

ผลการทดลอง

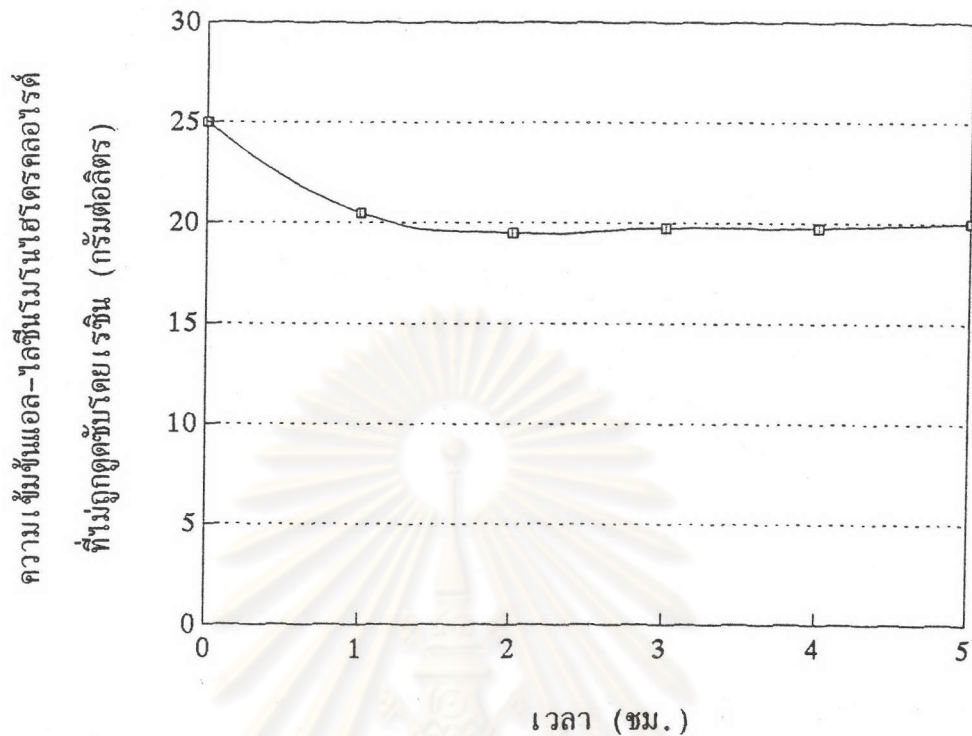
3.1 การศึกษาสภาวะในระบบแบบทซ์

3.1.1. การหาเวลาที่ถึงจุดอิ่มตัวของเรซินในการดูดซับและชะแอล-ไลซีน
โรโมนไฮโดรคลอไรด์

การศึกษาปรากฏการณ์การดูดซับและการชะของแอล-ไลซีนโรโมนไฮโดรคลอไรด์ในชั้นเบื้องต้นตามวิธีการทดลองที่ 2.2.1.1 ศึกษาเวลาที่ถึงจุดอิ่มตัวของทั้ง 2 ขั้นตอน เพื่อจะได้ทราบความจุของแอล-ไลซีนโรโมนไฮโดรคลอไรด์ต่อหน่วยเรซิน เปรอร์เซนต์การดูดซับและการชะที่มากที่สุดจากสภาวะที่กำหนด ผลการทดลองจากการใช้ความเข้มข้นแอล-ไลซีนโรโมนไฮโดรคลอไรด์เริ่มต้น 2.5 เปรอร์เซนต์ปริมาตร 50 มล. (หรือคิดเป็นปริมาณแอล-ไลซีนโรโมนไฮโดรคลอไรด์ทั้งหมดเท่ากับ 1.25 กรัม) ต่อเรซิน 2 กรัม พบว่ามีการดูดซับได้มากที่สุดประมาณ 20 เปรอร์เซนต์จากปริมาณแอล-ไลซีนโรโมนไฮโดรคลอไรด์ตั้งต้น ดังข้อมูลแสดงในตารางที่ 22 และภาพที่ 12

ตารางที่ 22: ความเข้มข้นแอล-ไลซีนโรโมนไฮโดรคลอไรด์ที่ไม่ถูกดูดซับที่เรซิน
ในขั้นตอนการดูดซับที่เวลาทุก 1 ชม.

เวลา (ชม.)	ความเข้มข้นแอล-ไลซีนโรโมนไฮโดรคลอไรด์ที่ไม่ถูกดูดซับ โดยเรซินในขั้นตอนการดูดซับ (กรัมต่อลิตร)
1	20.50
2	19.50
3	20.25
4	19.75
5	20.00



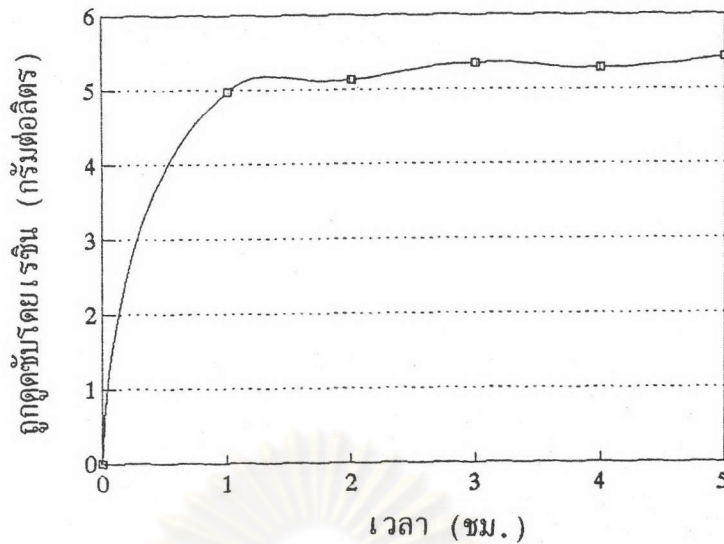
ภาพที่ 12: ความเข้มข้นแอล-ไคซีนโรมันไฮดรอกไซด์ที่ไม่ถูกดูดซับที่เรซินในขั้นตอนการดูดซับที่เวลาทุก 1 ชม.

จากผลการทดลองที่ได้ทำให้ทราบความจุของเรซิน จากนั้นทำการทดลองหาเวลาที่เรซินเริ่มถึงจุดอิ่มตัวในการดูดซับ โดยเปลี่ยนความเข้มข้นของแอล-ไคซีนโรมันไฮดรอกไซด์เริ่มต้นมาใช้ที่ 0.7 เปอร์เซ็นต์ปริมาตร 50 มล. หรือคิดเป็นปริมาณแอล-ไคซีนโรมันไฮดรอกไซด์ทั้งหมดเท่ากับ 0.35 กรัมต่อเรซิน 2 กรัม แปรเวลาที่ใช้ในการดูดซับทุก 1 ชม. ทุก 30 นาที และทุก 5 นาที ตามลำดับ แสดงผลการทดลองในตารางที่ 23 และภาพที่ 13-15 พบว่าการดูดซับแอล-ไคซีนโรมันไฮดรอกไซด์ของแคตไอออนเรซินถึงจุดอิ่มตัวเมื่อเวลาผ่านไป 15 นาที และมีปริมาณการดูดซับ 0.27 กรัมคิดเป็น 77 เปอร์เซ็นต์ของปริมาณตั้งต้น

ตารางที่ 23: ความเข้มข้นแอล-ไลซีนโรโมนไฮโดรคลอไรด์ที่ถูกดูดซับที่เรซินในขั้นตอนการดูดซับที่เวลาทุก 1 ชม. 30 นาทีและ 5 นาที

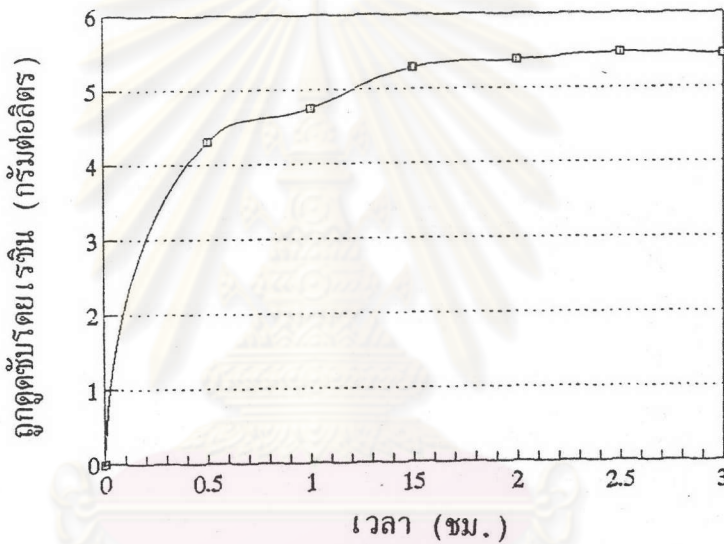
แปรเวลา	เวลา	ความเข้มข้นแอล-ไลซีนโรโมนไฮโดรคลอไรด์ที่ถูกดูดซับโดยเรซินในขั้นตอนการดูดซับ (กรัมต่อลิตร)
ทุก 1 ชม.	1 ชม.	4.975
	2 "	5.125
	3 "	5.350
	4 "	5.275
	5 "	5.425
0.5 ชม.	0.5 ชม.	5.000
	1.0 "	5.310
	1.5 "	5.440
	2.0 "	5.310
	2.5 "	5.500
5 นาที	2 นาที	3.560
	5 "	4.310
	10 "	4.750
	15 "	5.280
	20 "	5.375
	25 "	5.470
	30 "	5.440

แอล-ไลซีนแรมโนไฮโดรคลอไรด์ที่



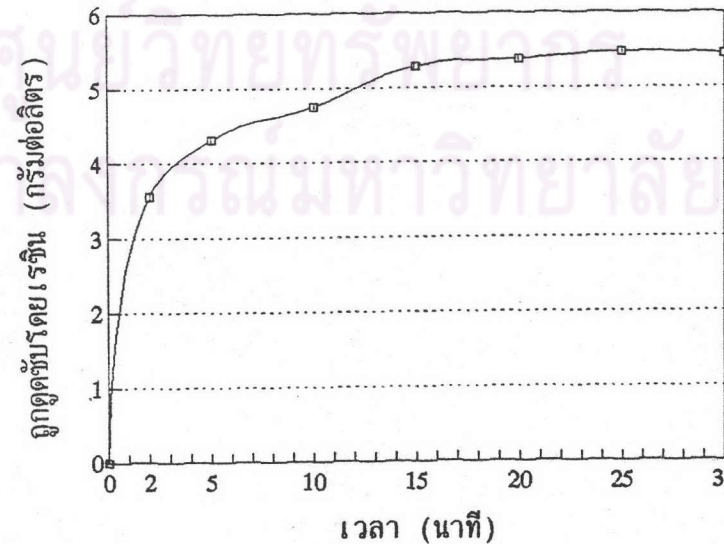
ภาพที่ 13: ปริมาณการดูดซับแอล-ไลซีนแรมโนไฮโดรคลอไรด์ที่เรซินทุก 1.0 ชม.

แอล-ไลซีนแรมโนไฮโดรคลอไรด์ที่



ภาพที่ 14: ปริมาณการดูดซับแอล-ไลซีนแรมโนไฮโดรคลอไรด์ที่เรซินทุก 0.5 ชม.

แอล-ไลซีนแรมโนไฮโดรคลอไรด์ที่



ภาพที่ 15: ปริมาณการดูดซับแอล-ไลซีนแรมโนไฮโดรคลอไรด์ที่เรซินทุก 5 นาที

เรซินจากการทดลองขั้นตอนการดูดซับที่เวลาต่างๆ นำมาแปรเวลาในการชะ เพื่อหาเวลาที่เรซินถึงจุดอิ่มตัวในการชะด้วย 2 โพลาร์แอมริบเนียนไฮดรอกไซด์ แสดงผลการทดลองในตารางที่ 24-25 และภาพที่ 16-17 พบว่าการชะแอล-ไลซีนโรโมนไฮดรอกไซด์จากแคตไอออนเรซินถึงจุดอิ่มตัวเมื่อเวลาผ่านไป 15 นาทีเช่นกัน ปริมาณการชะออก 0.25 กรัม คิดเป็น 94 เปอร์เซ็นต์ของปริมาณการดูดซับ

ตารางที่ 24: ความเข้มข้นแอล-ไลซีนโรโมนไฮดรอกไซด์ที่ถูกชะออกจากเรซินในขั้นตอนการชะที่เวลาทุก 0.5 ชม.

