

## อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

### 1. วัตถุดิบ

สารละลายสกัดได้จากการสกัดวัตถุดิบฟ้าทะลายโจรแห้งด้วยเอทิลแอลกอฮอล์ 95% และ 85% (กิตติศักดิ์และคณะ, 2548) ในถังกวนขนาด 50 ลิตร ซึ่งมีใบกวนแบบพิชต์เบลคเทอร์ไบน์เข้าด้านข้างถึง (รายละเอียดของถังกวนรายงานโดย ชรรยง, 2547)

### 2. วิธีและอุปกรณ์การเตรียมสารละลายสกัดเข้มข้นก่อนทำการทดลองอบแห้ง

#### 2.1 ขั้นตอนการต้มระเหย

สารละลายสกัด 3000 มิลลิลิตร ถูกทำให้เข้มข้นขึ้นโดยใช้อุปกรณ์ระเหยแบบโรตารี (BUCHI Rotavapor รุ่น R-2202) ดังแสดงในภาพที่ 8 ซึ่งประกอบด้วย ขวดแก้วใส่สารละลายสกัดเข้มข้น เครื่องควบแน่น เครื่องสร้างสุญญากาศ ขดลวดให้ความร้อน โดยสารละลายถูกต้มที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส ที่ความดัน 90 มิลลิบาร์ ความเร็วรอบ 20 รอบต่อนาที เพื่อให้ไม่ทำให้สารละลายสกัดล้นออกนอกขวดแก้ว จนกระทั่งเริ่มเกิดของแข็งในสารละลายสกัด วัดปริมาตรสารละลายสกัดเข้มข้น และเก็บสารละลายสกัดเข้มข้นที่ได้ในขวดสีชาปิดปากขวดให้สนิท

#### 2.2 ขั้นตอนการหำร้อยละของแข็งในสารละลายสกัดก่อนเข้า และหลังออกจากเครื่องต้มระเหยแบบโรตารี

ชั่งน้ำหนักภาชนะขนาดเล็กซึ่งอบแห้งและทิ้งให้เย็นในตู้ดูดความชื้น โดยใช้เครื่องชั่งน้ำหนักแบบดิจิทัล ซึ่งสามารถอ่านค่าน้ำหนักได้ทศนิยม 4 ตำแหน่ง จากนั้นเทสารละลายสกัดที่ต้องการวัดความชื้นลงปิเกตอร์ ใช้ปิเปตดูดสารละลายสกัดเข้มข้น 10 มิลลิลิตร ใส่ลงในภาชนะสำหรับอบ ชั่งน้ำหนักสารละลายสกัดอย่างรวดเร็วเนื่องจากเอทิลแอลกอฮอล์มีการระเหยตลอดเวลา จากนั้นจึงนำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส ความดัน 200 มิลลิเมตรปรอท จนกระทั่งน้ำหนักคงที่เป็นเวลา 6 ชม. บันทึกน้ำหนักที่วัดได้ คำนวณหาค่าร้อยละของแข็งโดยใช้สมการ (11) ในภาคผนวก ก



ภาพที่ 8 เครื่องต้มระเหยแบบโรตารี

### 2.3 ขั้นตอนการเติมแลคโตส

นำสารละลายสกัดเข้มข้นที่ทราบร้อยละของแข็งปริมาตร 200 และ 500 มิลลิลิตร เทใส่ภาชนะที่ใช้ในการทดลอง ชั่งน้ำหนักสารละลายสกัดเข้มข้น หลังจากนั้นนำไปคำนวณเพื่อหาปริมาณแลคโตส (ผลิตโดย Fonterra Ltd., ประเทศนิวซีแลนด์ ความบริสุทธิ์ 99.8%) ในสัดส่วนต่างๆ ดังสมการ (7)

