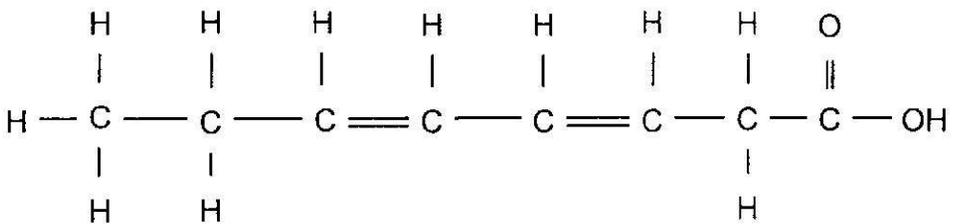
กรดไขมันที่มีหมู่ R เป็นไฮโดรคาร์บอนอิ่มตัว เรียกว่ากรดไขมันอิ่มตัว และที่เป็นไฮโดรคาร์บอนไม่อิ่มตัว เรียกว่ากรดไขมันไม่อิ่มตัว กรดไขมันที่ยังมีพันธะคู่มากยังเป็นกรดไขมันไม่อิ่มตัวมาก ตามลำดับ ตัวอย่างโมเลกุลของกรดไขมันอิ่มตัวและไม่อิ่มตัว แสดงไว้ในหน้าถัดไป



กรดไขมันอิ่มตัว



ตัวอย่างกรดไขมันไม่อิ่มตัวที่มี 1 พันธะคู่



ตัวอย่างกรดไขมันไม่อิ่มตัวที่มี 2 พันธะคู่

ถ้าเอสเทอร์ มีกรดไขมันหรือ หมู่ R เป็นแบบอิ่มตัว เรียกว่าน้ำมันหรือไขมันอิ่มตัว ตรงกันข้ามถ้ามีหมู่ R เป็นแบบไม่อิ่มตัว ก็เรียกว่าน้ำมันหรือไขมันไม่อิ่มตัว กรดไขมันแต่ละชนิดมีชื่อเรียกเฉพาะ ดังแสดงในตาราง 1.2

ตาราง 1.2 กรดไขมันสามัญบางชนิด

ชื่อกรด	สูตร	
ลอริก (lauric acid)	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{10}\text{COOH}$	กรดไขมัน อิ่มตัว
ไมริสติก (myristic acid)	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{12}\text{COOH}$	
ปัลมิติก (palmitic acid)	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{COOH}$	
สเตียริก (stearic acid)	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$	
โอเลอิก (oleic acid)	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$	ไม่อิ่ม ตัว
ลิโนเลอิก (linoleic acid)	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_4\text{CH}=\text{CHCH}_2\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$	
ลิโนเลนิก (linolenic acid)	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}=\text{CHCH}_2\text{CH}=\text{CHCH}_2\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$	

ที่มา : โครงการส่งเสริมอุตสาหกรรมน้ำมันปาล์มขนาดเล็กตามพระราชดำริ, 2531 :

2-6

ความอิ่มตัวหรือไม่อิ่มตัวของกรดอินทรีย์ในโมเลกุลของน้ำมัน มีผลต่อสมบัติทางกายภาพของน้ำมันนั้น น้ำมันที่มีความไม่อิ่มตัวมากจะมีจุดหลอมเหลวต่ำ ยิ่งมีความไม่อิ่มตัวมาก จะมีจุดหลอมเหลวต่ำลงมาก โมเลกุลของน้ำมันปาล์มมีกรดไขมันไม่อิ่มตัวอยู่มากจึงปรากฏเป็นของเหลว (น้ำมัน) ที่อุณหภูมิห้อง น้ำมันบางชนิด เช่น น้ำมันหมู มีหมู่ R ส่วนใหญ่เป็นชนิดอิ่มตัว ทำให้มีจุดหลอมเหลวสูง น้ำมันหมูจึงปรากฏเป็นของแข็ง (ไขมัน) ที่อุณหภูมิปกติหรือที่อุณหภูมิต่ำ (25°C.)

น้ำมัน (oil) และไขมัน (fat) ต่างเป็นสารอินทรีย์ประเภทเอสเตอ์ แต่เรียกแตกต่างกัน เพราะสถานะตามที่ปรากฏ ณ อุณหภูมิห้องแตกต่างกัน ถ้าเป็นของเหลวเรียกว่า น้ำมัน แต่ถ้าเป็นของแข็งเรียกว่าไขมัน

1.4.2 องค์ประกอบของกรดไขมันของน้ำมันปาล์มและ น้ำมันเมล็ดในปาล์ม

จากการนำน้ำมันปาล์ม มาวิเคราะห์โดยทำให้โมเลกุลของเอสเตอ์แตกสลายเป็น กลีเซอรัลและกรดไขมัน แล้ววิเคราะห์กรดไขมันที่ได้ ผลการวิเคราะห์แสดงดังตาราง 1.3

ตาราง 1.3 กรดไขมันของน้ำมันปาล์ม

กรดอิ่มตัว			กรดไม่อิ่มตัว			
กรด	จำนวน คาร์บอน	ร้อยละ	กรด	จำนวน คาร์บอน	จำนวน พันธะคู่	ร้อยละ
ไมริสติก	14	2	โอเลอิก	18	1	39
ปัลมิติก	16	43	ลิโนเลอิก	18	2	9
สเตียริก	18	7	ลิโนเลอิก	18	3	เล็กน้อย
รวม		52	รวม			48

ที่มา : โครงการส่งเสริมอุตสาหกรรมน้ำมันปาล์มขนาดเล็กตามพระราชดำริ, 2531 : 2-7

จากตาราง 1.3 จะเห็นได้ว่าน้ำมันปาล์มมีกรดไขมันอิ่มตัวและไม่อิ่มตัวในปริมาณเท่าๆ กัน และองค์ประกอบของกรดไขมันข้างต้น อาจแปรผันได้บ้างขึ้นกับพันธุ์ปาล์ม สภาพภูมิอากาศและสถานที่เพาะปลูก เป็นต้น

นอกจากนี้ ในน้ำมันปาล์มยังมีสารอย่างอื่นอยู่บ้างเล็กน้อย ที่ไม่ใช่เอสเตอร์ ซึ่งประกอบด้วย

ชื่อ	ส่วนในล้านส่วน
แคโรทีนอยด์ (carotenoids)	500-700
โทโคเฟอรอล (tocopherols)	500-800
สเตอรอล (sterols)	300
ฟอสฟาไทด์ (phosphatides)	500-1,000
แอลกอฮอล์ (alcohol)	800

สารแคโรทีนอยด์ มีสีแดงส้ม ทำให้น้ำมันปาล์มดิบมีสีส้ม แต่หลังจากการฟอกสีแล้วสารนี้จะถูกกำจัดออกไป ทำให้น้ำมันปาล์มใสและไม่มีสี กรดไขมันของน้ำมันเมล็ดในปาล์มที่ได้จากการวิเคราะห์ แสดงในตาราง 1.4

ตาราง 1.4 กรดไขมันของน้ำมันเมล็ดในปาล์ม

กรด	จำนวนคาร์บอนของกรด	ปริมาณ (ร้อยละ)
คาโปรอิก (caproic)	6	1.0
คาปริลิก (caprylic)	8	2.8
คาปริก (capric)	10	3.0
ลอริก (lauric)	12	48.0
ไมริสติก (myristic)	14	17.7
ปัลมิติก (palmitic)	16	8.2
สเตียริก (stearic)	18	1.7
โอเลอิก ¹ (oleic)	18	16.0
ลิโนเลอิก ² (linoleic)	18	1.6

¹กรดโอเลอิกไม่อิ่มตัวมีพันธะคู่ 1 พันธะ

²กรดลิโนเลอิก มีพันธะคู่ 2 พันธะ

ที่มา : โครงการส่งเสริมอุตสาหกรรมน้ำมันปาล์มขนาดเล็กตามพระราชดำริ, 2531 :

2-8

จากตาราง 1.4 น้ำมันเมล็ดในปาล์มประกอบด้วยกรดไขมันอิ่มตัวมากกว่าที่ไม่อิ่มตัว คือ มีกรดไขมันอิ่มตัวสูงถึงร้อยละ 83 เป็นกรดลอริกมากที่สุด ถึงร้อยละ 48 ส่วนกรดไขมันไม่อิ่มตัวเกือบทั้งหมด เป็นกรดโอเลอิก คือ ประมาณร้อยละ 16

น้ำมันเมล็ดในปาล์มมีองค์ประกอบของกรดไขมัน คล้ายคลึงกับน้ำมันมะพร้าวมาก คือ มีกรดไขมันอิ่มตัวสูง องค์ประกอบของกรดไขมันของน้ำมันมะพร้าวแสดงดังตาราง 1.5

ตาราง 1.5 กรดไขมันของน้ำมันมะพร้าว

กรด	จำนวนคาร์บอน ของกรด	ร้อยละ	
คาปรีลิก	8	8	กรดไขมันอิ่มตัว รวมร้อยละ 91.3
คาปริก	10	7	
ลอริก	12	48	
ไมริสติก	14	17.5	
ปัลมิติก	16	8.8	
สเตียริก	18	2.0	
โอเลอิก	18	6.0	กรดไขมันไม่อิ่มตัว รวมร้อยละ 8.5
ลิโนเลอิก	18	2.5	

ที่มา : โครงการส่งเสริมอุตสาหกรรมน้ำมันปาล์มขนาดเล็กตามพระราชดำริ, 2531 :

2-9

จากตาราง 1.5 น้ำมันมะพร้าวมีกรดไขมันอิ่มตัวสูงถึง ร้อยละ 91 ซึ่งเป็นกรดลอริกมากที่สุด ส่วนกรดไขมันไม่อิ่มตัวมีประมาณร้อยละ 8.5 เท่านั้น

ถ้ามองในแง่โภชนาการ น้ำมันที่ประกอบด้วยกรดไขมันอิ่มตัวสูง (เช่น น้ำมันมะพร้าว น้ำมันเมล็ดในปาล์ม และมันหมู) ไม่ค่อยดีต่อสุขภาพ เพราะนักวิทยาศาสตร์พบว่ากรดไขมันอิ่มตัว มีส่วนช่วยกระตุ้นการสร้างโคเลสเตอรอล (cholesterol) ในร่างกาย ผู้ที่โลหิตมีโคเลสเตอรอลมาก สารนี้จะตกตะกอนที่ผนังเส้นโลหิต ทำให้เส้นโลหิตอุดตัน เสี่ยงต่อโรคความดันโลหิตสูงและโรคหัวใจ

ด้วยเหตุนี้เอง จึงมีผู้หันมานิยมใช้น้ำมันพืชที่มีความไม่อิ่มตัวสูง เช่น น้ำมันถั่วเหลือง ถั่วลิสง และน้ำมันปาล์ม

1.5 ตรวจสอบเอกสาร

กระบวนการแยกลำดับส่วนของน้ำมันสำหรับบริโภค เป็นการแยกส่วนประกอบที่มีจุดหลอมเหลวต่างกัน (อาจมีมากกว่า 2 ส่วน) โดยอาศัยการตกผลึกบางส่วน (partial crystallization) ในวัฏภาคของเหลว แล้วทำการแยกส่วนประกอบเหล่านี้ออกจากกัน (Kreulen, 1993)

กระบวนการแยกลำดับส่วนของน้ำมันปาล์มอาศัยการตกผลึกเช่นเดียวกัน แต่ส่วนประกอบที่แยกได้มี 2 ส่วนคือ ส่วนที่เป็นของแข็ง ซึ่งมีจุดหลอมเหลวสูงเรียกว่า สเตียรีน และส่วนที่เป็นของเหลว ซึ่งมีจุดหลอมเหลวต่ำเรียกว่า โอเลอิน (Berger, 1977 ; Comeliua, 1973) ทั้งสเตียรีนและโอเลอินไม่ใช่สารบริสุทธิ์ของไตรสเตียรีน (tristearin) และไตรโอเลอิน (triolein) ตามลำดับ แต่เป็นของผสมกลีเซอไรด์ (glycerides) ที่มีส่วนประกอบเป็นกรดไขมัน (fatty acid) ที่พบในน้ำมันปาล์ม (Comeliua, 1973)

ตาราง 1.6 ส่วนประกอบเป็นร้อยละของส่วนที่เป็นของแข็งและของเหลวที่ได้จากน้ำมันปาล์ม โดยกระบวนการแยกลำดับส่วน

กรดไขมัน	ส่วนที่เป็นของเหลว	ส่วนที่เป็นของแข็ง
ลอริก	0.1	0.1
ไมริสติก	0.6	0.7
ปัลมิติก	35.7	45.3
สเตียริก	4.0	5.0
โอเลอิก	46.3	40.4
ลิโนเลอิก	12.5	7.6
ลิโนเลนิก	0.3	0.2
อราซิดิก (arachidic)	0.3	0.4
ปัลมิโตเลอิก (palmitoleic)	0.3	0.3
ค่าไอโอดีน	60.8	42.9
จุดหลอมเหลว (°ซ.)	20	48

ที่มา : Kreulen, 1993 : 393

1.5.1 กระบวนการแยกลำดับส่วนของน้ำมันปาล์ม (Jacobsberg, 1976)

มี 3 วิธี คือ

1. Dry Fractionation หรือ Natural Fractionation (Tan, 1983) เป็นการแยกโดยใช้ตัวทำละลาย จึงไม่มีปัญหาการปนเปื้อนสารเคมี สามารถกระทำโดยมีขั้นตอนและใช้ความร้อนน้อยที่สุด ช่วยป้องกันไม่ให้เกิดการออกซิเดชันได้ งานวิจัยนี้ก็จะใช้วิธีนี้ ตัวอย่างการแยกลำดับส่วนที่รู้จักกันดี คือ กระบวนการ tirtiaux (Kreulen, 1993) เป็นกระบวนการกึ่งต่อเนื่อง โดยนำน้ำมันปาล์มดิบ ซึ่งเก็บไว้ในถังเก็บ (precrystallizer) ที่อุณหภูมิ 50°ซ. เป็นเวลา 6 ชั่วโมง ไปตกผลึกในถังตกผลึก (crystallizer) ที่มีการควบคุมเวลา เริ่มจากอุ่นน้ำมันให้ร้อน จนถึงอุณหภูมิ 70°ซ. (ใช้เวลา 2 ชั่วโมง) แล้วทำให้เย็นลงจนถึงอุณหภูมิ 40°ซ. (ใช้เวลา 6 ชั่วโมง) คงอุณหภูมินี้ไว้ 4 ชั่วโมง จึงลดอุณหภูมิลงให้ถึง 20°ซ. (ใช้เวลา 6 ชั่วโมง) แล้วกรองแยกสเตรียรินออกจากโอเลอิน ด้วยเครื่องกรองแบบสายพาน (belt filter) ใช้เวลากรอง 6 ชั่วโมง กระบวนการทั้งหมดใช้เวลา 24 ชั่วโมง หากใช้น้ำมันปาล์มกึ่งรีไฟน์ (semirefined) จะใช้เวลา 20 ชั่วโมง และทำการตกผลึกที่อุณหภูมิ 17°ซ.

2. Wet Fractionation หรือ Solvent Fractionation เป็นการแยกโดยใช้ตัวทำละลาย เช่น สารผสมของอะซีโตน (acetone) กับ ไอโซโพรพานอล (isopropanol), ฟรีออน (freon) เป็นต้น เติมน้ำมันปาล์มก่อนการตกผลึก วิธีนี้ต้องระมัดระวังการออกซิเดชันเนื่องจากการปนเปื้อนของสารเจือปน ในตัวทำละลายและระหว่างการแยกตัวทำละลายออก ตัวอย่างเช่น กระบวนการ HLS เป็นต้น

3. การแยกลำดับส่วนด้วย aqueous detergents หรือ Lanza เป็นกระบวนการแยก ที่เติม aqueous detergent เช่น โซเดียมอัลคิลซัลเฟต (sodium alkyl sulfate) หลังการตกผลึก ซึ่งจะช่วยให้ผลึกแยกจากน้ำมันได้ดีขึ้น จากนั้นทำการแยกส่วนประกอบทั้งสองโดยการเหวี่ยง (centrifuging) แล้วจึงทำให้ผลึกแห้ง ตัวอย่างของวิธีนี้คือ alfa-laval

ตัวอย่างของกระบวนการแยกลำดับส่วนของน้ำมันปาล์มแสดงไว้ในตาราง 1.6

ตาราง 1.7 กระบวนการแยกลำดับส่วนของน้ำมันปาล์มโดยวิธีต่างๆ

Dry fractionation		Wet fractionation		การแยกลำดับส่วนด้วย aqueous detergents	
Major fraction	โอเลอิน	Major fraction	โอเลอิน	Major fraction	โอเลอิน
Cooling to 28 - 30°C followed by static settling	60%	CMB process in hexane two crystallizations Iodine value = 60	75%	Lipofrac process	80%
Cooling to 18°C followed by filtration on continuous belt	60%	HLS process ^a in isopropanol HLS process with interesterification	60% 65%		
Fractionation without or with directed or random interesterification to produce components for margarine blends		Cocoa butter substitute intermediate crystallization fraction, yield 30% in acetone			

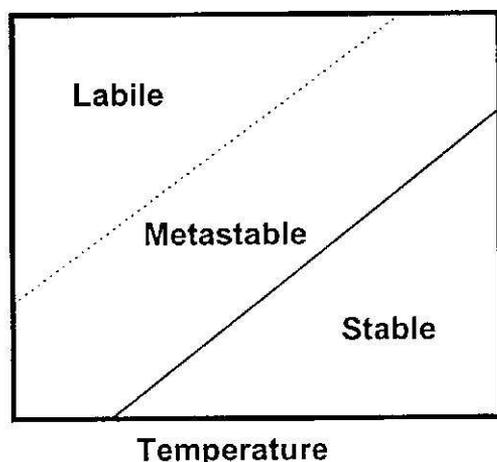
ที่มา : Jacobsberg and Ho, 1976 : 614

กระบวนการแยกลำดับส่วนของน้ำมันปาล์มประกอบด้วยการตกผลึกและการกรองแยกผลึกออกจากของเหลว (Kreulen, 1993) ขั้นแรกต้องทำการลดอุณหภูมิของน้ำมันให้เป็นลงจนมีสภาพอิ่มตัวยวดยิ่ง ซึ่งจะทำให้เกิด nuclei สำหรับการตกผลึก จากนั้นผลึกจะเติบโตขึ้นจนมีขนาดและรูปร่างที่เหมาะสมต่อการกรองแยก แล้วจึงแยกผลึกและส่วนที่เป็นของเหลวออกจากกัน

1.5.2 การตกผลึก (Berger, 1977)

การตกผลึกจะต้องทำให้สารละลายมีสภาพอิ่มตัวزدึง เพื่อก่อนิวเคลียส แล้วเติบโตขยายขนาด จนได้ขนาดที่ต้องการ กระบวนการทั้งหมดสามารถแบ่งได้เป็น 3 ขั้นตอน คือ

1. สภาพอิ่มตัวزدึง



ภาพประกอบ 1.2 แผนภาพสภาพอิ่มตัวزدึง

ที่มา : Berger, 1977 : 10

เมื่อพิจารณาจากภาพประกอบ 1.2 ซึ่งแบ่งเป็น 3 ช่วง คือ

- ช่วงเสถียร (stable) เป็นช่วงที่ไม่สามารถตกผลึกได้
- ช่วงกึ่งเสถียร (metastable) เป็นช่วงที่ตกผลึกได้โดยการล่อผลึก
- ช่วงที่ไม่เสถียร (labile) เป็นช่วงที่ตกผลึกเองได้

ดังนั้นในการตกผลึกควรกระทำในช่วงที่ไม่เสถียร ซึ่งกระทำโดยการลดอุณหภูมิหรือเพิ่มความเข้มข้น สำหรับการตกผลึกน้ำมันปาล์มจะใช้วิธีลดอุณหภูมิให้น้ำมันมีสภาพอิ่มตัวزدึงก่อนทำการตกผลึก (Berger, 1977 ; Oh and Berger, 1981)

2. สภาพการเกิดนิวเคลียส (nucleation)

กระบวนการตกผลึกของน้ำมันที่อยู่ในสภาพเย็นยิ่งยวดยิ่ง (supercool) หรือสภาพอิมิตัวยวดยิ่งจะเริ่มจากการรวมตัวของโมเลกุลในบริเวณเดียวกัน จนกลายเป็นเอมบริโอซึ่งมีขนาดเล็กมาก ถ้าเอมบริโอมีขนาดเล็กกว่าขนาดวิกฤต (critical size) มักจะละลายเป็นของเหลวเช่นเดิม แต่ถ้าเอมบริโอมีขนาดถึงขนาดวิกฤตก็จะกลายเป็น nuclei พร้อมทั้งจะเพิ่มขนาดเติบโตต่อไป (Oh, 1981)

การเกิด nuclei อาจต้องใช้โมเลกุล 100 หรือ 1,000 โมเลกุล เพื่อจัดเรียงตัวในโครงผลึก เมื่อโครงผลึกเกิดขึ้นโมเลกุลจะมีการเคลื่อนไหวจำกัดลงและปล่อยพลังงานออกมา (Berger, 1977)

ปัจจัยที่มีผลต่อสภาพการเกิดนิวเคลียส

2.1 Induction Period หมายถึงเวลาที่ผลึกชิ้นแรกเกิดขึ้นในสารละลายที่มีสภาพเย็นยิ่งยวด/อิมิตัวยวดยิ่ง หลังจากที่อยู่อุณหภูมิของสารละลายถึงอุณหภูมิที่ใช้ในการตกผลึกแล้ว ถ้าอุณหภูมิในการตกผลึกยิ่งต่ำ จะทำให้ induction period สั้นลง และถ้าสารละลายอยู่ในช่วงกึ่งเสถียรจะมี induction period นานขึ้น (Oh, 1981)