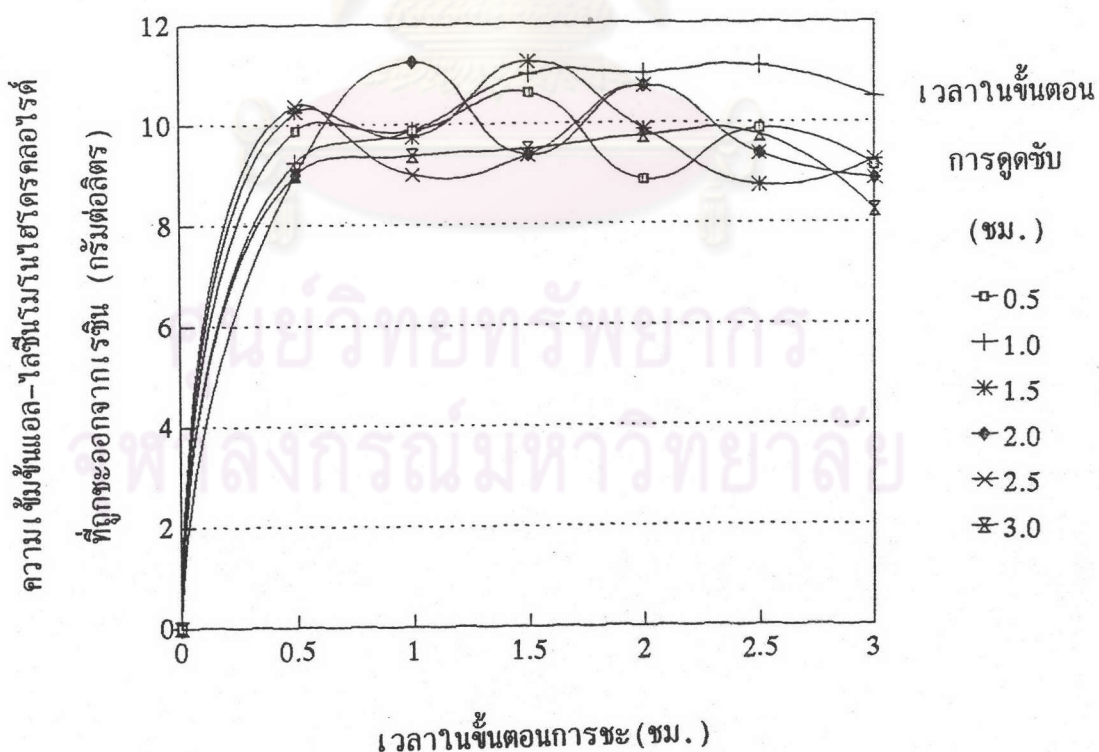
เวลาในขั้นตอนการชะ (ชม.)	ความเข้มข้นแอล-ไลซีนโรโมนไฮดรอกไซด์ (กรัมต่อลิตร)					
	เวลาในขั้นตอนการดูดซับ					
	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0 (ชม.)
0.5	9.88	9.25	10.25	9.00	10.38	9.00
1.0	9.88	9.88	9.75	11.25	9.00	9.38
1.5	10.63	11.00	11.25	9.38	9.38	9.50
2.0	8.88	11.00	9.88	9.25	10.75	9.75
2.5	9.88	11.13	8.75	9.88	9.38	9.75
3.0	9.13	10.50	9.25	9.25	8.88	8.25

ตารางที่ 25: ความเข้มข้นแอล-ไลซีนโรโมนไฮดรอกไซด์ที่ถูกชะออกจากเรซินในขั้นตอนการชะที่เวลาทุก 5 นาที

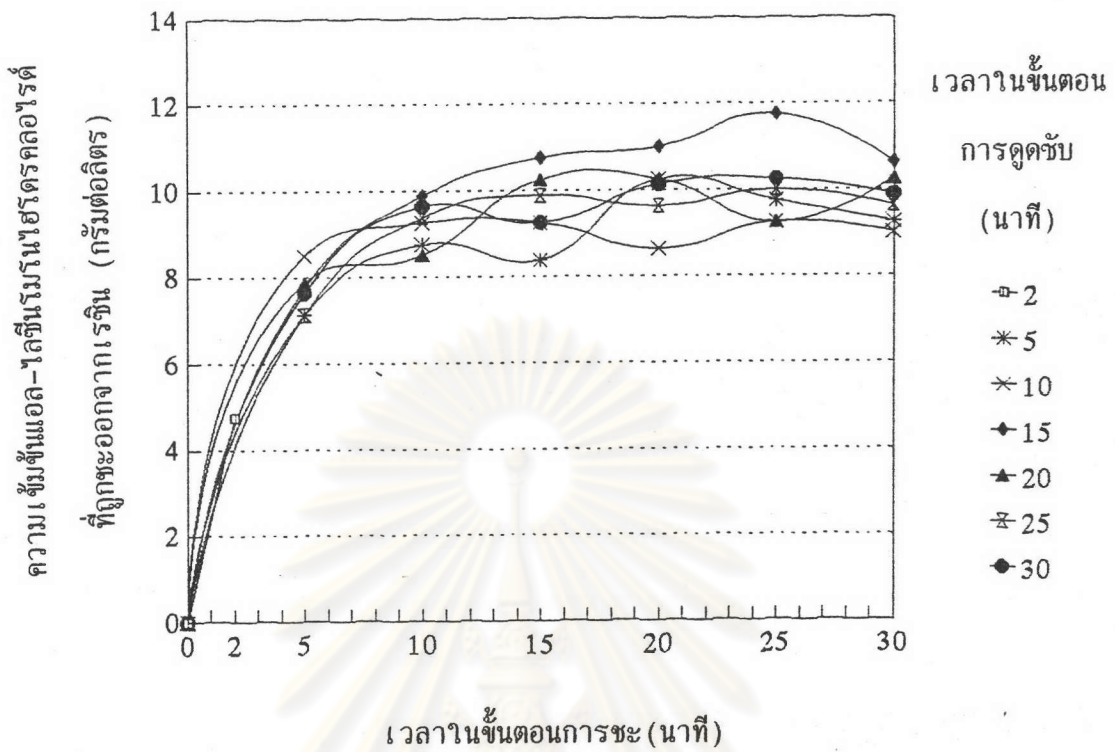
เวลาในขั้นตอนการชะ (นาที)	ความเข้มข้นแอล-ไลซีนโรโมนไฮดรอกไซด์ (กรัมต่อลิตร)						
	เวลาในขั้นตอนการดูดซับ						
	2	5	10	15	20	25	30 (นาที)
2	4.75	-	-	-	-	-	-

ตารางที่ 25 (ต่อ)

เวลาในขั้นตอน การชะ (นาที)	ความเข้มข้นแอล-ไลซีนโรมโนไฮโดรคลอไรด์ (กรัมต่อลิตร)						
	เวลาในขั้นตอนการดูดซับ (นาที)						
	2	5	10	15	20	25	30 (นาที)
5	-	7.13	8.50	7.75	7.88	7.13	7.63
10	-	8.75	9.25	9.88	8.50	9.38	9.63
15	-	8.38	9.25	10.75	10.25	9.88	9.25
20	-	10.25	8.63	11.00	10.25	9.63	10.13
25	-	9.75	9.25	11.75	9.25	10.00	10.25
30	-	9.25	9.00	10.63	10.25	9.63	9.88



ภาพที่ 16: ความเข้มข้นแอล-ไลซีนโรมโนไฮโดรคลอไรด์ที่ถูกระบายออกจากเรซินในขั้นตอนการชะทุก 0.5 ชม.



ภาพที่ 17: ความเข้มข้นแอล-ไลซีนโรมโนไฮโดรคลอไรด์ที่ถูกชะออกจากเรซินในขั้นตอนการชะทุก 5 นาที

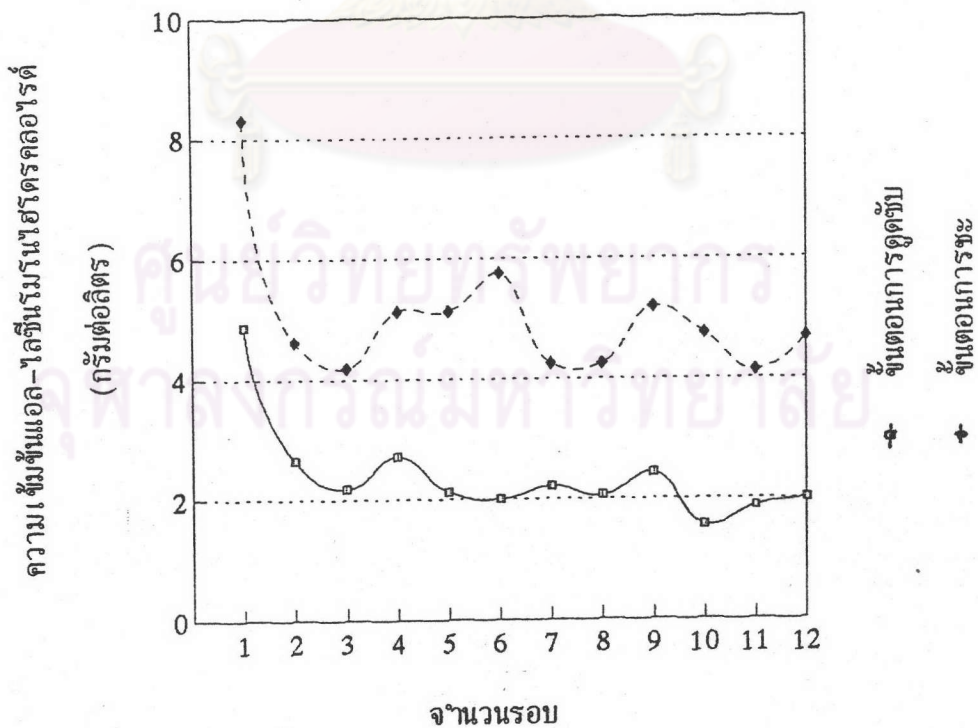
3.1.2 การศึกษาปัจจัยที่ส่งผลกระทบต่อขั้นตอนการดูดซับและการชะ

3.1.2.1 ความจุของเรซินที่เปลี่ยนไปเมื่อใช้งานหลายรอบ

จากการทดลองตามวิธีการทดลองที่ 2.2.1.1 และ 2.2.1.2 ทำการทดลองซ้ำหลายรอบโดยใช้เรซินและสภาวะเดิม เพื่อดูความจุของเรซินที่เปลี่ยนไป เวลาที่ใช้ในแต่ละขั้นตอนคือ 15 นาที พบว่าปริมาณแอล-ไลซีนโรมโนไฮโดรคลอไรด์ที่ถูกดูดซับและชะออกมีปริมาณสูงในรอบแรกคือมีค่า 243.75 และ 207.83 มก.ตามลำดับหรือคิดเป็น 70 และ 85 เปอร์เซ็นต์ของปริมาณแอล-ไลซีนโรมโนไฮโดรคลอไรด์ตั้งต้นตามลำดับ ความจุของแอล-ไลซีนโรมโนไฮโดรคลอไรด์ต่อเรซิน 1 กรัมคือ 121.88 มก. สำหรับในรอบถัดมาจนถึงรอบสุดท้ายปริมาณการดูดซับและการชะออกลดลงจากเดิมประมาณ 50 เปอร์เซ็นต์ อยู่ในช่วง 80-130 และ 100-120 มก.ตามลำดับ และความจุของแอล-ไลซีนโรมโนไฮโดรคลอไรด์ต่อเรซิน 1 กรัมลดลงเหลือ 50-60 มก. ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 26 และภาพที่ 18