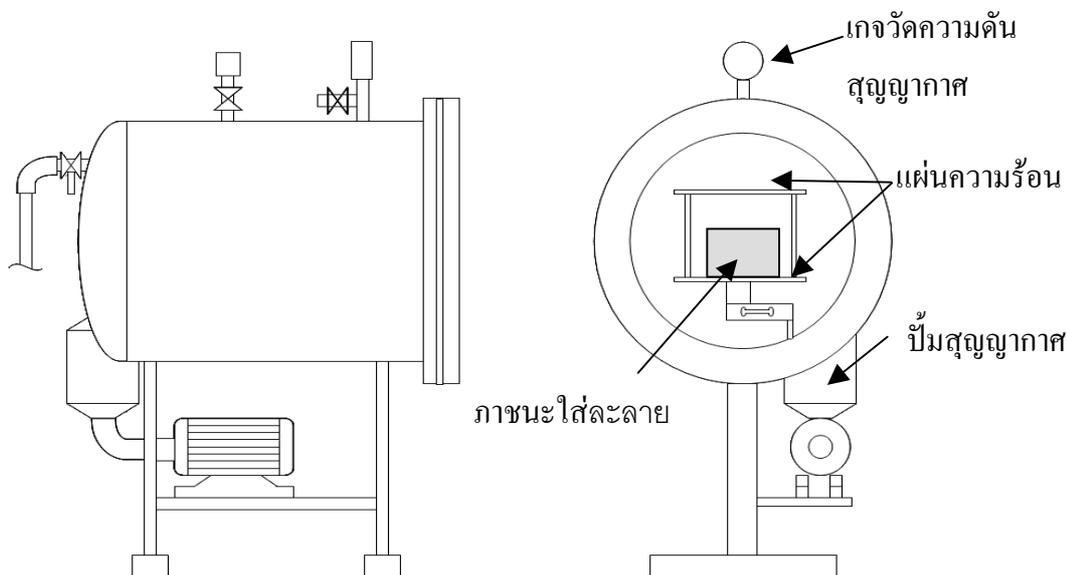
$$\text{ปริมาณแลคโตส} = \left( \text{น้ำหนักสารละลายสกัด (g)} \times \text{ร้อยละของแข็งในสารละลายสกัด(\%)} \right. \\ \left. \times \text{อัตราส่วนแลคโตสต่อของแข็งในสารละลาย} \right) / 100 \quad (7)$$

ปริมาณแลคโตสที่คำนวณได้จะถูกชั่งและผสมในสารละลายสกัดก่อนนำไปอบแห้ง

## 3. วิธีและอุปกรณ์การทดลองอบแห้งสารละลายสกัดเข้มข้น

### 3.1 อุปกรณ์

เครื่องอบแห้งระบบสุญญากาศ ประกอบด้วย ตู้อบแห้ง ชุดให้ความร้อน ระบบสร้างสุญญากาศ และเกจวัดความดันสุญญากาศ (ภาพที่ 9)



ภาพที่ 9 เครื่องอบแห้งระบบสุญญากาศ

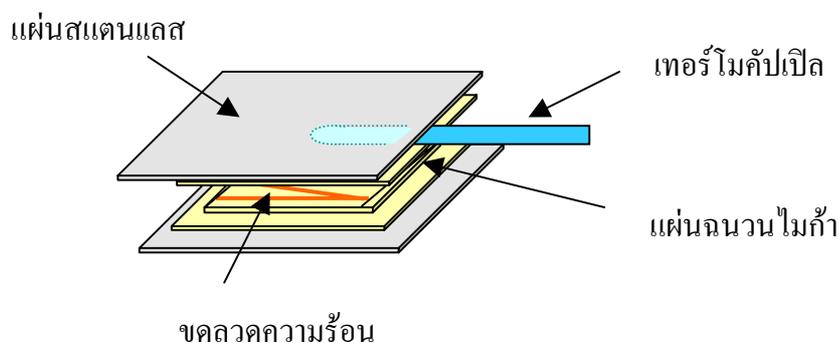
ตู้อบแห้งมีลักษณะเป็นทรงกระบอกวางในแนวนอนทำจากเหล็กกล้า หนา 0.5 เซนติเมตร ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 38.1 เซนติเมตร ยาว 45.72 เซนติเมตร ด้านหน้าตู้อบกว้าง 5.08 เซนติเมตร เพื่อติดตั้งประเกณยางป้องกันอากาศเข้าตู้อบแห้ง ฝาถังทำจากเหล็กกล้า เส้นผ่านศูนย์กลาง 48.26 เซนติเมตร หนา 0.3 เซนติเมตร มีเหล็กเพื่อเพิ่มความแข็งแรงบริเวณกึ่งกลางของฝา (ภาพที่ 10)

