

บทที่ 3
ผลการทดลอง

3.1 การสกัดน้ำมันหอมระเหยจากผิวมะกรูด ผิวส้มโอและตะไคร้หอม

3.1.1 น้ำมันหอมระเหยจากผิวมะกรูด

จากการกลั่นด้วยไอน้ำทำการกลั่น 15 ครั้ง ได้ปริมาณน้ำมันหอมระเหยดังแสดง
ในตาราง 3.1

ตาราง 3.1 ปริมาณน้ำมันหอมระเหยที่กลั่นได้จากผิวมะกรูด

ครั้งที่	ผิวมะกรูด (กรัม)	ปริมาณน้ำมันหอม ระเหย (ลบ.ซม.)	น้ำหนัก (กรัม)
1	100.02	1.0	
2	100.10	1.2	
3	100.00	1.1	
4	100.09	1.2	
5	100.11	1.4	
6	100.08	0.9	
7	100.10	1.1	
8	100.03	1.0	
9	100.01	1.1	
10	100.00	1.1	
11	100.00	1.0	
12	100.03	0.9	
13	100.10	1.2	
14	100.07	1.0	
15	100.09	1.1	
รวม	1500.83	16.3	13.8

$$\begin{aligned}
 \text{Percentage yield} &= (\text{น้ำหนักที่ได้} / \text{น้ำหนักที่ใช้}) \times 100 \\
 &= (13.8 / 1500.83) \times 100 \\
 &= 0.92 \%
 \end{aligned}$$

3.1.2 น้ำมันหอมระเหยจากผิวส้มโอ

จากการกลั่นด้วยไอน้ำทำการกลั่น 15 ครั้ง ได้ปริมาณน้ำมันหอมระเหย ดังแสดงในตาราง 3.2

ตาราง 3.2 ปริมาณน้ำมันหอมระเหยที่กลั่นได้จากผิวส้มโอ

ครั้งที่	ผิวส้มโอ (กรัม)	ปริมาณน้ำมันหอม ระเหย (ลบ.ซม.)	น้ำหนัก (กรัม)
1	100.00	1.1	
2	100.00	1.1	
3	100.02	1.1	
4	100.08	1.2	
5	100.10	1.2	
6	100.01	0.9	
7	100.00	0.9	
8	100.00	1.0	
9	100.02	0.9	
10	100.07	1.1	
11	100.09	1.0	
12	100.03	1.0	
13	100.00	0.9	
14	100.02	1.1	
15	100.01	1.0	
รวม	1500.45	15.5	13.4

$$\begin{aligned}
 \text{Percentage yield} &= (\text{น้ำหนักที่ได้} / \text{น้ำหนักที่ใช้}) \times 100 \\
 &= (2.9 / 1500.48) \times 100 \\
 &= 0.89 \%
 \end{aligned}$$

3.1.3 น้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม

จากการกลั่นด้วยไอน้ำทำการกลั่น 15 ครั้ง ได้ปริมาณน้ำมันหอมระเหย ดังแสดง
ในตาราง 3.3

ตาราง 3.3 ปริมาณน้ำมันหอมระเหยที่กลั่นได้จากตะไคร้หอม

ครั้งที่	ผิวตะไคร้หอม (กรัม)	ปริมาณน้ำมันหอม ระเหย (ลบ.ซม.)	น้ำหนัก (กรัม)
1	100.09	0.2	
2	100.01	0.1	
3	100.00	0.4	
4	100.04	0.3	
5	100.03	0.1	
6	100.07	0.3	
7	100.00	0.2	
8	100.00	0.1	
9	100.00	0.2	
10	100.01	0.2	
11	100.00	0.4	
12	100.05	0.2	
13	100.03	0.2	
14	100.07	0.3	
15	100.08	0.4	
รวม	1500.48	3.6	2.9

$$\begin{aligned}
 \text{Percentage yield} &= (\text{น้ำหนักที่ได้} / \text{น้ำหนักที่ใช้}) \times 100 \\
 &= (2.9 / 1500.48) \times 100 \\
 &= 0.19 \%
 \end{aligned}$$

3.2 สมบัติทางกายภาพของน้ำมันหอมระเหยจากผิวมะกรูด ผิวส้มโอ และตะไคร้หอม

ตาราง 3.4 กลิ่นและสีของน้ำมันหอมระเหยจากผิวมะกรูด ผิวส้มโอ และตะไคร้หอม

ชนิดของน้ำมันหอมระเหย	กลิ่น	สี
ผิวมะกรูด	กลิ่นหอมปนกลิ่นฉุน	ไม่มีสี
ผิวส้มโอ	กลิ่นหอมปนกลิ่นฉุนเล็กน้อย	ไม่มีสี
ตะไคร้หอม	กลิ่นฉุนมาก	สีเหลืองอ่อน

3.3 การทดสอบสมบัติการไล้ของน้ำมันหอมระเหยจากผิวมะกรูด ผิวส้มโอ และตะไคร้หอม

จากการทำน้ำยาทาที่ก้นขุง แล้วนำมาทดสอบกับผู้ทดสอบเปรียบเทียบกับเมื่อไม่ทาที่ก้นขุง และใช้วาสลินทาอย่างเดียวนั้นทำการนับจำนวนขุงที่มากเกาะใน 1 ชั่วโมง ได้ผลดังตาราง 3.5

ตาราง 3.5 ผลการทดสอบความสามารถในการไล้ของน้ำมันหอมระเหยจากผิวมะกรูด ผิวส้มโอ และตะไคร้หอม

ชนิดของน้ำมันหอมระเหยในน้ำยาทาที่ก้นขุง	จำนวนขุงที่มากเกาะใน 1 ชั่วโมง
น้ำมันหอมระเหยจากผิวมะกรูด	7
น้ำมันหอมระเหยจากผิวส้มโอ	10
น้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม	2
ไม่ทาน้ำยาทาที่ก้นขุง	17
ทาวาสลินอย่างเดียวน	14

3.4 การแยกสารองค์ประกอบของน้ำมันหอมระเหยจากผิวมะกรูดโดยเทคนิคโครมาโตกราฟี

ฝิวบาง (Thin Layer Chromatography, TLC)

การแยกสารองค์ประกอบของน้ำมันหอมระเหยจากผิวมะกรูดโดยใช้เทคนิค Preparative TLC ใน developing solvent ของ Toluene : Ethyl acetate อัตราส่วน 93:7 โดยปริมาตรและบ่งชี้แถบของสารภายใต้แสง UV ที่ความยาวคลื่น 254 nm

จากการทำ preparative TLC สามารถแยกสารออกได้ทั้งหมด 4 แถบ (band) ดังแสดงในตาราง 3.6

ตาราง 3.6 Rf-value ของสารแต่ละแถบที่แยกได้

สารแถบที่	ระยะทางที่สารเคลื่อนที่	ระยะทางที่ตัวทำละลายเคลื่อนที่	Rf-VALUE
1	2.1	15	0.14
2	7.2	15	0.48
3	9.7	15	0.65
4	13.2	15	0.88

3.5 การตรวจสอบความบริสุทธิ์ของสารองค์ประกอบของน้ำมันหอมระเหยจากผิวมะกรูดที่แยก

โดยเทคนิคโครมาโตกราฟีฝิวบาง (Thin Layer Chromatography, TLC)

สารองค์ประกอบของน้ำมันหอมระเหยแต่ละแถบได้ทำการตรวจสอบความบริสุทธิ์อีกครั้งโดยใช้เทคนิค TLC ซึ่งใช้ developing solvent 6 ชนิด แล้วบ่งชี้จุดด้วย UV (Short wave) ได้ผลดังแสดงในตาราง 3.7

ตาราง 3.7 การตรวจสอบความบริสุทธิ์ขององค์ประกอบของน้ำมันหอมระเหยจากผิวมะกรูดโดยใช้เทคนิค TLC

สารแถบที่	จำนวนจุดที่ปรากฏเมื่อใช้ developing solvent				
	Hexane	Chloroform	Toluene	Acetone	Ethyl acetate
1	1	1	1	1	1
2	1	1	1	1	1

ตาราง 3.7 (ต่อ)

สารแถบที่	จำนวนจุดที่ปรากฏเมื่อใช้ developing solvent				
	Hexane	Chloroform	Toluene	Acetone	Ethyl acetate
3	1	1	1	1	1
4	1	1	1	1	1

3.6 การทดสอบสมบัติการไต่ยงของสารองค์ประกอบของน้ำมันหอมระเหยจากผิวมะกรูดที่แยกโดยเทคนิคโครมาโตกราฟีผิวบาง (TLC)

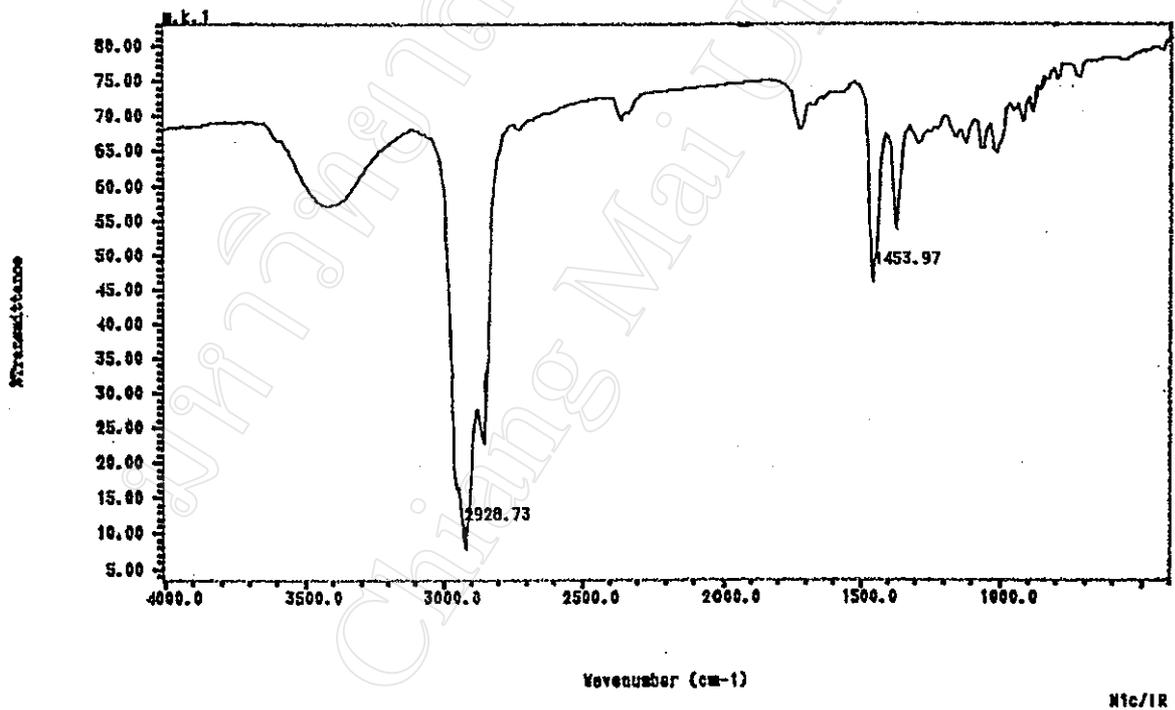
ตาราง 3.8 ผลการทดสอบความสามารถในการไต่ยงของสารองค์ประกอบของน้ำมันหอมระเหยจากผิวมะกรูดที่แยกโดยเทคนิคโครมาโตกราฟีผิวบาง (TLC)