ตารางที่ 26: ความเข้มข้นแอล-ไลซีนโรมโนไฮโดรคลอไรด์ที่ถูกดูดซับและชะออกจากเรซิน
จำนวน 12 รอบ

รอบที่	ความเข้มข้นแอล-ไลซีน		รอบที่	ความเข้มข้นแอล-ไลซีน	
	โรมโนไฮโดรคลอไรด์ (กรัมต่อลิตร)			โรมโนไฮโดรคลอไรด์ (กรัมต่อลิตร)	
	ขั้นตอนการดูดซับ	ขั้นตอนการชะ		ขั้นตอนการดูดซับ	ขั้นตอนการชะ
1	4.875	8.313	7	2.218	4.250
2	2.656	4.625	8	2.062	4.250
3	2.187	4.188	9	2.437	5.188
4	2.718	5.125	10	1.562	4.750
5	2.125	5.125	11	1.875	4.125
6	2.000	5.750	12	2.000	4.688



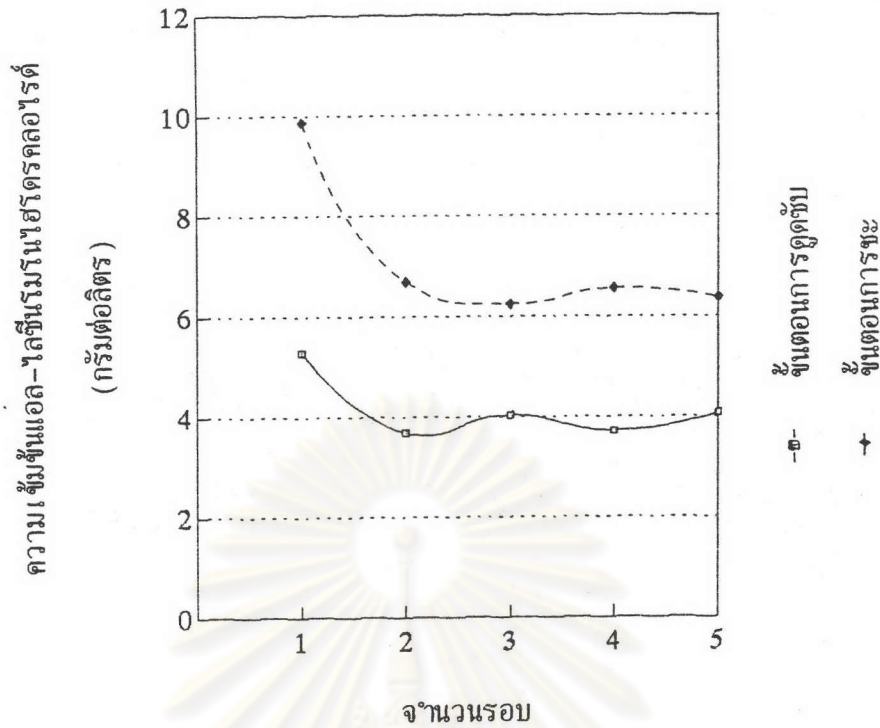
ภาพที่ 18: ความเข้มข้นแอล-ไลซีนโรมโนไฮโดรคลอไรด์ที่ถูกดูดซับและชะออกจากเรซิน
จำนวน 12 รอบ

3.1.2.2 ปัจจัยของน้ำกลั่นล้างเรซินหลังขั้นตอนการชะ

ผลการทดลองจากข้อ 3.1.2.1 หลังจากขั้นตอนการชะไม่มีการล้างเรซินด้วยน้ำกลั่น ซึ่งจะช่วยให้สภาพของเรซินได้บางส่วน การทดลองนี้ตามวิธีการทดลองที่ 2.2.2.2 จึงได้เพิ่มขั้นตอนการล้างเรซินด้วยน้ำกลั่น 50 มล.ต่อรอบ ทำการทดลองซ้ำ 5 รอบ โดยใช้เรซินและสถานะเดิม ผลการทดลองปริมาณแอล-ไลซีนโม่ในไฮดรอกไซด์ที่ถูกดูดซับและชะออกในรอบที่ 2-5 เพิ่มขึ้น 20 เปอร์เซ็นต์เมื่อเทียบกับผลการทดลองที่ไม่ได้ล้างเรซินด้วยน้ำกลั่น ปริมาณการดูดซับและการชะอยู่ในช่วง 180-200 และ 155-165 มก.ตามลำดับ ความจุของแอล-ไลซีนโม่ในไฮดรอกไซด์ต่อเรซิน 1 กรัมเพิ่มขึ้นเป็น 90-100 มก. ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 27 และภาพที่ 19

ตารางที่ 27: ความเข้มข้นแอล-ไลซีนโม่ในไฮดรอกไซด์ที่ถูกดูดซับและชะออกจากเรซิน โดยเพิ่มขั้นตอนการล้างเรซินด้วยน้ำกลั่น 50 มล.ต่อรอบทดลอง 5 รอบ

รอบที่	ความเข้มข้นแอล-ไลซีนโม่ในไฮดรอกไซด์ (กรัมต่อลิตร)	
	ขั้นตอนการดูดซับ	ขั้นตอนการชะ
1	5.281	9.875
2	3.687	6.688
3	4.031	6.250
4	3.718	6.563
5	8.062	6.375



ภาพที่ 19: ความเข้มข้นแอล-ไลซีนโรโมนไฮโดรคลอไรด์ที่ถูกดูดซับและชะออกจากเรซินจำนวน 5 รอบจากการเพิ่มขึ้นตอนการล้างเรซินด้วยน้ำกลั่น 50 มล.ต่อรอบ

ผลการแปรปริมาณน้ำกลั่นตามวิธีการทดลองข้อที่ 2.2.2.2 แสดงผลการทดลองในตารางที่ 28-29 และภาพที่ 20 พบว่าปริมาณน้ำกลั่นที่ใช้ล้างเรซิน 50 และ 100 มล. ทำให้ปริมาณการดูดซับและการชะแอล-ไลซีนโรโมนไฮโดรคลอไรด์ในรอบที่ 2-5 ลดลง 30 เปอร์เซ็นต์ สำหรับปริมาณน้ำกลั่น 150 และ 200 มล. ทำให้ปริมาณการดูดซับและการชะแอล-ไลซีนโรโมนไฮโดรคลอไรด์ในรอบที่ 2-5 ลดลงเปลี่ยนไปเป็น 15 เปอร์เซ็นต์

ตารางที่ 28: ความเข้มข้นแอล-ไลซีนโรโมนไฮโดรคลอไรด์ที่ถูกดูดซับและชะออกจากเรซินโดยการแปรปริมาณน้ำกลั่นที่ใช้ล้างเรซิน 50 100 150 200 มล.ทดลอง 5 รอบ

		ความเข้มข้นแอล-ไลซีนโรโมนไฮโดรคลอไรด์ (กรัมต่อลิตร)								
รอบ	ที่	ปริมาณน้ำกลั่นที่ใช้ล้างเรซินหลังขึ้นตอนการชะ								
		ขึ้นตอนการดูดซับ				ขึ้นตอนการชะ				
		50	100	150	200	50	100	150	200	(มล.)
1	1.719	1.907	1.782	1.813	9.875	8.750	9.000	10.375		

ตารางที่ 28 (ต่อ)

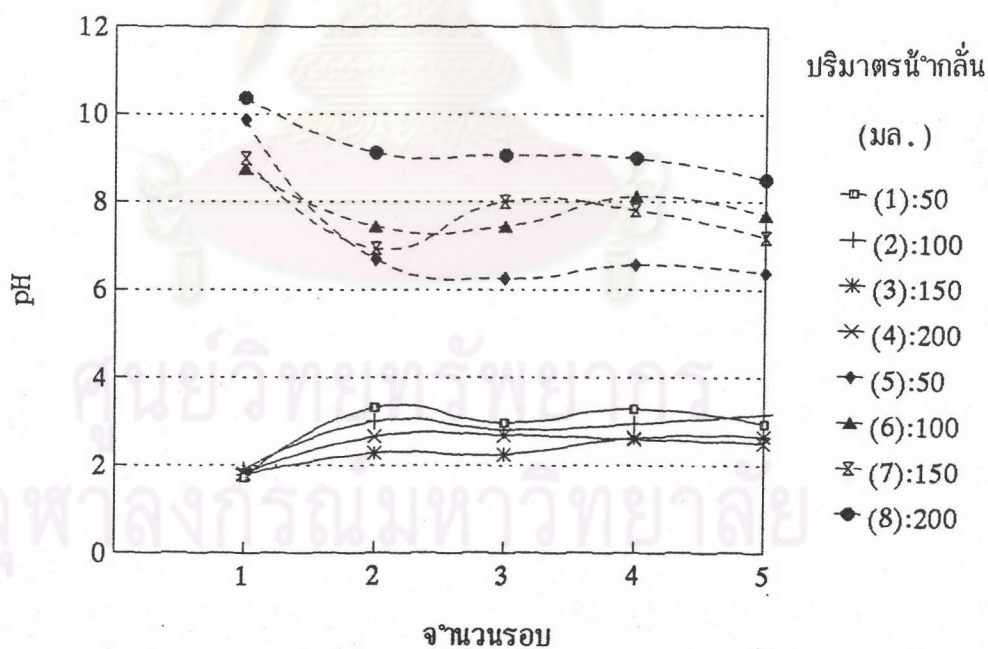
ความเข้มข้นแอล-ไลซีนโรโมนไฮโดรคลอไรด์ (กรัมต่อลิตร)									
รอบ	ปริมาณน้ำกลั่นที่ใช้ล้างเรซินหลังขั้นตอนการชะ								
	ขั้นตอนการดูดซับ				ขั้นตอนการชะ				(มล.)
	50	100	150	200	50	100	150	200	
2	3.313	3.000	2.282	2.657	6.688	7.438	6.938	9.125	
3	2.969	2.813	2.250	2.688	6.250	7.348	8.000	9.063	
4	3.282	2.938	2.625	2.594	6.563	8.125	7.813	9.000	
5	2.938	3.157	2.657	2.501	6.375	7.688	7.188	8.500	

ตารางที่ 29: pH ของสารละลายในขั้นตอนการดูดซับและการชะ

ค่า pH ของสารละลาย				
ขั้นตอน	รอบที่	ปริมาณน้ำกลั่นที่ใช้ล้างเรซินแต่ละรอบ		
		100	150	200
การดูดซับ	1	1.53	1.61	1.52
	2	2.55	2.43	2.43
	3	2.62	2.45	2.46
	4	2.61	2.45	2.46
	5	2.58	2.48	2.37

ตารางที่ 29 (ต่อ)

ขั้นตอน	รอบที่	ค่า pH ของสารละลาย		
		ปริมาณน้ำกลั่นที่ใช้ล้างเรซินแต่ละรอบ		
		100	150	200
การชะ	1	9.91	9.57	9.58
	2	9.82	9.58	9.58
	3	9.85	9.65	9.58
	4	9.86	9.63	9.45
	5	9.84	9.73	9.41



(1)-(4): ขั้นตอนการดูดซับ

(5)-(8) ขั้นตอนการชะ

ภาพที่ 20: ความเข้มข้นแอล-ไลซีนโรมันไฮโดรคลอไรด์ที่ถูกดูดซับและชะออกจากเรซินจำนวน 5 รอบจากการแปรปริมาณน้ำกลั่นที่ใช้ล้างเรซิน 50 100 150 200 มล.ต่อรอบ