ภายในตู้อบแห้งมีชุดให้ความร้อน 2 ชุด แต่ละชุดประกอบด้วยแผ่นความร้อนจำนวน 2 แผ่น ซึ่งเป็นการจำลองเครื่องอบแห้งขนาดใหญ่ที่มีชั้นสำหรับวางภาชนะใส่สารละลายสกัดมากกว่า 1 ชั้น แต่ละชั้นภาชนะใส่สารละลายสกัดจะได้รับความร้อนจากแผ่นความร้อนทั้งด้านบนและด้านล่างของภาชนะ โดยแผ่นความร้อนประกอบขึ้นจากแผ่นสแตนเลสขนาด 20.32x20.32 เซนติเมตร 2 แผ่น ระหว่างแผ่นสแตนเลสมีขดลวดความร้อนชนิดแบน ขนาด 0.16 เซนติเมตร ความต้านทาน 48.4 โอห์ม/เมตร ยาว 3.4 เมตร พันรอบแผ่นไม้ก้ำขนาด 15.24x15.24 เซนติเมตร เพื่อให้ได้ความร้อนขนาด 300 วัตต์ ถาดใส่สารละลายสกัดจะวางอยู่บนแผ่นความร้อนแผ่นล่างซึ่งเป็นแผ่นที่ใช้ควบคุมอุณหภูมิการอบแห้ง แผ่นความร้อนแผ่นบนจะอยู่เหนือภาชนะ แผ่นความร้อน

แต่ละแผ่นได้ติดตั้งเทอร์โมคัปเปิล Type K หุ้ม PVC ทนความร้อนประมาณ 100 องศาเซลเซียส สำหรับควบคุมและวัดอุณหภูมิด้วย แสดงในภาพที่ 11



ภาพที่ 10 เครื่องอบแห้งระบบสุญญากาศและกล่องควบคุมไฟฟ้า



ภาพที่ 11 แผ่นความร้อน

เครื่องอบแห้งทำงานที่ความดันต่ำกว่าบรรยากาศโดยใช้ปั๊มสุญญากาศระบบ water ring ขนาด 0.5 แรงม้า 0.37 กิโลวัตต์ จาก TECO ELEC. & MACH. CO., LTD สามารถสร้างความดันสุญญากาศ ได้ 200 มิลลิเมตรปรอท

ภาชนะใส่สารละลายสกัดสำหรับทดลองเป็นภาชนะสเตนเลสประกอบด้วยภาชนะ 3 ขนาด คือ ขนาดเล็ก เป็นทรงกระบอกเส้นผ่าศูนย์กลาง 6.1 เซนติเมตร สูง 4.5 เซนติเมตร สำหรับหา ร้อยละของแข็งในสารละลายสกัด และหาความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของผลิตภัณฑ์กับค่า วอเตอร์แอกทิวิตี ขนาดกลาง เป็นภาชนะทรงกระบอกเส้นผ่าศูนย์กลาง 12.7 เซนติเมตร สูง 10.16 เซนติเมตร หนา 0.12 เซนติเมตร สำหรับการทดลองอบแห้งเพื่อหาข้อมูลเบื้องต้น และ ขนาดใหญ่ ทำเป็นภาชนะทรงสี่เหลี่ยมขนาด 15.24 x 15.24 x 10.16 เซนติเมตร หนา 0.15 เซนติเมตร สำหรับการทดลองอบแห้งขนาดใหญ่ ดังแสดงในภาพที่ 12 13 และ 14 ตามลำดับ



ภาพที่ 12 ภาชนะใส่สารละลายสกัดขนาดเล็ก



ภาพที่ 13 ภาชนะใส่สารละลายสกัดขนาดกลาง



ภาพที่ 14 ภาชนะใส่สารละลายสกัดขนาดใหญ่

### 3.2 วิธีการทดลองอบแห้งสารละลายสกัดเข้มข้น

#### 3.2.1 การทดลองอบแห้งเพื่อหาข้อมูลเบื้องต้น

สารละลายสกัดเข้มข้นปริมาตร 200 มิลลิลิตร เทใส่ในภาชนะทรงกระบอกขนาดเล็กและถูกเติมแลคโตสแล้วจึงนำไปอบแห้งในเครื่องอบแห้งระบบสุญญากาศที่มีความดัน 200 มิลลิเมตรปรอท อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส จนกระทั่งน้ำหนักคงที่ สารละลายสกัดที่ใช้ในการทดลองนี้ได้จากการสกัดผงฟ้าทะลายโจรด้วยเอทิลแอลกอฮอล์ 95% โดยปริมาณแลคโตสที่เติมจะแปรค่าร้อยละน้ำหนักแลคโตสต่อน้ำหนักสารละลายสกัด เป็น 200, 100, 75, 15, 10, 7 และ 5

