บทคัดย่อ

T162310

ในการวิจัยเพื่อขยายขนาดการผลิตสีแปรรูปจากรากยอป่า ครั่ง ขมิ้น ครามและฮ่อม เพื่อให้เพียงพอที่จะนำไปเผยแพร่ให้ผู้ประกอบการทดลองใช้เชิงพาณิชย์นั้นเริ่มจากการสกัดสารสีจากวัตถุดิบธรรมชาติตั้งต้นในปริมาณมากเพื่อให้ได้น้ำสีปริมาณมากแล้วทำแห้งเป็นผงสีจากนั้นทดลองหาสูตรผสมผงสีโดยใส่สารที่ช่วยให้เม็ดสีเกาะตัวเป็นแกรนูลเช่น แลคโตส แป้งมัน อบให้แห้งแล้วนำเม็ดแกรนูลมาทดสอบการละลายคำนวณปริมาณเนื้อสีต่อกรัมเม็ดสี ทำการทดลองย้อมและตรวจสอบคุณภาพผลิตภัณฑ์ย้อมสี สำหรับการหาสูตรผสมที่เหมาะสมสำหรับทำผงสีสำเร็จรูปเป็นเม็ดแกรนูลใช้ผงสีจากครามและฮ่อมทดสอบโดยใช้น้ำตาลแลคโตส หรือแป้งมันเป็นส่วนผสมพบว่าเม็ดแกรนูลที่ได้กระจายตัวในน้ำได้ยาก เมื่อเติมสารที่ช่วยในการย้อมสีพวกกรดซิตริก สารส้ม น้ำปูนใส และ wetting agent แล้วอัดเม็ดแกรนูลพบว่าเม็ดแกรนูลที่ได้กระจายตัวในน้ำได้ดีขึ้น เม็ดแกรนูลของสีทุกสูตรที่ทำสามารถละลายน้ำได้ดีที่สุดที่ 60°ซ แต่ก็ยังละลายไม่หมดถึงแม้จะเพิ่มอุณหภูมิขึ้นไปอีกก็ตามต้องกรองทิ้งก่อนนำไปย้อม ฝ้ายที่ย้อมด้วยสีแกรนูลที่มีแลคโตสผสมจะย้อมติดสีอ่อนสม่ำเสมอเพราะมีปริมาณเนื้อสีต่อกรัมน้อย แต่ที่ผสมด้วยแป้งมันสีจะด่างเพราะความร้อนที่ย้อมทำให้แป้งกลายเป็นแป้งเปียกเกาะติดผิวฝ้ายทำให้การย้อมไม่สม่ำเสมอ ส่วนวิธีหาปริมาณสารสีในสีแปรรูปนั้นจากการวิเคราะห์สารสีสกัดจากครามและฮ่อมพบว่ามีองค์ประกอบหลัก 2 ชนิด คือสารสีน้ำเงินเป็นอินดิโกและสารสีแดงเป็นอินดิรูบิน อินดิโกดูดกลืนแสงสูงสุดที่ 611 นาโนเมตรจึงหาปริมาณโดยการวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ 611 นาโนเมตรเทียบกับกราฟมาตรฐานการหาปริมาณอินดิโก ผลการหาปริมาณอินดิโกในเม็ดแกรนูลของสีย้อมสำเร็จรูปพบว่า เม็ดแกรนูล 1 กรัมจะมีอินดิโกอยู่ 2.8 มิลลิกรัม ถ้าตั้งต้นจากตะกอนเปียกของสารสีสกัด แต่ถ้าเริ่มจากผงสีแห้งปริมาณอินดิโกต่อกรัมเม็ดแกรนูลเท่ากับ 66.8 มิลลิกรัม ดังนั้นน่าจะเตรียมเม็ดแกรนูลจากผงสีแห้งที่ทำแห้งด้วยเครื่อง spray dryer อย่างไรก็ตามการขยายการผลิตสีธรรมชาติจากรากยอป่า ครั่ง และฮ่อมนั้นยังมีปริมาณไม่เพียงพอแก่การนำไปเผยแพร่เนื่องจากมีปัญหาเรื่องเครื่องทำแห้งแบบ spray dryer เสียอย่างถาวร คณะผู้วิจัยต้องเปลี่ยนมาใช้เครื่องทำแห้งแบบลูกกลิ้ง (drum dryer) แทน แต่ก็ได้ข้อมูลที่มีประโยชน์ในการนำไปปรับสูตรน้ำย้อมสำเร็จรูปให้เหมาะสมต่อไป