3.1.2.3 ปัจจัยของปริมาณตัวชะต่อปริมาณการดูดซับและการชะในรอบต่อไป

ปริมาณของตัวชะ เพิ่มขึ้นมีผลให้สามารถชะแอล-ไลซีนโมโนไฮดรอกไซด์ได้เพิ่มขึ้น และทำให้การดูดซับของเรซินในรอบต่อไปมีปริมาณเพิ่มขึ้นด้วย จากวิธีการทดลองที่ 2.2.2.3 ศึกษาปัจจัยของปริมาณตัวชะ ผลการทดลองพบว่าการใช้สารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 2 โมลาร์ ปริมาตร 25 มล. เป็นตัวชะ ค่าเปอร์เซ็นต์การดูดซับแอล-ไลซีนโมโนไฮดรอกไซด์ลดลงจากการดูดซับบนเรซินรอบแรกจาก 73 เปอร์เซ็นต์ เหลือเพียง 54-58 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเพิ่มปริมาณตัวชะเป็น 50 และ 75 มล. ให้ผลการเพิ่มเปอร์เซ็นต์การดูดซับใกล้เคียงกันในช่วง 62-66 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งให้ปริมาณการดูดซับและชะเพิ่มขึ้นประมาณ 12 เปอร์เซ็นต์ ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 30-32 และภาพที่ 21-22

ตารางที่ 30: ความเข้มข้นแอล-ไลซีนโมโนไฮดรอกไซด์ที่ถูกดูดซับและชะออกจากเรซินจากการแปรปริมาณตัวชะ 25 50 และ 75 มล. จำนวน 5 รอบ

ความเข้มข้นแอล-ไลซีนโมโนไฮดรอกไซด์ (กรัมต่อลิตร)							
รอบ ที่	ปริมาตรตัวชะ 2 โมลาร์ แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์			ปริมาณตัวชะ			(มล.)
	ขั้นตอนการดูดซับ			ขั้นตอนการชะ			
	25	50	75	25	50	75	
1	1.875	1.844	1.813	8.938	5.500	3.219	
2	3.000	2.532	2.438	8.375	4.938	2.969	
3	3.157	2.688	2.375	8.125	5.094	3.000	
4	2.938	2.532	2.532	9.000	4.813	3.094	
5	3.000	2.500	2.625	8.000	4.907	2.875	

ตารางที่ 31: ความเข้มข้นแอล-ไลซีนโรมันไฮโดรคลอไรด์ที่ถูกดูดซับและคิดเป็นเปอร์เซ็นต์ของแต่ละรอบการทดลอง

รอบ	เปอร์เซ็นต์แอล-ไลซีนโรมันไฮโดรคลอไรด์ที่ถูกดูดซับที่เรซิน			(มล.)
	ที่ ปริมาตรตัวชะ 2 รัมลาร์แอมรัมเนียมไฮดรอกไซด์			
	25	50	75	
1	73.21	73.66	74.10	
2	57.14	63.83	65.17	
3	54.90	61.60	66.07	
4	58.03	63.83	63.83	
5	57.14	64.23	62.50	

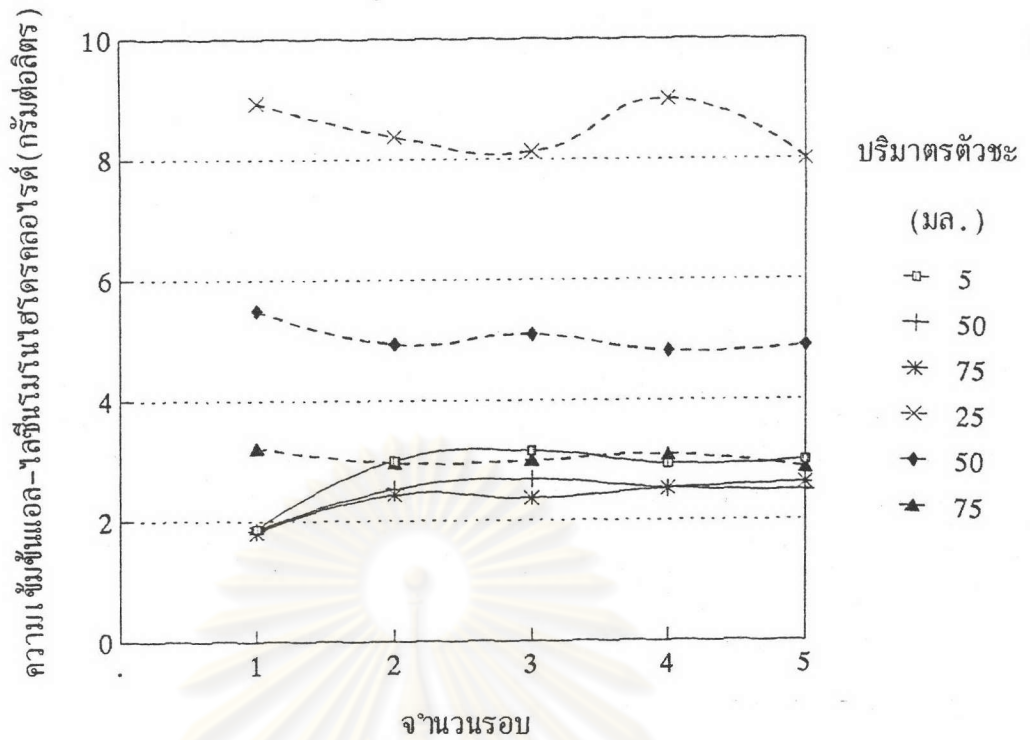
ตารางที่ 32: pH ของสารละลายในขั้นตอนการดูดซับ การชะ และน้ำกลั่นหลังจากล้างเรซินในขั้นตอนการชะ

ขั้นตอน	รอบที่	ค่า pH ของสารละลาย		
		ปริมาตร 2 รัมลาร์แอมรัมเนียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในแต่ละรอบ		
		25	50	75 (มล.)
การดูดซับ	1	1.765	1.780	1.565
	2	2.410	2.740	2.290
	3	2.460	2.670	2.260
	4	2.400	2.540	2.205
	5	2.365	2.440	2.165

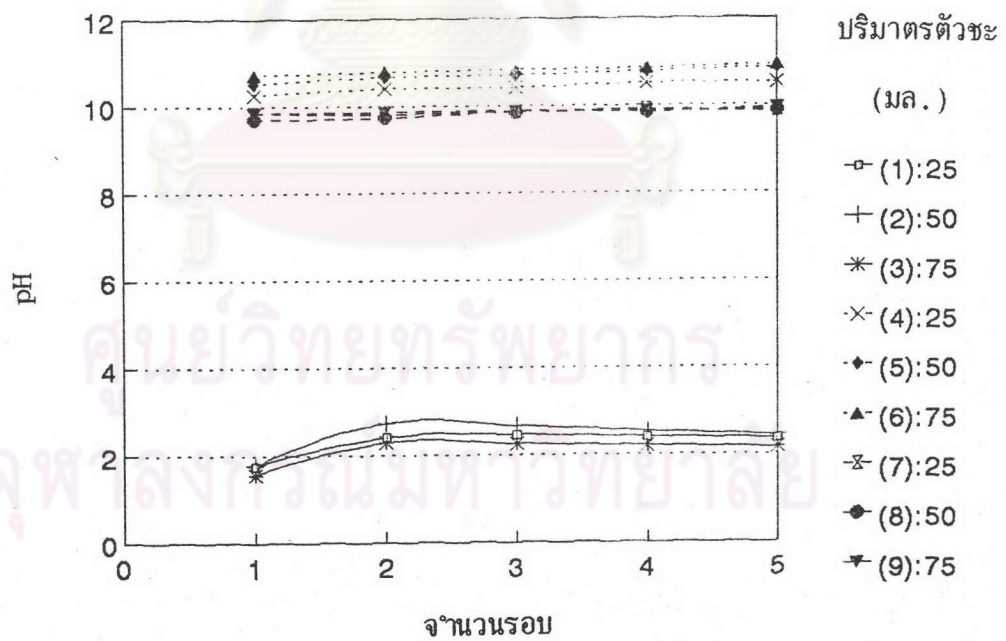
ตารางที่ 32 (ต่อ)

ขั้นตอน	รอบที่	ค่า pH ของสารละลาย		
		ปริมาตร 2 โมลาร์แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในแต่ละรอบ		
		25	50	75 (มล.)
การชะ	1	10.265	10.520	10.720
	2	10.405	10.670	10.790
	3	10.420	10.705	10.830
	4	10.515	10.790	10.855
	5	10.525	10.860	10.930
การล้างน้ำกลั่น	1	9.855	9.700	9.855
	2	9.815	9.735	9.870
	3	9.875	9.855	9.890
	4	9.915	9.855	9.880
	5	9.885	9.870	9.940

ศูนย์วิทยพัชกร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ภาพที่ 21: ความเข้มข้นแอล-ไคตินโรโมนไฮดรอกไซด์ที่ถูกดูดซับและชะออกจากเรซินจากการแปรปริมาณของตัวชะ 25 50 และ 75 มล. จำนวน 5 รอบ



(1)-(3): pH ในขั้นตอนการดูดซับ (4)-(6): pH ในขั้นตอนการชะ
 (7)-(9): pH ในขั้นตอนการล้างน้ำกลั่น

ภาพที่ 22: pH profile ของสารละลายในขั้นตอนการดูดซับ การชะและน้ำกลั่นหลังจากล้างเรซินในขั้นตอนการชะจากการแปรปริมาณตัวชะ 25 50 และ 75 มล.

3.1.2.4 ค่า selectivity coefficient ของแอล-ไลซีนโอมิโนไฮโดรคลอไรด์

ค่า selectivity coefficient ($K_{NH_4^{+}lys}$) เป็นค่าคงที่ที่บ่งชี้ถึงประสิทธิภาพการเกาะของแอล-ไลซีนโอมิโนไฮโดรคลอไรด์ที่เรซิน ถ้ามีค่าสูงจะทำให้ประสิทธิภาพการเกาะของแอล-ไลซีนโอมิโนไฮโดรคลอไรด์ที่เรซินดี และถ้าสิ่งปนเปื้อน (X) ในน้ำหมักมีค่า $K_{NH_4^{+}X}$ ใกล้เคียงกับค่าของแอล-ไลซีนโอมิโนไฮโดรคลอไรด์จะทำให้ประสิทธิภาพการแยกต่ำลง การทดลองหาค่าคงที่นี้ตามวิธีการทดลอง วัดความเข้มข้นของแอล-ไลซีนโอมิโนไฮโดรคลอไรด์ที่ถูกดูดซับและชะออกจากเรซินในแต่ละรอบ นำมาคำนวณค่า $K_{NH_4^{+}lys}$ จากสูตรการคำนวณตามวิธีการทดลองข้อที่ 2.2.2.4 ทำการทดลอง 5 รอบ ผลการทดลองที่ได้ค่า $K_{NH_4^{+}lys}$ ในรอบแรกมีค่าสูงคือ 5.78 และลดลงในรอบถัดมา ซึ่งมีค่าค่อนข้างคงที่ในช่วง 4.50 - 5.00 เมื่อทำการทดลองหลายรอบ แสดงผลการทดลองในตารางที่ 33

ตารางที่ 33: ค่า selectivity coefficient ของแต่ละรอบการทดลอง

รอบที่	R_{lys} (มิลลาร์)	$R_{NH_4^{+}}$ (มิลลาร์)	$C_{NH_4^{+}}$ (มิลลาร์)	C_{lys} (มิลลาร์)	$K_{NH_4^{+}}$ (มิลลาร์)
1	0.025	0.255			5.78
2	0.022	0.239			4.84
3	0.021	0.232	2	0.038	4.76
4	0.022	0.257			4.50
5	0.022	0.229			5.06

หมายเหตุ:

R_{lys} = ปริมาณแอล-ไลซีนโอมิโนไฮโดรคลอไรด์ที่ถูกดูดซับบนเรซิน หน่วย มิลลาร์ หรือ กรัมต่อลิตร

$R_{NH_4^{+}}$ = ปริมาณแอมโมเนียมไอออนที่ถูกดูดซับบนเรซิน หน่วย มิลลาร์

$C_{NH_4^{+}}$, C_{lys} = ความเข้มข้นแอมโมเนียมไอออนและแอล-ไลซีนในสารละลาย หน่วย มิลลาร์ ตามลำดับ