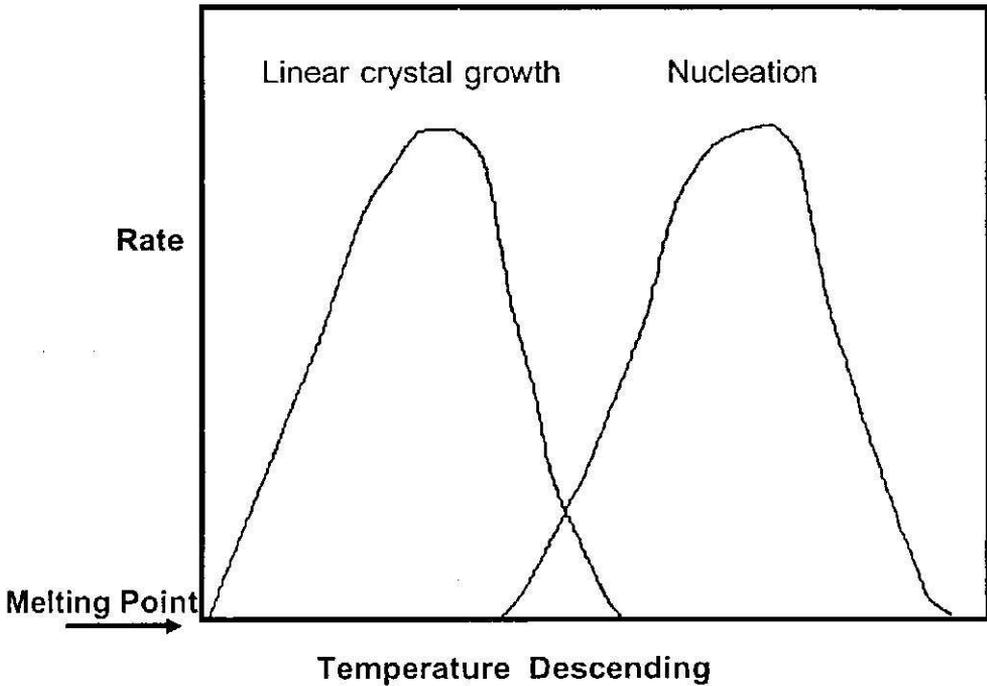
2.2 องศาการเกิดสภาพเย็นยิ่งยวดยิ่ง (Degree of Supercooling) หมายถึงความแตกต่างระหว่างอุณหภูมิที่จุดหลอมเหลว (T_m) และอุณหภูมิที่ใช้ในการตกผลึก (T_c) หารด้วยอุณหภูมิของจุดหลอมเหลว (Berger, 1977 ; Lam, 1983)

$$\text{องศาการเกิดสภาพเย็นยิ่งยวดยิ่ง} = (T_m - T_c)/T_m$$

ถ้าใช้อุณหภูมิการเกิดสภาพเย็นยิ่งยวดยิ่งมากเกินไปจะหยุดยั้งการเกิด nuclei เพราะความหนืดเพิ่มขึ้น

2.3 การกวน จะช่วยเหนี่ยวนำให้เกิดสภาพการเกิดนิวเคลียสได้ เพราะจะยืดเวลาของการทำให้เป็นสารละลายที่มีสภาพเย็นยิ่งยวดยิ่ง (Berger, 1977)

2.4 อัตราการเกิดสภาพเย็นยิ่งยวดยิ่ง หากทำให้เกิดสภาพเย็นยิ่งยวดยิ่งอย่างรวดเร็วจะทำให้น้ำมันปาล์มมีลักษณะคล้ายแก้ว (Berger, 1977) โดยทั่วไปอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับสภาพการเกิดนิวเคลียสจะต่ำกว่าอุณหภูมิที่ทำให้ผลึกเติบโตได้สูงสุด จากภาพประกอบ 1.3 หากใช้อุณหภูมิการเกิดสภาพเย็นยิ่งยวดยิ่งปานกลางจะเกิด nuclei เล็กน้อย หากใช้มากเกินไปจะเพิ่มความหนืดและลดการเคลื่อนไหวของโมเลกุล ทำให้สภาพการเกิดนิวเคลียสหยุดลง



ภาพประกอบ 1.3 ผลของอุณหภูมิต่อสภาพการเกิดนิวเคลียสและการเติบโตของผลึก

ที่มา: Berger, 1977 :11

องศาการซ้อนทับกันระหว่างกราฟของสภาพการเกิดนิวเคลียสและการเติบโตของผลึกของสารบริสุทธิ์แต่ละชนิดจะแตกต่างกันไป ดังนั้นสำหรับสารบริสุทธิ์จำเป็นต้องเพิ่มอุณหภูมิหลังจากสภาพนิวเคลียสเกิดขึ้นแล้ว เพื่อให้ผลึกเติบโตด้วยอัตราสูงสุด ซึ่งอาจไม่ใช่กรณีของน้ำมันปาล์ม เนื่องจากเป็นของผสมของกลีเซอไรด์

ในกระบวนการเชิงพาณิชย์โดยทั่วไปจะทำให้เกิดสภาพเย็นยวดยิ่งระหว่าง 40-45°C. เพื่อให้เกิด nuclei ของไตรกลีเซอไรด์ที่มีกรดไขมันอิ่มตัว (จุดหลอมเหลวของไตรปัลมิทิน (tripalmitin) 66°C.) ในการศึกษาผลของสภาพการเกิดนิวเคลียสจำเป็นต้องทำให้น้ำมันปาล์มมีอุณหภูมิถึง 70°C. เพื่อทำลาย nuclei ที่เหลืออยู่ให้หมดก่อน (Berger, 1977)

2.5 การล่อผลึก (seeding) เป็นกระบวนการที่ช่วยให้สารตกผลึกจากสารละลาย โดยการเติมผลึกที่เป็นสารชนิดเดียวกันกับสารที่ต้องการให้ตกผลึก ปริมาณเล็กน้อยลงในสารละลาย เพื่อเหนี่ยวนำให้เกิดผลึกขึ้นในสารละลายนั้น การล่อผลึกจะทำให้สภาพการเกิดนิวเคลียส เกิดขึ้นได้ที่องค์การเกิดสภาพเย็นยิ่งยวดยิ่งต่ำลง (Berger, 1977 ; Oh and Berger, 1981)

3. การเติบโตของผลึก

การเติบโตของผลึกเกิดขึ้นหลังจากการที่ nuclei เสถียรแล้ว ซึ่งอาจขยายขนาด โดยเติบโตขึ้นเอง หรือรวมตัวกับ nuclei ตัวอื่นๆ (Taylor, 1973)

ปัจจัยที่มีผลต่อการเติบโตของผลึก

3.1 องค์การเกิดสภาพเย็นยิ่งยวดยิ่ง พิจารณาจากภาพประกอบ 1.3 หากทำให้การเกิดสภาพเย็นยิ่งยวดต่างกัน อัตราการเติบโตของผลึกก็ต่างกัน จึงต้องเลือกอุณหภูมิที่เหมาะสม (Berger, 1977)

3.2.การกวน การเติบโตของผลึกจะเกิดขึ้น ถ้ากวนอย่างไม่รุนแรง (Berger, 1977 ; Taylor, 1973)

3.3.ความหนืด ถ้าอุณหภูมิต่ำเกินไป จะทำให้ความหนืดสูงขึ้น มีผลทำให้อัตราการเติบโตของผลึกลดลง (ตามภาพประกอบ 1.3)

กระบวนการแยกลำดับส่วนทุกชนิด ต้องมีขั้นตอนการกรอง ซึ่งจำเป็นต้องให้ได้ผลึกขนาดใหญ่ที่เกิดจากการรวมตัวกันและมีความแข็งเชิงกล (mechanical strength) ดี รูปร่างเป็นทรงกลมเพราะจะมีช่องว่างระหว่างผลึก (void space) มาก ช่วยทำให้ของเหลวไหลออกไปได้ดี

ปัจจัยที่มีผลต่อรูปร่างและขนาดของผลึก คือ ขั้นตอนการลดอุณหภูมิและการตกผลึก ซึ่งสัมพันธ์กับการเกิด nuclei และเวลาที่เหมาะสมในการเติบโตของผลึก กระบวนการแยกลำดับส่วนต่างกัน จะได้ผลึกที่มีรูปร่างต่างกันและต้องเหมาะสมสำหรับขั้นตอนการกรอง (Berger, 1977)

1.5.3 อันยรูป (Polymorphism)

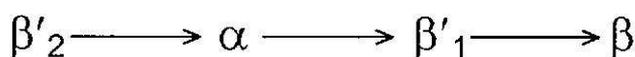
อันยรูปหรือรูปผลึก เป็นผลจากการจัดเรียงตัวทาง stereochemical ของโมเลกุลในผลึก ซึ่งการจัดเรียงตัวของโซ่กลีเซอไรด์ เป็นแบบสลับฟันปลา (zigzag), (Jacobsberg, 1977) อันยรูปแต่ละแบบกำหนดได้โดย short spacing ซึ่งหมายถึง ระยะทางระหว่างโซ่ของกรดไขมัน และ long spacing ซึ่งหมายถึง ระยะทางระหว่างชั้นโมเลกุลของกลีเซอไรด์ ที่ต่างกัน (Oh, 1981)

ผลึกของไตรกลีเซอไรด์ที่ยอมรับ (Jacobsberg, 1976, 1977 ; Oh and Berger, 1981) มี 4 รูป (ยกเว้นไตรกลีเซอไรด์ที่มีโซ่สั้นคือ C-12, C-14) คือ

1. Alpha (α) เป็นรูปผลึกที่มีโมเลกุลประกอบกันอย่างหลวม ๆ
2. Beta (β) เป็นรูปผลึกที่มีโมเลกุลประกอบกันแน่น
3. Beta-prime 1 (β'_1) หรือ ภูมิภาคที่มีจุดหลอมเหลวสูง
4. Beta-prime 2 (β'_2) หรือ sub- α

โดยที่ไตรกลีเซอไรด์ชนิดอิมิตัวที่มีกรดไขมันเหมือนกัน มักจะเกิดผลึกในรูป β ส่วนไตรกลีเซอไรด์ชนิดอิมิตัวที่มีกรดไขมันต่างกัน รูปผลึกจะเสถียรในรูป β'_1 อันยรูปนี้เกิดขึ้นเร็ว เมื่อโซ่คาร์บอนเป็นจำนวนคู่ และเป็นไตรกลีเซอไรด์ที่สมมาตร แต่เกิดขึ้นช้า เมื่อโซ่คาร์บอนเป็นจำนวนคี่และเป็นไตรกลีเซอไรด์ที่ไม่สมมาตร

อันยรูปจากอุณหภูมิต่ำไปสูง ดังนี้



Permark และคณะ (1974) ได้ศึกษาอันยรูป ได้ผลดังนี้

น้ำมันปาล์ม $\beta'_2 \xrightarrow{-9^{\circ}\text{C.}} \alpha + \beta'_1 \xrightarrow{-5^{\circ}\text{C.}} \beta'_1 \xrightarrow{-37^{\circ}\text{C.}} \text{ของเหลว}$

ส่วนแข็งของน้ำมันปาล์ม $\alpha \xrightarrow{-35^{\circ}\text{C.}} \beta'_1 + \beta \xrightarrow{-42^{\circ}\text{C.}} \beta \xrightarrow{-61^{\circ}\text{C.}} \text{ของเหลว}$

Deroanne (1976) พบว่ารูปผลึก β' สามารถกรองได้ง่าย เพราะผลึก β' สามารถรวมตัวกันเป็นผลึกใหญ่ได้ แม้วารูปผลึก β จะมีขนาดใหญ่ที่สุด แต่รวมตัวกันยาก เมื่อทำการกรอง ผลึกจะแยกจากกัน ทำให้กรองได้ยาก

อันยรูปจาก α เป็น β' ในน้ำมันปาล์มใช้เวลา 30-40 นาทีเวลาที่ใช้ในการตกผลึก โดยกระบวนการ dry fractionation ใช้เวลาประมาณ 6-24 ชั่วโมง ผลิตผลที่ได้ประกอบด้วยไตรกลีเซอไรด์หลักๆ 2 ชนิดซึ่งเสถียรในรูปผลึกที่ต่างกัน คือ POP¹ (ร้อยละ24-28) เสถียรในรูป β และ POO² (ร้อยละ18-20) เสถียรในรูปผลึก β'

ปัจจัยอื่นๆ ที่มีผลต่อการตกผลึก (Berger, 1977 : Jacobsberg, 1976)

1. ชนิดของตัวทำละลาย ถ้าไม่มีการเติมตัวทำละลาย ก็พิจารณาไตรกลีเซอไรด์ที่มีสภาพเป็นของเหลว เป็นตัวทำละลาย

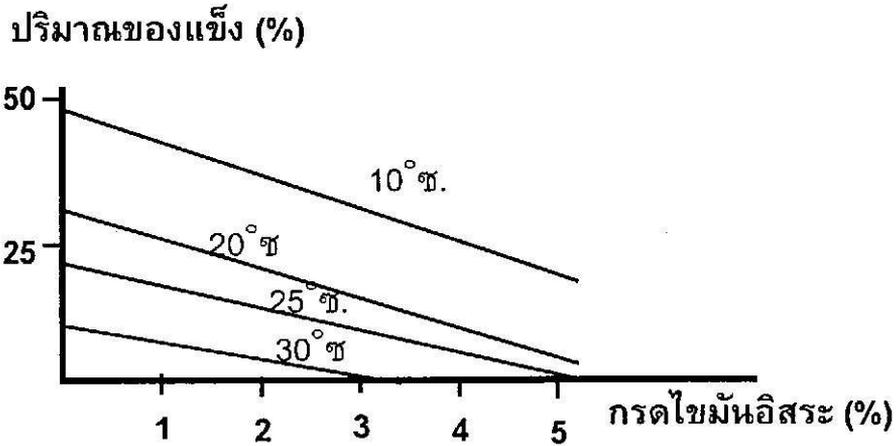
2. สิ่งเจือปน ส่วนประกอบที่ไม่ใช่ไตรกลีเซอไรด์ในน้ำมันดิบ มีผลต่อกระบวนการแยกลำดับส่วนในหลายทาง เช่น

2.1. Natural gums จะหยุดยั้งการตกผลึก และกรองได้ยาก ทำให้ผลได้ของโอเลอินลดลง

2.2. กรดไขมันอิสระ (free fatty acids) จะทำปฏิกิริยากับไตรกลีเซอไรด์เกิดเป็นสารผสม eutectic ซึ่งมีผลเสียต่อคุณภาพของโอเลอิน ถ้าปริมาณกรดไขมันอิสระ สูงถึงร้อยละ 8 จะเกิด softening จากภาพประกอบ 1.4 จะเห็นว่าถ้าปริมาณกรดไขมันสูงขึ้น ทำให้ปริมาณของแข็งลดลง

2.3. โมโนกลีเซอไรด์ โดยปกติปริมาณของโมโนกลีเซอไรด์จะมีไม่เกินร้อยละ 1 (สัมพันธ์กับกรดไขมันอิสระในปริมาณมาก) ซึ่งในปริมาณนี้ ยังไม่มีรายงานผลต่อการตกผลึกที่สำคัญๆ Koslowski (1975) รายงานว่า โมโนกลีเซอไรด์ปริมาณร้อยละ 5.5 สัมพันธ์กับกรดไขมันอิสระปริมาณร้อยละ 9.9 และที่ระดับนี้จะหยุดยั้งการตกผลึก นอกจากนี้ โมโนกลีเซอไรด์และกรดไขมันอิสระ ยังมีผลทำให้การละลายของน้ำในน้ำมันปาล์มดิบเพิ่มขึ้น

(¹ คือไตรกลีเซอไรด์ที่ประกอบด้วยกรดปัลมิติก, กรดโอเลอิกและกรดปัลมิติก ตามลำดับ ² คือไตรกลีเซอไรด์ที่ประกอบด้วยกรดปัลมิติก, กรดโอเลอิกและกรดโอเลอิกตามลำดับ)



ภาพประกอบ 1.4 ผลของกรดไขมันอิสระต่อปริมาณของแข็งในน้ำมันปาล์มดิบ
ที่มา : Jacobsberg and Ho, 1976 : 610

2.4. ไดกลีเซอไรต์ สัดส่วนของไดกลีเซอไรต์ในน้ำมันปาล์มดิบ มีปริมาณมากพอที่จะมีผลต่อการตกผลึก ปริมาณไดกลีเซอไรต์จะขึ้นอยู่กับ การเกิด ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของน้ำมันปาล์มดิบก่อนผ่านกระบวนการ น้ำมันปาล์มดิบทั่วไป มีไดกลีเซอไรต์ประมาณร้อยละ 6-8 ผลของไดกลีเซอไรต์ ก็เป็นเช่นเดียวกับกรดไขมันอิสระ คือ เกิดสารผสม eutectic กับ ไตรกลี-เซอไรต์ มีผลให้ปริมาณของแข็งลดลง (Berger, 1977 ; Jacobsberg and Ho, 1976) ซึ่งแสดงไว้ในตาราง 1.8

แต่สำหรับน้ำมันปาล์มที่ทำให้เป็นกลาง (neutralization) ยังให้ผลที่เชื่อถือไม่ได้ (Jacobsberg, 1976) ซึ่งแสดงไว้ในตาราง 1.7

ตาราง 1.8 แสดงพฤติกรรมการตกผลึกของน้ำมันปาล์มที่มีปริมาณกรดไขมันอิสระต่าง ๆ กัน

°C	number							
	11	12	13	14	15	16	17	18
%FFA (mol wt 270)^a								
	0.32	1.03	2.04	3.28	4.30	5.42	2.23	3.52
Percentage of solid fat content (by pulsed nuclear magnetic resonance)								
Crude palm oil								
15°C	46.9	47.2	45.8	44.2	42.3	40.5	34.6	29.9
20°C	34.5	33.0	30.8	27.1	26.0	23.7	20.6	17.0
25°C	23.9	21.9	21.0	19.2	17.8	16.7	12.6	12.7
30°C	14.0	13.8	13.0	12.4	12.5	11.2	8.11	8.3
35°C	9.1	10.2	9.5	8.7	7.8	7.5	4.3	5.7
40°C	6.3	5.8	5.6	5.3	4.6	3.2	2.3	1.8
Alkali neutralized palm oil (FFA<0.2%)								
15°C	-	47.7	47.1	44.9	46.4	47.7	37.0	35.6
20°C	-	34.3	32.6	29.1	30.4	31.7	21.3	20.3
25°C	-	23.7	22.1	17.0	20.0	21.1	14.3	14.6
30°C	-	15.0	13.1	10.0	11.2	12.7	8.8	9.1
35°C	-	10.0	8.4	5.6	8.4	6.5	7.5	5.6
40°C	-	6.4	5.9	3.7	4.0	5.2	2.2	3.2

number คือ หมายเลขของตัวอย่าง

a น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยของกรดไขมันในน้ำมันปาล์ม

ที่มา : Jacobsberg and Ho, 1976 : 611

ตาราง 1.9 ผลของไดกลีเซอไรต์ต่อปริมาณของแข็งของน้ำมันปาล์ม

ไดกลีเซอไรต์ (ร้อยละ)	ปริมาณของแข็งที่ 21°C. (ร้อยละ)
0	30
5.4	30
13.0	24.5
20	16.5

ที่มา : Jacobsberg, 1977 : 12

นอกจากนี้ไดกลีเซอไรต์ ยังทำให้เวลาในการเปลี่ยนอัญรูป (lifetime) จาก α เป็น β' ช้าลง มีผลต่อขนาดและรูปร่างของผลึก ซึ่งแสดงไว้ในตาราง 1.9 เป็นการลดอุณหภูมิจาก 70°C. ถึง 0°C. อย่างรวดเร็ว แล้วอุ่นน้ำมันจนถึงอุณหภูมิ T_2

ตาราง 1.10 α Lifetime (นาที)

อุณหภูมิ (°C.)	ไดกลีเซอไรต์ (ร้อยละ)			
	0	6.5	13	20
T_2	0	6.5	13	20
0	5	17	321	49
5	11	26	40	55
10	16	18	29	27
15	8	12	16	13
20	5	7	11	11

ที่มา : Berger, 1977 : 13

2.5. ส่วนประกอบของกรดไขมัน ความแตกต่างของส่วนประกอบในน้ำมันปลา มีอิทธิพลต่อกระบวนการแยกลำดับส่วนอย่างมาก แต่ละส่วนประกอบที่มีจุดหลอมเหลวต่างกัน แสดงในตาราง 1.10

ตาราง 1.11 ชนิดของกลีเซอไรด์ของน้ำมันปลา

	ร้อยละ	จุดหลอมเหลว (°ซ.)
S ₃	7	66
S ₂ U	49	38
SU ₂	38	19.8
U ₃	6	5

S คือ กรดไขมันชนิดอิ่มตัว
U คือ กรดไขมันชนิดไม่อิ่มตัว
ที่มา : Berger, 1977 : 13

จากตาราง 1.10 จะเห็นว่าสัดส่วนของส่วนประกอบที่มีจุดหลอมเหลวสูงและที่เป็นของเหลวจริงมีปริมาณน้อย

สำหรับการตกผลึกโดยปราศจากตัวทำละลายนั้น ไม่อาจได้กลีเซอไรด์บริสุทธิ์ เพราะผลึกที่ได้เป็นฟังก์ชันของ intersolubility ซึ่งเป็นสมบัติของกลีเซอไรด์ ดังนั้นที่อุณหภูมิใดๆ ที่ใช้ในการตกผลึกจะได้ผลึกผสม

1.5.4 การศึกษาการตกผลึกจาก Differential Scanning Calorimetry (DSC)

DSC เป็นวิธีการที่ใช้วัดการเปลี่ยนแปลงเอนทัลปี เมื่ออุณหภูมิเปลี่ยนไป Yab และคณะ (1989) ใช้วิธีนี้ศึกษาการตกผลึกของน้ำมันปลา โดยเริ่มจากอุณหภูมิ 60°ซ. แล้วทำให้เย็นลงด้วยอัตรา 5°ซ./นาที จนถึงอุณหภูมิ 20°ซ. แล้วคงอุณหภูมินี้ไว้ จากกราฟการลดอุณหภูมิที่ได้ พบว่าน้ำมันปลาทกผลึกเป็น 2 ช่วง คือ ที่อุณหภูมิ 22-20°ซ. และหลังจากคงอุณหภูมิไว้ที่ 20°ซ. ประมาณ 10 นาที อีกช่วงหนึ่ง ส่วนสเตียริกตกผลึกเป็น 2 ช่วง เช่นเดียวกัน ช่วงแรกจากอุณหภูมิ 32.0-23.5°ซ. และหลังจากคงอุณหภูมิ 20°ซ. ประมาณ 7 นาที อีกช่วงหนึ่ง

Ng (1990) ศึกษากราฟการลดอุณหภูมิจาก DSC ของน้ำมันปลาและสเตียริก โดยลดอุณหภูมิตัวด้วยอัตรา 5°ซ./นาที พบว่า น้ำมันปลาทกผลึกเป็น 2 ช่วง คือที่