ในการทดสอบการย้อมฝ้ายด้วยสีธรรมชาตินั้นเท่าที่ผ่านมาพบว่าฝ้ายจะติดสีอ่อนและผลการทดลองในโครงการวิจัยระยะที่ 1 นั้นได้พบว่าการทำ premordant ฝ้ายด้วยโปรตีนจากน้ำถั่วเหลืองก่อนย้อมจะทำให้ฝ้ายย้อมสีติดเข้มและมีความคงทนต่อการซักขัดถูและแสงอยู่ในระดับดี ดังนั้นก่อนจะทำการขยายการผลิตสีแปรรูปสูตรต่างๆ คณะผู้วิจัยได้ทดลองหาปริมาณโปรตีนจากน้ำถั่วเหลืองหรือจากน้ำนมที่เหมาะสมในการทำ premordant ฝ้ายที่ทำความสะอาดแล้วก่อนนำมาย้อมด้วยสีย้อมธรรมชาติให้ติดสีเข้มขึ้นพบว่าปริมาณโปรตีนตั้งแต่ 1 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตรขึ้นไปก็เพียงพอที่จะนำไปต้มกับฝ้ายในอัตราส่วน 1: 20 (น้ำหนักฝ้ายต่อปริมาตรน้ำโปรตีน) แล้วทำให้ฝ้ายติดสีย้อมเข้ม

T.162310

ขึ้น ถ้าเริ่มจากแป้งถั่วเหลืองหรือนมผงอัตราส่วนของผงต่อน้ำที่ใช้ละลายมีผลต่อการละลายของปริมาณโปรตีนและอุณหภูมิที่สูงขึ้นและระยะเวลาที่ใช้ต้มจะทำให้โปรตีนละลายออกมาได้มากขึ้นด้วย ถ้าใช้ผงถั่วเหลืองหรือนมผงเข้มข้นเกินไปจะมีผลทำให้แป้งที่ปนอยู่เกาะฝ้าย ทำให้ฝ้ายแข็งและน้ำสีเข้าฝ้ายได้ไม่สม่ำเสมอ นอกจากนี้ยังได้เตรียมน้ำสกัดจากถั่วเหลืองแล้วทำแห้งอัดเป็นเม็ดแกรนูลและหาปริมาณโปรตีนต่อกรัมของเม็ดแกรนูลต่อน้ำในสัดส่วนที่ทำให้โปรตีนละลายออกมามากที่สุดที่อุณหภูมิห้องเพื่อเตรียมไว้เผยแพร่พร้อมกับสีย้อมสำเร็จรูปที่เตรียมขึ้น