#### 3.2.2 การทดลองอบแห้งเพื่อศึกษาผลของอัตราส่วนแลคโตสต่อของแข็งในสารละลายสกัดกับระยะเวลาที่ใช้ในการอบแห้ง

สารละลายสกัดเข้มข้นปริมาตร 500 มิลลิลิตร เทใส่ในภาชนะสี่เหลี่ยมและถูกเติมแลคโตสแล้ว นำไปอบแห้งในเครื่องอบแห้งระบบสุญญากาศที่มีความดัน 200 มิลลิเมตรปรอท อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส จนกระทั่งน้ำหนักคงที่เป็นเวลา 2 ชม. จึงสิ้นสุดกระบวนการอบแห้ง สารละลายสกัดที่ใช้ในการทดลองนี้ได้จากการสกัดผงฟ้าทะลายโจรด้วยเอทิลแอลกอฮอล์ 95% โดยการทดลองจะแปรค่าอัตราส่วนแลคโตสต่อของแข็งในสารละลายสกัด 3 ค่า คือ 3:1, 4:1 และ 5:1 (จากผลการทดลองเบื้องต้น 3.2.1)

### 3.3.3 การทดลองอบแห้งเพื่อศึกษาผลของปริมาณสารละลายสกัดต่อระยะเวลาที่ใช้ในการอบแห้ง

สารละลายสกัดเข้มข้นปริมาตร 500 มิลลิลิตร เทใส่ในภาชนะสี่เหลี่ยมและถูกเติมแลคโตสในอัตราส่วนแลคโตสต่อของแข็งในสารละลายสกัด 5:1 แล้วจึงนำไปอบแห้งในเครื่องอบแห้งระบบสุญญากาศที่ความดัน 200 มิลลิเมตรปรอท อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส จนกระทั่งน้ำหนักคงที่ ทดลองซ้ำโดยเปลี่ยนปริมาณสารละลายสกัดเป็น 200 มิลลิลิตร สารละลายสกัดที่ใช้ในการทดลองนี้ได้จากการสกัดผงฟ้าทะลายโจรด้วยเอทิลแอลกอฮอล์ 95% ร้อยละของแข็งในสารละลายสกัด 5%

### 3.3.4 การทดลองอบแห้งเพื่อศึกษาผลของอุณหภูมิของแผ่นความร้อนต่ออัตราการอบแห้งและคุณภาพผลิตภัณฑ์

สารละลายสกัดเข้มข้นปริมาตร 200 มิลลิลิตร เทใส่ในภาชนะสี่เหลี่ยมและถูกเติมแลคโตสในอัตราส่วนแลคโตสต่อของแข็งในสารละลายสกัด 4:1 แล้วจึงนำไปอบแห้งในเครื่องอบแห้งระบบสุญญากาศที่ความดัน 200 มิลลิเมตรปรอท ซึ่งในการอบแห้งสารละลายสกัดฟ้าทะลายโจร อุณหภูมิในการอบแห้งไม่ควรเกิน 55 องศาเซลเซียส (วันวิสาข์ และศิริรัตน์, 2542) ดังนั้นจึงได้แปรค่าอุณหภูมิในการอบแห้งที่ 45 50 และ 55 องศาเซลเซียส สารละลายสกัดจะถูกชั่งน้ำหนักภายนอกตู้อบแห้งทุกๆ 30 นาทีจนกระทั่งน้ำหนักคงที่ สารละลายสกัดที่ใช้ในการทดลองนี้ได้จากการสกัดผงฟ้าทะลายโจรด้วยเอทิลแอลกอฮอล์ 85% ร้อยละของแข็งในสารละลายสกัด 3.73%

### 3.3.5 การทดลองอบแห้งเพื่อศึกษาผลของการกวนสารละลายสกัดขณะอบแห้งต่ออัตราการอบแห้งและคุณภาพผลิตภัณฑ์

สารละลายสกัดเข้มข้นปริมาตร 400 มิลลิลิตร เทใส่ในภาชนะสี่เหลี่ยมและถูกเติมแลคโตสในอัตราส่วนแลคโตสต่อของแข็งในสารละลายสกัด 2:1 แล้วจึงนำไปอบแห้งในเครื่องอบแห้งระบบสุญญากาศที่ความดัน 200 มิลลิเมตรปรอท อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส โดยสารละลายสกัดจะถูกนำชั่งน้ำหนักและกวนด้วยแท่งแก้วภายนอกตู้อบแห้งทุกๆ 30 นาที จนกระทั่งสารละลายสกัดเริ่มเหนียวจึงหยุดกวน การทดลองจะอบแห้งจนกระทั่งน้ำหนักคงที่ สารละลายสกัดที่ใช้ในการทดลองนี้ได้จากการสกัดผงฟ้าทะลายโจรด้วยเอทิลแอลกอฮอล์ 85% ร้อยละของแข็งในสารละลายสกัด 4.64