อุณหภูมิ 19๐ซ. และ 3๐ซ. ส่วนสเตียรินตกผลึกที่ 27๐ซ. และ 5๐ซ. (น้ำมันปาล์ม และสเตียรินที่ใช้ทดสอบมีค่าไอโอดีน 52.0 และ 39.8 ตามลำดับ)

1.5.5 การเติมสเตียรินลงในน้ำมันปาล์ม

เนื่องจากสเตียรินเป็นส่วนที่มีจุดหลอมเหลวและ slip point สูงกว่า น้ำมันปาล์ม แต่มีค่าไอโอดีนและกรดไขมันไม่อิ่มตัว น้อยกว่าน้ำมันปาล์ม ดังนั้น หากเติมสเตียรินลงในน้ำมันปาล์ม ก็จะทำให้ น้ำมันปาล์มนี้แสดงลักษณะหรือมีคุณสมบัติค่อนข้างไปทางสเตียริน การวัดคุณสมบัติเหล่านี้สามารถกำหนดระดับการเติมสเตียรินได้ แต่ต้องไม่มีการปนเปื้อนของกรดไขมันมากเกินไป

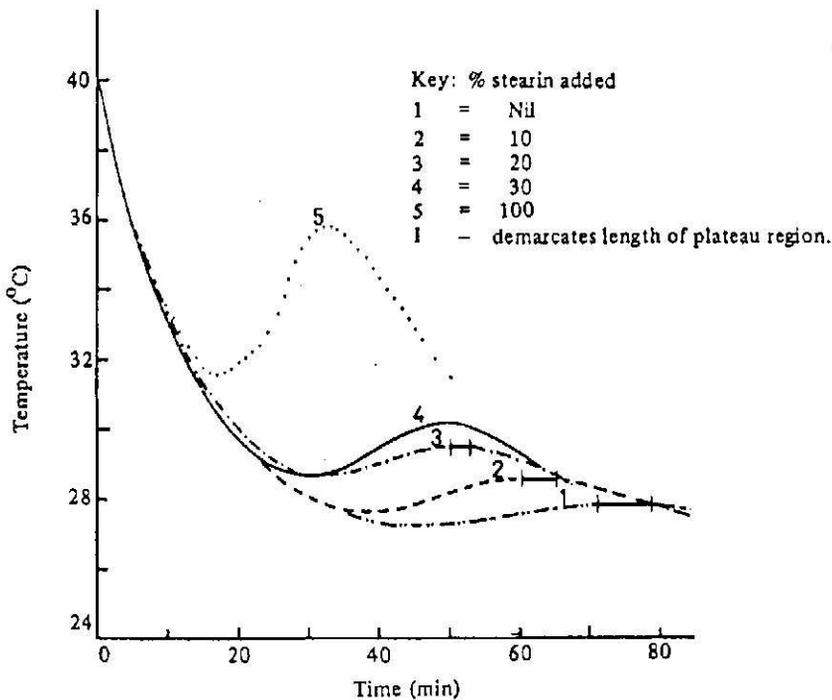
Lam และคณะ (1983) ได้ทดลองเติมสเตียรินลงในน้ำมันปาล์มดิบแล้ว ศึกษากราฟของการลดอุณหภูมิ เพื่อดูจุดเยือกแข็ง (freezing point) พบว่า พฤติกรรมของสเตียรินและน้ำมันปาล์มดิบ มีความแตกต่างกันอย่างชัดเจน ดังภาพประกอบ 1.5 สำหรับน้ำมันปาล์มดิบ เมื่อลดอุณหภูมิลงมาจนถึงจุดหนึ่ง จะมีอุณหภูมิตั้งที่ เส้นกราฟช่วงนี้จะปรากฏเป็นแนวราบ (plateau) ซึ่งเป็นจุดเยือกแข็งปรากฏ (apparent freezing point : Tf) แนวราบนี้จะหดสั้นลงเรื่อยๆ ขณะที่เดียวกันจุดเยือกแข็งปรากฏก็สูงขึ้นเรื่อยๆ เมื่อเพิ่มปริมาณสเตียรินลงในน้ำมันปาล์ม จนกระทั่งถึง ร้อยละ 30 จะไม่เห็นแนวราบปรากฏอยู่ กราฟจะมีจุดสูงสุด ซึ่งเป็นจุดเยือกแข็งของสเตียริน แต่ขนาดของตัวอย่างมีผลต่อขนาดของแนวราบอย่างเป็นสัดส่วนกัน

นอกจากนี้ การเติมสเตียรินยังช่วยลด induction period ให้สั้นลงอีกด้วย การหาปริมาณสเตียรินที่เติมลงในน้ำมันปาล์ม (Lam, et al., 1983) สามารถหาได้ 2 วิธี คือ

1. โดยการวัด induction period ต้องกำหนดปริมาณตัวอย่างและอุณหภูมิเย็นยวดยิ่ง (Tc) ไว้เป็นมาตรฐาน จากนั้นวัดช่วงของ induction period ของน้ำมันปาล์มที่เป็นที่ยอมรับของผู้ผลิตและผู้บริโภค แล้วกำหนดเป็นขีดจำกัดล่าง (lower limit) หากน้ำมันปาล์มใดมี induction period ต่ำกว่าขีดจำกัดล่างให้ถือว่าเป็นน้ำมันปาล์มที่เติมสเตียริน ส่วนการวัดเชิงคุณภาพ ก็อาศัยการสร้างกราฟมาตรฐานระหว่าง ร้อยละของสเตียรินที่เติมลงในน้ำมันปาล์มและ induction period ในทางปฏิบัตินั้น ร้อยละของสเตียรินที่แท้จริง ควรแสดงในเทอมของ ร้อยละสมมูลของสเตียรินแข็ง

(hard stearin) ในน้ำมันปาล์มอ้างอิงที่มี induction period เท่ากับขีดจำกัดล่างของช่วงที่ยอมรับได้

2. โดยกราฟการลดอุณหภูมิ ความแตกต่างของจุดเยือกแข็งปรากฏและพฤติกรรมการตกผลึกระหว่างน้ำมันปาล์มและสเตียริน สามารถใช้วิเคราะห์ได้ทั้งเชิงคุณภาพและปริมาณ โดยกำหนดขนาดของตัวอย่างให้เป็นมาตรฐาน แล้วสร้างกราฟการลดอุณหภูมิ เพื่อหาจุดเยือกแข็งปรากฏของน้ำมันปาล์มปกติที่เป็นที่ยอมรับของผู้ผลิตและผู้บริโภค ซึ่งจะเป็นขีดจำกัดบน (upper limit) หากตัวอย่างน้ำมันปาล์มมีจุดเยือกแข็งปรากฏ สูงกว่าขีดจำกัดบนก็ถือว่าเป็นน้ำมันปาล์มที่เติมสเตียริน ในเชิงปริมาณก็อาศัยการสร้างกราฟระหว่างร้อยละสมมูลของสเตียรินแข็ง ที่เติมลงไปและจุดเยือกแข็งปรากฏไว้เป็นกราฟมาตรฐาน ก็จะสามารถหาปริมาณสเตียรินสมมูลได้



ภาพประกอบ 1.5. แสดงกราฟของการลดอุณหภูมิของน้ำมันปาล์มที่เติมสเตียรินในสัดส่วนต่างกัน

ที่มา : Lam, et al. 1983 : 157

บทที่ 2

ทฤษฎีการตกผลึก

2.1 บทนำเบื้องต้น

การตกผลึกเป็นกระบวนการแยกของแข็ง-ของเหลว ที่มีการถ่ายเทมวลสารของตัวละลายจากสารละลายไปยังวัฏภาคของผลึกของแข็งบริสุทธิ์ ตัวอย่างเช่น การผลิตซูโครส (sucrose) จากหัวบีท (sugar beet) ซึ่งซูโครสจะตกผลึกจากสารละลาย

การตกผลึกเป็นกระบวนการที่อนุภาคของแข็ง ก่อตัวขึ้นจากวัฏภาคเอกพันธ์ (homogeneous phase) กระบวนการนี้ เช่น การทำน้ำให้เย็น เพื่อก่อตัวเป็นน้ำแข็ง การก่อตัวของอนุภาคของแข็งจากของเหลวหลอมละลาย (liquid melt) หรือการก่อตัวของผลึกของแข็งจากสารละลาย ซึ่งเป็นกระบวนการที่สำคัญเชิงพาณิชย์ ในกระบวนการตกผลึก สารละลายจะถูกทำให้เข้มข้นและเย็นลง จนกระทั่งความเข้มข้นของตัวละลายมีค่าสูงกว่าสภาพละลายได้ (solubility) ที่อุณหภูมินั้น จากนั้นตัวละลายจะแยกออกจากสารละลาย โดยก่อตัวเป็นผลึกที่เกือบบริสุทธิ์

ในการตกผลึกเชิงพาณิชย์ ผลได้และความบริสุทธิ์ของผลึกมีความสำคัญ แต่ขนาดและรูปร่างของผลึก ก็มีความสำคัญเช่นเดียวกัน ขนาดของผลึกที่สม่ำเสมอเป็นสิ่งที่ต้องการ เพราะจะทำให้ขนาดของ cake ในการจับตัวกันมีขนาดเล็กที่สุด ง่ายต่อการเท การล้างและการกรอง และมีพฤติกรรมเช่นเดียวกันหมด เมื่อนำไปใช้ บางคราวผู้ซื้ออาจต้องการผลึกขนาดใหญ่ แม้ว่าผลึกขนาดเล็กจะมีประโยชน์มากกว่า บางที่ต้องการผลึกที่มีรูปร่างแน่นอน เช่นต้องการผลึกแบบเข็มมากกว่าแบบลูกบาศก์

2.2 รูปร่างทางเรขาคณิตของผลึก (Geankoplis, 1993)

ผลึกเป็นของแข็งที่ประกอบด้วยอะตอม ไอออน หรือโมเลกุลที่จัดเรียงกันอย่างเป็นระเบียบและมีรูปแบบซ้ำๆ กัน ซึ่งอะตอม ไอออน หรือโมเลกุลจะถูกจัดเรียงเป็นแถวหรือโครงผลึก แบบ 3 มิติ ระยะทางระหว่างอะตอม (interatomic distance) ในผลึกระหว่างระนาบจินตภาพ (imaginary plane) หรือโครงผลึก จะวัดด้วยเครื่อง x-ray diffraction ออกมาเป็นมุมระหว่างระนาบ รูปแบบหรือการจัดเรียงตัวของโครงผลึก เป็นรูปแบบที่ซ้ำกันทุกทิศทาง

ผลึกมีลักษณะเป็นโพลีฮีดรอน (polyhedron) คือหน้าแบนราบและมีมุมแหลม ขนาดของหน้าและขอบของผลึกที่มาจากสารชนิดเดียวกัน อาจแตกต่างกันมากมาย อย่างไรก็ตาม มุมระหว่างหน้าของผลึกจากสารชนิดเดียวกัน จะเท่ากันตลอด ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของสาร ดังนั้นอาจจำแนกผลึกได้โดยอาศัยมุมระหว่างหน้า

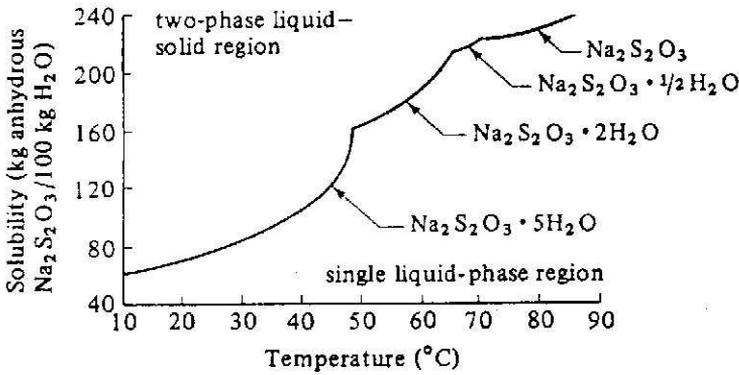
การจำแนกผลึกตามการจัดเรียงตัวของแกนต่อมุม สามารถแบ่งได้เป็น 7 ชนิด คือ

1. ระบบลูกบาศก์ จะมีแกนเท่ากัน 3 แกน ทำมุมต่อกันเป็นมุมฉาก
2. ระบบ tetragonal มีแกน 3 แกน ทำมุมต่อกันเป็นมุมฉาก โดยที่แกนหนึ่งจะยาวกว่าอีก 2 แกน
3. ระบบ orthorhombic มีแกน 3 แกน ทำมุมต่อกันเป็นมุมฉาก ซึ่งมีความยาวแกนแตกต่างกันทั้งหมด
4. ระบบ hexagonal มีแกน 3 แกน ยาวเท่ากันใน 1 ระนาบ ทำมุมต่อกัน 60 องศา
5. ระบบ monoclinic มีแกนไม่เท่ากัน 3 แกน 2 แกนทำมุมต่อกันเป็นมุมฉาก ในระนาบเดียวกัน อีกแกนหนึ่งทำมุมกับระนาบนี้
6. ระบบ triclinic มีแกนไม่เท่ากัน 3 แกน ที่ทำมุมต่อกันไม่เท่ากัน และไม่ใช่ว่า 30, 60 หรือ 90 องศา
7. ระบบ trigonal มี 3 แกนเท่ากัน ทำมุมต่อกันเท่ากัน

ผลึกของสารชนิดเดียวกัน อาจมีหน้าต่างกัน เช่น โซเดียมคลอไรด์ ที่ตกผลึกจากสารละลายที่มีน้ำเป็นตัวทำละลาย จะมีหน้าเป็นแบบลูกบาศก์ แต่ถ้าตกผลึกในสารละลายที่มีน้ำเป็นตัวทำละลายและมีสิ่งปนเปื้อนอยู่ด้วย จะได้ผลึกที่มีหน้าแบบ octahedral ซึ่งทั้ง 2 ชนิด อยู่ในระบบลูกบาศก์แต่มีลักษณะต่างกัน

2.3 สมดุลของการละลายในการตกผลึก

สมดุลของการตกผลึก เกิดขึ้นเมื่อสารละลายหรือ mother liquor ถูกทำให้อิ่มตัว ซึ่งแสดงด้วยเส้นโค้งของการละลาย ส่วนใหญ่แล้วสภาพละลายได้ขึ้นอยู่กับอุณหภูมิ โดยที่ความดันมีผลน้อยมากสามารถตัดทิ้งได้ ข้อมูลของการละลายให้ไว้ในรูปของเส้นโค้ง ที่พล็อตระหว่างสภาพละลายได้กับอุณหภูมิ ส่วนใหญ่สภาพการละลายได้ของเกลือส่วนใหญ่เพิ่มขึ้นเล็กน้อยหรือมากเมื่อเพิ่มอุณหภูมิ โดยทั่วไปแล้วสภาพการละลายหมายถึงสัดส่วนโดยน้ำหนักของสารที่ปราศจากน้ำ (anhydrous) ต่อ 100 ส่วนของตัวทำละลาย



ภาพประกอบ 2.1 สภาพการละลายได้ของโซเดียมไซโอซัลเฟตในน้ำ
ที่มา : Geankoplis, 1993 : 739.

จากภาพประกอบ 2.1 จะเห็นว่าสภาพการละลายได้ของโซเดียมไซโอซัลเฟต (Na₂S₂O₃) เพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น แต่จะมีจุดหักของเส้นโค้ง ซึ่งแสดงถึงความแตกต่างของไฮเดรต (hydrate) หรือน้ำในผลึก ที่อุณหภูมิ 48.2°ซ. วัฏภาคที่เสถียรจะมีสภาพเป็น pentahydrate (Na₂S₂O₃·5H₂O) แสดงถึงความเข้มข้นที่อยู่เหนือเส้นโค้งของการละลายได้ จะเกิดผลึก Na₂S₂O₃·5H₂O ขึ้น ส่วนความเข้มข้นที่ต่ำกว่าเส้นโค้งของการละลายได้ จะมีสภาพเป็นสารละลายเพียงอย่างเดียว ในช่วงอุณหภูมิ 48.2-65°ซ. วัฏภาคที่เสถียรคือ Na₂S₂O₃·2H₂O ส่วน Na₂S₂O₃· $\frac{1}{2}$ H₂O เกิดขึ้นระหว่างอุณหภูมิ 65-70°ซ. และ Na₂S₂O₃ มีวัฏภาคที่เสถียรเหนือ 70°ซ.

2.4 ผลได้ ดุลมวลสารและความร้อนในการตกผลึก

2.4.1 ผลได้และดุลมวลสารในการตกผลึก กระบวนการตกผลึกในทางอุตสาหกรรมนั้น สารละลายและผลึกของแข็งจะสัมผัสกันเป็นระยะเวลาเพียงพอเพื่อเกิดการถ่ายโอนมวลสารจนถึงสมดุล ดังนั้นสารละลายจะถูกทำให้อิ่มตัวที่อุณหภูมิที่ใช้ในกระบวนการ โดยที่ความเข้มข้นสุดท้ายของตัวละลายสามารถดูได้จากเส้นโค้งของการละลาย ผลได้ของผลึกสามารถคำนวณได้ เมื่อรู้ความเข้มข้นเริ่มต้นของตัวละลาย อุณหภูมิสุดท้ายและสภาพการละลายได้ที่อุณหภูมินี้

ในการตกผลึกเชิงพาณิชย์ อัตราการเติบโตของผลึกอาจจะช้า เนื่องจากสารละลายมีความหนืดสูง หรือผลึกมีผิวสัมผัสกับสารละลายน้อย ดังนั้นสภาพอิ่มตัวยิ่งอาจเกิดขึ้น และให้ผลได้ของผลึกต่ำกว่าที่ทำนายไว้ การทำดุลมวลสารสามารถคำนวณได้โดยตรงเมื่อผลึกปราศจากน้ำ ถ้าผลึกเป็นไฮเดรต จะมีน้ำจากสารละลายติดไปกับผลึกด้วย

2.4.2 อิทธิพลของความร้อนและดุลความร้อนของการตกผลึก เมื่อสารประกอบมีสภาพละลายได้เพิ่มขึ้น เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น จะมีการดูดซับความร้อนซึ่งเรียกว่า ความร้อนของการละลาย (heat of solution) การดึงความร้อนออกจากระบบเกิดขึ้นเมื่อ สารประกอบที่ละลายอยู่มีสภาพการละลายได้ลดลง ขณะที่อุณหภูมิเพิ่มขึ้น สำหรับสารประกอบที่ไม่มีการเปลี่ยนสภาพการละลายได้ เมื่ออุณหภูมิเปลี่ยนไป จะไม่มีการดึงความร้อนของการละลายออก ข้อมูลความร้อนของการละลายส่วนใหญ่แสดงถึงการเปลี่ยนแปลงเอนทัลปี (enthalpy) ในหน่วยกิโลจูลต่อกิโลโมลของตัวละลาย ซึ่งเกิดจากการละลายหนึ่งกิโลโมลของตัวละลายในตัวทำละลายปริมาณมากโดยไม่จำกัด

ในการตกผลึกจะมีการละลายของผลึกเกิดขึ้นไปพร้อมๆ กันเสมอ ดังนั้นที่สมดุล ความร้อนของการตกผลึก จะเท่ากับค่าลบของความร้อนของการละลาย ที่มีความเข้มข้นเดียวกันในสารละลาย ถ้าความร้อนของการเจือจางจากสารละลายอิ่มตัวไปยังสารละลายเจือจางอนันต์มีค่าน้อยสามารถตัดทิ้งได้ ดังนั้นค่าลบของความร้อนของการละลาย ณ สารละลายเจือจางอนันต์ สามารถใช้เป็นความร้อนของการตกผลึกได้

บางครั้งการคำนวณอิทธิพลของความร้อนระหว่างกระบวนการตกผลึกอาจใช้แผนภาพเอนทัลปี-ความเข้มข้น สำหรับสารละลายและวัฏภาคของแข็งที่ปรากฏในระบบ อย่างไรก็ตามมีเพียงระบบของแคลเซียมคลอไรด์-น้ำ แมกนีเซียมซัลเฟต-น้ำ และเฟอร์ริซัลเฟต-น้ำ ที่ใช้ได้กับแผนภาพนี้ โดยอาศัยขั้นตอนดังต่อไปนี้

อ่านเอนทัลปี (H_1) ของสารละลายที่ใส่เข้าไป ที่อุณหภูมิเริ่มต้นและเอนทัลปีที่อุณหภูมิสุดท้าย (H_2) ของของผสมระหว่างผลึกและสารละลายจากแผนภาพ ถ้ามีการระเหยเกิดขึ้น เอนทัลปีของการระเหย (H_V) ของน้ำอ่านจากตารางไอน้ำ แล้วคำนวณความร้อนรวมที่ใช้ไป (q) จาก

$$q = (H_2 + H_V) - H_1$$

ถ้า q เป็นบวก จะต้องให้ความร้อนแก่ระบบ

ถ้า q เป็นลบ จะต้องดึงความร้อนออกจากระบบ

2.5 เครื่องตกผลึก

เครื่องตกผลึกอาจแบ่งตามการดำเนินการเป็นแบบกะ (batch) ซึ่งจะใช้ในกรณีพิเศษและแบบต่อเนื่อง (continuous) ซึ่งมีการใช้แพร่หลาย การตกผลึกจะไม่เกิดขึ้นหากปราศจากการเกิดสภาพอิ่มตัวยวดยิ่ง ดังนั้นหน้าที่หลักของเครื่องตกผลึกคือการทำให้สารละลายอิ่มตัวยวดยิ่ง การแบ่งเครื่องตกผลึกตามการเกิดสภาพอิ่มตัวยวดยิ่ง ได้ดังนี้

1. เครื่องตกผลึกแบบถังและแบบกะ (tank and batch type) เป็นการทำให้เกิดสภาพอิ่มตัวยวดยิ่ง โดยการหล่อเย็นสารละลายและปราศจากการระเหย

2. เครื่องตกผลึกแบบระเหย (evaporator-crystallizer and crystallizing evaporator) เป็นการทำให้เกิดสภาพอิ่มตัวยวดยิ่ง โดยการระเหยตัวทำละลายและมีการหล่อเย็นเล็กน้อยหรืออาจไม่มี

3. เครื่องตกผลึกแบบระเหยสุญญากาศแอดิแบติก (adiabatic evaporator-vacuum crystallizer) เป็นการทำให้เกิดสภาพอิ่มตัวยวดยิ่งโดยทั้งการหล่อเย็นและการระเหย