ได้ทำการผลิตสีย้อมสำเร็จรูปจาก**ผงสีครั่งและรากยอป่า** ที่ทำแห้งด้วยเครื่อง spray dryer และจากการสกัดด้วยอัลกอฮอลล์แล้วทำเป็นผงสกัดเข้มข้น นำมาทดลองปรุงสูตรน้ำย้อมสำเร็จรูปแล้วทำแห้งด้วยเครื่องทำแห้งแบบลูกกลิ้งอัดเป็นเม็ดแกรนูลทดสอบการละลาย พีเอชของสารละลาย การย้อมและความคงทนของผลิตภัณฑ์ย้อมสีแล้วทำการคัดเลือกสูตรที่ใช้ได้ดีที่สุดมาทำการขยายขนาดการผลิต สำหรับสีจากรากยอป่าได้สูตร M1 สีจากครั่งได้สูตร L4 และยังได้ทดลองผสมน้ำย้อมสูตร M1 และ L4 เพื่อให้ได้เฉดสีออกสีแดงส้ม ทำแห้งเป็นสูตร ML14 การสกัดและปรุงสูตรน้ำย้อมสีเหลืองจาก**ขมิ้น**นั้น พบว่าขมิ้นมีน้ำมันมากเวลาสกัดนำมาทำแห้งสีเกาะเป็นก้อนแข็ง เข้าเครื่องทำแห้งจะทำยากมากจึงได้สกัดน้ำมันออกก่อนด้วยการกลั่นด้วยไอน้ำแล้วนำน้ำสีที่สกัดน้ำมันออกแล้วมาปรุงสูตรทำแห้งแล้วอัดเม็ดแกรนูลพบว่าสามารถทำได้จึงเลือกเป็นวิธีไว้ขยายขนาดการผลิตต่อไป สีจาก**ครามและฮ่อม**เริ่มจากการหมักเป็น paste แล้วนำ paste มาผสมสูตรโดยใช้กรดซิตริกหรือกรดทาร์ทาริก หรือครีมออฟทาทาร์มาช่วยปรับพีเอชน้ำย้อมให้อยู่ในช่วง 10-10.5 ก่อนทำแห้ง ได้เลือกสูตร I_2 สำหรับขยายขนาดการผลิต ผง**ใบยูคาลิปตัส** นำมาสกัดน้ำมันออกแล้วทำแห้งได้น้ำย้อมสีน้ำตาลออกครีมติดทนและยังใช้เป็นมอร์แดนท์ในการผสมน้ำสีสูตรอื่นๆ ได้ด้วย

ได้หาวัตถุดิบที่ให้สารสีชนิดอื่นๆ เพิ่มเติมพบว่า สารสีเหลืองจาก**ผักเชียงดา**ก็สามารถนำมาทำแห้งและย้อมฝ้ายได้สีเหลืองสวย น้ำสกัดครั้งแรกสีเขียวออกเหลืองเมื่อเติมด่างปูนขาวได้สีเหลืองเต่สีติดฝ้ายไม่ทนแสงไม่เหมาะใช้ย้อมผ้าอีกทั้งผักเชียงดามีสารต้านอนุมูลอิสระมากเหมาะจะใช้ผสมอาหารมากกว่า สำหรับสารสีเหลืองนั้นยังได้จาก**เปลือกหอมหัวใหญ่ เปลือกส้มเขียวหวานและผิวเปลือกผลมะกรูด**โดยต้องสกัดน้ำมันออกก่อนแล้วจึงนำน้ำสกัดที่เหลือมาเติมด่างผสมสูตรสำหรับทำแห้งเป็นสีย้อมสำเร็จรูปต่อไป สีจากผิวเปลือกผลมะกรูดยังให้น้ำย้อมที่มีกลิ่นหอมเฉพาะตัวด้วย มะกรูด (*Citrus hystrix* Linn.) ถูกจัดอยู่ในวงศ์ Rutaceae เมื่อนำผิวเปลือกผลมาสกัดสีออกแล้วแยกบริสุทธิ์หาโครงสร้างพบว่าเป็นสารประกอบ Flavanone ที่มีชื่อว่า Hesperidin สีเหลืองจากมะกรูดนี้ได้ทดลองผสมกับสีอินดิโกจากครามและฮ่อมได้เป็นสีย้อมธรรมชาติสำเร็จรูปสีเขียวอ่อนถึงแก่ขึ้นกับสัดส่วนการผสมระหว่างสองสีนี้ สูตรที่ใช้ได้ดีที่เหมาะสำหรับการขยายขนาดการผลิตคือ สูตร GIF1 นอกจากนี้ยังมีสีจากเปลือก**ไม้สะนอยหรือไก๋แดง** (*Terstraenia gymnanthera* Bedd.) ถูกจัดอยู่ในวงศ์