3.1.2.5 pH เริ่มต้นในขั้นตอนการดูดซับ

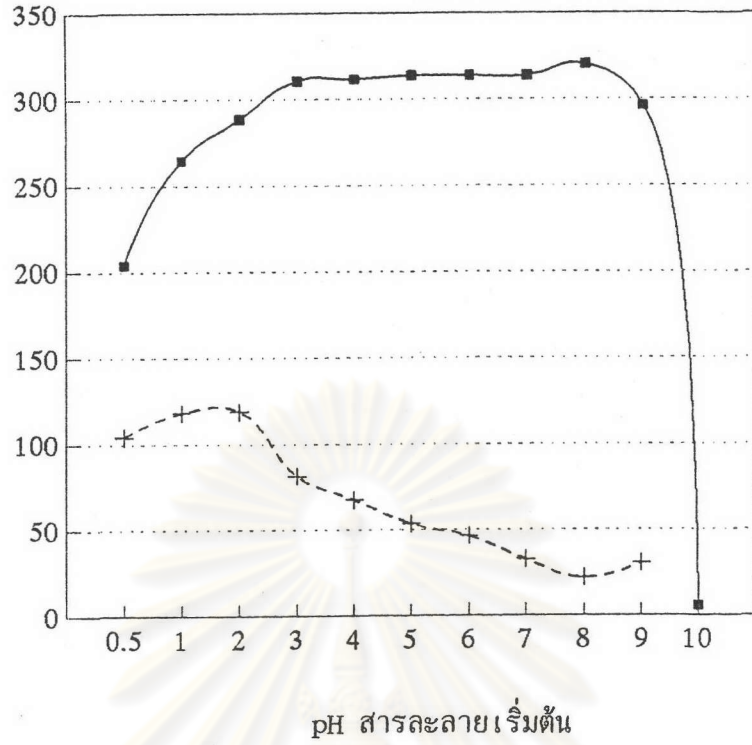
การศึกษาหาค่า pH เริ่มต้นที่เหมาะสมในขั้นตอนการดูดซับ ศึกษาในสารละลาย แอล-ไลซีนโรบินไฮโดรคลอไรด์และน้ำหมักแอล-ไลซีน ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 34 และ ภาพที่ 23-24 กรณีน้ำหมักแอล-ไลซีนปริมาณการดูดซับเพิ่มขึ้นจาก pH 0.5 ถึง 2.0 จากนั้นที่ pH 3.0 ถึง 10.0 จะมีปริมาณการดูดซับลดลงโดยตลอด เมื่อพิจารณาค่า pH ของสารละลายที่ จุดอิ่มตัวในช่วงหลังของขั้นตอนการดูดซับพบว่ามีค่า 2.5-7.8 แต่เมื่อทำการศึกษาในกรณีที่ไม่มี สิ่งปนเปื้อนโดยใช้สารละลายแอล-ไลซีนโรบินไฮโดรคลอไรด์ ปริมาณการดูดซับจะเพิ่มขึ้นเรื่อยๆ จาก pH 0.5 ถึง 3.0 จากนั้นจะมีค่าคงที่จนถึง pH 8.0 ปริมาณการดูดซับเริ่มลดลงอีกครั้งที่ pH 9.0 และมีค่าต่ำสุดที่ pH 10.0 การศึกษาในกรณีนี้ pH เริ่มต้นที่เหมาะสมคือช่วง 3.0-8.0 และค่า pH ของสารละลายที่จุดอิ่มตัวในขั้นตอนการดูดซับจากช่วงดังกล่าวมีค่า 0.5-2.0

ตารางที่ 34: ความเข้มข้นแอล-ไลซีนโรบินไฮโดรคลอไรด์ที่ถูกดูดซับ และปริมาณที่ถูกดูดซับ ต่อกรัมเรซิน เปรียบเทียบกับน้ำหมักแอล-ไลซีนที่ค่า pH เริ่มต้น 0.5-10

pH เริ่มต้น	สารละลายแอล-ไลซีนโรบินไฮโดรคลอไรด์		น้ำหมักแอล-ไลซีน	
	มก.	มก. ต่อกรัมเรซิน	มก.	มก. ต่อกรัมเรซิน
0.5	204.50	102.25	104.53	52.27
1.0	267.00	132.50	118.64	59.32
2.0	289.00	144.50	119.32	59.66
3.0	311.00	155.50	81.70	40.85
4.0	312.00	156.00	67.85	33.93
5.0	314.00	157.00	53.81	26.91
6.0	314.00	157.00	46.66	23.33
7.0	314.00	157.00	32.93	16.47
8.0	320.50	160.00	22.54	11.27
9.0	296.50	148.00	30.99	15.50
10.0	5.50	2.50	-	-

แอล-ไลซีนแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์

ที่ถูกดูดซับที่เรซิน (มก.)

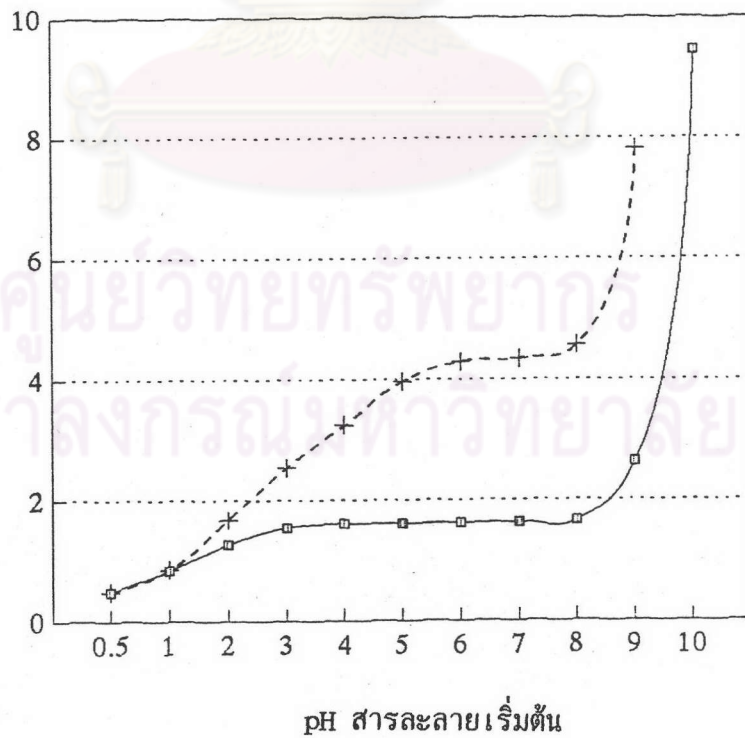


■ สารละลายแอล-ไลซีนแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์

+ น้ำหมักแอล-ไลซีน

ภาพที่ 23: ความเข้มข้นแอล-ไลซีนแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ที่ถูกดูดซับที่เรซินเปรียบเทียบกับน้ำหมักแอล-ไลซีนที่ pH เริ่มต้น 0.5-10.0

pH



■ สารละลายแอล-ไลซีนแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์

+ น้ำหมักแอล-ไลซีน

ภาพที่ 24: pH ของสารละลายที่จุดอิ่มตัวในขั้นตอนการดูดซับจาก pH เริ่มต้น 0.5-10.0

3.2 การศึกษาสภาวะในระบบคอลัมน์

3.2.1 การวัด breakthrough curve

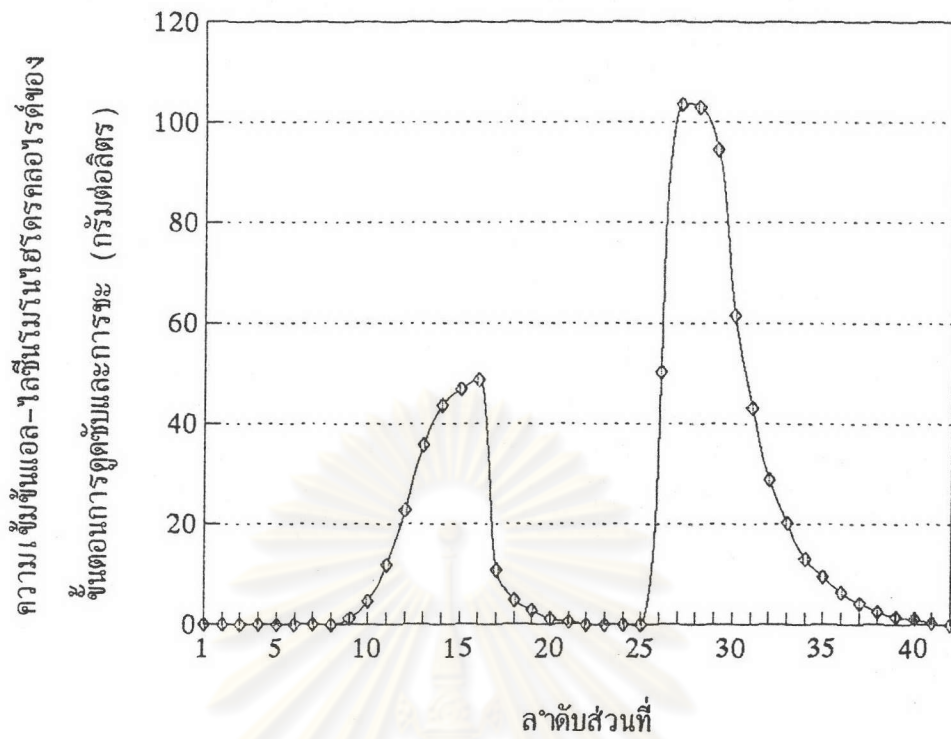
breakthrough curve เป็นการวัดปริมาณแอล-ไลซีนโมโนไฮดรอกลอไรด์ที่ถูกดูดซับได้มากที่สุดโดยเรซินในคอลัมน์ที่สภาวะหนึ่ง ตามวิธีการทดลองที่ 2.3.1 จากสารละลายแอล-ไลซีนโมโนไฮดรอกลอไรด์ที่เข้มข้นมากเกินพอคือ 0.3 โมลาร์ เพื่อต้องการทราบปริมาณความจุสูงสุดของคอลัมน์ ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 35 และภาพที่ 25-26 จากภาพพิกแรกเป็นแอล-ไลซีนโมโนไฮดรอกลอไรด์ส่วนเกินจากขั้นตอนการดูดซับจะถูกส่งผ่านออกจากคอลัมน์ โดยการใช้น้ำกลั่นล้างในส่วนนี้ออกจนหมด ค่า pH ในช่วงแรกนี้จะต่ำมากมีค่า 0.5-2.0 และมีค่า pH สูงท้ายของขั้นตอนแรกมีสภาพเป็นกลางเมื่อนำน้ำกลั่นล้าง จากนั้นจึงเป็นขั้นตอนการชะเอาแอล-ไลซีนโมโนไฮดรอกลอไรด์ส่วนที่ถูกดูดซับที่เรซินออกมา ซึ่งทำโดยการใช้น้ำสารละลาย 2 โมลาร์ แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์จากภาพคือพิกที่ 2 ค่า pH ในช่วงนี้จะอยู่ในช่วง 10-10.50 ความจุสูงสุดของคอลัมน์จากการทดลองคือ 75 เปอร์เซ็นต์และค่าผลิตผลกลับคืน 95 เปอร์เซ็นต์

ตารางที่ 35: ความเข้มข้นแอล-ไลซีนโมโนไฮดรอกลอไรด์และ pH ในแต่ละลำดับส่วนของขั้นตอนดูดซับและการชะจาก breakthrough curve