### 3.3.6 การทดลองหาความสัมพันธ์ระหว่างร้อยละความชื้นของผลิตภัณฑ์กับค่าวอเตอร์แอกทิวิตี

สารละลายสกัดเข้มข้นปริมาตร 20 มิลลิลิตร เทใส่ในภาชนะทรงกระบอกขนาดเล็กและถูกเติมแลคโตสในอัตราส่วนแลคโตสต่อของแข็งในสารละลายสกัด 4:1 แล้ว จำนวน 15 ถ้วย จะถูกนำไปอบแห้งในเครื่องอบแห้งระบบสุญญากาศที่ความดัน 200 มิลลิเมตรปรอท อุณหภูมิ 45 เซลเซียส ขณะอบแห้งสารละลายสกัดจะถูกสุ่มตัวอย่างที่เวลาต่างๆ เพื่อวัดความชื้นและค่าวอเตอร์แอกทิวิตี สารละลายสกัดที่ใช้ในการทดลองนี้ได้จากการสกัดผงฟ้าทะลายโจรด้วยเอทิลแอลกอฮอล์ 85% ร้อยละของแข็งในสารละลายสกัด 3.73% ทำการทดลองซ้ำโดยเปลี่ยนอุณหภูมิในการอบแห้งเป็น 50 และ 55 องศาเซลเซียส

## 4. การตรวจสอบคุณภาพผลิตภัณฑ์

ผลิตภัณฑ์ที่ได้จะถูกอบให้เป็นผงและตรวจสอบคุณภาพโดยวัดค่าความชื้น และวัดค่าวอเตอร์แอกทิวิตี ผลิตภัณฑ์ที่เหลือจะถูกบรรจุในถุงสุญญากาศ และเก็บในตู้ดูดความชื้น เพื่อนำผลิตภัณฑ์ไปตรวจปริมาณสารสำคัญแอนโดรกราโฟไลด์ต่อไป

### 4.1 การวัดค่าความชื้น

การหาความชื้นของผลิตภัณฑ์สารละลายสกัด ด้วยเครื่องหาความชื้นยี่ห้อ Sartorius ผลิตจากประเทศ Germany Model: MA40-000V2 รุ่น MA40 และ Serial-no: 51001966

### 4.2 การวัดค่าวอเตอร์แอกทิวิตี ( $a_w$ )

วอเตอร์แอกทิวิตี ( $a_w$ ) ของผลิตภัณฑ์สารละลายสกัด หาโดยเครื่อง AquaLab Series 3 model TE จากบริษัท Decagon Device, Inc. โดยใช้เทคนิคการวัดแบบ Dew Point Technique ผลิตภัณฑ์สารละลายสกัดฟ้าทะลายโจรผงถูกใส่ในภาชนะสำหรับวัดประมาณครึ่งหนึ่งของภาชนะ และเกลี่ยผลิตภัณฑ์ให้สม่ำเสมอ วางภาชนะสำหรับวัดลงในเครื่อง เครื่องจะวัดอุณหภูมิของผลิตภัณฑ์ และหาความดันไอเหนือผลิตภัณฑ์โดยใช้เซ็นเซอร์อินฟาเรด เพื่อคำนวณหาค่าวอเตอร์แอกทิวิตีของผลิตภัณฑ์ รอยจนกระทั่งได้ยินเสียงสัญญาณสิ้นสุดการทำงาน บันทึกค่าวอเตอร์แอกทิวิตีที่ได้

#### 4.3 การวัดปริมาณสารสำคัญแอนโดรกราโฟไลด์

ผลิตภัณฑ์สารละลายสกัดฟ้าทะลายโจรผงจะถูกนำไปหาปริมาณแอนโดรกราโฟไลด์ด้วย HPLC ตามวิธีการที่ได้ผ่านการตรวจสอบความเที่ยงตรงแล้ว (พรณทิพา และณัฐพล, 2544) อุปกรณ์และวิธีการดังแสดงในภาคผนวก ข