Theraceae เมื่อนำมาสกัดด้วยน้ำด่างได้น้ำย้อมสีน้ำตาลแดงเข้มเติมสารส้มได้น้ำย้อมสีส้ม เมื่อแยกสกัดสารสีจากเปลือกไม้สะนอยพบองค์ประกอบหลัก 2 ชนิด ชนิดแรกเป็นสารประกอบ Triterpenoid ชนิด Lupane-type triterpene และอีกชนิดหนึ่งเป็นสารประกอบจำพวกแทนนินชนิด Condensed tannin ทำการสกัดและผสมสูตรทำแห้งไว้เป็นสีย้อมสูตร B3 และ B4 และไว้เป็นมอร์แดนท์สำหรับสูตรผสมอื่นๆ ต่อไป นอกจากนี้ยังได้ศึกษาสีจากดอกทองกวาว (*Butea monosperma* Lamk.) เป็นสารสีกลุ่มฟลาโวนอยด์ให้สีส้มในน้ำด่างปูนใสผสมเป็นสูตรสีย้อมสำเร็จรูปและทำแห้งทดลองย้อมได้สีส้มไม่ใคร่ทนแสง สีผสมระหว่างสีแดงของครั่งหรือเปลือกสะนอยกับอินดิโกจากครามหรือฮ่อมให้สีย้อมสำเร็จรูปที่เป็นสีม่วงสูตร V1B1, V1B2 และ LI42 ซึ่งเป็นโทนสีม่วงต่างๆ กันตั้งแต่ม่วงน้ำตาล ม่วงแดง และม่วงน้ำเงิน

ได้ทำการทดสอบการใช้สีผงสำเร็จรูปสูตรต่างๆ ในการย้อมฝ้าย ไหม ป่านปอ ใยกันชง และเยื่อกระดาษพบว่าการละลายของสียังไม่ดีเท่าที่ควรสีบางสีมีตะกอนมาก สีบางสีที่ผสมกับสีน้ำเงินของอินดิโกจะย้อมไม่ติดสีอินดิโกและได้ทำการหาปริมาณความเข้มข้นของน้ำย้อมที่เหมาะสมในการย้อมฝ้ายของสีย้อมสูตรสำเร็จรูปจากครั่งพบว่า ผงสี 35 กรัมต่อน้ำ 1 ลิตรเป็นปริมาณที่เหมาะสมที่สุดที่จะทำให้ติดสีเข้มและใช้ผงสีอย่างประหยัด

ได้ประชาสัมพันธ์สีผงสูตรสำเร็จรูปแก่ผู้ประกอบการใน 7 จังหวัด ภาคอีสาน และภาคเหนือร่วมแสดงนิทรรศการผงสีย้อมสำเร็จรูปและผลิตภัณฑ์ย้อมสี ณ ศูนย์ประชุมแห่งชาติสิริกิติ์ ในงานครบรอบ 10 ปี สกว. เมื่อปลายเดือนกุมภาพันธ์ 2546 และออกรายการคนไทยวันนี้ทางสถานีโทรทรรศน์ช่อง 7 สี เมื่อวันที่ 1 พฤษภาคม พ.ศ. 2546 นิทรรศการวันวิทยาศาสตร์ที่คณะวิทยาศาสตร์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ เมื่อเดือนสิงหาคม พ.ศ. 2546 และนิทรรศการ 10 ปี สกว. สัญจรภาคเหนือที่จังหวัดเชียงใหม่ในเดือนธันวาคม 2546 และให้คำปรึกษาเรื่องการผลิตและใช้สีย้อมธรรมชาติแก่โครงการ "บ้านทอฝัน" ที่อ.สังขละบุรี จังหวัดกาญจนบุรี และผู้ผลิตและผู้ใช้สีธรรมชาติที่สนใจทั่วไป

ได้ศึกษาการเพิ่มผลผลิตสีธรรมชาติโดยการส่งเสริมการปลูกไม้ให้สีที่ใช้มากคือฮ่อมและครามการเพาะเลี้ยงกลุ่มเซลล์พืชให้สี เช่นรากยอป่าที่สามารถได้กลุ่มเซลล์ที่ผลิตสารสีเช่นเดียวกับรากของต้นยอป่าและกำลังอยู่ในระหว่างการปรับปรุงให้เซลล์ผลิตสารสีได้มากขึ้นโดยใช้เวลาน้อยลงโดยปรับปรุงอาหารและภาวะการเลี้ยงเช่นการให้แสงและการเพาะในที่มืด เป็นต้น ส่วนการศึกษาสารให้สีจากจุลินทรีย์นั้นได้ศึกษาการผลิต pigment สีแดงจากแบคทีเรีย *Serratia* sp. PB ที่สกัดได้จากเห็ดน้ำหมากปรับปรุงภาวะการเลี้ยงและอาหารและพยายามใช้อาหารที่มีราคาถูกลงและเลี้ยงเซลล์ในถังหมักโดยการตรึงเซลล์ไว้บนฟองน้ำ และวัสดุตรึงเซลล์ต่างๆ พบว่าสามารถผลิตสีได้มากขึ้นกว่าเดิมและแยกเซลล์ออกจากน้ำเลี้ยงง่าย สีที่ได้สกัดออกจากเซลล์ได้ง่ายด้วย acidic ethanol ได้ทดลองนำมา