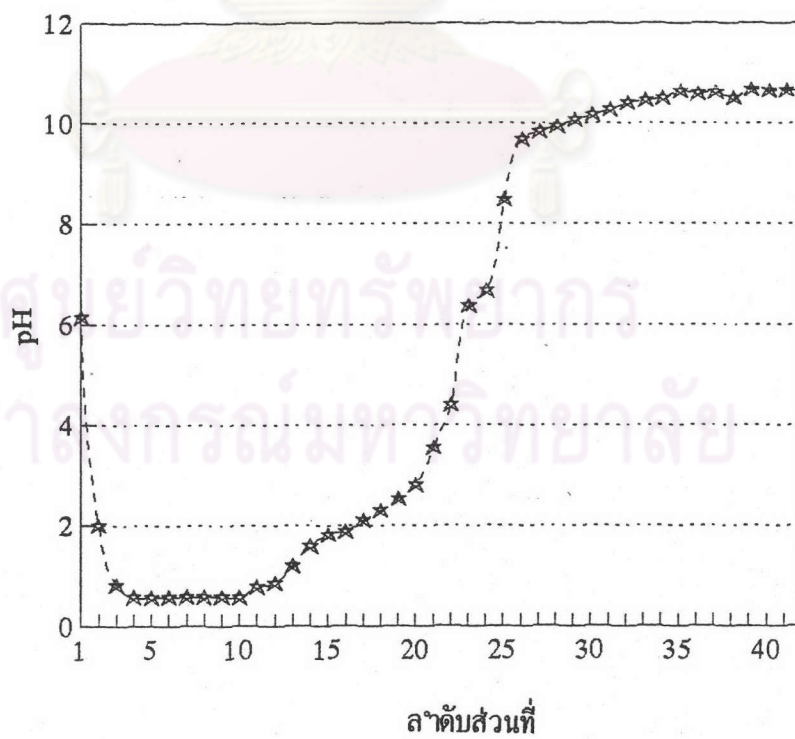
ลำดับส่วนที่	ขั้นตอนการดูดซับ (กรัมต่อลิตร)	pH สารละลาย	ลำดับส่วนที่	ขั้นตอนการชะ (กรัมต่อลิตร)	pH สารละลาย
1	0	6.15	25	0	8.48
2	0	2.00	26	50.25	9.68
3	0	0.82	27	103.50	9.84
4	0	0.58	28	103.00	9.94
5	0	0.57	29	94.50	10.07
6	0	0.58	30	61.50	10.17
7	0	0.58	31	43.13	10.27
8	0	0.58	32	28.88	10.41
9	1.25	0.59	33	20.25	10.46

ตารางที่ 35 (ต่อ)

ลำดับส่วนที่	ขั้นตอนการดูดซับ (กรัมต่อลิตร)	pH สารละลาย	ลำดับส่วนที่	ขั้นตอนการชะ (กรัมต่อลิตร)	pH สารละลาย
10	4.69	0.57	34	13.13	10.50
11	11.88	0.78	35	9.56	10.64
12	22.81	0.86	36	6.44	10.59
13	35.78	1.20	37	4.25	10.62
14	43.69	1.59	38	2.50	10.50
15	46.88	1.82	39	1.53	10.67
16	48.75	1.88	40	1.13	10.65
17	10.86	2.11	41	0.31	10.66
18	4.81	2.30	42	0	10.65
19	2.81	2.53			
20	1.13	2.81			
21	0.50	3.55			
22	0.00	4.40			
23	0.00	6.37			
24	0.00	6.67			



ภาพที่ 25: Breakthrough curve ของแอล-ไคตินโมดิฟายไฮโดรคอลลอยด์จาก
แต่ละลำดับส่วนของขั้นตอนการดูดซับและการชะ



ภาพที่ 26: pH profile ของ breakthrough curve แอล-ไคตินโมดิฟาย
ไฮโดรคอลลอยด์ในขั้นตอนการดูดซับและการชะ

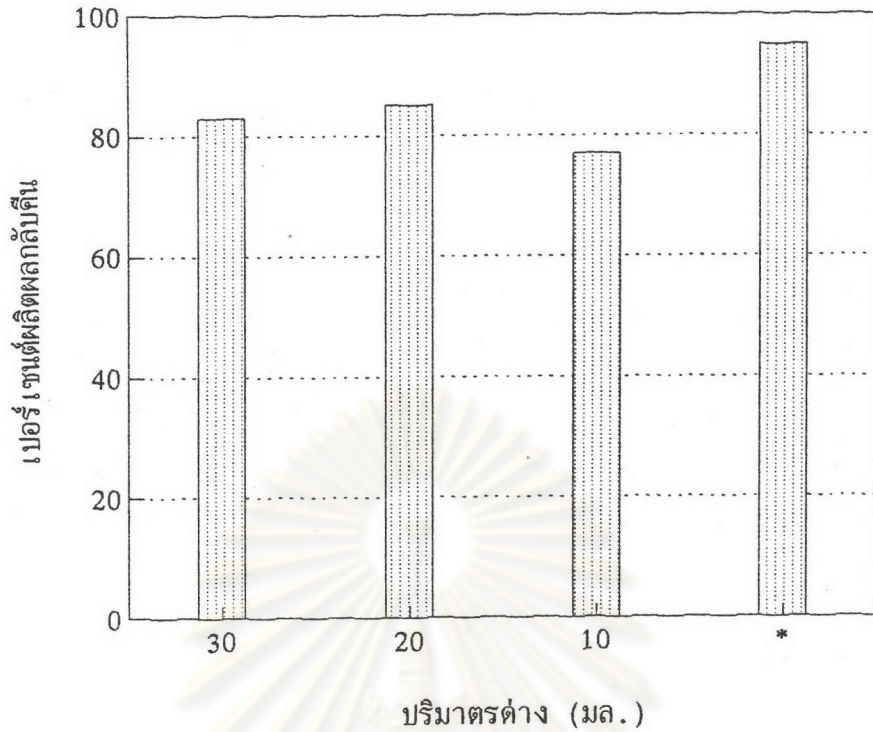
3.2.2 ศึกษาปัจจัยของตัวชะ

3.2.2.1 สัดส่วนที่เหมาะสมของตัวชะต่างและกรด

จากผลการทดลองในข้อ 3.2.1 ในขั้นตอนการชะใช้ 2 รมลาร์แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ชะแอล-ไลซีนโมโนไฮดรอกลอไรด์ที่ดูดซับที่เรซิน จนกระทั่งไม่พบแอล-ไลซีนโมโนไฮดรอกลอไรด์ จากส่วนที่ชะออกมาหรือมีในปริมาณต่ำมากจึงหยุด ซึ่งจากผลการทดลองจะมีแอล-ไลซีนโมโนไฮดรอกลอไรด์ที่เข้มข้นมากออกมาในช่วงต้นของการชะและในส่วนท้ายจะเจือจางลงมาก ซึ่งส่วนท้ายนี้ถือว่าเป็นการสิ้นเปลืองปริมาณต่างที่ใช้ในการชะ และในแต่ละรอบของการทำงานต้องมีการคืนสภาพเรซินโดยการล้างด้วยน้ำกลั่น เพื่อชะเอาแอมโมเนียมไอออนส่วนที่ค้างที่เรซินออก ดังนั้นจึงเห็นว่าปริมาตรในส่วนท้ายของการชะน่าจะแทนด้วยกรดช่วยดึงให้ pH ของเรซินต่ำลง เป็นการประหยัดน้ำที่ใช้คืนสภาพเรซินและลดการสิ้นเปลืองปริมาณต่าง จึงทำการทดลองหาปริมาณต่างที่เหมาะสมในการชะคอลัมน์ขึ้นต้น โดยการแปรปริมาตรที่ใช้เป็น 30 20 และ 10 มล. ตามลำดับ จากนั้นจึงทดลองใช้ 2 รมลาร์กรดไฮดรอกลอริกในการชะในช่วงท้าย เมื่อสิ้นสุดขั้นตอนพบว่าเรซินมีสภาพเป็นกรดสูงมาก โดยมีค่า pH ประมาณ 0.5 และสามารถลดปริมาณการใช้ต่างลงได้ 65 เปอร์เซ็นต์ เปอร์เซ็นต์ผลิตผลกลับคืนสูงสุดคือ 85 ซึ่งได้จากการใช้ 2 รมลาร์แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ปริมาตร 20 มล. แต่เมื่อเทียบกับการชะโดยใช้สารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เพียงอย่างเดียว โดยไม่มีการชะตามด้วยกรดพบว่า ค่าที่ได้นี้ยังต่ำกว่า 10 เปอร์เซ็นต์ ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 36 และภาพที่ 27-28

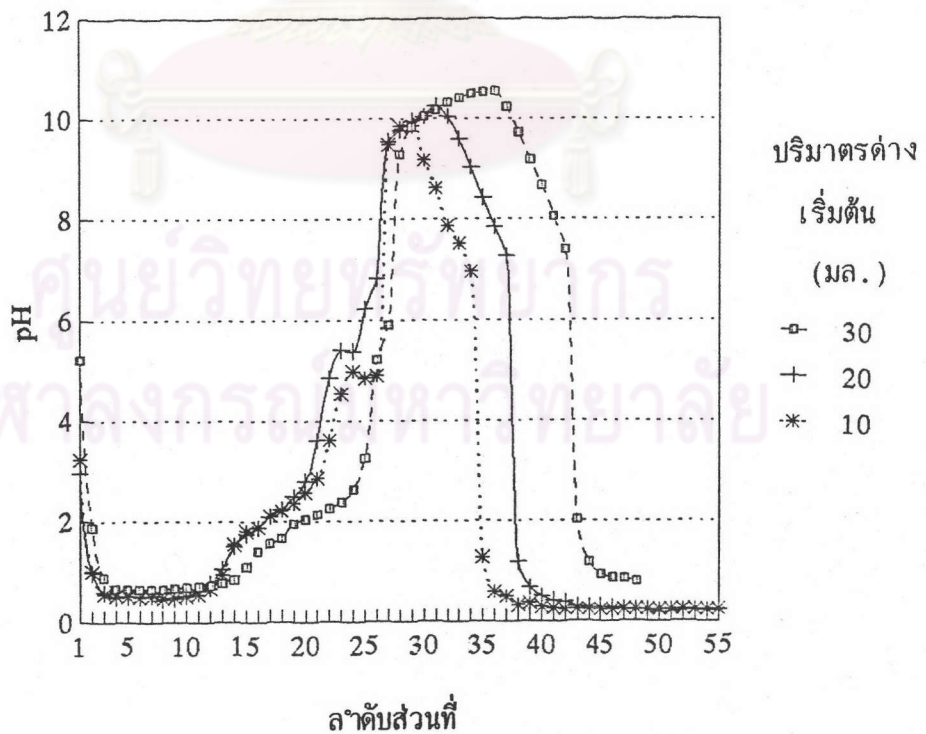
ตารางที่ 36: เปอร์เซ็นต์ผลิตผลกลับคืนจากการใช้ตัวชะที่แปรปริมาตรต่างเริ่มต้น
เปรียบเทียบกับ การชะโดยใช้ต่างล้วน

ปริมาตรต่างเริ่มต้นในตัวชะ (มล.)	ปริมาตรกรดที่ใช้ชะในช่วงท้าย (มล.)	เปอร์เซ็นต์ผลิตผลกลับคืน
30	38	83
20	78	85
10	87	77
60	ใช้สารละลายต่างเพียงอย่างเดียว	95



* สารละลายต่างเพียงอย่างเดียว

ภาพที่ 27: เปอร์เซนต์ผลผลิตกลับคืนจากการใช้ตัวชะที่แปรปริมาตรต่าง เริ่มต้น 30 20 และ 10 มล. ตามลำดับเปรียบเทียบกับการใช้ต่างล้วน



ภาพที่ 28: การเปรียบเทียบ pH profile ในขั้นตอนการดูดซับและการชะที่แปร ปริมาตรต่างเริ่มต้น 30 20 และ 10 มล. ตามลำดับ