ชนิดของสารองค์ประกอบของน้ำมันหอมระเหยจากผิวมะกรูดที่แยกโดยเทคนิค TLC ที่ผสมในน้ำยาทาถักยง	จำนวนยุงที่เกาะใน 1 ชั่วโมง
สารองค์ประกอบของน้ำมันหอมระเหยจากผิวมะกรูดที่แยกโดยเทคนิค TLC R_{f_1}	6
สารองค์ประกอบของน้ำมันหอมระเหยจากผิวมะกรูดที่แยกโดยเทคนิค TLC R_{f_2}	12
สารองค์ประกอบของน้ำมันหอมระเหยจากผิวมะกรูดที่แยกโดยเทคนิค TLC R_{f_3}	14
สารองค์ประกอบของน้ำมันหอมระเหยจากผิวมะกรูดที่แยกโดยเทคนิค TLC R_{f_4}	15

3.7 การตรวจสอบเอกลักษณ์ของสาร Rf₁

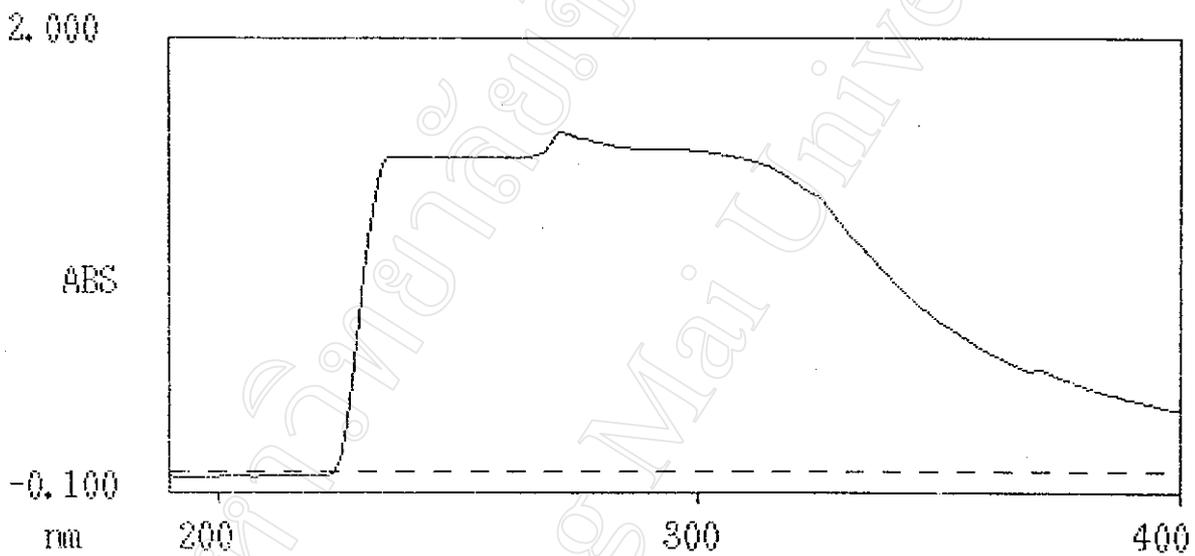
3.7.1 การวิเคราะห์สาร Rf₁ ด้วยเครื่อง Infrared spectrometer นำสาร Rf₁ ทาบน NaCl Cell ผลการวิเคราะห์แสดงดังรูป 3.1

จาก IR spectrum ของสาร Rf₁ มี band ที่เด่นชัดดังนี้ คือ
 ที่ความถี่ 1380 cm^{-1} หมู่ฟังก์ชัน C - H Bending (symmetrical bending ใน CH_3)
 ที่ความถี่ 2929 cm^{-1} หมู่ฟังก์ชัน C - H Stretching ของ aliphatic hydrocarbon
 ที่ความถี่ 3392 cm^{-1} หมู่ฟังก์ชัน OH Stretching



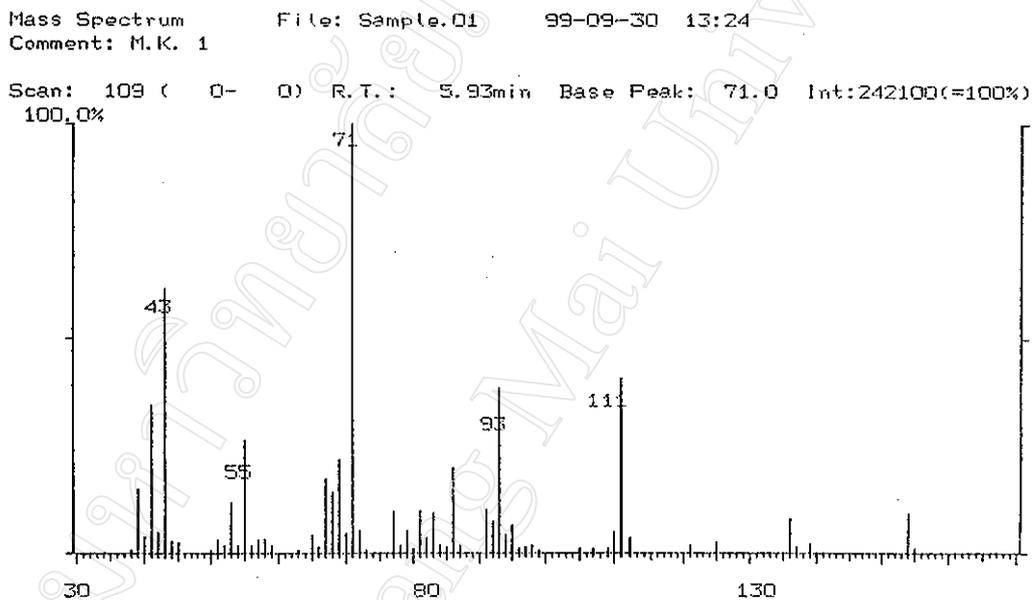
รูป 3.1 แสดง IR - Spectrum ของสาร Rf₁

3.7.2 การวิเคราะห์ด้วย UV – spectrometer นำไปวัดการดูดกลืนแสง UV ในช่วงการดูดกลืนคลื่น 200 –400 nm เทียบกับไดคลอโรมีเทน สาร Rf1 ดูดกลืนแสงสูงสุดที่ 272.0 nm ดังแสดงในรูป 3.2



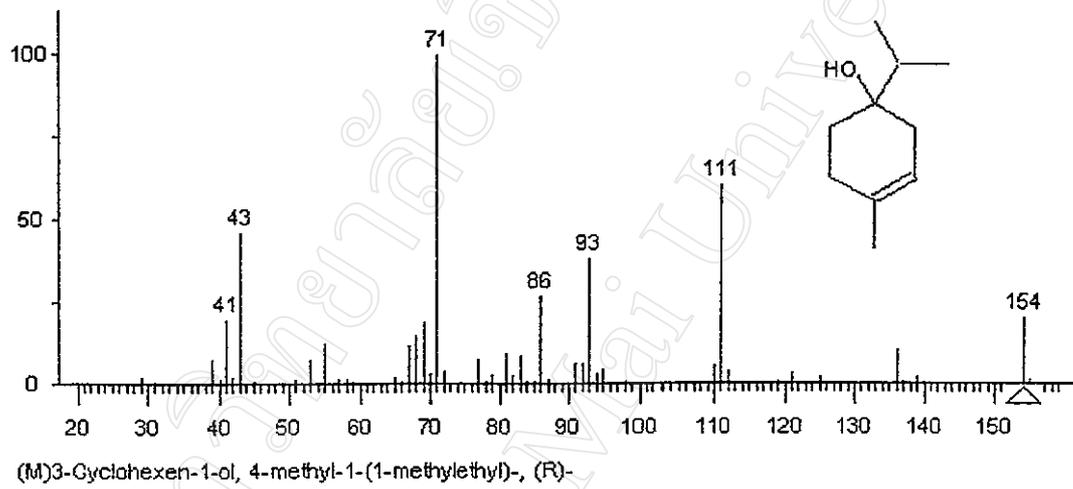
รูป 3.2 แสดงการดูดกลืนแสง UV ของสาร Rf₁ เทียบกับไดคลอโรมีเทน

3.7.3 การวิเคราะห์สาร Rf ด้วย Mass spectrometer ใช้เครื่อง GC-MS แต่เนื่องจากมีความจำกัดในเรื่อง column และสารมีปริมาณน้อย ทดลองฉีดสารเข้า GC-MS โปรแกรมอุณหภูมิของ column ตั้งแต่ 100-150°C ไม่เกิดสัญญาณของพีคอื่นนอกจากของตัวทำละลาย จึงใช้ MS โดยตรง ใช้อุณหภูมิตั้งแต่ 50-250°C