เตรียมน้ำย้อมและย้อมฝ้ายได้สีม่วงที่มีความคงทนขึ้นต่อไปจะทำการผลิตให้มากขึ้นและนำมาแยกบริสุทธิ์ ศึกษาสมบัติและโครงสร้างทางเคมีต่อไป

Abstract TE 162310

Expanding the production of ready-to-use natural dyes from morinda root, lac dye, *Curcuma longa* Linn., kram (*Indigofera tinctoria* Linn.) and hom (*Baphicacanthus cusia* Brem.) to get enough products for promotion was started by extracting pigments from large amount of natural raw materials to yield large amount of pigmented solution and dried to powder followed by mixing the dye stuff with lactose or tropioca starch for granulation. The amount of pigment per gram of granulated dye was determined. The granulated dyes were tested for dyeing and the quality of the dyed products were determined. The powder of the indigo dye from Kram and Hom was used to find the proper condition for the preparation of ready-to-use dye in granulated form. Using only lactose or starch powder to mix with the dye power, the granulated dye was difficult to disperse in water. The dispersion of the granulated dye was improved by mixing of some materials that always used in the dye bath namely, the potassalum, citric acid, calcium hydroxide and wetting agent with the dye powder before granulation. All granulated dyes dissolved well in water at 60°C but still some residue was left even at higher temperature which had to be filtered out before dyeing. The cotton dyed with the granulated dye containing lactose yielded smoothly pale colour due to low amount of pigment per gram of granulated dye while the granulated dye containing starch gave unevenly dyed product since the heat in the dyeing process led to sticky starch on the surface of the material to be dyed. Two major components were found in the extracted pigment from Kram and Hom, the blue pigment was indigo and the red pigment was indirubin. Indigo had maximum absorption at 611 nm and the amount of indigo in the granulated dye was then determined by uv-visible spectroscopic method using standard indigo as reference. It was found that granulation of indigo dye from indigo paste yielded 2.8 mg of indigo per gram of granules whereas granulated indigo dye from indigo powder gave 66.8 mg of indigo/ g of granule. Therefore, the dry powder of dye stuff should be used for preparation of granulated dye. Unfortunately, the spray dryer was permanently out of order and the amount of granulated dyes prepared by this method were still not enough for distribution to the user. However, we had got useful information to modify the proper formula for preparation of ready-to-use dyes using drum dryer instead.

Normally, cotton dyed with natural dyes gave low intensity of the color and the result obtained from phase 2 of our research project revealed that premordanting of cotton by

protein from soya bean milk before dyeing gave higher color intensity on the cotton. So, we varied the amount of soya bean or milk protein for premordanting cotton and found that the concentration of protein solution from 1 mg/ml for boiling cotton in a ratio of 1:20 (cotton wt/ volume of protein solution) was enough to obtain higher color intensity with good wash and light fastness. If soya bean starch or milk powder was used, the ratio of the powder to dissolving water effected the amount of the solubilized protein and at higher temperature with longer boiling period, more protein could be solubilized. If too high concentration of soya bean or milk was used, the starch would coat the cotton and the dye could not bind evenly to the cotton. Moreover. We also prepared the granulated soya bean milk and determined the amount of protein per gram of granule including the amount of soya bean milk granules in proper volume of water that highest amount of protein could solubilize at room temperature. This granulated soya bean milk was plan to promote the same time as the prepared ready-to-use dyes.