ในเครื่องตกผลึกที่ทำให้เกิดสภาพอิ่มตัววดยิ่งด้วยการหล่อเย็น สารละลายต้องมีเส้นโค้งของการละลาย ลดลงอย่างมากต่ออุณหภูมิ ซึ่งใช้ได้กับสารหลายอย่าง และเป็นวิธีทั่วไป ถ้าเส้นโค้งของการละลายเปลี่ยนแปลงเล็กน้อยต่ออุณหภูมิ ก็มักจะใช้การระเหยตัวทำละลายออก เพื่อให้เกิดสภาพอิ่มตัววดยิ่ง บางครั้งใช้การระเหยควบคู่กับการหล่อเย็น วิธีของการหล่อเย็นแบบแอเดียแบติกในสูญญากาศ เริ่มจากสารละลายที่ร้อนถูกใส่เข้าไปในสูญญากาศ ขณะเดียวกันตัวทำละลายจะระเหยออกมาอย่างรวดเร็ว และสารละลายจะถูกทำให้เย็นแบบแอเดียแบติก กระบวนการนี้เป็นกระบวนการสำคัญในการผลิตขนาดใหญ่

อีกวิธีหนึ่งเป็นการแยกเครื่องตกผลึกตามการแขวนลอยของผลึก เช่นเครื่องตกผลึกที่สารแขวนลอยถูกกวนอยู่ในถังจะมีการหมุนเวียนด้วยเครื่องแลกเปลี่ยนความร้อน (heat exchanger) หรือหมุนเวียนใน scraped surface exchanger

ความแตกต่างที่สำคัญของเครื่องตกผลึกเชิงพาณิชย์ อยู่ที่การทำให้ของเหลวอิ่มตัววดยิ่ง สัมผัสกับผลึกที่กำลังเติบโต วิธีการหนึ่งซึ่งเรียกว่า circulating magma method เป็นการหมุนเวียนผลึกที่มีสภาพเหมือนแมกมา (magma) และของเหลวอิ่มตัววดยิ่ง ผ่านขั้นตอนการเกิดสภาพอิ่มตัววดยิ่ง และตกผลึกโดยปราศจากการแยกของแข็งออกจากของเหลวให้เป็นสองกระแส กระบวนการนี้ การตกผลึกและการเกิดสภาพอิ่มตัววดยิ่งเกิดขึ้นด้วยกันในขณะที่มีผลึกปรากฏอยู่ วิธีการที่สองเรียกว่า circulating liquid method เป็นการแยกกระแสของของเหลวอิ่มตัววดยิ่ง ที่ผ่านไปยังฟลูอิด์เบดของผลึก ซึ่งมีการเติบโตของผลึกและการเกิดผลึกใหม่ (จาก nuclei) เกิดขึ้นที่นี้ แล้วของเหลวอิ่มตัวจะผ่านไปยังบริเวณหล่อเย็นหรือระเหยเพื่อทำให้เกิดของเหลวอิ่มตัววดยิ่งและไหลกลับมาอีกครั้ง

2.5.1 ตัวอย่างของเครื่องตกผลึก

1. Tank crystallizer เป็นวิธีการเก่าแก่ที่ยังคงใช้อยู่ในบางกรณี โดยสารละลายอิ่มตัวที่ร้อนจะถูกทำให้เย็นในถังเปิด หลังจากช่วงเวลาหนึ่ง สารละลายจะถูกปล่อยออกและแยกผลึกออกมา nucleation และขนาดของผลึกควบคุมได้ยาก ผลึกจะอุ้มสารละลายไว้จำนวนหนึ่ง วิธีการนี้มีค่าแรงสูง ในบางกรณีการหล่อเย็นถึงด้วยขดลวดหรือ jacket และมีเครื่องกวนเพื่อช่วยปรับปรุงอัตราการถ่ายเทความร้อน แต่ผลึกมัก

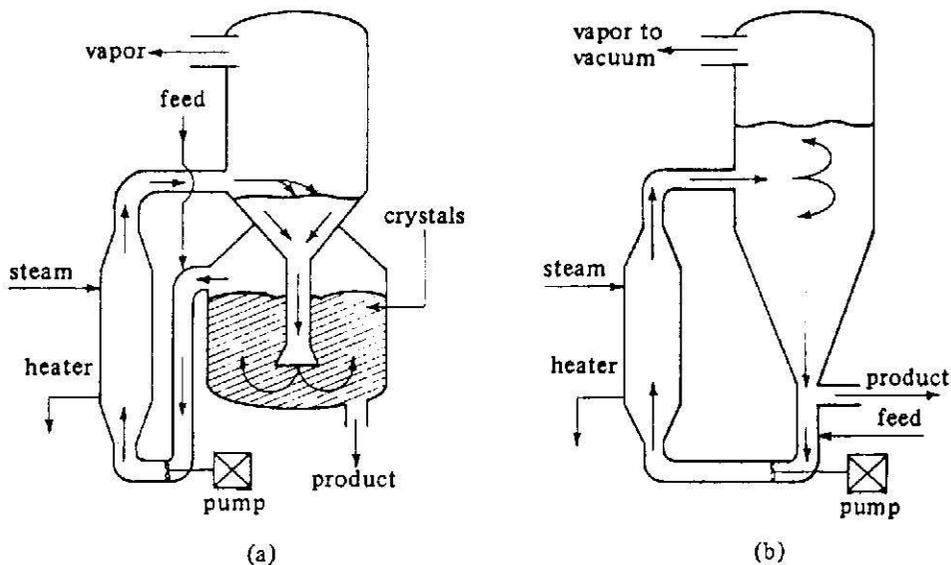
จะเกิดขึ้นที่ผิวหน้า เครื่องตกผลึกชนิดนี้มีขีดจำกัดในการใช้ บางที่ใช้ผลิิตสารเคมีและผลิตภัณฑ์ทางเภสัชที่ละเอียดมากๆ

2. Scraped surface crystallizer ตัวอย่างเช่น Swensor-Walker crystallizer ซึ่งประกอบด้วยท่อเปิดกว้าง 0.6 ม. ที่มีกันเป็นรูปครึ่งวงกลมและมี jacket หุ้มอยู่ภายนอก เครื่องกวรรอบต่ำแบบเกลียวจะหมุนเพื่อทำให้เกิดการแขวนลอย ใบพัด (blades) ที่แนบชิดกับผนังจะกวาดเอาผลึกที่เกาะอยู่ตามผนังที่เย็นให้หลุดออก โดยทั่วไปผลผลิตจะมีการกระจายตัวของขนาดผลึกกว้างมาก ในเครื่องตกผลึกแบบ double-pipe scraped surface นั้นน้ำหล่อเย็นจะผ่านเข้าไปในที่ว่างตรงกลางระหว่างท่อ เครื่องกวรภายในจะติดอยู่กับใบมีดสปริง ซึ่งจะขูดผนังและทำให้เกิดสัมประสิทธิ์การถ่ายโอนความร้อนที่ดีขึ้น เครื่องตกผลึกชนิดนี้เรียกว่า votator ใช้ในการตกผลึกไอศกรีมและมาการีน

3. Circulating-liquid evaporator-crystallizer เป็นเครื่องตกผลึกที่ทำให้เกิดสภาพอิมัตว์วดยิ่งด้วยการระเหย การหมุนเวียนของของเหลวใช้ screw pump ซึ่งอยู่ในท่อด้านล่าง รูปภาพประกอบ 2.2 (a) ของเหลวร้อนจะไหลขึ้นไปยังช่องว่างเฟสไอ และระเหยอย่างรวดเร็วเกิดสภาพอิมัตว์วดยิ่ง ไอที่ออกมาจะถูกควบแน่น

ของเหลวอิมัตว์วดยิ่งจะไหลกลับสู่ส่วนล่างของท่อ แล้วไหลขึ้นผ่านชั้นฟลูอิดไคซ์เบดของผลึกที่มีการกวร ในบริเวณนี้จะมีการขยายขนาดของผลึก ส่วนของเหลวอิมัตว์วดยิ่งจะไหลกลับไปยังกระแสรีไซเคิลไปสู่เครื่องทำความร้อน ซึ่งจะเชื่อมกับท่อป้อนผลึกขนาดใหญ่จะตกตะกอนและผลึกที่รวมกันเป็นของเหลวหนืดกับสารละลายถูกดึงออกมาเป็นผลิตผล เครื่องตกผลึกแบบนี้มักจะเรียกว่า Oslo crystallizer

4. Circulating-magma vacuum crystallizer รูปภาพประกอบ 2.2 (b) แมกมาหรือสารแขวนลอยของผลึกจะถูกหมุนเวียนไปตามท่อด้วย screw pump แมกมาจะไหลผ่านเครื่องทำความร้อน ซึ่งจะยกอุณหภูมิขึ้น 2-6 °ซ. ของเหลวร้อนจะถูกผสมกับของเหลวหนืดที่มีผลึก และเกิดการเดือดที่ผิวหน้า ทำให้เกิดสภาพอิมัตว์วดยิ่งในของเหลวที่หมุนวนอยู่ใกล้ผิวหน้า จึงทำให้ผลึกตกตะกอน และออกไปโดยผ่านท่อไหลวน ไอจะออกสู่ด้านบน ส่วนการเกิดสุญญากาศจะใช้ steam-jet ejector



ภาพประกอบ 2.2 ชนิดของเครื่องตกผลึก (a) circulating-liquid evaporator-crystallizer, (b) circulating-magma vacuum crystallizer
ที่มา : Geankoplis, 1993 : 743.

2.6 ทฤษฎีการตกผลึก

2.6.1 บทนำ

เมื่อการตกผลึกเกิดขึ้นในการผสมเอกพันธ์ จะมีวัฏภาคของแข็งใหม่เกิดขึ้น การเข้าใจกลไกการก่อผลึกและการเติบโตของผลึก จะช่วยในการออกแบบเครื่องตกผลึก เพื่อช่วยให้เข้าใจการตกผลึก จะต้องมีการทดลองและปฏิบัติการทางทฤษฎีมากมาย แต่อย่างไรก็ตาม ยังคงมีความแตกต่างอยู่มาก ระหว่างการทำนายและปฏิบัติการจริงในเครื่องตกผลึกเชิงพาณิชย์

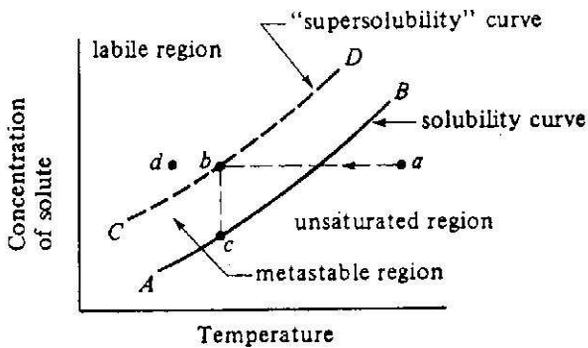
ภาพรวมของกระบวนการตกผลึก จากสารละลายอิ่มตัววยดยิ่ง ต้องพิจารณาการก่อตัวของนิวเคลียสหรือ nucleation และการเติบโตของผลึก ถ้าสารละลายไม่มีอนุภาคของแข็งใดๆ อยู่เลย ไม่ว่าจะเป็นสารแปลกปลอมหรือสารที่จะตกผลึกเองแล้ว การก่อตัวของนิวเคลียสจะเกิดขึ้นก่อนการเติบโตของผลึก โดย nuclei ใหม่อาจก่อตัวอย่างต่อเนื่อง ขณะที่ nuclei ที่มีอยู่แล้วจะเติบโตขึ้น

แรงขับที่ทำให้เกิดการก่อตัวของนิวเคลียสและการเติบโตของผลึก ก็คือสภาพอิ่มตัวยิ่งยวด ซึ่งทั้ง 2 ขั้นตอน จะไม่เกิดขึ้นในสารละลายอิ่มตัว หรือสารละลายไม่อิ่มตัว

2.6.2 Nucleation

Primary nucleation เป็นผลมาจากการเปลี่ยนแปลงขึ้นลงอย่างรวดเร็วของโมเลกุลในบริเวณนั้น ในวัฏภาคเอกพันธ์ อนุภาคหรือโมเลกุลจะจับตัวกันและก่อตัวเป็นกลุ่ม หากมีโมเลกุลอื่นเข้ามาเกาะเพิ่มขึ้น กลุ่มนี้จะเติบโตขยายขนาด ขณะที่บางกลุ่มอาจจะแตกออกกลับเป็นโมเลกุลเดี่ยวได้อีกครั้ง กลุ่มของโมเลกุลที่เติบโตขึ้นจะกลายเป็นผลึก และดูดซับโมเลกุลจากสารละลายต่อไป การเกิด nucleation แบบนี้เรียกว่า homogeneous หรือ primary nucleation ซึ่งกลุ่มของโมเลกุลที่ใหญ่จะกลายเป็นผลึก ขณะที่กลุ่มเล็กจะละลายไป สภาพการละลายได้ของผลึกขนาดเล็กระดับไมโครเมตร มีค่ามากกว่าผลึกขนาดใหญ่ ข้อมูลของสภาพการละลายโดยทั่วไปจึงใช้กับผลึกขนาดใหญ่ ดังนั้นในสารละลายอิ่มตัวยิ่งยวด จะเกิดสมดุลของผลึกขนาดเล็ก ซึ่งถ้ามีผลึกขนาดใหญ่อยู่ มันก็จะเติบโตต่อไป ส่วนผลึกขนาดเล็กจะละลายไป ผลของขนาดอนุภาคเป็นปัจจัยสำคัญในการเกิด nucleation ในการตกผลึกแบบแมกมา นั้นเกิด primary nucleation ขึ้นน้อย

Miers (Geankoplis, 1993) พยายามอธิบายการเกิด nuclei และผลึกในสารละลายที่ไม่มีการล่อผลึก ทฤษฎีนี้ แสดงไว้ในภาพประกอบ 2.3 ขณะที่เส้น AB เป็นเส้นโค้งของสภาพละลายได้ ถ้าตัวอย่างสารละลายเริ่มจากจุด a ถูกหล่อเย็น จนอุณหภูมิลดลง ข้ามเส้นโค้งของการละลายได้ ตัวอย่างจะยังไม่ตกผลึกจนกระทั่งเข้าสู่สภาพเย็นยิ่งยวด ที่จุด b จึงจะเริ่มตกผลึก และความเข้มข้นก็ตกลงมาที่จุด c ถ้าไม่มีการหล่อเย็นไปมากกว่านี้ เส้นโค้ง CD เรียกว่า เส้นโค้งของสภาพละลายยิ่งยวด (supersolubility) ซึ่งแสดงถึงขีดจำกัด ในการเริ่มต้นเกิดนิวเคลียสขึ้นเอง ดังนั้นจึงเป็นจุดที่เริ่มต้นการตกผลึก ผลึกใดๆ ที่อยู่ในช่วงกึ่งเสถียร (metastable region) จะเติบโตขึ้น จึงมีแนวโน้มที่ต้องพิจารณาเส้นโค้งของสภาพละลายยิ่งยวดเป็นบริเวณที่อัตราการเกิด nucleation เพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว อย่างไรก็ตามการอธิบายของ Miers นี้ให้เห็นว่าหากมีองศาของการเกิดสภาพอิ่มตัวยิ่งยวดสูงแล้ว โอกาสที่จะเกิด nuclei ก็สูงด้วย



ภาพประกอบ 2.3 การอธิบายการตกผลึกเชิงคุณภาพของ Miers
ที่มา : Geankoplis, 1993 : 744.

Secondary หรือ contact nucleation เป็นวิธีการเกิด nucleation ที่มีประสิทธิภาพมาก ซึ่งเกิดขึ้นเมื่อผลึกชนกันเองหรือชนกับใบพัดในขณะที่กวน หรือชนกับผนังท่อหรือผนังภาชนะบรรจุ การเกิด nucleation แบบนี้มีผลมาจากการกวน ซึ่งจะเกิดได้ที่องค์การอิมัตวดยดยิ่งต่ำ ซึ่งเป็นจุดที่มีอัตราการเติบโตของผลึกเหมาะสมที่สุดสำหรับผลึกที่ดี วิธีนี้เป็นวิธีการที่มีประสิทธิภาพมากที่สุด และใช้กันทั่วไปในการตกผลึกแบบแมกมา กลไกที่แน่นอนของ contact nucleation ยังไม่มีใครรู้และไม่มีทฤษฎีที่สมบูรณ์ที่จะทำนายอัตราการเกิดนี้ได้

2.6.3 อัตราการเติบโตของผลึกและสัมประสิทธิ์การเติบโต

อัตราการเติบโตของหน้าผลึกคือ ระยะทางที่เคลื่อนที่ไปต่อหน่วยเวลา ในทิศทางที่ตั้งฉากกับหน้าผลึก การเติบโตของผลึกเป็นกระบวนการแบบชั้นต่อชั้น (layer-by-layer) และเนื่องจากการเติบโตเกิดขึ้นเฉพาะที่ผิวหน้าด้านนอกของผลึกเท่านั้น ตัวละลายจึงต้องเคลื่อนที่ไปยังหน้าผลึกนั้น จากสารละลายบัลค์ (bulk solution) โมเลกุลของตัวละลายมาถึงหน้าผลึกโดยการแพร่ผ่านวัฏภาคของเหลว สัมประสิทธิ์การถ่ายโอนมวล (mass-transfer coefficient) k_y ที่ใช้กันทั่วไปก็สามารถนำมาใช้ในกรณีนี้ ที่ผิวหน้าของโครงผลึกจะมีความต้านทานต่อการรวมตัวของผลึก ซึ่งต้องนำมาพิจารณาด้วย ปฏิกริยาที่ผิวหน้านี่เกิดขึ้นด้วยอัตราจำกัด และกระบวนการทั้งหมด

ประกอบด้วยความต้านทานสองชุด สารละลายต้องอิมตัววอดยั้งเพื่อการแพร่ และการเชื่อมต่อของชั้นต่อไป จะดำเนินไปได้

สมการการถ่ายโอนมวลของตัวละลาย A จากสารละลายบัลค์ที่เข้มข้นอิมตัววอดยั้ง y_A (หน่วย : สัดส่วนโดยโมลของ A), ไปยังผิวหน้าซึ่งมีความเข้มข้น y'_A คือ

$$\frac{\bar{N}_A}{A_i} = k_y (y_A - y'_A) \quad (2.1)$$

โดยที่ k_y คือสัมประสิทธิ์การถ่ายโอนมวล, $\text{kmol/s.m}^2 \cdot \text{mol frac.}$

\bar{N}_A คืออัตรา, kmol A/s

A_i คือพื้นที่, m^2 of surface i

สมมุติว่าอัตราการเกิดปฏิกิริยาที่ผิวหน้าของผลึก ขึ้นอยู่กับความแตกต่างของความเข้มข้น

$$\frac{\bar{N}_A}{A_i} = k_s (y'_A - y_{Ae}) \quad (2.2)$$

โดยที่ k_s คือสัมประสิทธิ์การเกิดปฏิกิริยาที่ผิวหน้า, $\text{kmol/s.m}^2 \cdot \text{mol frac.}$

y_{Ae} คือความเข้มข้นอิมตัว

รวมสมการ (2.1) และ (2.2) จะได้

$$\frac{\bar{N}_A}{A_i} = \frac{y_A - y_{Ae}}{1/k_y + 1/k_s} = K (y_A - y_{Ae}) \quad (2.3)$$

โดยที่ K คือสัมประสิทธิ์การถ่ายโอนมวลรวม

k_y สามารถทำนายได้ โดยใช้วิธีเดียวกับการหาสัมประสิทธิ์การถ่ายโอนมวล โดยการพา (convection) ถ้า k_y มีค่ามากปฏิกิริยาที่ผิวหน้าของผลึกจะเป็นตัวควบคุม

และ $1/k_y$ ตัดทิ้งได้ในทางกลับกันถ้าสัมประสิทธิ์การถ่ายโอนมวลมีค่าน้อยมาก ความต้านทานในการแพร่จะเป็นตัวควบคุม สัมประสิทธิ์ของปฏิกิริยาที่ผิวหน้าของผลึกและสัมประสิทธิ์การถ่ายโอนมวลรวม ถูกวัดและรายงานไว้เป็นระบบ แต่ไม่อาจใช้ประโยชน์ได้โดยตรง เนื่องจากสภาวะแตกต่างจากเครื่องตกผลึกเชิงพาณิชย์ อีกทั้งความเร็วและระดับของการอิมพัลส์วดยิ่งในระบบ วัดได้ยาก และตำแหน่งของการหมุนเวียนแมกมาในเครื่องตกผลึกก็แตกต่างกันด้วย

2.6.4 กฎ ΔL ของการเติบโตของผลึก

McCabe (Geankoplis, 1993) แสดงให้เห็นว่าผลึกทั้งหมดมีโครงสร้างทางเรขาคณิตเหมือนกัน และสารชนิดเดียวกันในสารละลายที่เหมือนกันเติบโตด้วยอัตราเท่ากัน การเติบโตวัดจากการเพิ่มความยาว ΔL ในเชิงเส้นตรงของผลึกเดี่ยว ซึ่งสัมพันธ์กับระยะทางบนผลึกทั้งหมดด้วยการเพิ่มขึ้นนี้เป็นอิสระต่อขนาดเริ่มต้นของผลึกเริ่มต้น ซึ่งต้องสร้างสภาวะให้ผลึกทั้งหมดอยู่ในสภาพแวดล้อมเดียวกัน กฎนี้นำมาจากสมการ (2.3) โดยที่สัมประสิทธิ์การถ่ายโอนมวลรวมมีค่าเท่ากันทุกหน้าของทุกผลึก

$$\frac{\Delta L}{\Delta t} = G \quad (2.4)$$

โดยที่ Δt คือเวลา (ชั่วโมง)

G คืออัตราการเติบโตซึ่งคงที่ (มม./ชั่วโมง)

ถ้า D_1 เป็นมิติเชิงเส้นของผลึกที่เวลา t_1 และ

D_2 เป็นมิติเชิงเส้นของผลึกที่เวลา t_2

$$\Delta L = D_2 - D_1 = G(t_2 - t_1) \quad (2.5)$$

อัตราการเติบโตทั้งหมด (ΔL) มีค่าเท่ากันสำหรับทุกผลึก กฎ ΔL ใช้ไม่ได้ในกรณีที่ทดลองด้วยผลึกที่มีฐานของขนาดต่างกัน โดยเฉพาะอย่างยิ่งเมื่อผลึกมีขนาดต่ำกว่า 50 เมช (0.3 มม.)