รูป 3.3 แสดง Mass - spectrum ของสาร Rf₁

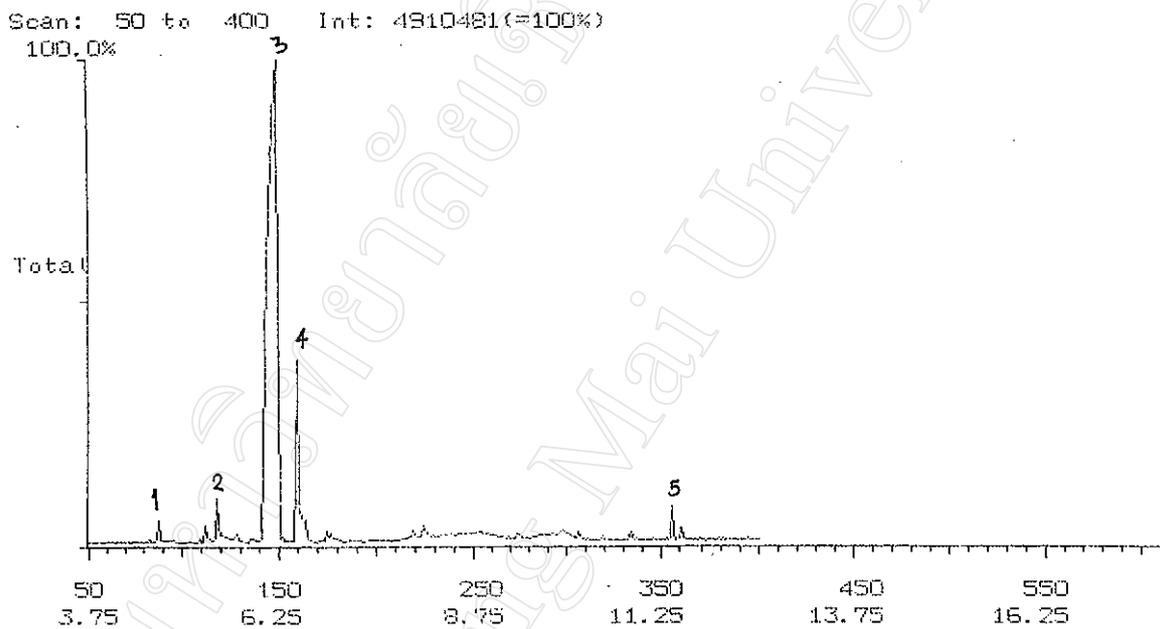
จาก library search พบว่าสาร Rf₁ มี Mass – spectrum คล้ายสาร L – 4 terpineol มาก



รูป 3.4 แสดง Mass – spectrum ของ L – 4 terpineol จาก library search

3.8 การวิเคราะห์สารองค์ประกอบของน้ำมันหอมระเหยจากผิวส้มโอ

จากการนำน้ำมันหอมระเหยจากผิวส้มโอมาทำการวิเคราะห์องค์ประกอบโดย GC-MS ได้โครมาโตแกรม ดังแสดงในรูป 3.5



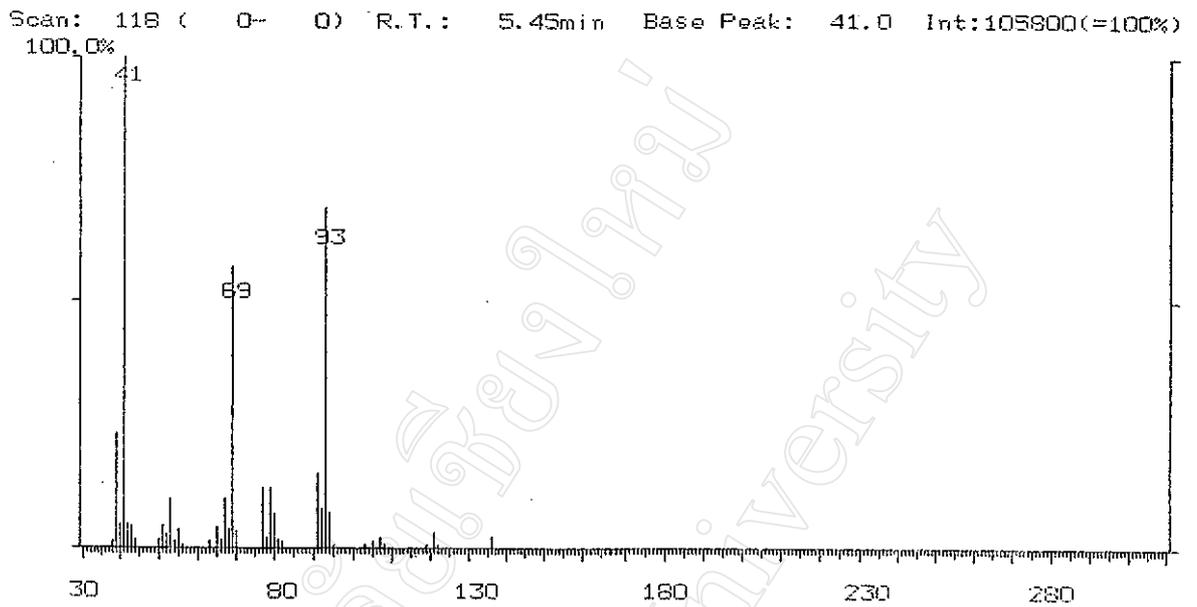
รูป 3.5 โครมาโตแกรมของน้ำมันหอมระเหยจากผิวส้มโอ

จากการวิเคราะห์โดย GC – MS และข้อมูลจาก retention time สามารถบ่งบอกชนิดสารต่าง ๆ ได้ ดังแสดงในตาราง 3.9

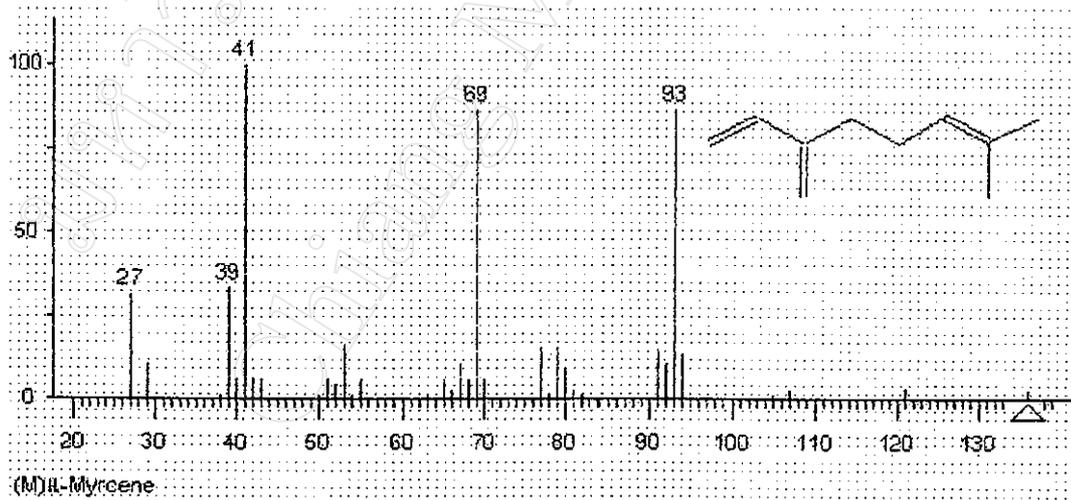
ตาราง 3.9 สารที่พบในน้ำมันหอมระเหยจากผิวส้มโอ จากโครมาโตแกรมรูป 3.5

หมายเลข peak	ชื่อสาร	Retention time (min)
1	-	4.70
2	Myrcene	5.45
3	-	6.22
4	Crithmene	6.50
5	Agarupiol	11.40

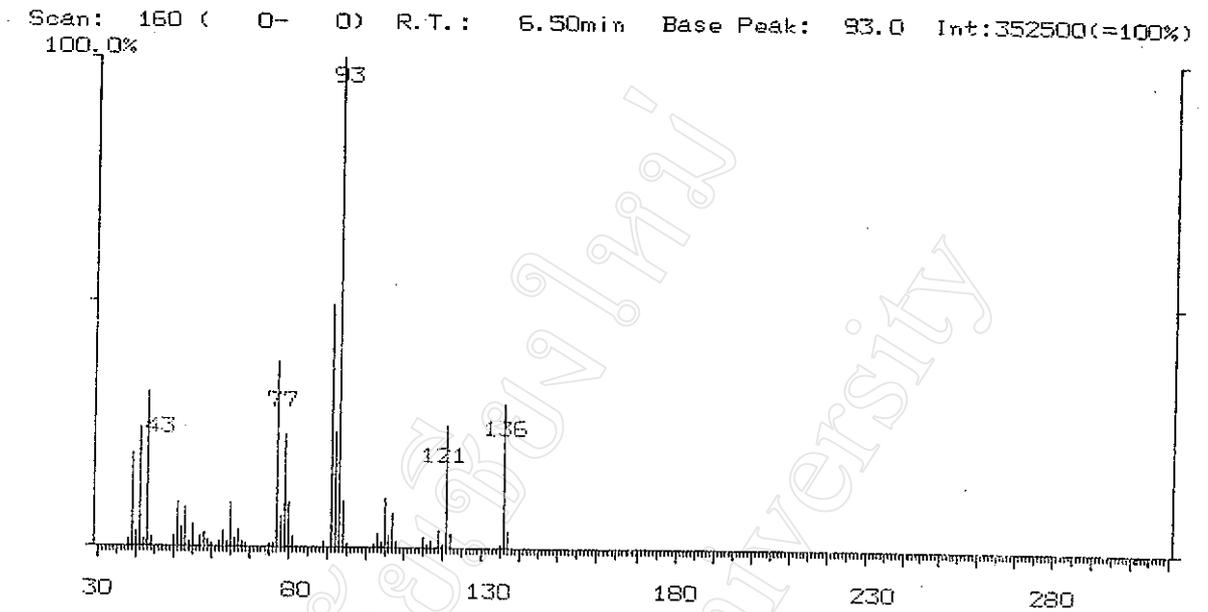
สำหรับ mass spectrum ของสารที่วิเคราะห์ได้ ได้นำมาแสดงดังรูป 3.6 ถึง 3.11