Production of ready-to-use natural dye started by using the lac dye and morinda root dye powder obtained from spray dry and from concentrated alcoholic extract. We prepared the dye solution in various formula which ready-to-use in the dye bath dried on drum dryer and granulated in the granulator. The water solubility of the granulated dye and pH of the dye solution were tested. The dye solution was used for dyeing cotton and the fastness of the dyed products were measured. The good formula were selected for the production of the ready-to-use dye in large quantity. The formula M1, L4 and ML14 were good formula from morinda root dye, lac dye and the mixture of the dye formula M1 and L4 in a ratio of 1:1 by volume, respectively. The dye extract from curcumin could not get powder on drying dued to too much volatile oil in the extract. The volatile oil could be separated out by steam distillation before formulating the dye solution and drum drying. The granulated dye preparation from kram and hom started with indigo paste. The indigo paste was formulated with citric or tartaric acid or cream of tarta and the pH of the dye solution was adjusted to 10-10.5 before drying. In this case, the formula I2 was selected for large quantity production. The granulated dye from Eucalyptus leaves was also prepared after removing the volatile oil by steam-distillation which gave bage color on dyeing. This dye could also be used as mordant for dyeing and preparing other dye formula.

Some more other raw materials for natural dyes were also explored. It was found that yellow pigment from Pak Chiangda (*Gymnema inodorum* on S. *typhi*), a kind of vegetable could be used for dyeing in alkali condition but the dye gave poor light fastness. This vegetable contained a lot of antioxidant compounds which would be more useful in food than for dyeing. The yellow pigment could be also found in the peels of onion, orange and leech lime (*citrus hystrix* Linn.) in Rutaceae family. These fruits contained a lot of volatile oils which had to be removed before preparation of the ready-to-use dye. The major component of the dye from *citrus hystrix* Linn. was flavanone compounds called hesperidin which gave yellow color in alkali solution. This yellow pigment could be mixed with the blue color of indigo extract and gave yellowish green to bluish green dye solution depending on the ratio of these two pigments. The best formulae was GIF1. Another ready-to-use dye was prepared from the tree's bark called Snoi or Kaidang (*Ternstraemia gymnanthera* Bedd.) in Theraceae family. This formulae gave redish-brown on dyeing cotton. Two major components could be found in the extract, one was Lupane-type triterpene and the other was condensed tannin. The best formula were B3 and B4 and these could also be used as mordants in natural dye dyeing. Moreover, the orange dye could be prepared from Tongkaow flower (*Butea monosperma* Lamk.), the pigment was flavonoid which gave orange-red color on dyed cotton but it had poor light fastness. The mixture between red color of lac dye or Kaidang bark and blue color of indigo gave various purple color tones from browish-purple, redish-purple and bluish purple of the dye formula V1B1, V1B2 and LI42, respectively.

The prepared ready-to-use dyes were used in dyeing cotton, silk and other natural fibres. It was found that solubility of the dyes were not good enough, some dyes left too much residues. Indigo in some mixed dye formula had poor penetration into the fiber and lost of the blue color in the dyed product. The suitable amount of ready-to-use lac dye was 35 g of granulated dye per 1 liter of water for dyeing cotton in a ratio of 1:10 (weight of cotton : volume of dye solution).

The ready-to-use dyes had been promoted to the user at 7 provinces in the north and northeast region of Thailand. We had also joined the 10th Anniversary of Thailand Research Fund(TRF) exhibition at Sirikit National Meeting Center in February and at Chiang

Mai in December, 2003. The promotion was also in television channel 7 program "Thai people today " in May, 2003. Finally, we gave some advise on preparation of natural dye and dyeing process to the producers and users who showed their interest.

To obtain enough raw material for the production of the modified natural dyes, the common use pigmented plants such as Kram, Hom, Morinda, Curcuma longa etc. should be more cultivated. Another alternatives to increase the pigment productivity were to culture the pigmented plant cells and studied the pigmented microorganisms. We could culture the morida root cells to produce the same pigments as the morinda plant. We also studied the pigmented bacteria *Serratia* sp. RB isolated from red mushroom and increased production by immobilized cells in polyethylene sheets. The red pigment was easily extracted by acidic ethanol and show the potential of using as natural dye.