บทที่ 3

วิธีการวิจัย

3.1 วัสดุ ประกอบด้วย

1. น้ำมันปาล์มรีไฟน์ (RBD Palm Oil, IV = 53.84, FFA = 0.05 %)
2. เอทิลแอลกอฮอล์ 95 เปอร์เซ็นต์
3. โซเดียมไฮดรอกไซด์
4. ฟีนอล์ฟทาลีนเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์
5. โพแทสเซียมไอโอไดด์
6. โซเดียมไทโอซัลเฟต
7. คาร์บอนเตตระคลอไรด์
8. น้ำแข็ง
9. ไอโอดีนคลอไรด์
10. กรดแอสติค
11. กรดไฮโดรคลอริก

3.2. อุปกรณ์ ประกอบด้วย

1. อ่างควบคุมอุณหภูมิที่สามารถตั้งโปรแกรมการทำงานได้ (programmable bath)
2. บั๊มสุญญากาศ (vacuum pump)
3. เครื่องกวนรอบต่ำ
4. หม้อแปลงไฟฟ้ากระแสตรง
5. Voltage Stabilizer
6. Slide Regulator
7. เครื่องวัดรอบแบบมือถือระบบดิจิตอล
8. Brookfield Viscometer Model LVT
9. ขวดวัดปริมาตร 25 มล.

10. กรวยกรอง (buchner funnel)

11. ขวดกรอง (suction flask)

3.3. วิธีดำเนินการ

3.3.1. วิธีวิเคราะห์หาร้อยละของกรดไขมันอิสระในรูปกรดโอเลอิก

(method 940.28 ; AOAC, 1990)

1. ชั่งตัวอย่างให้ได้น้ำหนักแน่นอน 56.4 กรัม ในขวดขนาด 250 มล.
2. เตรียมสารละลายเอทิลแอลกอฮอล์ให้เป็นกลาง โดยการเติมฟีนอล์ฟทาลีน 5 หยด และปรับให้เป็นกลางด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.1 นอร์มัล หยดต่างที่ละลายพร้อมทั้งเขย่าหรือกวนจนได้สารละลายแอลกอฮอล์เป็นสีชมพูถาวร
3. เติมเอทิลแอลกอฮอล์ที่เป็นกลาง 50 มล. ลงในตัวอย่าง เขย่าอย่างแรง ให้ตัวอย่างละลายในแอลกอฮอล์ ถ้าละลายได้ไม่ดีให้อุ่นที่อุณหภูมิ 60-65°C.
4. ไตเตรตสารละลายตัวอย่างด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.1 นอร์มัล ขณะไตเตรตต้องเขย่าอย่างแรงจนกระทั่งได้สารละลายสีชมพูคงที่อยู่ประมาณ 1 นาที
5. คำนวณหาร้อยละของกรดไขมันอิสระในรูปของกรดโอเลอิก ได้จากสูตร

$$\text{กรดไขมันอิสระ (ร้อยละในรูปกรดโอเลอิก)} = \frac{\text{ปริมาณด่างที่ใช้ (มล.)} \times \text{ความเข้มข้นของด่าง (นอร์มัล)} \times 28.2}{\text{น้ำหนักตัวอย่าง (กรัม)}}$$

หมายเหตุ น้ำหนักโมเลกุลของกรดลอริก = 200

กรดปัลมิติก = 256

กรดโอเลอิก = 282

3.3.2.วิธีการวิเคราะห์ค่าไอโอดีน (method II.D.7 ; IUPAC, 1979)

1. หลอมและกรองแล้วซึ่งตัวอย่างให้ได้น้ำหนักแน่นอน ตามตาราง 3.1 ใส่ในขวดขนาด 500 มล. ที่สะอาดและแห้ง

ตาราง 3.1 ปริมาณตัวอย่างที่ใช้ในการวิเคราะห์ค่าไอโอดีน

ค่าไอโอดีนที่คาดคะเน	น้ำหนักตัวอย่าง (กรัม)
<5	3.0
5-20	1.00
21-50	0.40
51-100	0.20
101-150	0.13
151-200	0.10

ที่มา : IUPAC, 1979 : 68

2. เติมคาร์บอนเตตระคลอไรด์ 15 มล.
3. เติมสารละลายวิจส์ (Wij's solution) 25 มล. โดยใช้ปิเปตและให้ปลายปิเปตจรดข้างขวดด้วยจำนวนครั้งที่แน่นอนและเท่ากันทุกครั้งที่ทำกรทดลอง
4. เขย่าขวดแล้วตั้งทิ้งไว้ในที่มืด 1-2 ชั่วโมง
5. เติมสารละลายโพแทสเซียมไอโอไดด์เข้มข้น 10 เปอร์เซ็นต์ ปริมาณ 20-มล. และน้ำต้มใหม่ซึ่งเย็นแล้ว 150 มล.
6. ไตเตรตด้วยสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟต 0.1 นอร์มัล เขย่าอย่างแรง และสม่ำเสมอ ขณะไตเตรตจนได้สารละลายสีเหลืองอ่อน เติมน้ำแบ่ง 2-3 หยด จะกลายเป็นสีน้ำเงิน แล้วไตเตรตต่อไปจนสีน้ำเงินหมดไป บันทึกปริมาตรของสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟตที่ใช้
7. เตรียม blank
8. คำนวณค่าไอโอดีนจากสูตร

$$\text{ค่าไอโอดีน} = \frac{(b-a) \times N \times 12.69}{w}$$

w

โดย **b** = ปริมาตรโซเดียมไทโอซัลเฟตที่ใช้ไตเตรตกับ blank (มล.)

a = ปริมาตรโซเดียมไทโอซัลเฟตที่ใช้ไตเตรตกับตัวอย่าง (มล.)

N = ความเข้มข้นของโซเดียมไทโอซัลเฟต (นอร์มัล)

w = น้ำหนักตัวอย่าง (กรัม)

หมายเหตุ : ถ้า $b - a > b/2$ ต้องทำการวิเคราะห์ใหม่ โดยใช้ตัวอย่างให้น้อยลง

3.3.3.วิธีการเตรียมสารละลาย

การเตรียมสารละลายวิจส์

การเตรียมสารละลายวิจส์ต้องทำในตู้ควันอย่างระมัดระวัง และควรสวมถุงมือ

วิธีเตรียมสามารถทำได้ 2 วิธี คือ

วิธีที่ 1 ชั่งสารไอโอดีนไตรคลอไรด์ (ICl_3) หนัก 9 กรัม ละลายในสารผสมของกรดแอซิดิก 700 มล. กับคาร์บอนเตตราคลอไรด์ 300 มล. ใส่ในขวดสีชา

วิธีที่ 2 ชั่งสารละลายไอโอดีนโมโนคลอไรด์ (ICI) 19.0 กรัม ละลายในสารผสมของกรดแอซิดิก 700 มล. กับคาร์บอนเตตราคลอไรด์ 300 มล. ใส่ในขวดสีชา

สารละลายวิจส์ที่เตรียมเสร็จแล้วต้องปิดผนึกให้แน่นด้วยพาราฟินจนกว่าจะนำมาใช้และต้องเก็บในที่เย็นอุณหภูมิประมาณ $20^{\circ}C$.

การหาปริมาณฮาโลเจน (halogen)

นำสารละลายวิจส์มา 5 มล. เติมสารละลายโพแทสเซียมไอโอไดด์เข้มข้น ร้อยละ 10 ปริมาตร 5 มล. และน้ำกลั่น 30 มล. แล้วไตเตรตด้วยสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟต 0.1 นอร์มัล จนกระทั่งสมมูลกับสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟต 10 มล. ถ้าสารละลายเข้มข้นเกินไปต้องเจือจาง

การเตรียมสารละลายโพแทสเซียมไอโอไดด์

วิธีเตรียม ละลายโพแทสเซียมไอโอไดด์ 40 กรัม ในน้ำต้มใหม่ๆ 20 มล. หรือน้ำกลั่นบริสุทธิ์ แล้วนำมาต้มให้เดือดเบาๆ ประมาณ 5-10 นาที ถ่ายใส่ขวดสีชาแล้วเก็บไว้ในที่มืด การเตรียมสารละลายโพแทสเซียมไอโอไดด์ ควรเตรียมในปริมาณที่พอดีหรือมากกว่าปริมาณที่ต้องการใช้ในการทดลองครั้งหนึ่งๆ เล็กน้อย เพราะในการทดลองแต่ละครั้งควรใช้โพแทสเซียมไอโอไดด์ที่เตรียมใหม่ๆ ทุกครั้ง ถ้าเป็นสารละลายโพแทสเซียมไอโอไดด์ที่เตรียมไว้ก่อนแล้ว ต้องทดสอบก่อนใช้โดยเติมสารละลายผลสมกรดแอสติติกและคลอโรฟอร์ม อัตราส่วน 3:2 ในปริมาณ 0.5 มล. ถึง 30 มล. แล้วหยดน้ำแป้งลงไป 2-3 หยด ถ้าสารละลายเปลี่ยนเป็นสีน้ำเงินให้ทิ้งไป แล้วเตรียมใหม่

การเตรียมและหาความเข้มข้นมาตรฐานของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.1 นอร์มัล

วิธีเตรียม ชั่งโซเดียมไฮดรอกไซด์ เอ อาร์ เกรด ปริมาณ 4 กรัม ละลายในน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 1 ลิตร เก็บสารละลายต่างในขวดแก้ว ซึ่งฝาขวดที่ใช้ต้องไม่ใช่แก้ว

การหาความเข้มข้นมาตรฐานของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

1. อาจใช้วิธีการไตเตรตสารละลายต่างโซเดียมไฮดรอกไซด์กับสารละลายกรดเกลือที่มีความเข้มข้นเดียวกัน ซึ่งผ่านการปรับมาตรฐานแล้ว โดยบีบตสารละลายต่างปริมาณ 25 มล. ลงในขวดลูกชมพู (erlenmeyer flask) ไตเตรตด้วยสารละลายกรดจากบูเรตต์ มีฟีนอล์ฟทาลีน เป็นสารแสดงจุดยุติ แล้วคำนวณความเข้มข้นของสารโซเดียมไฮดรอกไซด์จาก

$$N_1V_1 = N_2V_2$$

N_1 = ความเข้มข้นของกรด (นอร์มัล)

V_1 = ปริมาตรกรด (มล.)

N_2 = ความเข้มข้นต่าง (นอร์มัล)

V_2 = ปริมาตรต่าง

2. วิธีที่จะได้ค่าถูกต้องแน่นอนกว่า คือ การใช้โพแทสเซียมแอซิดฟาทาเลท (potassium acid phthalate : $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$) ซึ่งทำได้โดยนำโพแทสเซียมแอซิดฟาทาเลทใส่กระจกนาฬิกาไปอบใน ตู้อบไฟฟ้าอุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส นาน 1-2 ชั่วโมง แล้วปล่อยให้เย็นในโถดูดความชื้น ชั่งน้ำหนักให้ได้แน่นอน 0.8 กรัม (สำหรับความเข้มข้น 0.1 นอร์มัล) ใส่ลงในขวดขนาด 250 มล. เติมน้ำกลั่นที่ปราศจากคาร์บอนเนต ปริมาณ 25 มล. ทำซ้ำ 3 ขวด แล้วไตเตรตกับสารละลายต่างข้างต้น โดยมีฟีนอล์ฟทาลีนเป็นสารแสดงจุดยุติ คำนวณความเข้มข้นมาตรฐานของ สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ได้จาก

$$\text{ความเข้มข้นโซเดียมไฮดรอกไซด์ (นอร์มัล)} = \frac{\text{นน. โพแทสเซียมแอซิดฟาทาเลท (กรัม)}}{\text{สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ไตเตรต (มล.)} \times 0.2042}$$

(สมมูลของ $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4 = 204.216$)

การเตรียมและหาความเข้มข้นมาตรฐานของสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟตเข้มข้น 0.1 นอร์มัล

วิธีเตรียม ชั่งโซเดียมไทโอซัลเฟต ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) ประมาณ 25 กรัม ละลายในน้ำกลั่น 1 ลิตร ต้มให้เดือดเบาๆ 5 นาที แล้วถ่ายลงในขวดเก็บสีชาขณะร้อน เก็บสารละลายในที่มืดและเย็น อย่าเทสารละลายที่ใช้แล้วกลับลงไปขวดเก็บอีก

การหาความเข้มข้นมาตรฐาน

อบสารละลายโพแทสเซียมไดโครเมต ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) ชนิด เอ อาร์ เกรด ที่อุณหภูมิ 100° ซ. เป็นเวลา 1-2 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นในโถดูดความชื้นแล้วชั่งให้ได้น้ำหนักแน่นอนใส่ลงในขวด 3 ขวดๆ ละ 0.1-0.2 กรัม (สำหรับความเข้มข้น 0.1 นอร์มัล) แต่ละขวดเติมน้ำกลั่นที่ปราศจากคลอรีนปริมาตร 80 มล. ที่มีโพแทสเซียมไอโอไดด์ (KI) 2 กรัม และเติมสารละลายกรดเกลือที่เข้มข้น 1 นอร์มัล ปริมาตร 20 มล. ตั้งทิ้งไว้ในที่มืดทันที เป็นเวลา 10 นาที แล้วไตเตรตกับสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟตข้างต้นโดยใช้น้ำแบ่งเข้มข้น ร้อยละ 1

เป็นสารแสดงจุดยุติ (เติมน้ำแบ่งเมื่อปฏิกิริยาเกือบถึงจุดยุติและจุดยุติเป็นจุดที่สีน้ำเงินหมดไป)

$$\text{ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์} = \frac{\text{น้ำหนักของโพแทสเซียมไดโครเมต (กรัม)}}{\text{สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ไตเตรต (มล.)} \times 0.049}$$

(นอร์มัล)

(สมมูลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ = 49.032)

3.4. การคำนวณผลได้

3.4.1 กรณีที่ไม่มีการเติมสเตียรีน

$$\text{ผลได้ของโอเลอิน} = \frac{\text{น้ำหนักโอเลอินที่แยกได้}}{\text{น้ำหนักรวม}}$$

$$\text{ผลได้ของสเตียรีน} = \frac{\text{น้ำหนักสเตียรีนที่แยกได้}}{\text{น้ำหนักรวม}}$$

$$\text{น้ำหนักรวม} = \text{น้ำหนักโอเลอินที่แยกได้} + \text{น้ำหนักสเตียรีนที่แยกได้}$$

3.4.2 กรณีที่เติมสเตียรีน

การคำนวณผลได้ของโอเลอิน ต้องหาน้ำหนักของโอเลอินที่มีอยู่ในสเตียรีนที่เติมลงไปก่อน โดยการทำดูลสเตียรีน จาก

$$A \times W = B \times (W - Z) + C \times Z$$

โดยที่ สเตียรีนที่เติมตอนเริ่มต้น จะตกผลึกใหม่รวมกับน้ำมันปาล์มรีไฟน์ เป็นสเตียรีนและโอเลอินที่แยกได้ ตามลำดับ โดยแต่ละส่วนมีความเป็นเนื้อเดียวกัน

A = ค่าไอโอดีนของสเตียรีนที่ใช้เติม

B = ค่าไอโอดีนของสเตียรีนที่แยกได้

C = ค่าไอโอดีนของโอเลอินที่แยกได้

W = น้ำหนักของสเตียรีนที่เติม

Z = น้ำหนักของโอเลอินที่มีอยู่ในสเตียรีนที่เติม

หมายเหตุ ถ้า $B > A$ ให้ใช้การคำนวณตาม 3.4.1

จากนั้นคำนวณผลได้จาก

$$\text{ผลได้ของโอเลอิน (ร้อยละ)} = O(100)/P$$

โดยที่ P = น้ำหนักของน้ำมันปาล์มรีไฟน์ที่ใช้

O = น้ำหนักโอเลอินที่แยกได้

3.5. วิธีการวิจัย

น้ำมันตัวอย่างเป็นน้ำมันปาล์มรีไฟน์ (RBD Palm Oil) จากบริษัทน้ำมันพืช สแตนดาร์ด จำกัด จังหวัดสุราษฎร์ธานี ส่วนสเตียรีนที่ใช้เดิม ได้จากการแยกลำดับ ส่วนของน้ำมันตัวอย่างที่ใช้

การวิจัยมี 6 ขั้นตอน คือ

1. หาชนิดของใบพัดกวนที่เหมาะสม
2. หาอัตราการกวนที่เหมาะสม
3. หาอุณหภูมิในการตกผลึกเมื่อเติมสเตียรีน
4. หาเวลาในการตกผลึกเมื่อเติมสเตียรีน
5. หาสัดส่วนของสเตียรีนที่ใช้เดิม
6. หาอุณหภูมิในการตกผลึกเมื่อเติมสเตียรีน สัดส่วนและค่าไอโอดีนต่างกัน

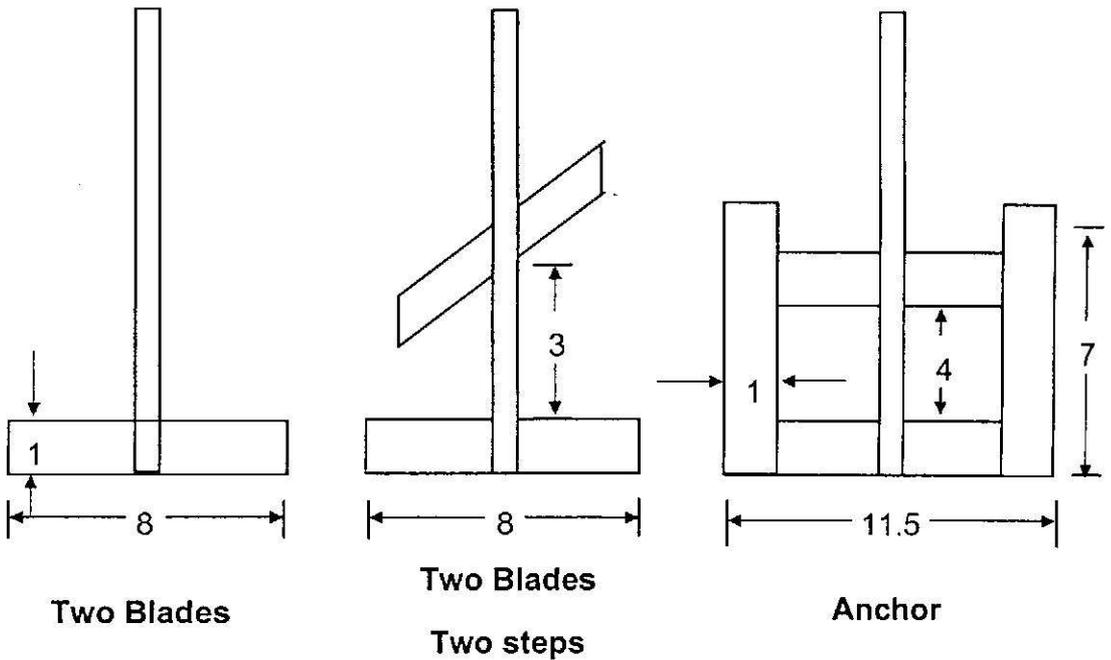
วิธีทดลองเป็นไปในลักษณะเดียวกัน แต่เปลี่ยนแปลงเฉพาะตัวแปรที่สนใจ ตามลำดับขั้นตอน น้ำมันตัวอย่างที่ใช้ แต่ละกะ คือ 1000 กรัม ในขั้นตอนที่ 1-2 ไม่เติมสเตียรีน แต่ขั้นตอนที่เหลือเติมสเตียรีนตามสัดส่วนที่ระบุไว้ดังตาราง 3.2

ตาราง 3.2. สัดส่วนของสเตียรีนที่เติมลงในน้ำมันปาล์มรีไฟน์

น้ำมันปาล์มรีไฟน์ต่อสเตียรีน (P:S)	นน.น้ำมันปาล์มรีไฟน์ (กรัม)	นน.สเตียรีน (กรัม)
10:0	1000	0
9.5:0.5	950	50
9.0:1.0	900	100

รูปแบบของใบพัดกวนที่ใช้ทดลองมี 3 แบบ แสดงไว้ในภาพประกอบ 3.1

หน่วย : ซม.



ภาพประกอบ 3.1.รูปแบบใบพัดกวนที่ใช้ทดลอง

วิธีการทดลอง

1. วิเคราะห์ค่าไอโอดีนของน้ำมันปาล์มรีไฟน์และสเตียรีนที่จะใช้เติม จากนั้นเตรียมน้ำมันปาล์มตัวอย่าง โดยเติมสเตียรีนตามสัดส่วนที่กำหนด แล้วอุ่นน้ำมันตัวอย่าง ให้มีอุณหภูมิ 70°C . คงอุณหภูมินี้ไว้ 5 นาที เพื่อทำลาย nuclei เดิมให้หมดไป
2. ลดอุณหภูมิด้วยอัตรา $0.4^{\circ}\text{C}/\text{นาที}$ คงที่ทุกขั้นตอน จนอุณหภูมิลดลงถึงอุณหภูมิที่ใช้ในการตกผลึก $T^{\circ}\text{C}$. ขณะที่ลดอุณหภูมิต้องมีการกวนตลอดเวลา ด้วยความเร็วรอบ r รอบ/นาที
3. เมื่ออุณหภูมิลดลงถึง $T^{\circ}\text{C}$. ให้คงอุณหภูมินี้ไว้ t นาที
4. สังเกตลักษณะของผลึกสเตียรีน แล้วนำน้ำมันมากรองแยกสเตียรีนออกจากโอเลอิน ด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ ใช้เวลากรอง 5 นาที

5. ชั่งน้ำหนักสเตียรินและโอเลอินเพื่อหาผลได้ หาค่าไอโอดีนของสเตียรินและโอเลอิน และหาจุดขุ่นของโอเลอิน
6. ทำซ้ำจุดเดิมอีก 1 ครั้ง
7. วิเคราะห์ผล

T คืออุณหภูมิในการตกผลึก (°ซ.)

r คือความเร็วรอบในการกวน (รอบ/นาที)

t คือเวลาในการตกผลึก (นาที)

P:S คือสัดส่วนโดยน้ำหนักของน้ำมันปาล์มรีไฟน์ต่อสเตียริน

ตาราง 3.3.สรุปตัวแปรที่ใช้ในการวิจัย

ขั้นตอน	รูปแบบใบพัด	P:S	IV.ของสเตียริน	T	t	r
1	3 แบบ	10:0	-	20.0	45	60
2	anchor	10:0	-	20.0	45	30,40,50,60
3	anchor	9:1	43.43	17,20,23,25	45	45
4	anchor	9:1	45.70	22.5	45,60,90	45
5	anchor	10:0,9.5:0.5, 9:1	43.43,38.53	20.0	60	45
6	anchor	9.5:0.5,9:1	38-45	17.5-25.0	60	45

ขั้นตอนการวิจัย

น้ำมันปาล์มรีไฟน์ + สเตียร์น รวม 1000 กรัม

↓
70°ซ. เวลา 5 นาที

↓
กวนด้วยความเร็วรอบ r รอบ/นาที
ลดอุณหภูมิ 0.4°ซ/นาที

↓
อุณหภูมิในการตกผลึก T°ซ.