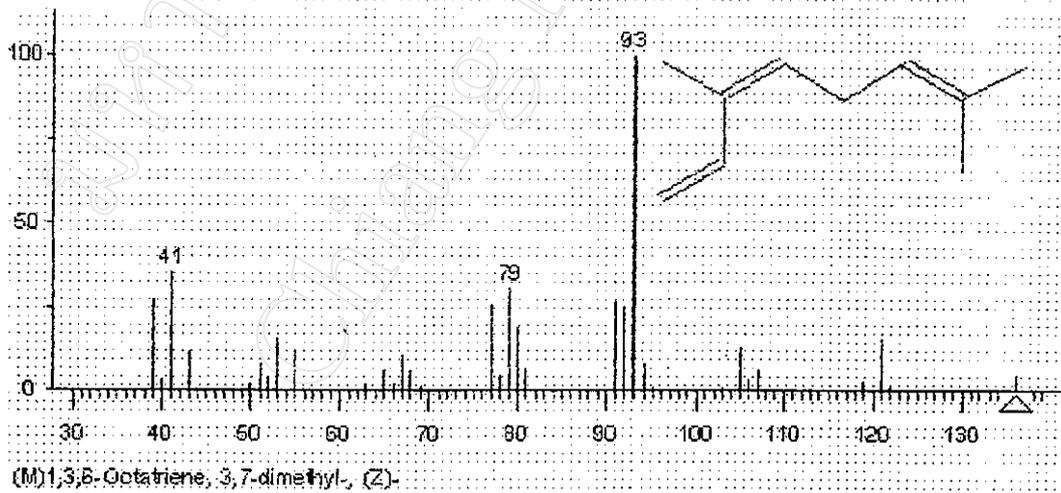
รูป 3.6 mass – spectrum ของสารในน้ำมันหอมระเหยจากผิวส้มโอ ที่ Rt 5.45 min



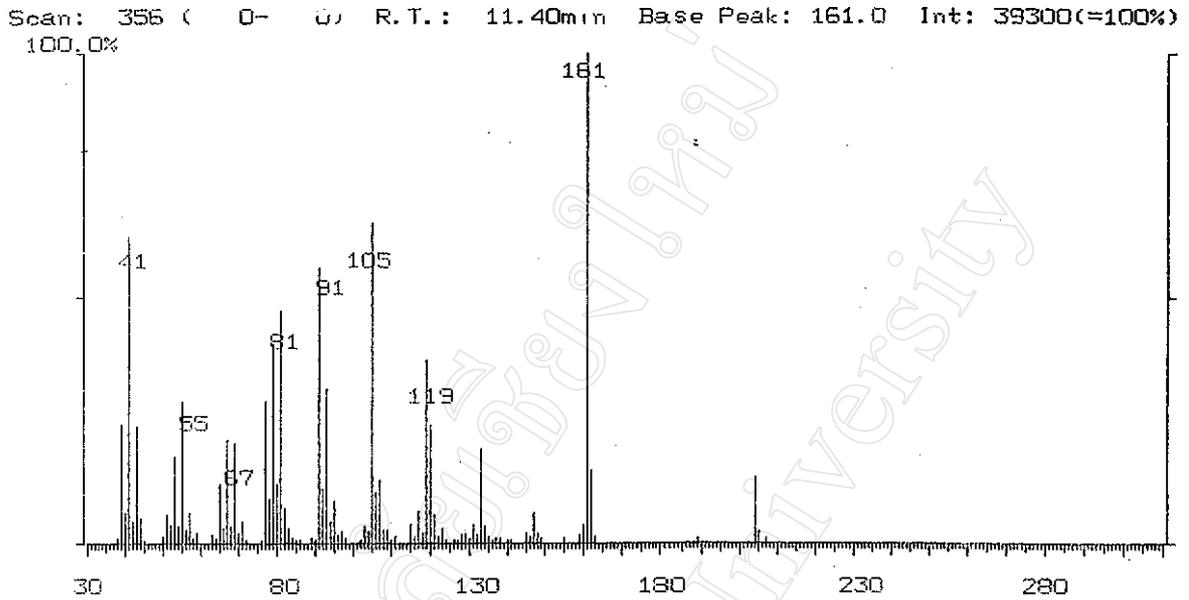
รูป 3.9 mass – spectrum ของ Myrcene จาก library search



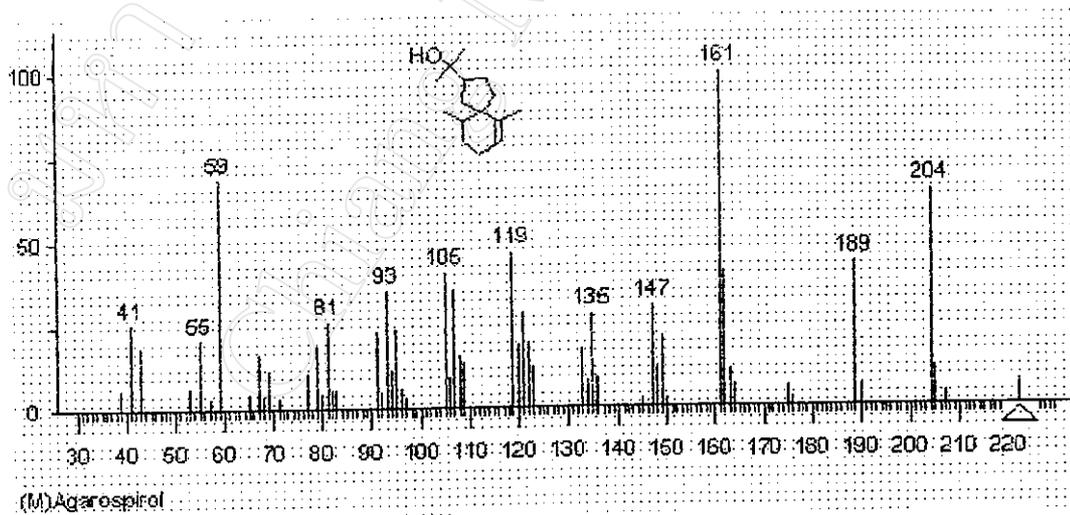
รูป 3.8 mass – spectrum ของสารในน้ำมันหอมระเหยจากผิวส้มโอ ที่ Rt 6.50 min



รูป 3.9 mass – spectrum Crithmene จาก library search



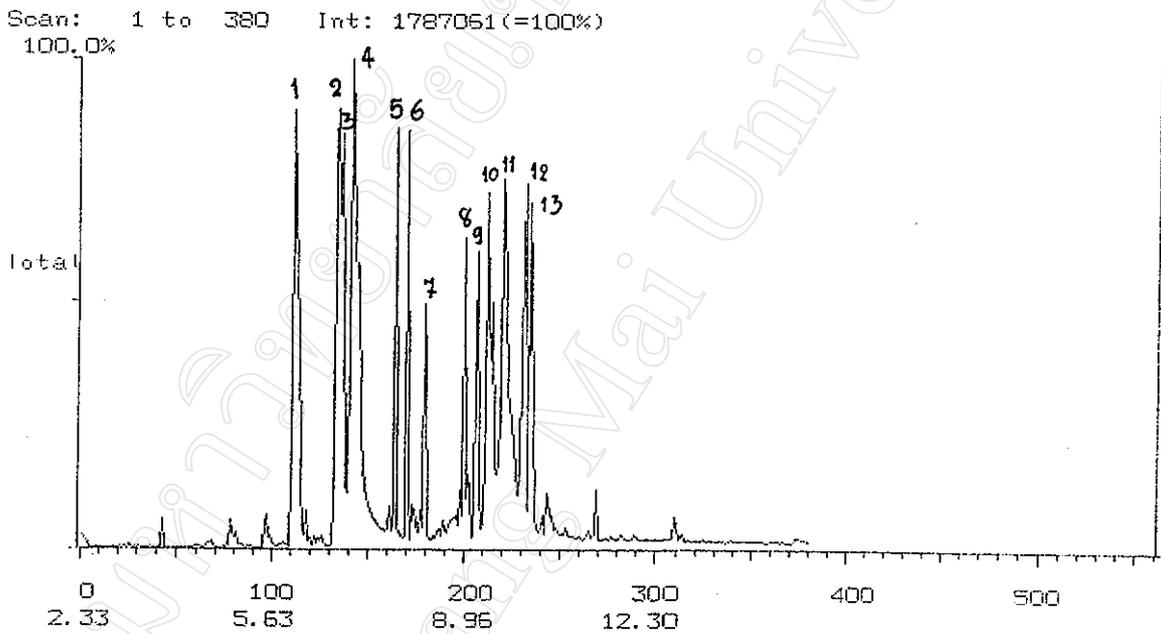
รูป 3.10 mass – spectrum ของสารในน้ำมันหอมระเหยจากผิวส้มโอ ที่ Rt 11.40 min



รูป 3.11 mass – spectrum Agarospirol จาก library search

3.9 การวิเคราะห์สารองค์ประกอบของน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม

จากการนำน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมมาทำการวิเคราะห์องค์ประกอบโดย GC-MS ได้โครมาโตแกรม ดังแสดงในรูป 3.12



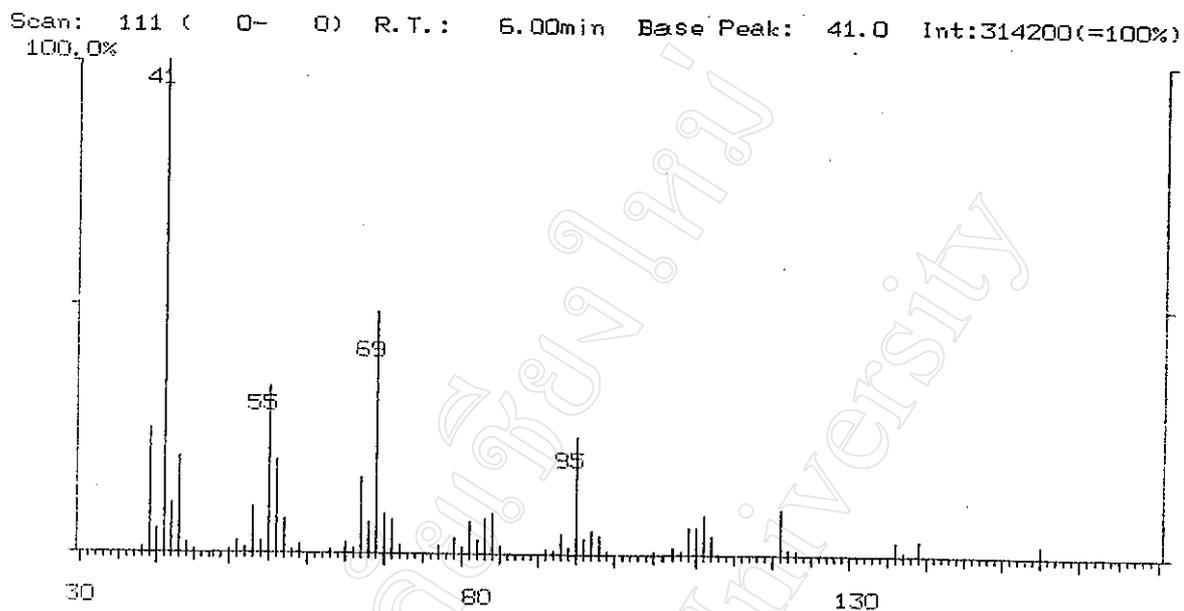
รูป 3.12 โครมาโตแกรมของน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม

จากการวิเคราะห์โดย GC – MS และข้อมูลจาก retention time สามารถบ่งบอกชนิดสารต่าง ๆ ได้ ดังแสดงในตาราง 3.10

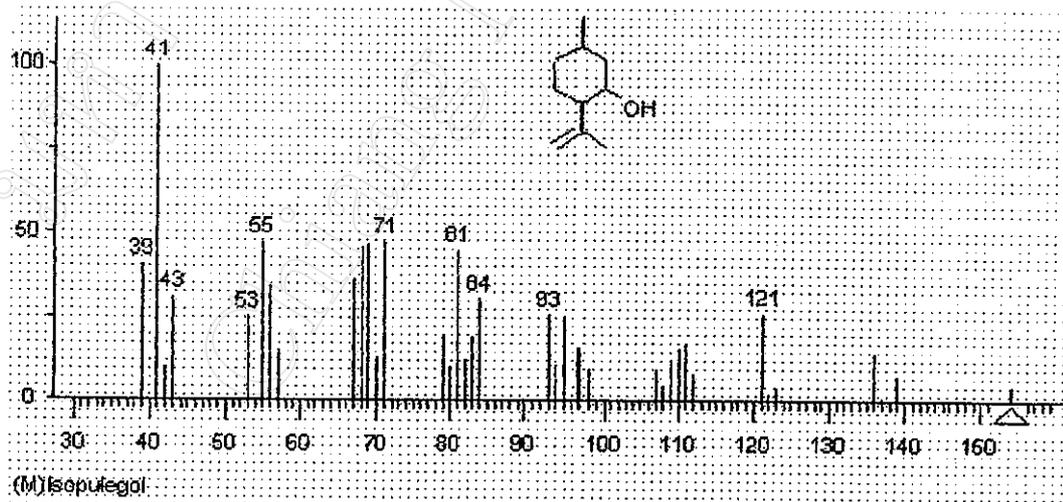
ตาราง 3.10 สารที่พบในน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมจากโครมาโตแกรมรูป 3.16

หมายเลข peak	ชื่อสาร	Retention time
1	Isogulegol	6.00
2	Beta – Citronello	6.76
3	Cis – Isohydronepetalactone	6.83
4	Z – Citral	7.00
6	Geraniol acetate	7.96
7	Eiemene	8.26
8	Beta – Ylanogene	8.96
9	Isocayphyllene	9.20
10	Elemol	9.36
13	Caryphyllene oxide	10.03

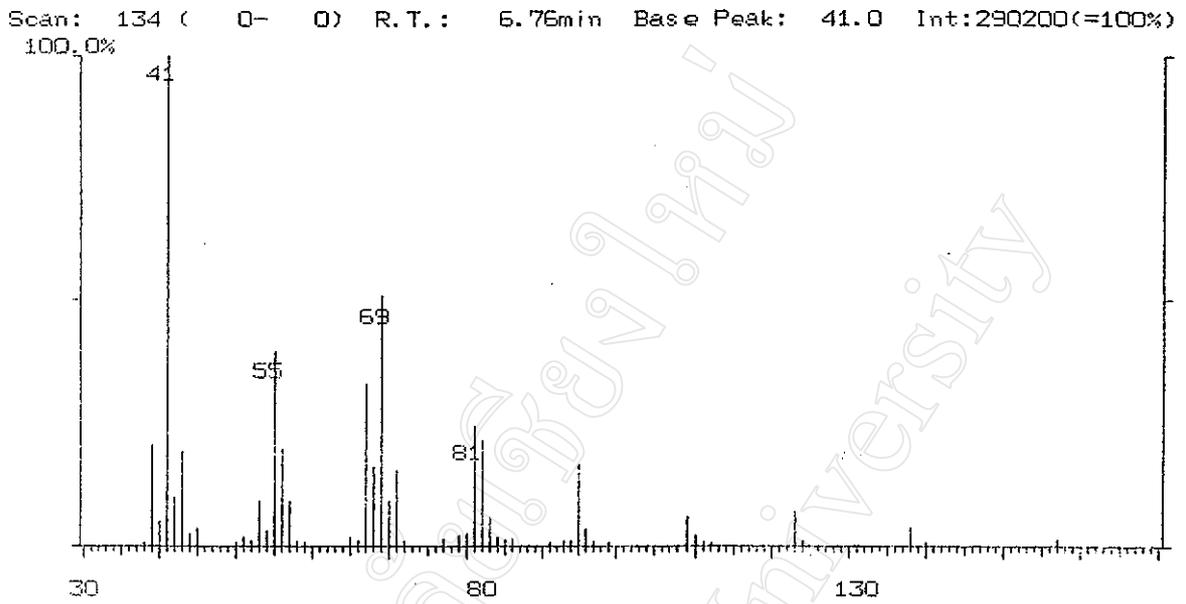
สำหรับ mass spectrum ของสารที่วิเคราะห์ได้ ได้นำมาแสดงดังรูป 3.13 ถึง 3.32



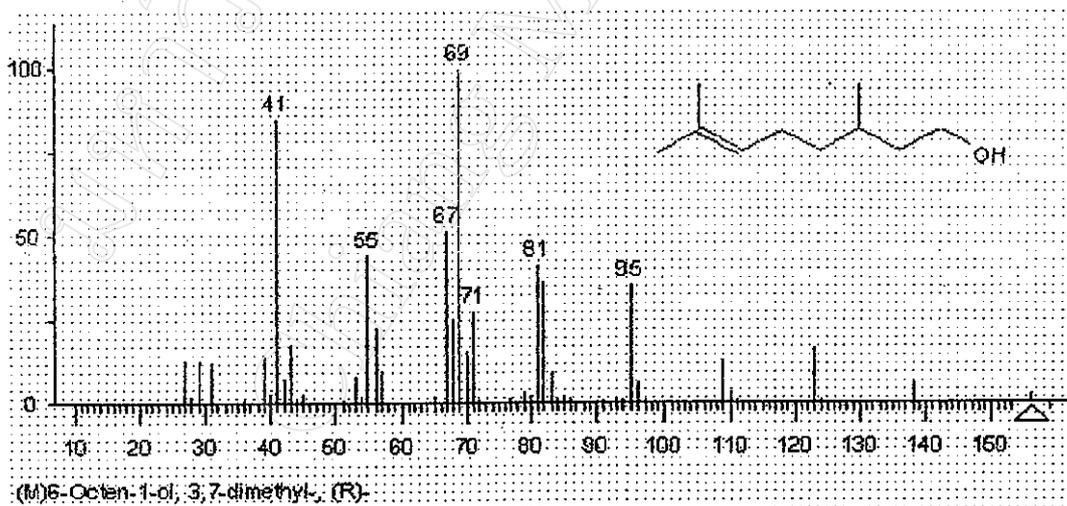
รูป 3.13 mass – spectrum ของสารในน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม ที่ Rt 6.00 min



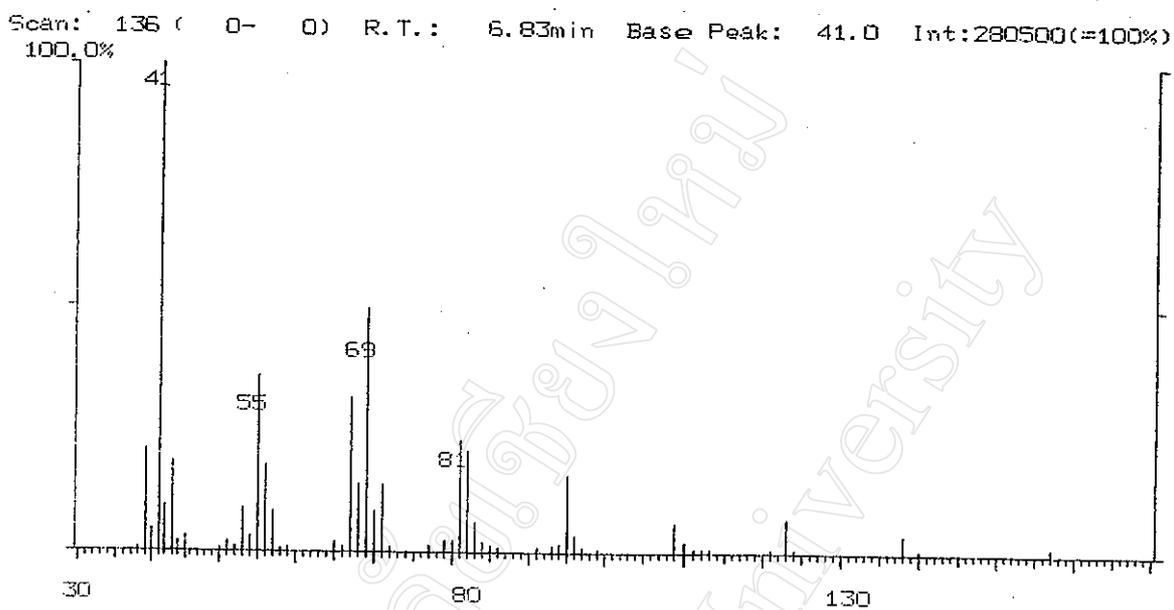
รูป 3.14 mass – spectrum Isogulegol จาก library search



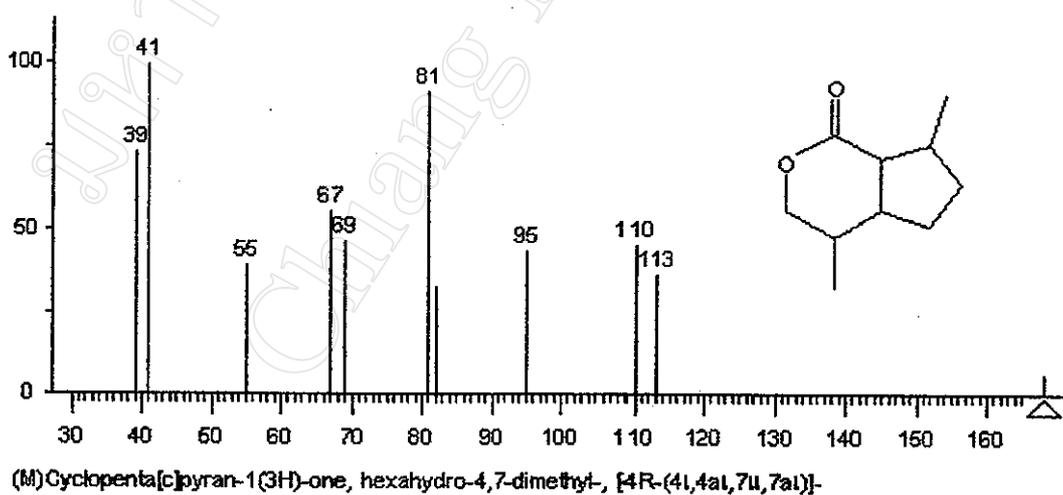
รูป 3.15 mass – spectrum ของสารในน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม ที่ Rt 6.76 min