3.2.2.2 สัตว์ส่วนที่เหมาะสมของตัวชะต่าง กรด และน้ำกลั่น

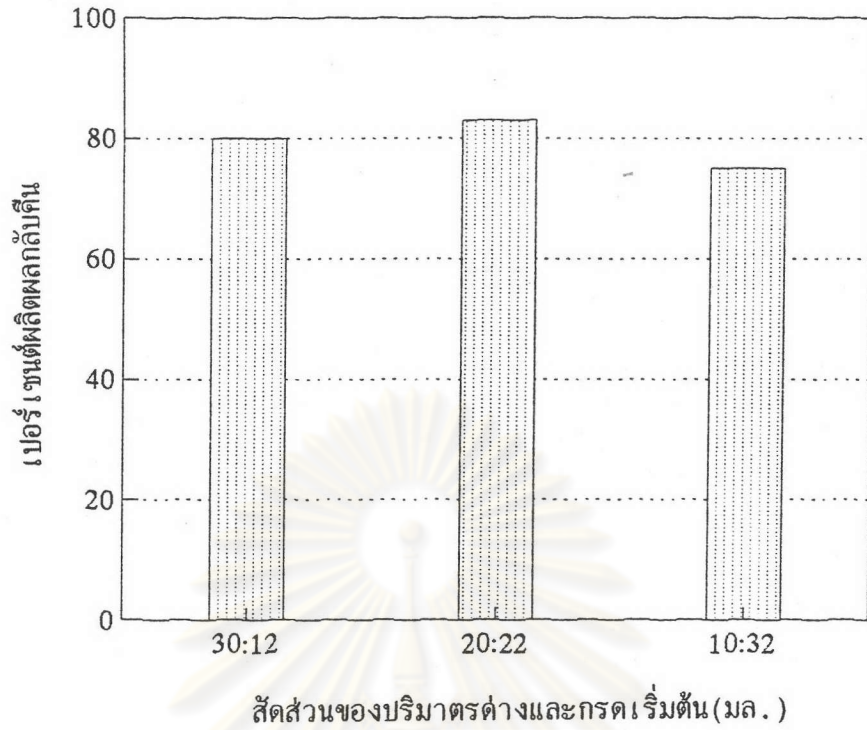
ในการทดลองครั้งนี้ใช้น้ำกลั่นแทน 2 รมลาร์กรดไฮโดรคลอริก ในช่วงท้ายของการชะ เนื่องจากในขั้นตอนการชะหลังจากที่แอล-ไลซีนโรมโนไฮโดรคลอไรด์ถูกชะด้วยต่างและกรด ในช่วงท้ายของการชะด้วยกรดมีปริมาณแอล-ไลซีนโรมโนไฮโดรคลอไรด์เหลือเพียงเล็กน้อย การใช้กรดในช่วงนี้เป็นการสิ้นเปลืองสารเคมีและไม่คุ้มกับปริมาณแอล-ไลซีนโรมโนไฮโดรคลอไรด์ที่ถูกชะออกมา และ pH ในตอนท้ายของการชะด้วยกรดมีค่าต่ำมากอยู่ในช่วง 0.1-0.5 จึงเห็นว่าควรลดปริมาณการใช้กรดแล้วใช้น้ำกลั่นแทน เพื่อตั้งค่า pH ของเรซินในตอนท้ายของขั้นตอนให้อยู่ในช่วงเป็นกลาง เป็นการคืนสภาพของเรซินไว้ใช้งานในรอบต่อไป จึงทำการแปรอัตราส่วนของ 2 รมลาร์แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์กับ 2 รมลาร์ไฮโดรคลอริกเป็น 30 ต่อ 12 20 ต่อ 22 10 ต่อ 32 มล. ตามลำดับ ผลการทดลองได้ค่าผลิตผลกลับคืน 80 83 และ 75 เปอร์เซ็นต์ตามลำดับ อัตราส่วนของปริมาณต่างและกรดที่เหมาะสมคือ 20 ต่อ 22 ให้ความผลิตผลกลับคืน 83 เปอร์เซ็นต์ และเมื่อสิ้นสุดกระบวนการเรซินมีสภาพเป็นกลางใช้งานในรอบต่อไปได้โดยไม่ต้องผ่านกระบวนการคืนสภาพเรซินก่อน สามารถลดปริมาณการใช้กรดลงได้ 70 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเทียบกับการทดลองข้อ 3.2.2.1 ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 37 และภาพที่ 29-30

ตารางที่ 37: เปอร์เซ็นต์ผลิตผลกลับคืนจากตัวชะที่เป็นต่างและกรดที่สัดส่วนต่างๆ

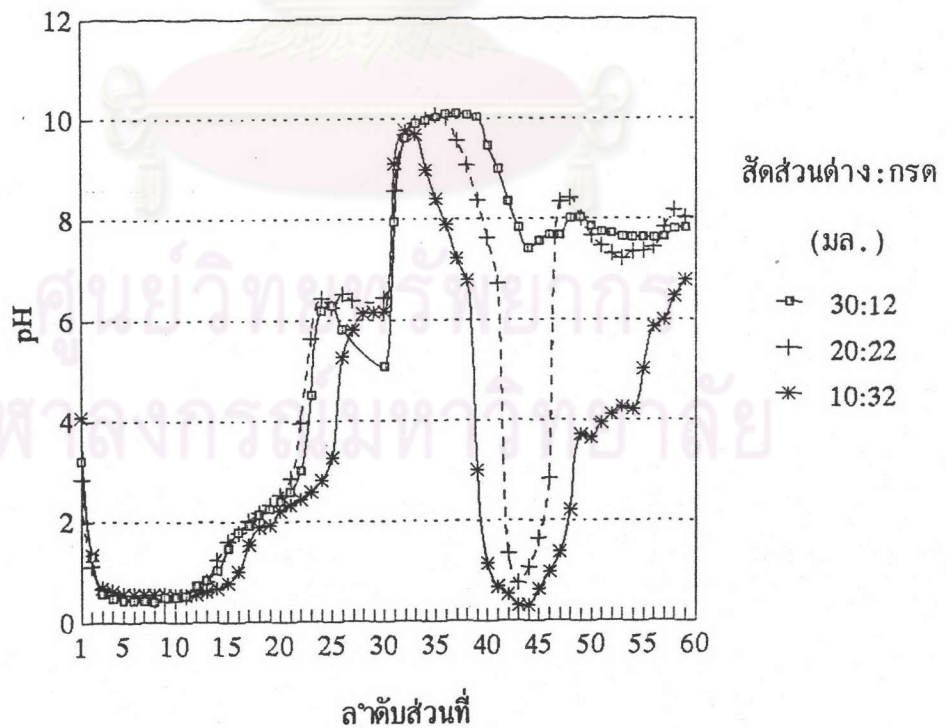
อัตราส่วนของต่างและกรดในตัวชะ (มล.)	เปอร์เซ็นต์ผลิตผลกลับคืน
30 ต่อ 12	80
20 ต่อ 22	83
10 ต่อ 32	75

หมายเหตุ: ใช้น้ำกลั่นเป็นตัวชะล้างเรซินต่อเมื่อปริมาตร 2 รมลาร์

กรดไฮโดรคลอริกหมด



ภาพที่ 29: เปอร์เซ็นต์ผลผลิตคลอรีนจากการใช้ตัวชะที่แปรปริมาณต่างและกรดเริ่มต้น 30 ต่อ 12 20 ต่อ 22 และ 10 ต่อ 32 มล.ตามลำดับ



ภาพที่ 30: การเปรียบเทียบ pH profile ในขั้นตอนการดูดซับและการชะที่แปรปริมาณต่างและกรดเริ่มต้น 30ต่อ12 20ต่อ22 และ 10ต่อ32 มล.ตามลำดับ

3.2.3 ศึกษาจุดอิ่มตัวของเรซินในขั้นตอนการดูดซับและการชะ

มีรายงานในขั้นตอนการชะ ได้มีการปรับปรุงเพิ่มขั้นตอนการแช่เรซินในสารละลาย ตัวชะอย่างน้อย 30 นาที เพื่อให้เรซินถึงจุดอิ่มตัวจะทำให้ส่วนที่ชะออกมามีความเข้มข้นเพิ่มขึ้น เป็นการช่วยลดพลังงานในขั้นตอนการทำให้เข้มข้น และเปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์ของแอล-ไลซีน สูงขึ้น (65) งานวิจัยจึงมีวัตถุประสงค์ที่จะศึกษาเวลาที่ถึงจุดอิ่มตัวในขั้นตอนการดูดซับและการชะ โดยการแปรเวลาของทั้ง 2 ขั้นตอนเป็น 15 30 45 และ 60 นาที ตามลำดับ

3.2.3.1 ขั้นตอนการดูดซับ

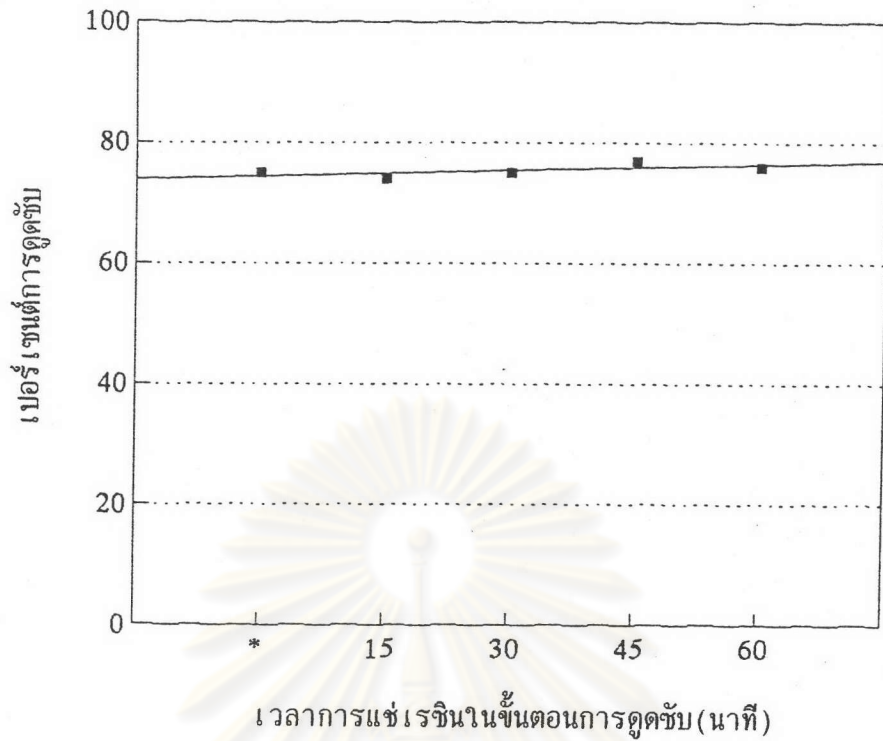
จากผลการทดลองแสดงในตารางที่ 38 และภาพที่ 31-32 ซึ่งแปรเวลาการแช่ สารละลายแอล-ไลซีนโรมันไฮดรอลอยไรต์ในคอลัมน์เรซินที่เวลาต่างๆ พบว่า เปอร์เซ็นต์การดูดซับมีค่าเท่ากับกรณีที่ไม่มีขั้นตอนการแช่ และค่ากราฟของ pH ในขั้นตอนนี้ไม่มีความแตกต่างกัน ฉะนั้นในขั้นตอนการดูดซับไม่จำเป็นต้องมีการแช่เรซิน และการดูดซับแอล-ไลซีนโรมันไฮดรอลอยไรต์ตามวิธีการทดลองที่ 2.3.3.1 คือใช้อัตราการไหลในขั้นตอนการดูดซับ 60 มล.ต่อชม. ที่ อุณหภูมิ 25 °ซ เพียงพอทำให้เรซินถึงจุดอิ่มตัวในการดูดซับ

ตารางที่ 38: ค่าเปอร์เซ็นต์การดูดซับจากการแปรเวลาแช่เรซินในสารละลายแอล-ไลซีน โรมันไฮดรอลอยไรต์ในขั้นตอนการดูดซับเปรียบเทียบกับกรณีไม่แช่

เวลาของการแช่เรซินในสารละลาย	เปอร์เซ็นต์การดูดซับ
------------------------------	----------------------