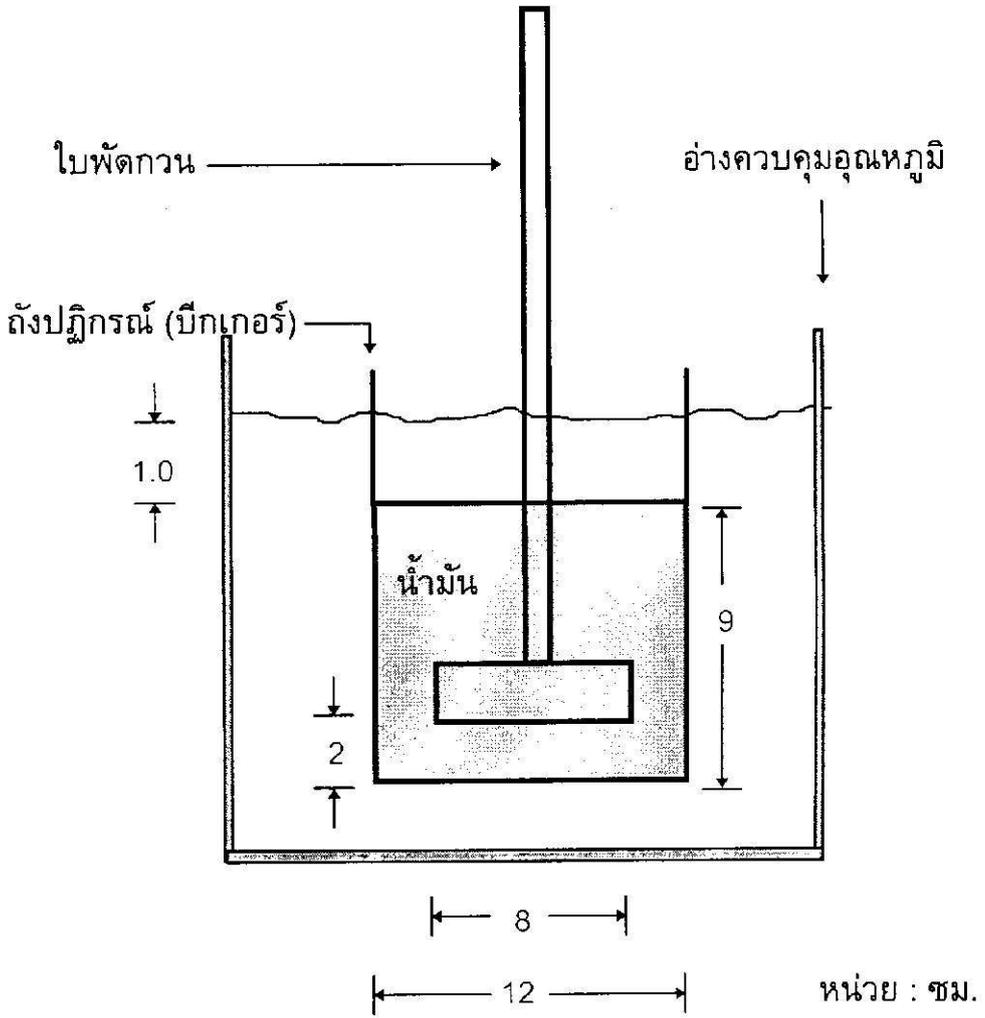
เวลาในการตกผลึก t นาที

↓
กรอง เวลา 5 นาที

↓
สเตียร์น + โอเลอิน

↓
วัดผลได้และหาค่าไอโอดีน

แต่ละขั้นตอนจะเปลี่ยนแปลงตัวแปรที่สนใจ แต่จะกำหนดตัวแปรอื่นๆ ให้คงที่ (โดยสมมติขึ้นก่อนในขั้นต้น) จากนั้นเมื่อได้ผลวิเคราะห์ของตัวแปรที่กำลังศึกษาอยู่ ก็จะกำหนดตัวแปรนี้เป็นค่าคงที่



ภาพประกอบ 3.2. แสดงอุปกรณ์ในการตกผลึก

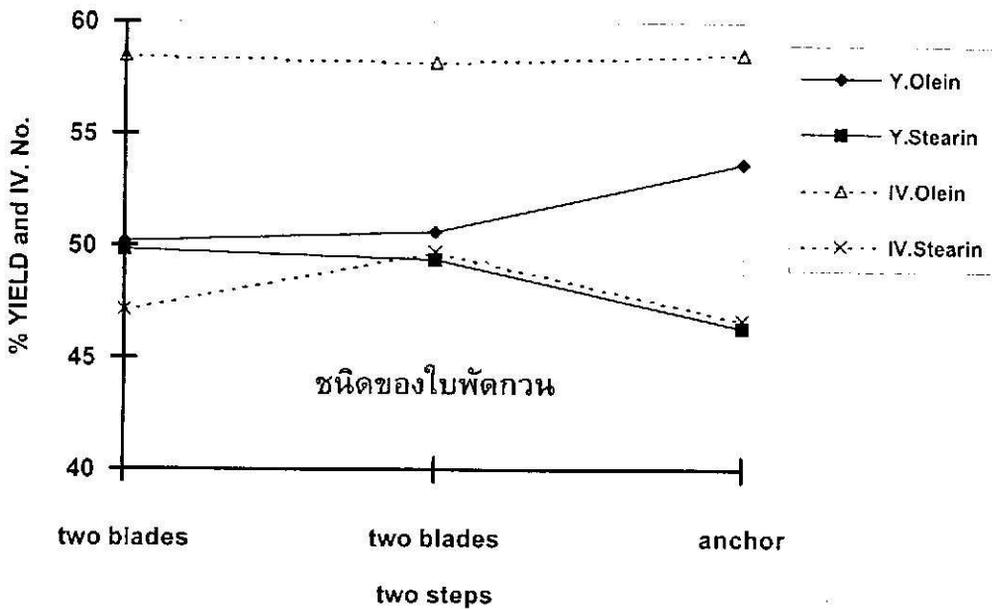
บทที่ 4

ผลและวิเคราะห์ผลการวิจัย

4.1 ชนิดของใบพัดกวนที่เหมาะสม

ตาราง 4.1.ผลได้และค่าไอโอดีนของสเตียรินและโอเลอินเมื่อใช้ใบพัดกวนต่างกัน

ชนิดของ ใบพัดกวน	ผลได้ (%)		ค่าไอโอดีน		สภาวะ P:S =10:0 ชนิดของใบพัดกวน T = 20°ซ. t = 45 นาที r = 60 rpm
	โอเลอิน	สเตียริน	โอเลอิน	สเตียริน	
1.two blades	50.22	49.78	58.49	47.11	
2.two blades two steps	50.61	49.39	58.17	49.74	
3.anchor	53.69	46.31	58.54	46.71	



ภาพประกอบ 4.1 ผลได้และค่าไอโอดีนของสเตียรินและโอเลอินเมื่อใช้ใบพัดกวนต่างกัน

วิเคราะห์ผลการทดลอง

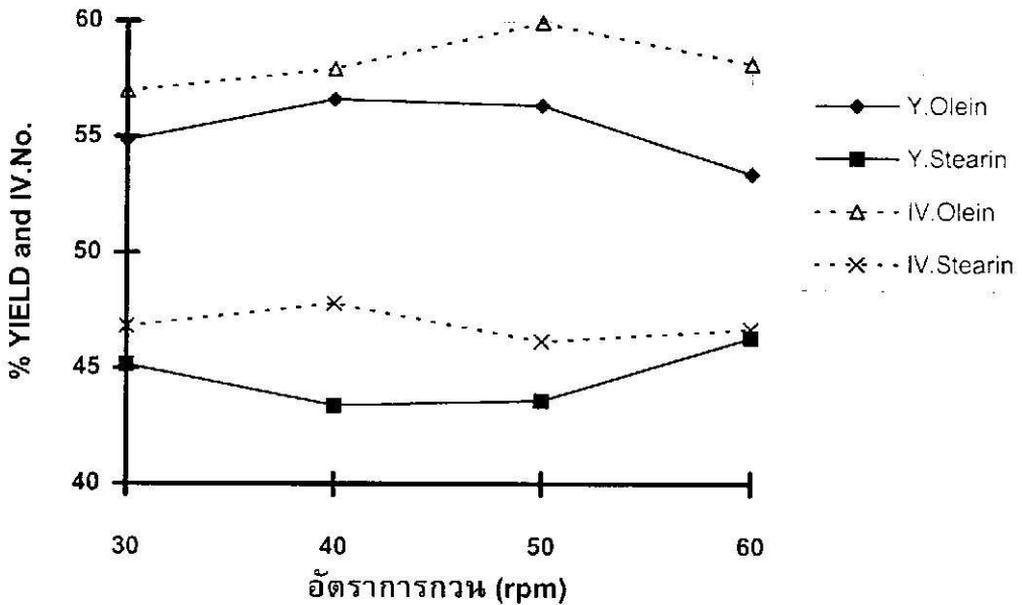
จากผลการทดลอง โดยเลือกอุณหภูมิของการตกผลึกที่ 20°C. เป็นเวลา 45 นาที โดยใช้ความเร็วรอบในการกวน 60 รอบ/นาที ซึ่งเป็นภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการแยกสเตียริน และโอเลอินในน้ำมันปาล์มรีไฟน์ (ชาคริต ทองอุไร และคณะ, 2539) โดยใช้ใบพัดกวน 3 ชนิด คือแบบ two blades, two blades - two steps และ anchor พบว่า ค่าผลได้โอเลอินของการใช้ใบพัดกวน anchor มีค่าสูงสุดคือ ร้อยละ 53.69 ในขณะที่ค่าไอโอดีนของโอเลอิน ซึ่งแสดงคุณภาพของน้ำมัน มีค่าโดยประมาณเท่ากันทั้ง 3 ชนิดของใบพัด คือมีค่าไอโอดีนประมาณ 58 ซึ่งอยู่เหนือค่ามาตรฐานของน้ำมันโอเลอิน ผลการทดลองชี้ให้เห็นอิทธิพลของชนิดใบพัดกวนต่อผลได้ ดังนั้นจึงได้เลือกใช้ชนิดใบพัดกวนแบบ anchor ในการทดลองทั้งหมดต่อไป

4.2 อัตราการกวนที่เหมาะสม

ตาราง 4.2. ผลได้และค่าไอโอดีนของสเตียรีนและโอเลอินเมื่อใช้อัตราการกวนต่างกัน

อัตราการกวน (rpm)	ผลได้ (%)		ค่าไอโอดีน	
	โอเลอิน	สเตียรีน	โอเลอิน	สเตียรีน
30	54.85	45.15	56.97	46.82
40	56.60	43.40	57.93	47.81
50	56.34	43.60	59.95	46.17
60	53.39	46.31	58.15	46.71

สภาวะ
P:S = 10:0
 ใบพัด = anchor
T = 20°ซ.
t = 45 นาที
r = rpm



ภาพประกอบ 4.2 ผลได้และค่าไอโอดีนของสเตียรีนและโอเลอินเมื่อใช้อัตราการกวนต่างกัน

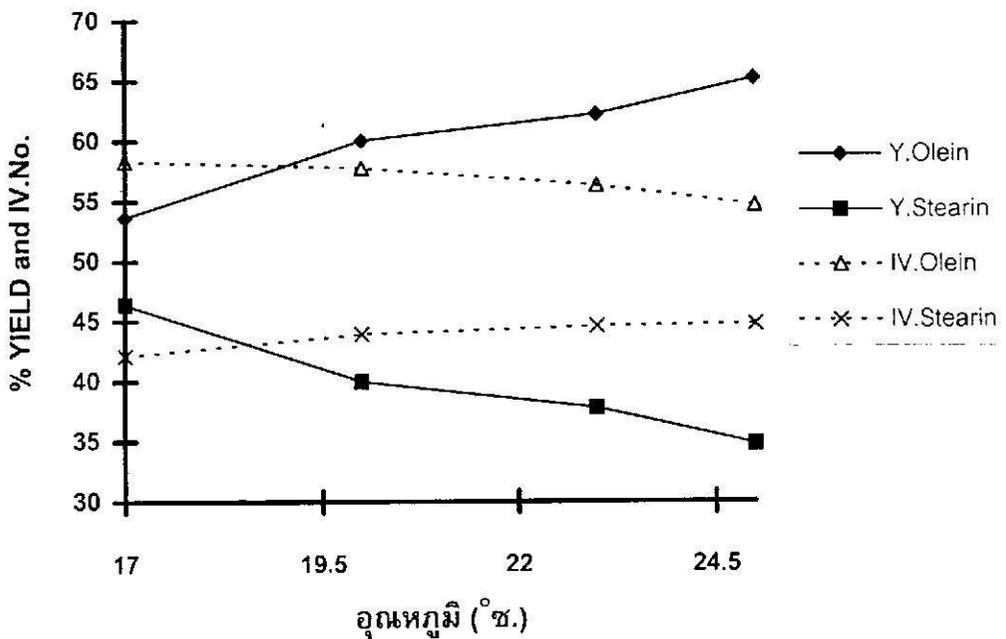
วิเคราะห์ผลการทดลอง

การเกิด nuclei แบบ secondary หรือ contact nucleation เป็นการเกิด nuclei เมื่อโมเลกุลของผลึกชนกันเอง หรือชนกับใบพัดขณะที่กวน หรือชนกับผนังภาชนะบรรจุ การกวนยังมีอิทธิพลต่อการตกผลึก โดยทำให้ความหนาของฟิล์มของของเหลวลดลง เป็นสาเหตุให้ โมเลกุลผลึกแพร่จากสารละลายบัลค์ ไปยังหน้าผลึกได้เร็วขึ้น ในกรณีที่การเติบโตของผลึกขึ้นอยู่กับสัมประสิทธิ์การถ่ายโอนมวล ในขณะที่เดียวกันก็มีอิทธิพลต่อการละลายของผลึกที่ก่อตัวแล้วอีกด้วย อัตราการกวนที่เหมาะสมยังขึ้นกับชนิดของเครื่องมือ และชนิดของใบพัดกวนอีกด้วย จากผลการทดลองโดยเลือกอุณหภูมิของการตกผลึกที่ 20°C. เป็นเวลา 45 นาที โดยใช้ใบพัดกวนแบบ anchor ที่อัตราการกวนต่างๆ กัน พบว่าผลได้ของอัตราการกวนระหว่าง 40-50 รอบ/นาที จะให้ผลได้ของโอเลอินมากกว่า ร้อยละ 56 โดยมีค่าไอโอดีนอยู่ระหว่าง 57.93-59.95 ซึ่งเป็นคุณภาพสูงกว่ามาตรฐานน้ำมันโอเลอิน ในขณะที่อัตราการกวนที่สูงกว่า หรือต่ำกว่านี้ จะให้ค่าผลได้ลดลง โดยอาจมีคุณภาพค่าไอโอดีน ไม่ต่างกันมากนัก ความเร็วรอบของการกวน ยังมีผลต่อขนาดของผลึก ที่เกิดขึ้นอีกด้วย ผลึกขนาดเล็กจะทำให้การกรองทำได้ยากและมีการเกาะติดของน้ำมันโอเลอิน บนผลึกสเดียร์ริน ซึ่งอาจทำให้ผลได้ของโอเลอินต่ำลงอีกด้วย จากผลการทดลองนี้ จึงได้เลือกใช้อัตราการกวน 45 รอบ/นาที ในการทดลองทั้งหมดต่อไป

4.3 อุณหภูมิในการตกผลึกเมื่อเติมสเตียริน

ตาราง 4.3.ผลได้และค่าไอโอดีนของสเตียรินและโอเลอิน เมื่อตกผลึกด้วยการเติม สเตียริน (ค่าไอโอดีน 45.70) โดยใช้อุณหภูมิต่างกัน

อุณหภูมิ (°ซ.)	ผลได้ (%)		ค่าไอโอดีน		จุดขุ่น (°ซ.)	สภาวะ P:S =9:1 ไบพัต = anchor T = °ซ. t = 45 นาที r = 45 rpm
	โอเลอิน	สเตียริน	โอเลอิน	สเตียริน		
17.0	53.65	46.35	58.34	41.09	7	
20.0	60.03	39.97	57.77	43.91	8	
23.0	62.23	37.77	56.34	44.58	12	
25.0	65.19	34.81	54.67	44.77	-	



ภาพประกอบ 4.3 ผลได้และค่าไอโอดีนของสเตียรินและโอเลอินที่ตกผลึกโดยการเติมสเตียริน (9:1) เมื่อใช้อุณหภูมิในการตกผลึกต่างกัน

วิเคราะห์ผลการทดลอง

จากสมมติฐานการเติมสเตียรินเพิ่มลงไปในน้ำมันปาล์มรีไฟน์ ก็เพื่อให้เกิดการเปลี่ยนแปลงองค์ประกอบของของเหลวก่อนการตกผลึก นั่นคือมีปริมาณกรดไขมันอิ่มตัวเพิ่มขึ้น กรดไขมันอิ่มตัวจะมีจุดหลอมเหลวสูง ซึ่งทำให้เกิด nuclei มากขึ้น ซึ่งอาจทำให้อัตราการเกิดผลึกเร็วขึ้น ทำให้ใช้เวลาในการตกผลึกน้อยลง จากการค้นคว้าเอกสาร แสดงว่า อุณหภูมิในการตกผลึกเป็นปัจจัยสำคัญ จึงศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิในการตกผลึกเมื่อเติมสเตียรินเป็นอันดับแรก ธเนศ วัชสุวรรณ (2538) ได้ศึกษาการแยกสเตียรินและโอเลอิน ในน้ำมันปาล์มรีไฟน์ โดยการเติมสเตียริน โดยน้ำหนัก ร้อยละ 10-30 พบว่าผลได้ และค่าไอโอดีนของโอเลอิน ไม่ต่างกันมากนัก อย่างไรก็ตาม การเติมสเตียรินในปริมาณที่มากกว่า จะต้องใช้ถังอุปกรณ์ขนาดใหญ่ขึ้น หากต้องการผลผลิตโอเลอินในปริมาณเท่ากัน และต้องใช้พลังงานในการดำเนินการสูง ดังนั้นในการทดลองเบื้องต้นนี้ จึงเลือกใช้ปริมาณสเตียรินที่เติม ต่อปริมาณน้ำมันปาล์มรีไฟน์เป็น 1:9 สเตียรินที่เติม เป็นสเตียรินที่ได้จากการตกผลึกน้ำมันปาล์มรีไฟน์ปกติ โดยมีค่าไอโอดีนเท่ากับ 45.7 โดยใช้เวลาในการตกผลึก 45 นาที ความเร็วรอบในการกวน 45 รอบ/นาที และแปรค่าอุณหภูมิในการตกผลึก ระหว่าง 17-25°ซ.

ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่า ผลได้ของโอเลอินเพิ่มขึ้น เมื่ออุณหภูมิในการตกผลึกสูงขึ้น โดยผลได้เพิ่มขึ้นจาก ร้อยละ 53.65 ที่อุณหภูมิตกผลึก 17°ซ. เป็นร้อยละ 65.19 ที่อุณหภูมิตกผลึก 25°ซ. อย่างไรก็ตาม คุณภาพค่าไอโอดีน ได้ลดลงจาก 58.34 ที่อุณหภูมิตกผลึก 17°ซ. เป็น 54.67 ที่อุณหภูมิตกผลึก 25°ซ. ซึ่งเป็นผลการทดลองที่สอดคล้องกับหลักการปกติ นั่นคือที่อุณหภูมิสูง การเกิดผลึกสเตียรินเกิดขึ้นได้น้อย ซึ่งทำให้ได้ผลได้ส่วนของเหลวที่เรียกว่าโอเลอินสูง ในขณะที่กรดไขมันอิ่มตัวส่วนที่เรียกว่าสเตียริน ยังคงอยู่ในโอเลอินอยู่มาก โดยส่วนกรดไขมันไม่อิ่มตัวมีสัดส่วนน้อยลง ทำให้ค่าไอโอดีนมีค่าต่ำลง และอาจเป็นไปได้ที่ผลึกสเตียรินมีขนาดเล็กกรองได้ยาก ปริมาณโอเลอินจึงเกาะติดบนผลึกสเตียรินเป็นเป็นจำนวนมาก ซึ่งทำให้ค่าไอโอดีนของสเตียรินมีค่าสูงขึ้น

4.4 เวลาในการตกผลึกเมื่อเติมสเตียริน

ตาราง 4.4. ผลได้และค่าไอโอดีนของสเตียรินและโอเลอิน เมื่อตกผลึกด้วยการเติม สเตียริน (ค่าไอโอดีน 45.97) โดยใช้เวลาดตกผลึกต่างกัน

เวลา (นาที)	ผลได้ (%)		ค่าไอโอดีน		จุดขุ่น (°ซ.)
	โอเลอิน	สเตียริน	โอเลอิน	สเตียริน	
45	60.01	39.99	56.18	43.99	12
60	60.45	39.55	58.58	44.57	12
90	57.19	42.81	58.15	44.41	12

สภาวะ

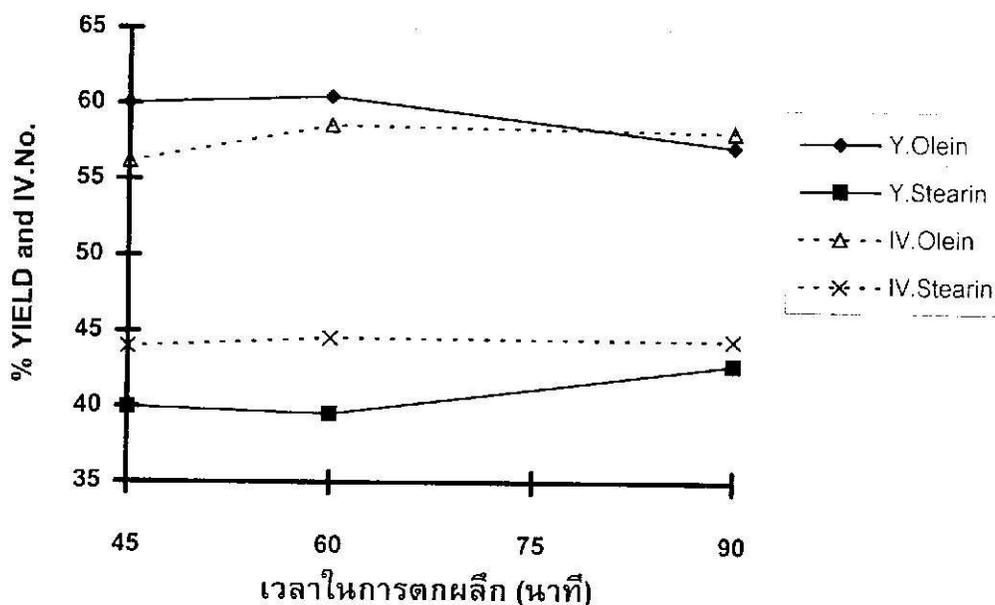
P:S = 9:1

ใบพัด = anchor

T = 22.5°ซ.

t = นาที

r = 45 rpm



ภาพประกอบ 4.4 ผลได้และค่าไอโอดีนของสเตียรินและโอเลอินที่ตกผลึกโดย การเติมสเตียริน (9:1) เมื่อใช้เวลาดตกผลึกต่างกัน

วิเคราะห์ผลการทดลอง

การทดลองข้อนี้ คือศึกษาอิทธิพลของเวลาในการตกผลึก เมื่อมีการเติม สเตียรินต่อน้ำมันปาล์มรีไฟน์ ในอัตราส่วน 1:9 สมมติฐานคือ เวลาการตกผลึกที่นานมากขึ้น อาจทำให้คุณภาพของส่วนโอเลอินเพิ่มขึ้น โดยเลือกอุณหภูมิในการตกผลึกที่ 22.5°C . ซึ่งเป็นอุณหภูมิในการทดลองก่อนหน้านี้ ได้ค่าไอโอดีน 56.34 ซึ่งอยู่ในเกณฑ์มาตรฐาน (55-57) และมีผลได้ค่อนข้างสูง คือประมาณ ร้อยละ 62 แม้ว่าจุดขุ่น (cloud point) จะอยู่สูงกว่าค่ามาตรฐาน (9°C .) คือ 12°C . ก็ตาม

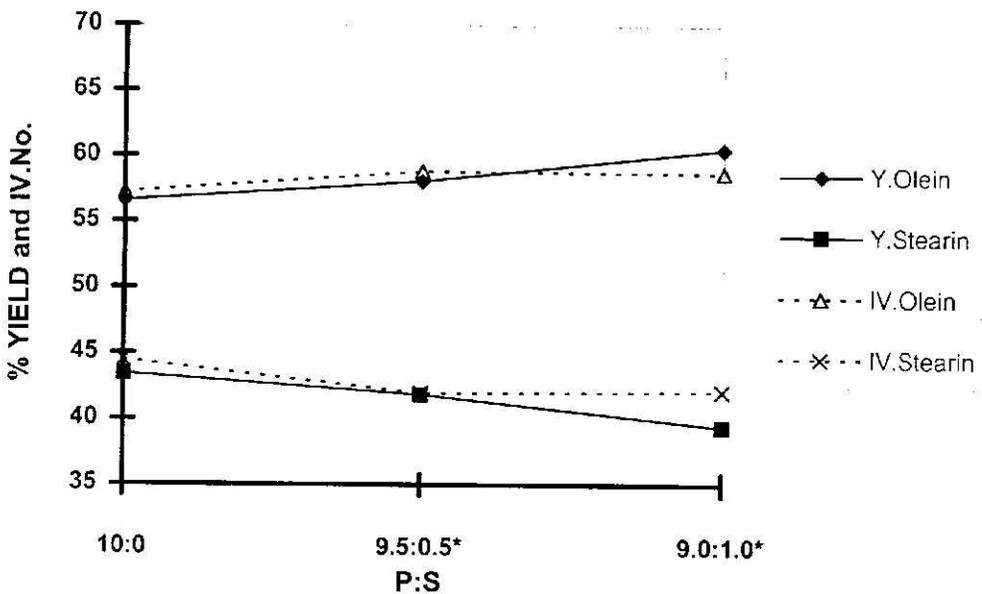
จากผลการทดลอง พบว่า เวลาการตกผลึกที่นานมากขึ้น มีแนวโน้มที่จะได้ผลได้ลดลง และค่าไอโอดีนมีแนวโน้มที่ดีขึ้น แต่จุดขุ่นยังมีค่าสูงอยู่ คือในระดับ 12°C . ซึ่งแสดงให้เห็นว่า อุณหภูมิในการตกผลึกมีอิทธิพลต่อจุดขุ่นอย่างมาก โดยจุดขุ่นจะมีค่าลดลง เมื่อการตกผลึกกระทำที่อุณหภูมิต่ำลงเท่านั้น การตกผลึกที่อุณหภูมิสูงขึ้น เช่น 22.5°C . อาจทำให้ได้ผลได้สูงขึ้นและค่าไอโอดีนอยู่ในช่วงมาตรฐาน แต่ไม่สามารถทำให้จุดขุ่นอยู่ในช่วงมาตรฐานได้ ดังนั้นการตกผลึกเพื่อแยกสเตียรินและโอเลอิน จะต้องทำที่อุณหภูมิต่ำกว่า 20°C . เท่านั้น

4.5 สัดส่วนของสเตียอรินที่ใช้เติม

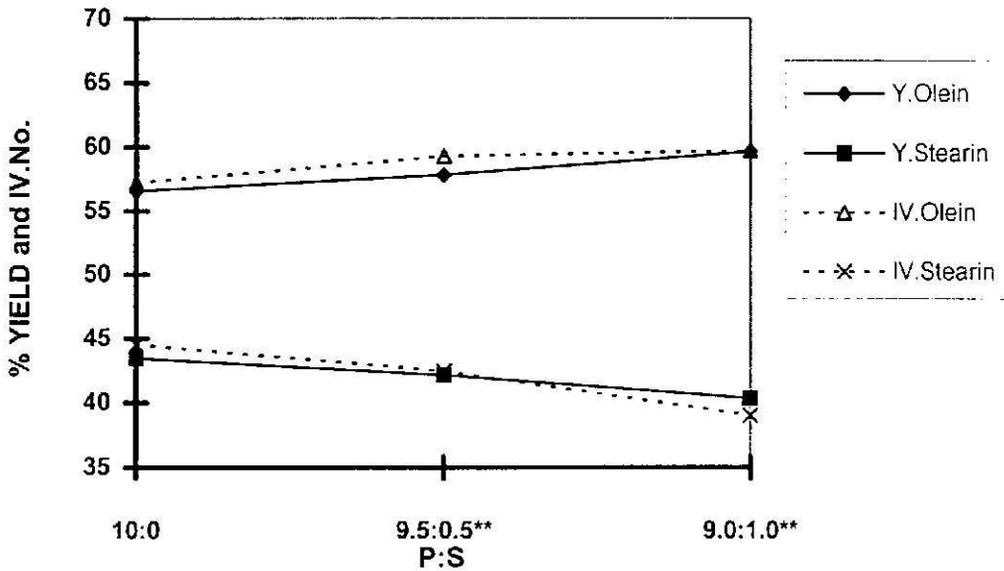
ตาราง 4.5.ผลได้และค่าไอโอดีนของสเตียอรินและโอเลอินที่แยกได้ เมื่อเติมสเตียอริน ด้วยสัดส่วนต่างกัน

P:S	ผลได้ (%)		ค่าไอโอดีน		จุดขุ่น (°ซ.)	สภาวะ
	โอเลอิน	สเตียอริน	โอเลอิน	สเตียอริน		
10:0	56.56	43.44	57.22	44.53	8	P:S ใบพัด = anchor T = 20°ซ. t = 60 นาที r = 45 rpm
9.5:0.5*	58.09	41.91	58.84	42.01	8	
9.0:1.0*	60.55	39.45	58.75	42.16	8	
9.5:0.5**	57.86	42.14	59.31	42.46	8	
9.0:1.0**	59.65	40.35	59.72	42.11	8	

หมายเหตุ ค่าไอโอดีนของสเตียอรินที่เติม *43.43,**38.53



ภาพประกอบ 4.5.1 ผลได้และค่าไอโอดีนของสเตียอรินและโอเลอินที่ตกผลึกโดยการเติมสเตียอริน (IV. = 43.43) ด้วยสัดส่วนต่างกัน



ภาพประกอบ 4.5.2 ผลได้และค่าไอโอดีนของสเตียรีนและโอเลอินที่ตกผลึกโดยการเติมสเตียรีน (IV.= 38.53) ด้วยสัดส่วนต่างกัน

วิเคราะห์ผลการทดลอง

การทดลองนี้ต้องการศึกษาว่า คุณภาพของสเตียรีนที่ใช้เติม จะมีผลต่อการตกผลึกหรือไม่ สมมติฐานก็คือ สเตียรีนที่มีค่าไอโอดีนต่ำลง ซึ่งอาจประกอบด้วยสัดส่วนกรดไขมันอิ่มตัวที่มากขึ้น และมีจุดหลอมเหลวที่สูงขึ้น ทำให้เกิด nuclei ที่อุณหภูมิสูงขึ้น และอาจเหนี่ยวนำให้กรดไขมันอิ่มตัว เกิดเป็นผลึกได้เร็วขึ้น ซึ่งอาจส่งผลให้ได้ค่าไอโอดีนของโอเลอินที่สูงและมีผลได้สูงขึ้น จึงทดลองการตกผลึก โดยใช้อุณหภูมิ 20°ซ. เพื่อให้ได้จุดขุ่นอยู่ในมาตรฐาน (ต่ำกว่า 9°ซ.) ใช้ความเร็วรอบในการกวน 45 รอบ/นาที และใช้เวลาในการตกผลึก 60 นาที ซึ่งเป็นเวลาที่ให้ค่าไอโอดีนของโอเลอินที่สูงประมาณ 58 เมื่อมีการเติมสเตียรีน (เวลาที่เหมาะสมในการตกผลึก น้ำมันปาล์มรีไฟน์อย่างเดี่ยว เท่ากับ 45 นาที)

สำหรับการศึกษาสัดส่วนการเติมสเตียรีนนั้น มีจุดหมายที่จะลดสัดส่วนของการเติมสเตียรีน เพื่อให้สามารถผลิต ผลิตภัณฑ์ได้มากขึ้น โดยคาดว่าปริมาณสเตียรีนที่น้อยลง แต่เพียงพอจำนวนหนึ่ง จะส่งผลต่อการตกผลึกได้ดีเท่ากับการเติมสเตียรีนจำนวนมาก

ผลการศึกษาสัดส่วนปริมาณสเตียรีนที่เติม พบว่า เมื่อเติมสเตียรีนที่มีค่าไอโอดีน 43.43 ในสัดส่วนโดยน้ำหนัก 1:9 และ 0.5:9.5 ของน้ำมันพาล์มรีไฟน์นั้น จะส่งผลต่อผลได้ของโอเลอิน โดยการเติมสเตียรีนในสัดส่วนที่สูงกว่า จะให้ผลได้ที่สูงกว่า โดยมีค่าไอโอดีนและจุดขุ่นของโอเลอิน ไม่แตกต่างกัน

ผลการทดลองของการเติมสัดส่วนสเตียรีน เมื่อสเตียรีนที่เติมมีค่าไอโอดีนต่ำลง (38.53) ก็ได้แนวโน้มเดียวกันกับการเติมสเตียรีนที่มีค่าไอโอดีนสูงกว่า (43.43) กล่าวคือ ได้ผลได้สูงขึ้นเมื่อเติมสเตียรีนมากขึ้น และการเติมสเตียรีนที่มีค่าไอโอดีนต่ำกว่าจะได้โอเลอินที่มีค่าไอโอดีนสูงขึ้นอีกเล็กน้อย โดยที่จุดขุ่นไม่แตกต่างกัน

4.6 อุณหภูมิในการตกผลึกเมื่อเติมสเตียรีนด้วยสัดส่วนและค่าไอโอดีนต่างกัน

ตาราง 4.6 ผลได้และค่าไอโอดีนของสเตียรีนและโอเลอิน เมื่อตกผลึกด้วยการเติม สเตียรีนในสัดส่วนและค่าไอโอดีนต่างกัน

อุณหภูมิ (°ซ.)	ผลได้ (%)		ค่าไอโอดีน		จุดขุ่น (°ซ.)
	โอเลอิน	สเตียรีน	โอเลอิน	สเตียรีน	
P:S =9:1 (สเตียรีน IV.= 44.33)					
20.0	58.08	41.92	58.75	42.16	-
22.5	59.08	40.92	57.02	43.76	-
25.0	63.50	36.50	56.08	45.27	-
P:S =9.5:0.5 (สเตียรีน IV.= 44.80)					
20.0	57.43	42.57	58.84	42.01	-
22.5	61.48	38.52	58.14	42.92	-
25.0	64.85	35.15	55.24	45.81	-
P:S =9:1(สเตียรีน IV.= 38.53)					
17.5	52.22	47.70	60.03	40.21	7
20.0	59.65	40.35	59.72	42.11	8
22.5	60.93	39.07	58.52	42.91	12

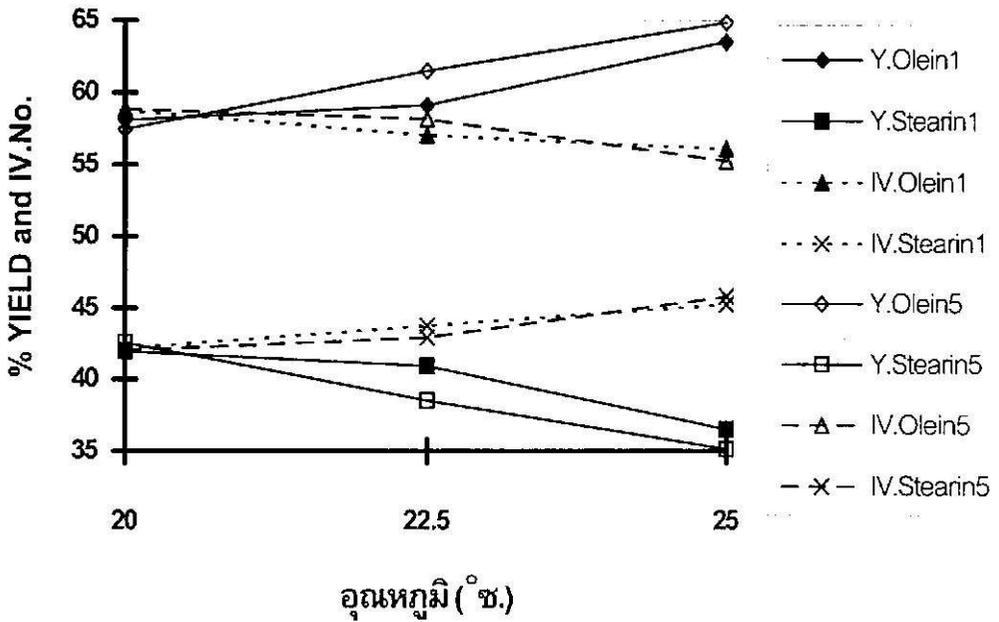
สภาวะ

ใบพัด = anchor

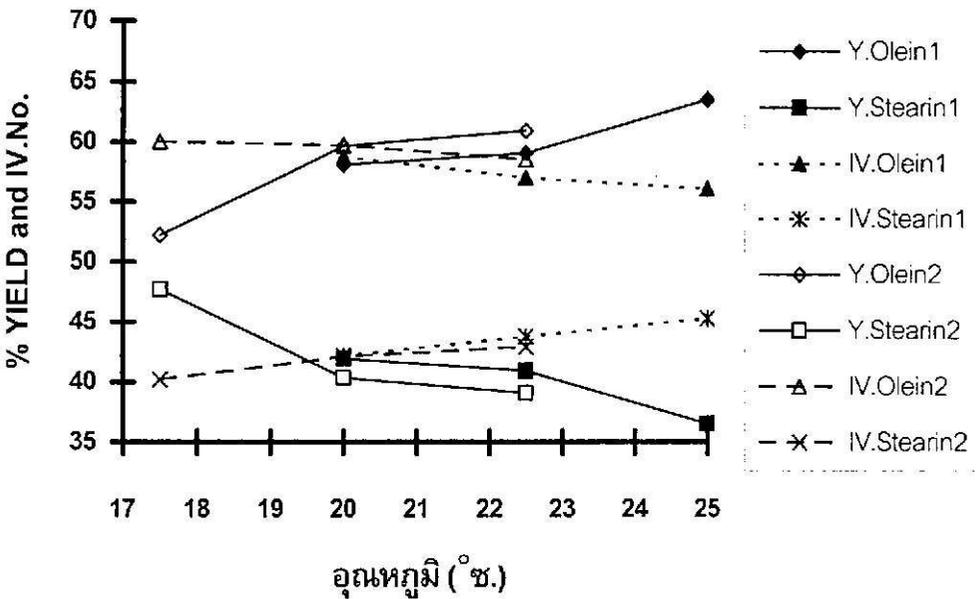
T = °ซ.

t = 60 นาที

r = 45 rpm



ภาพประกอบ 4.6.1 ผลได้และค่าไอโอดีนของสเตียรินและโอเลอินที่ตกผลึกโดยการเติมสเตียริน ซึ่งตกผลึกที่อุณหภูมิและสัดส่วนต่างกัน (1=9:1,5=9.5:0.5)



ภาพประกอบ 4.6.2 ผลได้และค่าไอโอดีนของสเตียรินและโอเลอินที่ตกผลึกโดยการเติมสเตียริน (9:1) ที่มีค่าไอโอดีน (1=44.33,2=38.53) และตกผลึกที่อุณหภูมิต่างกัน

วิเคราะห์ผลการทดลอง

การทดลองนี้จัดทำเพื่อยืนยัน ผลของอุณหภูมิที่มีต่อการตกผลึกเมื่อมีการเติม สเตียรีน ผลการทดลองยืนยันว่า เมื่อใช้อุณหภูมิในการตกผลึกที่สูงขึ้นจนถึง 25°C . จะได้ผลได้โอเลอินสูงขึ้น แต่คุณภาพค่าไอโอดีนจะต่ำลง เมื่อตกผลึกที่อุณหภูมิต่ำ 17.5°C . โดยเติมสเตียรีน (ค่าไอโอดีน 38.53) ในสัดส่วน 1:9 พบว่าได้ผลได้เพียง ร้อยละ 52.22 ค่าไอโอดีนของโอเลอินอยู่ในระดับสูงคือ 60.03 และจุดขุ่น 7°C . ซึ่ง แสดงให้เห็นว่า กรดไขมันอิ่มตัวได้ตกผลึกในปริมาณที่สูงขึ้น ทำให้ได้โอเลอินที่มี คุณภาพสูงขึ้น แต่ในปริมาณที่น้อยลง

บทที่ 5

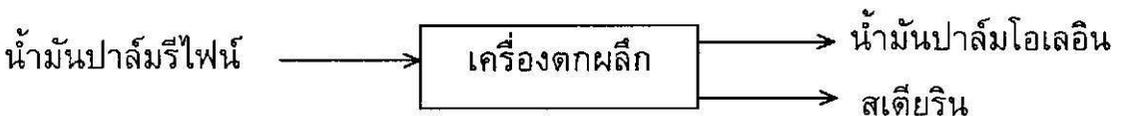
บทวิจารณ์และสรุปผลการวิจัย

การตกผลึกน้ำมันปาล์ม เป็นกระบวนการที่ซับซ้อน มีแฟกเตอร์จำนวนมากที่มีอิทธิพลต่อกระบวนการ เช่น การเกิด nuclei การเติบโตของผลึก ขนาดและชนิดของผลึก และอุปกรณ์การกรอง เป็นต้น จากการทดลองการใช้ใบพัดกวนชนิดต่างๆ และอัตราการกวน พบว่า มีอิทธิพลต่อการตกผลึกเช่นกัน โดยการกวนที่สม่ำเสมออย่างทั่วถึงในอุปกรณ์ทดลอง หรือถึงปฏิกรณ์ และอัตราการกวนที่เหมาะสม จะทำให้ได้รับผลได้ของโอเลอินสูงขึ้น ซึ่งอาจเกิดจากการได้ขนาดและชนิดของผลึกที่เหมาะสมในการกรอง โดยที่ผลึกไม่เล็กมากเกินไป จนทำให้มีปริมาณของเหลวโอเลอินเกาะติดบนผิวของผลึกจำนวนมาก

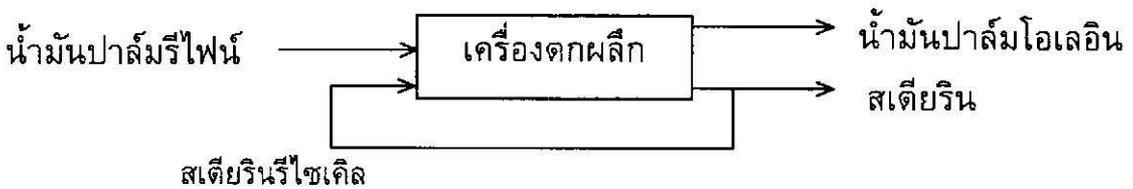
อุณหภูมิในการตกผลึก จัดได้ว่ามีความสำคัญมากที่สุดในกระบวนการนี้ อุณหภูมิการตกผลึกที่สูงกว่า 20°C . จะไม่สามารถตกผลึกเอสเตอร์ที่เป็นไฮโดรคาร์บอนอิ่มตัวออกได้ ในปริมาณที่มากพอ จึงทำให้จุดขุ่นของน้ำมันที่เหลือ สูงกว่าค่ามาตรฐาน 9°C . แม้ว่าค่าไอโอดีนจะอยู่ในค่ามาตรฐาน (55-57) แล้วก็ตามการทดลองนี้สรุปได้ว่า ไม่สามารถจะตกผลึกสเตียรีนที่อุณหภูมิสูงกว่า 20°C . เพื่อผลิตโอเลอินมาตรฐาน โดยการเติมสเตียรีนเพิ่ม