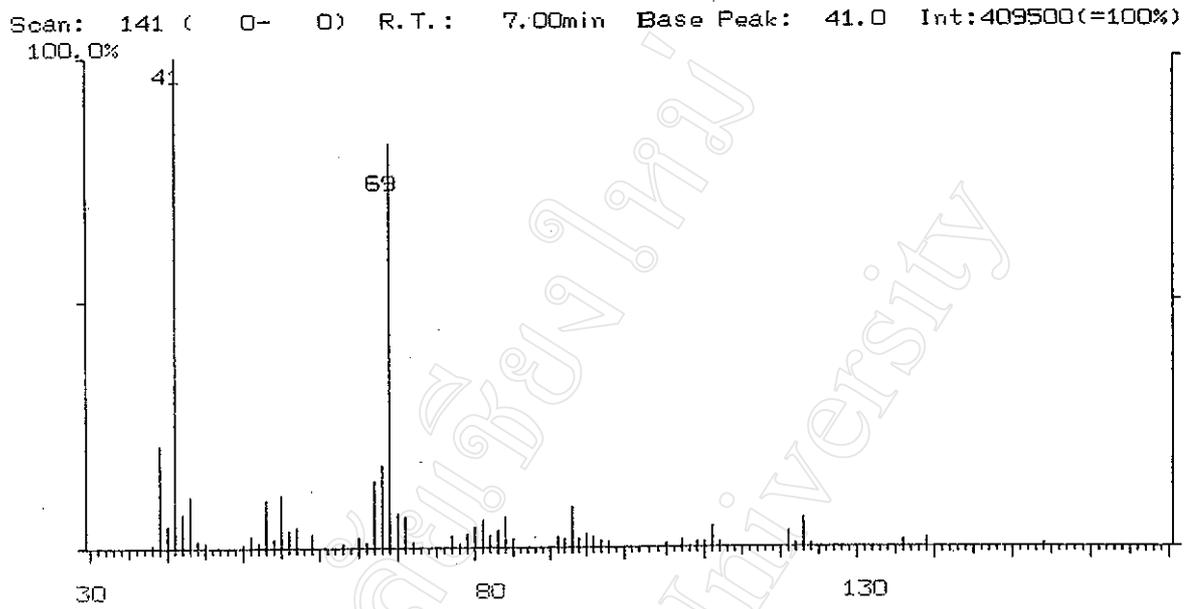
รูป 3.16 mass – spectrum ของ Beta - Citronellol จาก library search



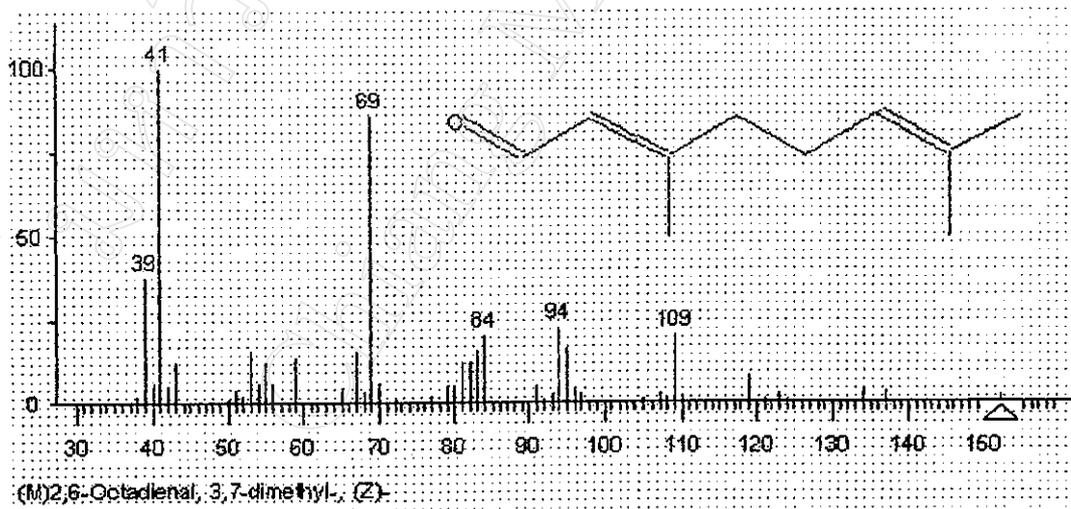
รูป 3.17 mass – spectrum ของสารในน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม ที่ Rt 6.83 min



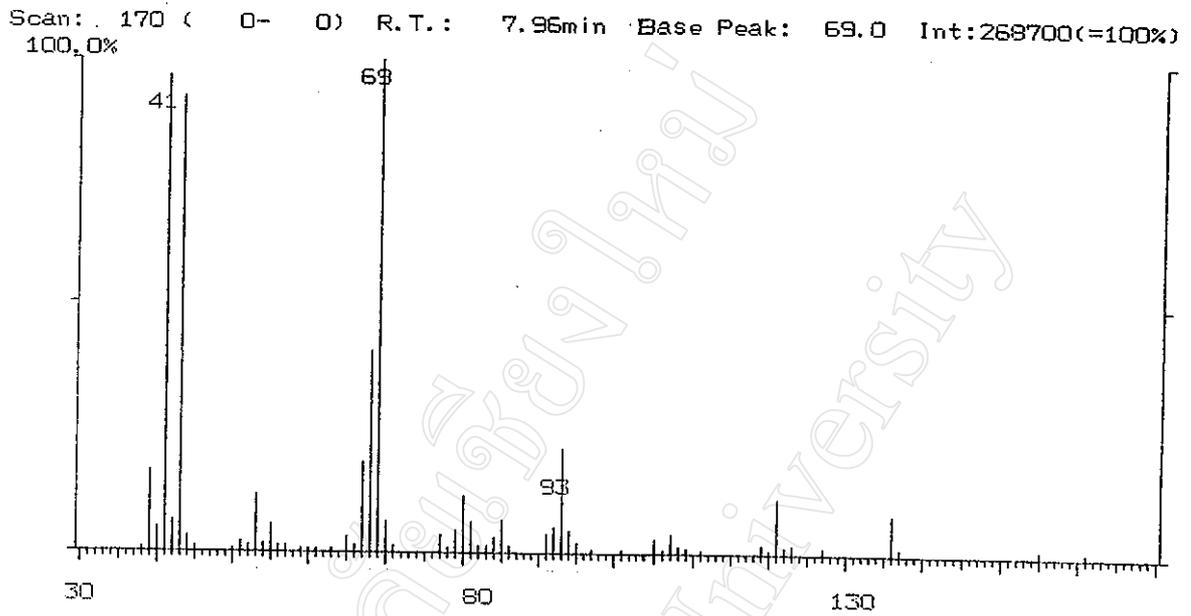
รูป 3.18 mass – spectrum ของ Cis - Isodihydronepetalactone จาก library search



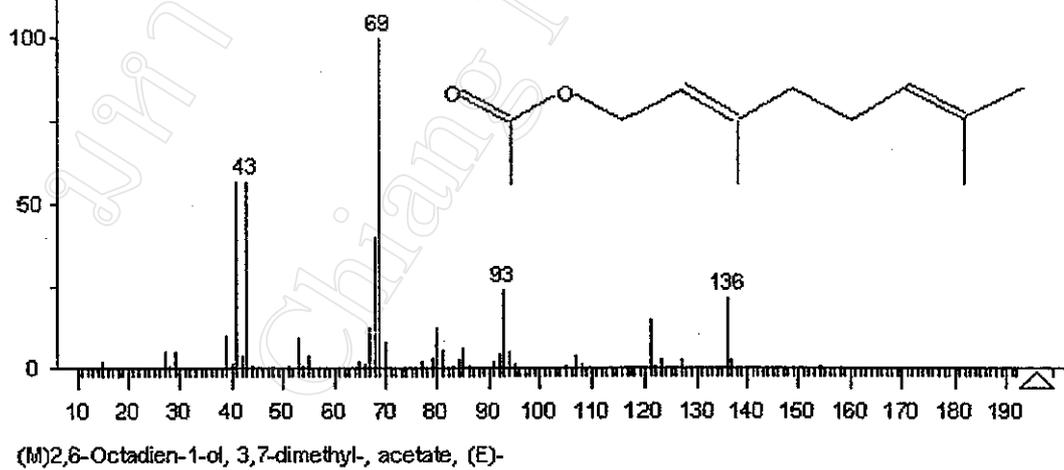
รูป 3.19 mass – spectrum ของสารในน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม ที่ Rt 7.00 min



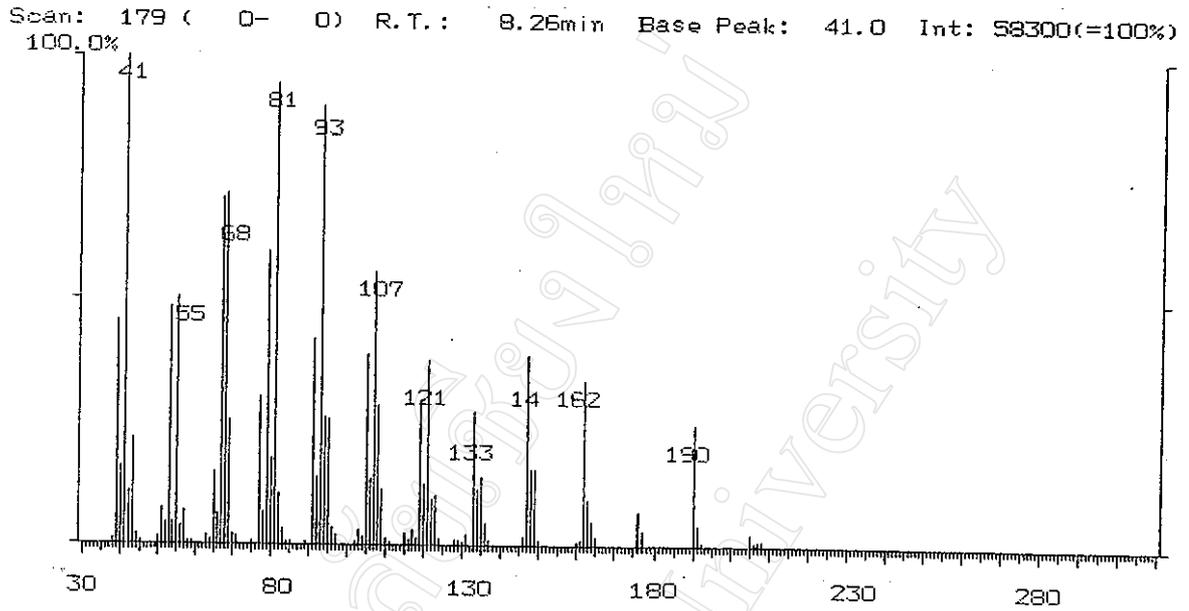
รูป 3.20 mass – spectrum ของ Z -Citral จาก library search



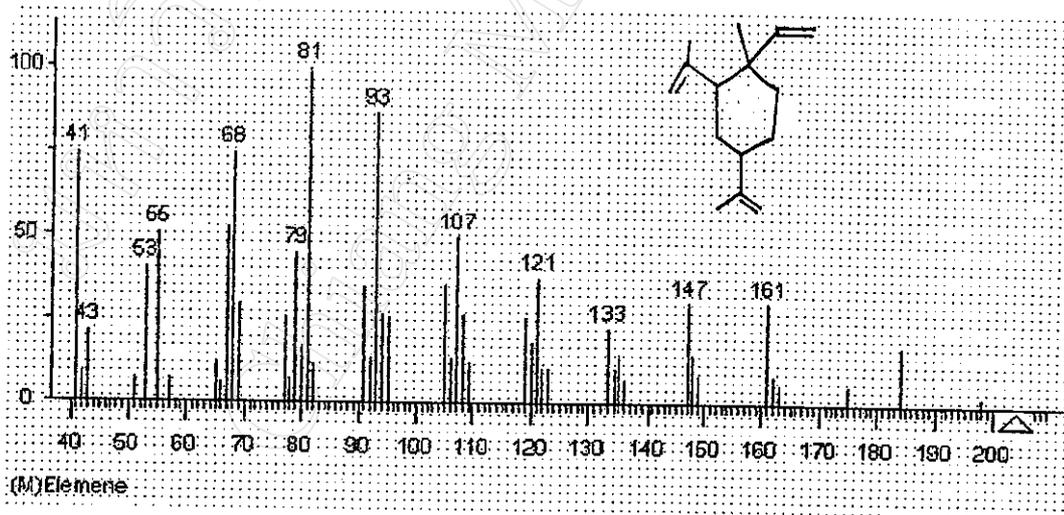
รูป 3.21 mass - spectrum ของสารในน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม ที่ Rt 7.96 min



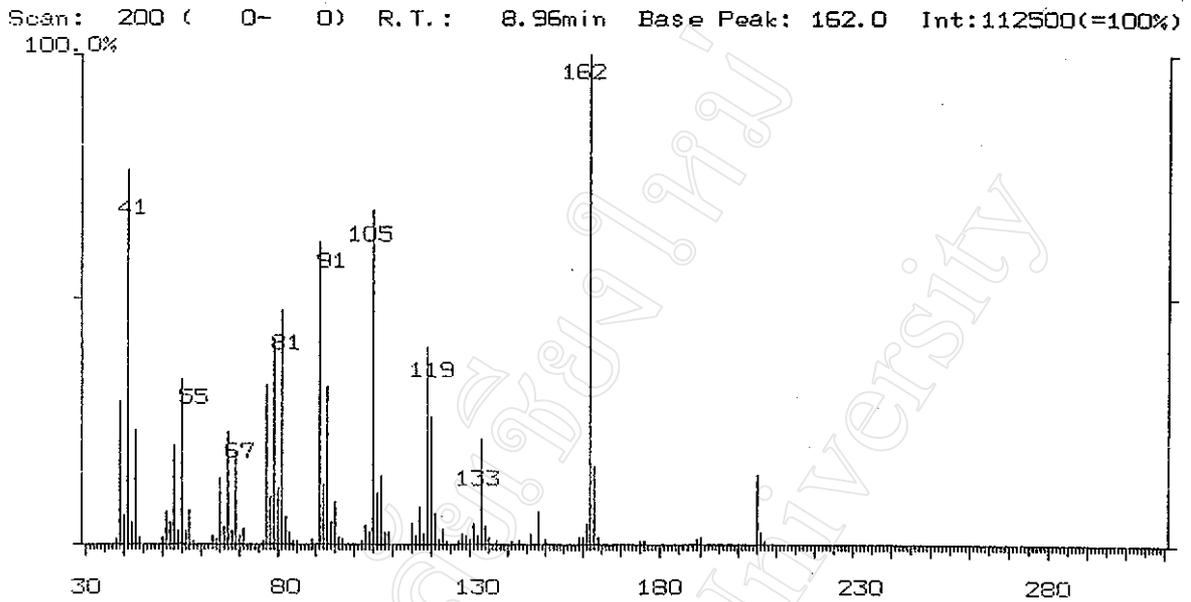
รูป 3.22 mass - spectrum ของ Geraniol acetate จาก library search



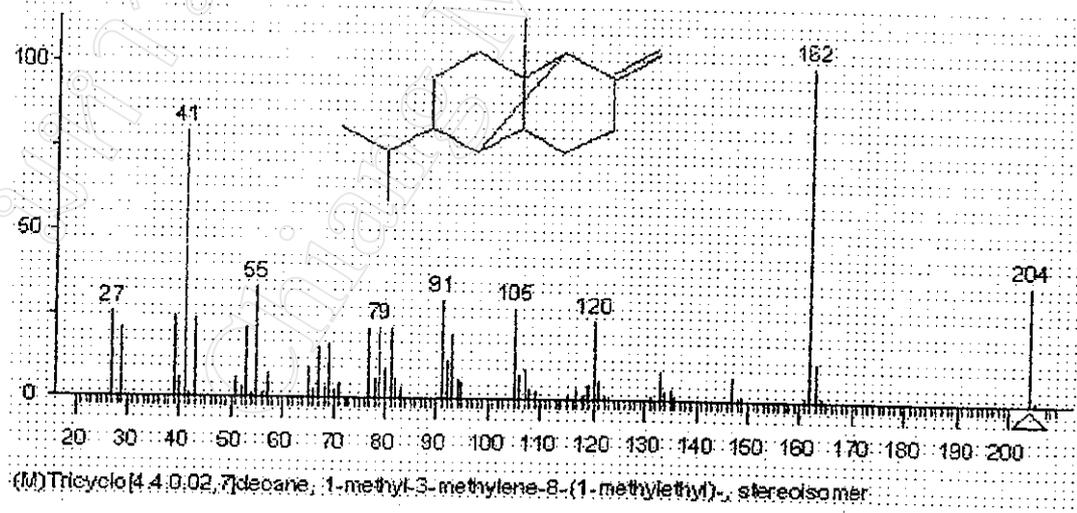
รูป 3.23 mass - spectrum ของสารในน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม ที่ Rt 8.26 min



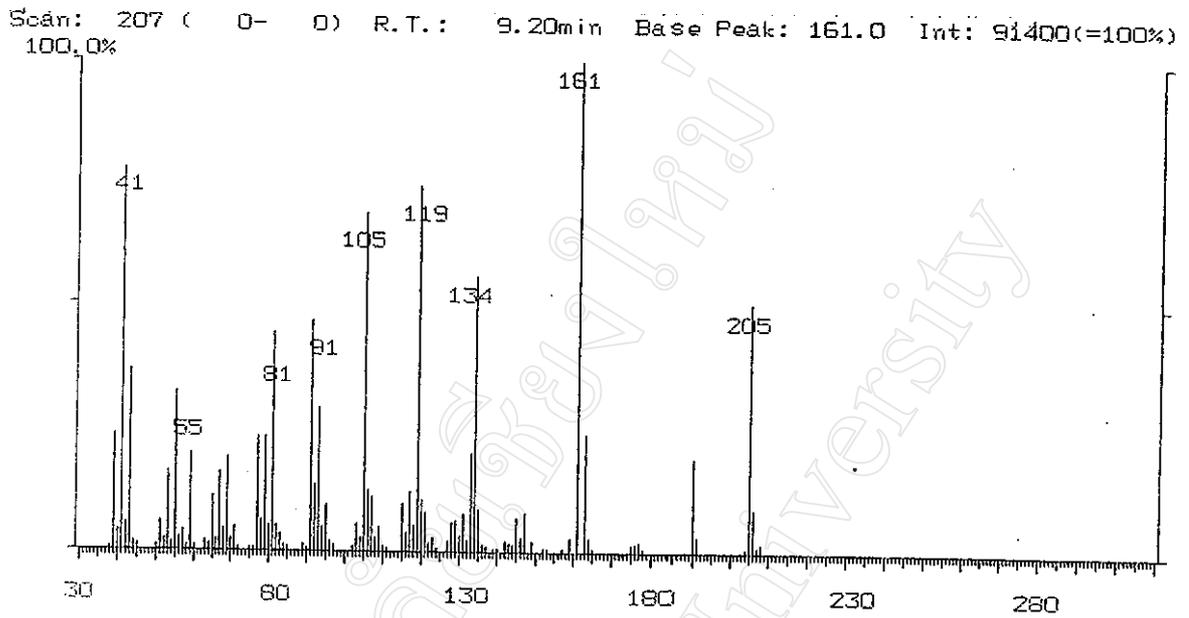
รูป 3.24 mass - spectrum ของ Elemene จาก library search