ดังนั้นการเติมสเตียรีนในการตกผลึก น่าจะเป็นประโยชน์ในกรณีที่จะทำให้เกิดการตกผลึกเร็วขึ้น หรือได้ผลได้สูงขึ้น จากการคำนวณร้อยละผลได้ ในการตกผลึกที่ 20°C . ในเวลา 60 นาที ด้วยความเร็วรอบในการกวน 45 รอบ/นาที ด้วยใบพัดแบบ anchor อาจสรุปผลได้คือ

กระบวนการไม่มีการเติมสเตียรีน



กระบวนการเติมสเตียริน



ตาราง 5.1 เปรียบเทียบผลการทดลอง เมื่อใช้สัดส่วนของสเตียรินต่างกัน

P:S	วัตถุดิบ (กรัม)		ผลผลิต (กรัม)		ร้อยละผลได้ โอเลอิน
	น้ำมันปาล์มรีไฟน์	สเตียริน	โอเลอิน	สเตียริน	
10:0	100	-	56.56	43.43	56.56
9.5:0.5	95	5	55.19	44.10	58.09
9.0:1.0	90	10	54.50	45.50	60.55

ตาราง 5.2 แสดงผลได้ที่ลดลง เมื่อตกผลึกโดยการเติมสเตียริน

P:S	ผลผลิตโอเลอินน้อยลง (กรัม)	ใช้วัตถุดิบน้อยลง (กรัม)
9.5:0.5	1.37	5
9.0:1.0	2.06	10

หากสมมติให้ใช้อุปกรณ์การตกผลึกขนาดเดียวกัน ดำเนินการตกผลึกที่ภาวะเดียวกัน การเติมสเตียรินจะให้ผลผลิตที่มีค่า คือโอเลอินน้อยลง แต่ในขณะเดียวกันก็ใช้วัตถุดิบ คือน้ำมันปาล์มรีไฟน์น้อยลงด้วย ซึ่งความคุ้มค่าก็คงขึ้นอยู่กับ ราคาวัตถุดิบและค่าใช้จ่ายในการดำเนินการ

การเติมสเตียรินที่มีค่าไอโอดีนแตกต่างกัน จะให้ค่าผลได้และค่าไอโอดีนของโอเลอินไม่แตกต่างกันมากนัก อาจกล่าวได้ว่า มีอิทธิพลน้อย

การตกผลึกโดยเติมสเตียรีน 10 เปอร์เซ็นต์ ใช้อุณหภูมิที่ต่ำมากเกินไป เช่นที่ 17.5°ซ. จะทำให้ได้โอเลอินที่มีคุณภาพสูงขึ้น จุดขุ่นต่ำลง แต่ผลได้โอเลอินต่ำลงมากเช่นกัน คือได้เพียง 52.22 เปอร์เซ็นต์

ตาราง 5.3 เปรียบเทียบผลการทดลองของงานวิจัยกับของชเนศ (2538)

	งานวิจัย	ชเนศ
ปริมาณสเตียรีนที่เติม : น้ำมันปาล์ม รีไฟน์ (โดยน้ำหนัก)	1:9	1:4
อุณหภูมิในการตกผลึก (°ซ.)	20	22.5
เวลาในการตกผลึก (นาที)	60	45
ความเร็วรอบในการกวน (รอบ/นาที)	45	60
ชนิดใบพัดกวน	anchor	3-blades, 45° pitch turbine with disc
อัตราการลดอุณหภูมิ (°ซ./นาที)	0.4	0.4
ผลได้ (ร้อยละ)	60.55	57.59
ค่าไอโอดีน	58.75	56.93

ตาราง 5.3 เป็นการเปรียบเทียบผลการทดลองของงานวิจัยกับของชเนศ (2538) ซึ่งกระทำการตกผลึกที่ภาวะที่ไม่ต่างกันมากนัก ผลการทดลองของงานวิจัยนี้ จะได้ผลได้สูงกว่าเล็กน้อยเช่นกัน การที่ได้รับผลการทดลองที่ดีขึ้นน่าจะเกิดจากการใช้ใบพัดกวนแบบ anchor ซึ่งสามารถทำให้เกิดการถ่ายโอนความร้อนและการถ่ายโอนมวลได้สม่ำเสมอดีขึ้น อันเป็นสาเหตุเชิงวิศวกรรมเคมีที่เป็นที่เข้าใจในด้านอุตสาหกรรม

จากการทดลองทั้งหมด สามารถสรุปได้ว่า ภาวะการตกผลึกที่เหมาะสมของน้ำมันปาล์มรีไฟน์ เพื่อให้ได้ผลผลิตโอเลอินมาตรฐาน โดยการเติมสเตียรีนลงในน้ำมันปาล์มรีไฟน์ในสัดส่วน 1:9 และตกผลึกที่อุณหภูมิ 20°ซ. ในเวลา 60 นาที ซึ่งจะได้ผลได้โอเลอินระหว่าง 59.65-60.55 และค่าไอโอดีนระหว่าง 58.75-59.72 จุดขุ่น 8°ซ.

บรรณานุกรม

- โครงการส่งเสริมอุตสาหกรรมน้ำมันปาล์มขนาดเล็กตามพระราชดำริ. 2531. รายงานฉบับสมบูรณ์เรื่องโครงการแปรรูปผลิตภัณฑ์และพัฒนาด้านการตลาดของโรงงานหีบน้ำมันปาล์มขนาดเล็กอันเนื่องมาจากพระราชดำริ. สงขลา : มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์.
- ชาคริต ทองอุไร สุธรรม สุขมณี และธเนศ วยสุวรรณ. 2539. "การแยกสเตียรินและโอเลอินในน้ำมันปาล์มรีไฟน์โดยวิธีการตกผลึก". วารสารสงขลานครินทร์. 18(1) : 77-85.
- ธเนศ วยสุวรรณ. 2538. การศึกษาการแยกสเตียรินและโอเลอินในน้ำมันปาล์มรีไฟน์โดยวิธีการตกผลึก วิทยานิพนธ์วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์
- Berger, K. G. 1977. Some Theoretical and Practical Aspects of Fractionation of Palm Oil. Oil Palm News. No.22, 10-18.
- Comeliua, J. A. 1973. Palm Oil Fractionation-An Introductory Note. Oil Palm News. No.15, 16-17.
- Christian, Gary. D. 1980. Analytical Chemistry. P.59. 3rd. ed. New York : John Wiley and Sons.
- Deroanne, C. 1976. Influence of Polymorphism during Dry Fractionation and Filtration of Palm Oil. Proceedings of the Symposium of the Belgian Filtration Society, Brussels, 171-188.

- Geankoplis, Christie J. 1993. Transport Process and Unit Operation. P.737-746. Prentice-Hall International.
- Helrich, Kenneth. ed. 1990. Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists. Association of Official Analytical Chemists
- International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC). 1979. Standard Methods for the Analysis of Oils, Fats and Derivatives. Part I. 6th. ed. Oxford : Pergamon Press.
- Jacobsberg, B. and Ho, Oh Chun. 1976. Study in Oil Crystallization. JAOCS. 53, 690-617.
- Jacobsberg, B. and Jacqmain, D. 1977. Palm Oil Fractionation as Related to the Crystallization Properties of Triglycerides. International Developments in Palm Oil, P.257. Earp, D. A & Newall, W. ed. Kuala Lumpur : Rajiv Printers.
- Kawamura, K. 1979. The DSC. Thermal of Crystallization Behavior in Palm Oil I. JAOCS. 56, 753-757.
- Kawamura, K. 1980. The DSC. Thermal of Crystallization Behavior in Palm Oil II. JAOCS. 57, 48-51.
- Kreulen, H. P. 1993. Fractionation and Winterization of Edible Fats and Oil. JAOCS. 53, 393-396.

- Lam, Ng. Wee, OH, Flingoh C. H. and Yin Ng Choon. 1983. Induction Period and Cooling Curve Measurements as Possible Means of Detecting Stearin Adulteration in Palm Oil. The Palm Oil Product Technology in the Eighties, P.157. Pushparajih, E. & Rajadurai, M. ed. Kuala Lumpur : The Incorporated Society of Planters.
- Ng, W. L. 1990. A Study of the Kinetics of Nucleation in a Palm Oil Melt. JAOCS. 67, 879-882.
- Ng, W. L. 1989. Nucleation Behavior of Tripalmitin from a Triolein Solution. JAOCS. 66, 1103-1106.
- Oh, Flingoh C. H. and Berger, K. G. 1981. Physical Properties of Palm Oil in Relation to Food Use. PORIM Bulletin. No.2, 13-24.
- Ong, S. H., Chuah, C. C. and Boey, P. L. 1977. Preliminary study on Olein Stearin Separation of Palm Oil. International Developments in Palm Oil, P.257. Earp, D. A. & Newall, W. ed. Kvala Lumpur : Rajiv Printers.
- Siew, W. L., Ong, Augustine S. H., Oh, Flingoh C. H. and Berger, K. G. 1982. Critical Aspects of Slip Melting Point Measurement. PORIM Bulletin. No.4, 1-18.
- Tan, B. K., Oh, Flingoh, C. H., Siew, W. L. and Berger, K. G. 1983. Characteristic of Process Palm Oil. The Palm Oil Product Technology in the Eighties, P.157. Pushparajih, E. & Rajadurai, M. ed. Kuala Lumpur : The Incorporated Society of Planters.

- Tan, B. K., Siew, W. L., Flingoh, C. H. and Berger, K. G. 1983. Detection of Palm Stearin in Palm Oil. The Palm Oil Product Technology in the Eighties, P.157. Pushparajih, E. & Rajadurai, M. ed. Kuala Lumpur : The Incorporated Society of Planters.
- Taylor, A. M. 1973. Palm Oil Crystallization and Fractionation. Oil Palm News. No.15, 18-23.
- Yap, Peok Hong, deMan, J. M. and deMan, L. 1989. Crystallization Rates of Palm Oil and Modified Palm Oils. Fat Sci. Techno. 91, 178-180.

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก.

ก1. ผลได้และค่าไอโอดีนของสเตียรินและโอเลอินเมื่อใช้ชนิดใบพัตกวนต่าง ๆ

ชนิดใบพัตกวน	การทดลอง (ครั้งที่)	ผลได้ (%)		ค่าไอโอดีน	
		โอเลอิน	สเตียริน	โอเลอิน	สเตียริน
Two Blades	1	51.30	48.70	58.36	47.32
	2	50.25	49.75	58.85	46.89
	3	49.11	50.89	58.26	47.12
เฉลี่ย		50.22	49.78	58.49	47.11
Two Blades Two Steps	1	51.23	48.77	58.35	48.95
	2	52.16	47.84	57.28	50.03
	3	48.44	51.56	58.88	50.24
เฉลี่ย		50.61	49.39	58.17	49.74
Anchor	1	52.43	47.57	58.56	47.32
	2	54.32	45.68	57.95	46.05
	3	54.32	45.68	59.11	46.76
เฉลี่ย		53.69	46.31	58.54	46.71

หมายเหตุ : สภาวะการทดลอง

1. P : S = 10 : 0
2. ชนิดใบพัตกวน : ชนิดต่าง ๆ
3. T = 20 °C
4. t = 45 นาที
5. r = 60 rpm

ก2. ผลได้และค่าไอโอดีนของสเตียรินและโอเลอินเมื่อใช้อัตราการกวนต่างกัน

อัตราการ กวน (rpm)	การทดลอง (ครั้งที่)	ผลได้ (%)		ค่าไอโอดีน	
		โอเลอิน	สเตียริน	โอเลอิน	สเตียริน
30	1	54.65	45.35	56.95	47.15
	2	53.92	46.08	56.39	46.32
	3	55.98	44.02	57.57	46.99
เฉลี่ย		54.85	45.15	56.97	46.82
40	1	55.95	44.05	58.32	47.83
	2	56.21	43.79	57.81	48.05
	3	57.64	42.36	57.66	47.55
เฉลี่ย		56.60	43.40	57.93	47.81
50	1	56.56	43.44	59.75	47.05
	2	56.23	43.77	59.93	46.50
	3	56.23	43.77	60.17	44.96
เฉลี่ย		56.34	43.66	59.95	46.17
60	1	52.82	47.18	58.58	45.49
	2	53.45	46.55	57.95	46.50
	3	53.90	46.10	57.92	48.14
เฉลี่ย		53.39	46.61	58.35	46.71

หมายเหตุ : สภาวะการทดลอง

1. P : S = 10 : 0
2. ชนิดใบพัดกวน : Anchor
3. T = 20 °C
4. t = 45 นาที
5. r = rpm

ก3 . ผลได้และค่าไอโอดีนของสเตียรินและโอเลอิน เมื่อตกผลึกด้วยการเติม สเตียริน (ค่าไอโอดีน = 45.70) โดยใช้อุณหภูมิต่างกัน

อุณหภูมิ (°ซ)	การทดลอง (ครั้งที่)	ผลได้ (%)		ค่าไอโอดีน		จุดขุ่น (°ซ)
		โอเลอิน	สเตียริน	โอเลอิน	สเตียริน	
17.0	1	54.02	49.98	57.95	41.15	7
	2	53.55	46.45	58.26	40.93	7
	3	53.38	46.62	58.81	41.19	7
เฉลี่ย		53.65	46.35	58.34	41.09	7
20.0	1	61.15	38.85	56.68	43.89	8
	2	59.95	40.05	57.92	43.70	8
	3	58.99	41.01	58.71	44.14	8
เฉลี่ย		60.03	39.97	57.77	43.91	8
23	1	61.75	38.25	56.50	44.44	12
	2	61.93	38.07	56.15	45.02	12
	3	63.01	39.99	56.37	44.28	12
เฉลี่ย		62.23	37.77	56.34	44.58	12
25	1	64.32	35.68	53.93	43.89	-
	2	65.56	34.44	54.55	44.95	-
	3	65.69	34.31	53.53	45.47	-
เฉลี่ย		65.19	34.81	54.00	44.77	-

หมายเหตุ : สภาวะการทดลอง

1. P : S = 9 : 1
2. ชนิดใบพัดกวน : Anchor
3. T = °C
4. t = 45 นาที
5. r = rpm

ก4 . ผลได้และค่าไอโอดีนของสเตียรินและโอเลอิน เมื่อตกผลึกด้วยการเติม สเตียริน (ค่าไอโอดีน = 45.97) โดยใช้เวลาการตกผลึกต่างกัน

เวลา (นาที)	การทดลอง (ครั้งที่)	ผลได้ (%)		ค่าไอโอดีน		จุดขุ่น (°ซ)
		โอเลอิน	สเตียริน	โอเลอิน	สเตียริน	
45	1	60.21	39.79	56.21	44.11	12
	2	59.95	40.05	55.05	43.67	12
	3	59.87	40.13	57.28	44.19	12
เฉลี่ย		60.01	39.99	56.18	43.99	12
60	1	60.70	39.30	57.92	45.15	12
	2	59.85	40.15	58.35	44.50	12
	3	60.80	39.20	59.47	44.06	12
เฉลี่ย		60.45	39.55	58.58	44.57	12
90	1	56.51	43.49	58.51	44.44	12
	2	57.60	42.40	58.10	45.01	12
	3	57.46	42.54	57.84	43.78	12
เฉลี่ย		57.19	42.81	58.15	44.41	12

หมายเหตุ : สภาวะการทดลอง

1. P : S = 9 : 1

2. ชนิดใบพัดกวน : Anchor

3. T = 22.5 °C

4. t = นาที

5. r = 45 rpm

ก5. ผลได้และค่าไอโอดีนของสเตียรินและโอเลอิน เมื่อเติมสเตียรินด้วยสัดส่วนที่แตกต่างกัน

P : S	การทดลอง (ครั้งที่)	ผลได้ (%)		ค่าไอโอดีน		จุดขุ่น (°ซ)
		โอเลอิน	สเตียริน	โอเลอิน	สเตียริน	
10 : 0	1	55.85	44.15	58.02	43.93	8
	2	56.62	43.38	57.73	44.16	8
	3	57.21	42.79	55.91	45.50	8
เฉลี่ย		56.56	43.44	57.22	44.53	8
9.5 : 0.5*	1	57.93	42.07	57.57	42.21	8
	2	58.11	41.89	58.73	41.85	8
	3	58.23	41.77	60.22	41.97	8
เฉลี่ย		58.09	41.91	58.84	42.01	8
9.0 : 1.0*	1	60.66	39.34	58.77	43.44	8
	2	61.20	38.80	58.32	42.93	8
	3	59.79	40.21	59.16	40.11	8
เฉลี่ย		60.55	39.45	58.45	42.16	8
9.5 : 0.5**	1	58.21	41.79	58.92	43.45	8
	2	57.15	42.85	59.50	42.30	8
	3	58.22	41.78	59.51	41.63	8
เฉลี่ย		57.86	42.14	59.31	42.46	8
9.0 : 1.0**	1	59.95	40.05	58.72	41.91	8
	2	58.80	41.20	59.23	42.32	8
	3	60.20	39.80	61.21	42.10	8
เฉลี่ย		59.65	40.35	59.72	42.11	8

หมายเหตุ : สภาวะการทดลอง

1. P : S
2. ชนิดใบพัดกวน : Anchor
3. T = 20 °C
4. t = 60 นาที
5. r = 45 rpm
6. ค่าไอโอดีนของสเตียรินที่เติม *43.43 , **38.53

ก6 . ผลได้และค่าไอโอดีนของสเตียรีนและโอเลอิน เมื่อตกผลึกด้วยการเติม สเตียรีนในสัดส่วนและค่าไอโอดีนต่างกัน

P : S	อุณหภูมิ (°ซ)	การทดลอง (ครั้งที่)	ผลได้ (%)		ค่าไอโอดีน		จุดขุ่น (°ซ)
			โอเลอิน	สเตียรีน	โอเลอิน	สเตียรีน	
สเตียรีน IV=44.33 9.0:1.0	20.0	1	58.11	41.89	58.26	42.23	-
		2	58.02	41.98	58.59	42.22	-
		3	58.11	41.89	59.40	42.03	-
	เฉลี่ย		58.08	41.92	58.75	42.16	-
	22.5	1	59.21	40.79	57.32	43.43	-
		2	58.95	41.05	56.89	44.01	-
		3	59.08	40.92	56.85	43.84	-
	เฉลี่ย		59.08	40.92	57.02	43.76	-
	25.0	1	62.92	37.08	55.05	45.45	-
		2	63.70	36.30	54.78	44.32	-
		3	63.88	36.12	58.41	46.04	-
	เฉลี่ย		63.50	36.50	56.08	45.27	-
สเตียรีน IV=44.80 9.5:0.5	20.0	1	58.11	41.89	58.58	41.81	-
		2	57.50	42.50	58.96	42.02	-
		3	56.68	43.32	58.98	42.20	-
	เฉลี่ย		57.43	42.57	58.84	42.01	-
	22.5	1	62.05	37.95	57.57	43.21	-
		2	61.11	38.89	56.77	42.82	-
		3	61.28	38.72	60.08	42.73	-
	เฉลี่ย		61.48	38.52	58.14	42.92	-
	25.0	1	63.93	36.07	54.54	46.03	-
		2	64.95	35.05	55.12	45.55	-
		3	65.67	34.33	56.06	45.85	-
	เฉลี่ย		64.85	35.15	55.24	45.81	-

P : S	อุณหภูมิ (°ซ)	การทดลอง (ครั้งที่)	ผลได้ (%)		ค่าไอโอดีน		จุดขุ่น (°ซ)
			โอเลอิน	สเตียรีน	โอเลอิน	สเตียรีน	
สเตียรีน IV=38.53 9.0:1.0	17.5	1	52.13	47.87	60.15	41.31	7
		2	52.81	47.19	59.98	40.11	7
		3	51.72	48.28	59.96	39.21	7
	เฉลี่ย		52.22	47.78	60.03	40.21	7
	20.0	1	58.89	41.11	58.89	42.33	8
		2	59.35	40.65	59.02	42.41	8
		3	60.71	39.29	61.25	41.59	8
	เฉลี่ย		59.65	40.35	59.72	42.11	8
	22.5	1	61.06	38.94	57.43	43.31	12
		2	60.73	39.27	58.88	42.15	12
		3	61.00	39.00	59.25	43.27	12
	เฉลี่ย		60.93	39.07	58.52	42.91	12

หมายเหตุ : สภาวะการทดลอง

1. P : S : สัดส่วนต่างๆ
2. ชนิดใบพัดกวน : Anchor
3. T = °C
4. t = 60 นาที
5. r = 45 rpm

ภาคผนวก ข .

ข1.เปรียบเทียบค่าไอโอดีนและจุดขุ่นของน้ำมันริน , มรกต , และ พลอย

ชนิดน้ำมัน	การทดลอง (ครั้งที่)	ค่าไอโอดีน	จุดขุ่น ($^{\circ}$ ซ)
น้ำมันริน	1	43.89	-7
	2	44.25	-7
	3	43.83	-7
เฉลี่ย		43.99	-7
น้ำมันมรกต	1	60.15	8
	2	59.89	8
	3	60.08	8
เฉลี่ย		60.04	8
น้ำมันพลอย	1	64.35	7
	2	63.93	7
	3	63.90	7
เฉลี่ย		64.06	7

ประวัติผู้วิจัย

1. นายชาคริต ทองอุไร
วัน/เดือน/ปีเกิด 6 กุมภาพันธ์ 2498
วุฒิการศึกษา D. Ing. (Chemical Engineering). I.G.C Toulouse, France
ตำแหน่งผู้ช่วยศาสตราจารย์ระดับ 8 ภาควิชาวิศวกรรมเคมี
คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์
วิทยาเขตหาดใหญ่ สงขลา 90112
โทร. (074)212896
(074)211030-49 ต่อ 2230
2. นายสุธรรม สุขมณี
วัน/เดือน/ปีเกิด 12 มีนาคม 2500
วุฒิการศึกษา D. Ing. (Chemical Engineering). I.G.C Toulouse, France.
ตำแหน่งอาจารย์ระดับ 7 ภาควิชาวิศวกรรมเคมี
คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์
วิทยาเขตหาดใหญ่ สงขลา 90112
โทร. (074)212896
(074)211030-49 ต่อ 2230
3. นางจรรยา อินทมณี
วัน/เดือน/ปีเกิด 28 มีนาคม 2500
วุฒิการศึกษา กศ.บ.(เคมี) มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒสงขลา ประเทศไทย
ตำแหน่ง ครูชำนาญการ 6
ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์
มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ หาดใหญ่ สงขลา 90112
โทร. (074)212896
(074)211030-49 ต่อ 2230