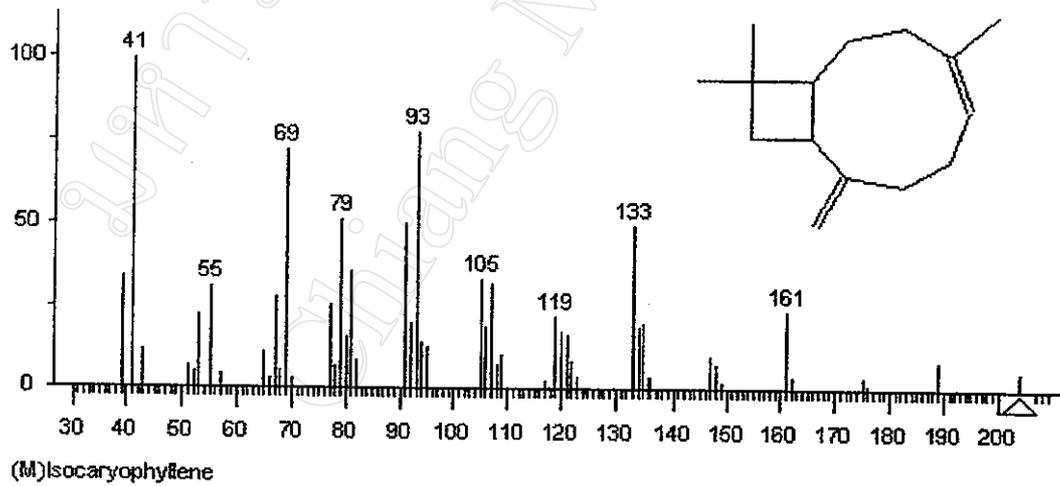
รูป 3.25 mass – spectrum ของสารในน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม ที่ Rt 8.96 min



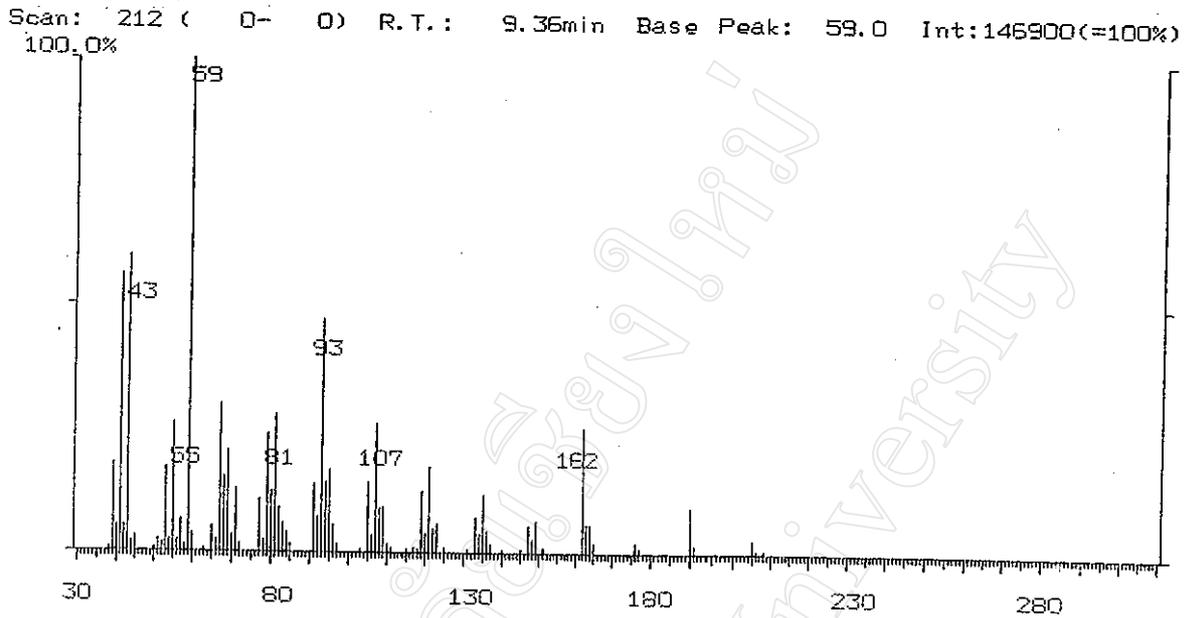
รูป 3.26 mass – spectrum ของ Beta-Ylangene จาก library search



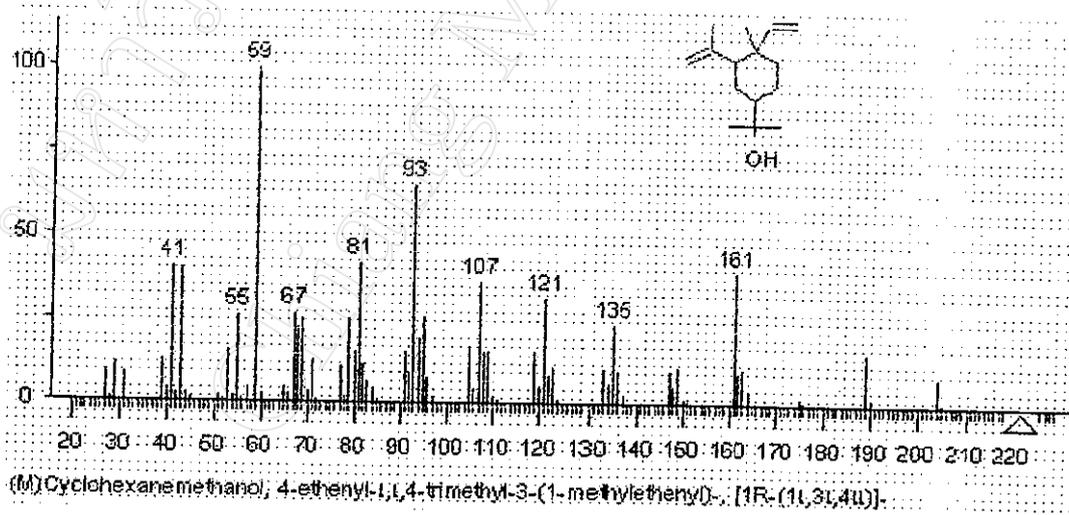
รูป 3.27 mass - spectrum ของสารในน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม ที่ Rt 9.20 min



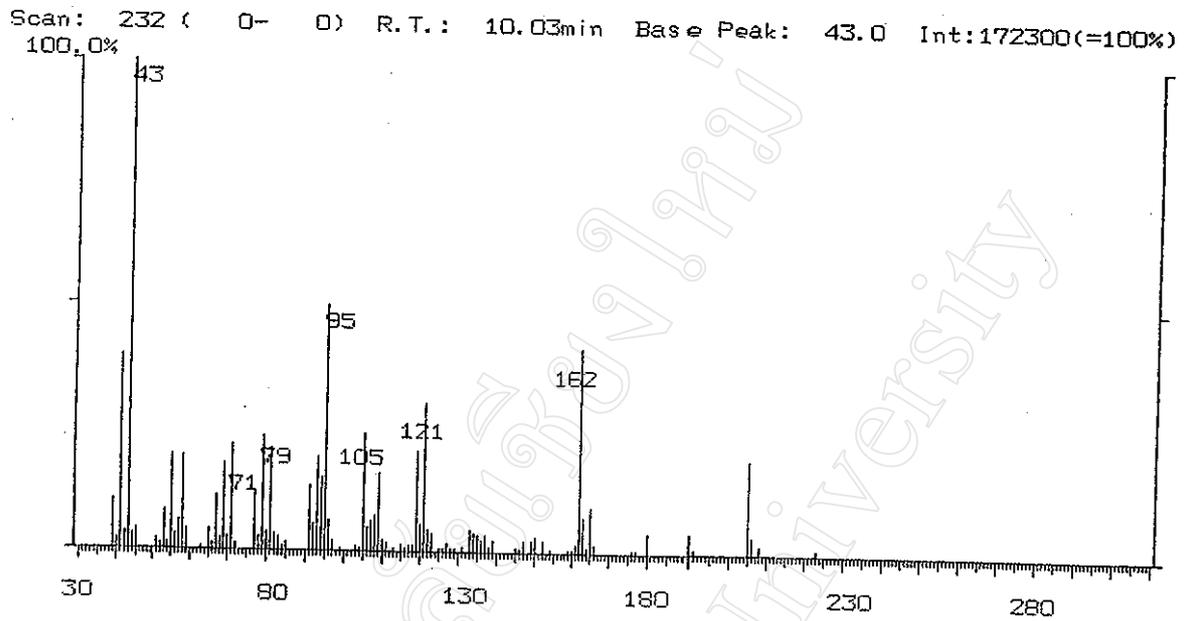
รูป 3.28 mass - spectrum ของ Isocaryothyllene จาก library search



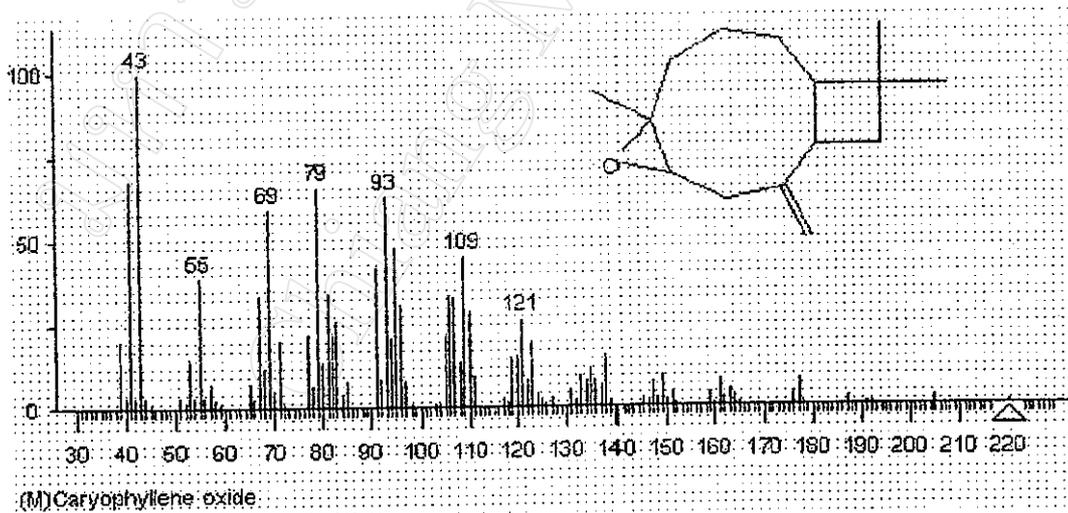
รูป 3.29 mass – spectrum ของสารในน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม ที่ Rt 9.36 min



รูป 3.30 mass – spectrum ของ Elemol จาก library search



รูป 3.31 mass – spectrum ของสารในน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม ที่ Rt 10.03 min



รูป 3.32 mass – spectrum ของ Caryophyllene oxide จาก library search