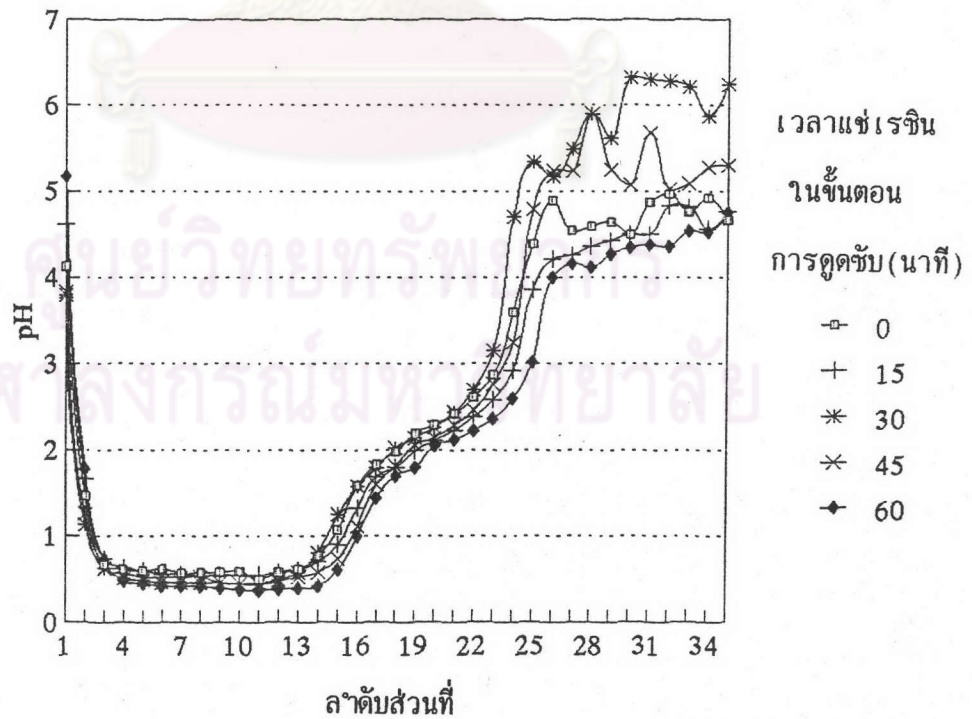
แอล-ไลซีนโรมันไฮดรอลอยไรต์ใน ขั้นตอนการดูดซับ (นาที)	
---	--

ไม่แช่ เรซินในสารละลาย	75
15	74
30	75
45	77
60	76



* ไม้แช่เรซินในสารละลายแอล-ไลซีนโมโนไฮโดรคลอไรด์

ภาพที่ 31: เปอร์เซนต์การดูดซับจากการแปรเวลาแช่เรซินในขั้นตอนการดูดซับ 15 30 45 และ 60 นาทีเปรียบเทียบกับการไม้แช่



ภาพที่ 32: pH profile ในขั้นตอนการดูดซับจากการแปรเวลาการแช่เรซินในขั้นตอนการดูดซับ 15 30 45 และ 60 นาที

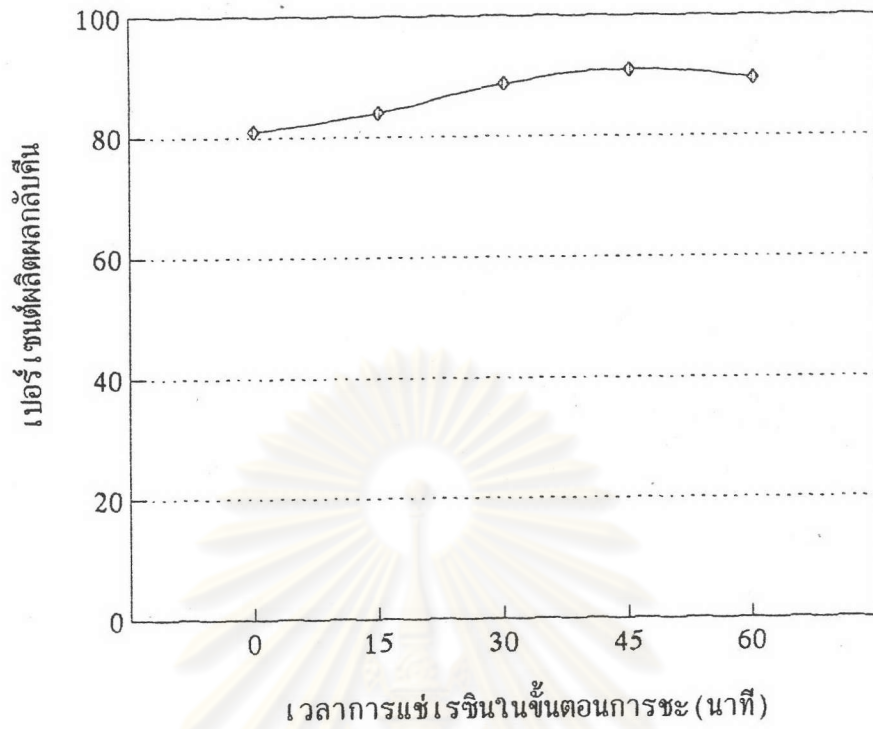
3.2.3.2 ขั้นตอนการชะ

เพื่อพิจารณาเวลาที่ถึงจุดอิ่มตัวสำหรับการชะแอล-ไลซีนโรมโนไฮโดรคลอไรด์ ตามวิธีการทดลองที่ 2.3.3.2 ผลที่ได้ต้องมีการเพิ่มขึ้นตอนการแช่เรซินในตัวชะ 2 รมลาร์แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์อย่างน้อย 30 นาที จึงเพียงพอทำให้เรซินถึงจุดอิ่มตัวในการชะ เพราะจากการแปรเวลาของการแช่เรซินจากขั้นตอนการดูดซับในตัวชะที่เวลาต่างๆ เปอร์เซนต์ผลิตภัณฑ์กลับคืนจะเพิ่มขึ้นและเริ่มคงที่ที่เวลา 30 นาที มีค่า 90 เปอร์เซนต์ แสดงว่าอัตราการไหลในขั้นตอนการชะ 60 มล.ต่อชม.ไม่เพียงพอทำให้เรซินถึงจุดอิ่มตัวในการชะ นอกจากนี้การแช่เรซินในตัวชะยังทำให้สารละลายในส่วนที่คั่งเข้มข้นขึ้นประมาณ 20 เปอร์เซนต์ ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 39 และภาพที่ 33-34

ตารางที่ 39: เปอร์เซนต์ผลิตภัณฑ์กลับคืนจากการทดลองแช่เรซินจากขั้นตอนการดูดซับในตัวชะต่าง 2 รมลาร์แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ที่เวลาต่างๆ เปรียบเทียบกับการไม่แช่

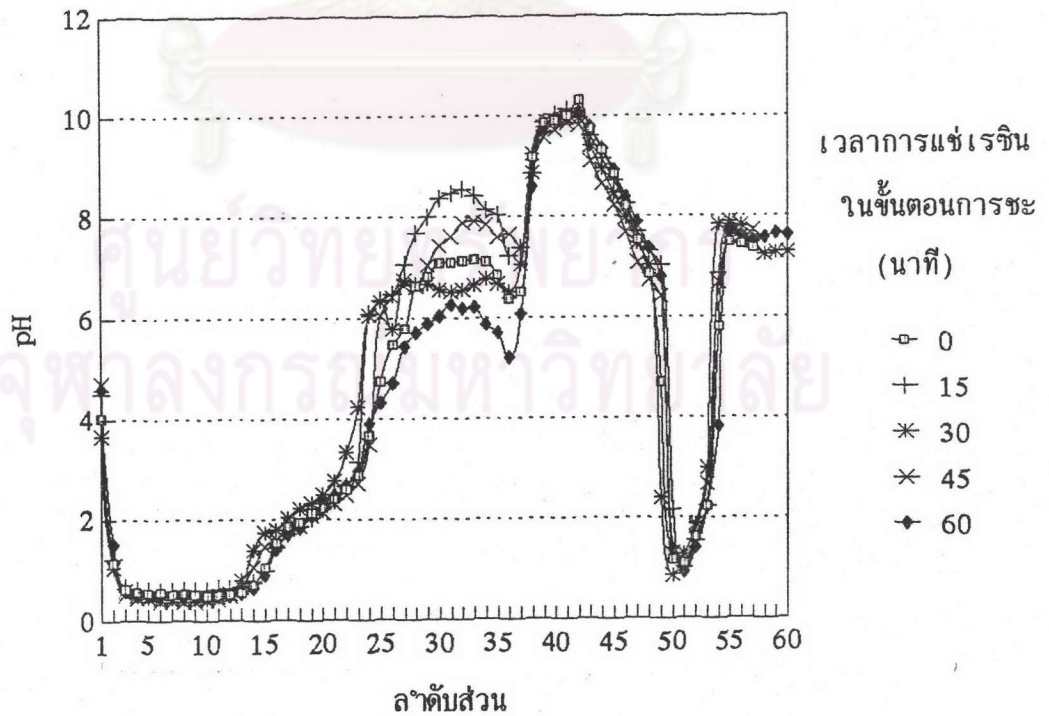
เวลาของการแช่เรซินจากขั้นตอนการดูดซับ เปอร์เซนต์ผลิตภัณฑ์กลับคืน
ในตัวชะต่าง 2 รมลาร์แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์
(นาที)

ไม่แช่ เรซินในตัวชะต่าง	81
15	84
30	88
45	91
60	89



* ไม้แช่เรซินในตู้ชะ 2 รมลาร์แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์

ภาพที่ 33: เปอร์เซนต์ผลผลิตกลับคืนจากการแปรเวลาแช่เรซินในขั้นตอนการชะ 15 30 45 และ 60 นาทีเปรียบเทียบกับการไม่แช่



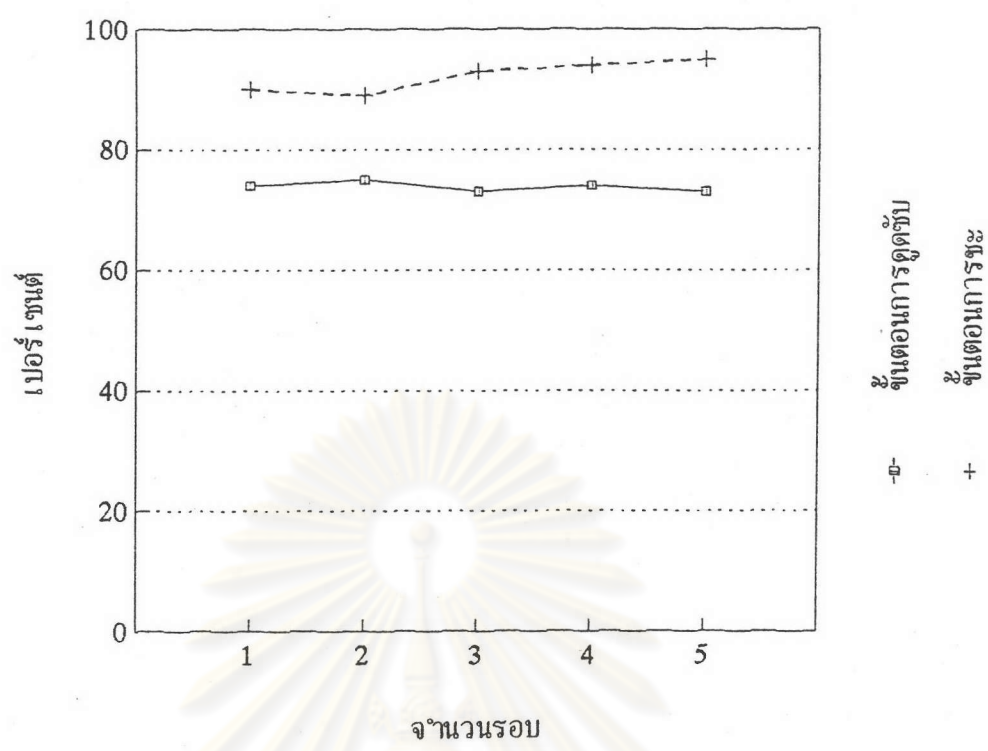
ภาพที่ 34: pH profile ในขั้นตอนการดูดซับและการชะจากการแปรเวลาการแช่เรซินในขั้นตอนการชะ 15 30 45 และ 60 นาที

3.2.3.3 ประสิทธิภาพของเรซินที่ผ่านการใช้งานหลายรอบ

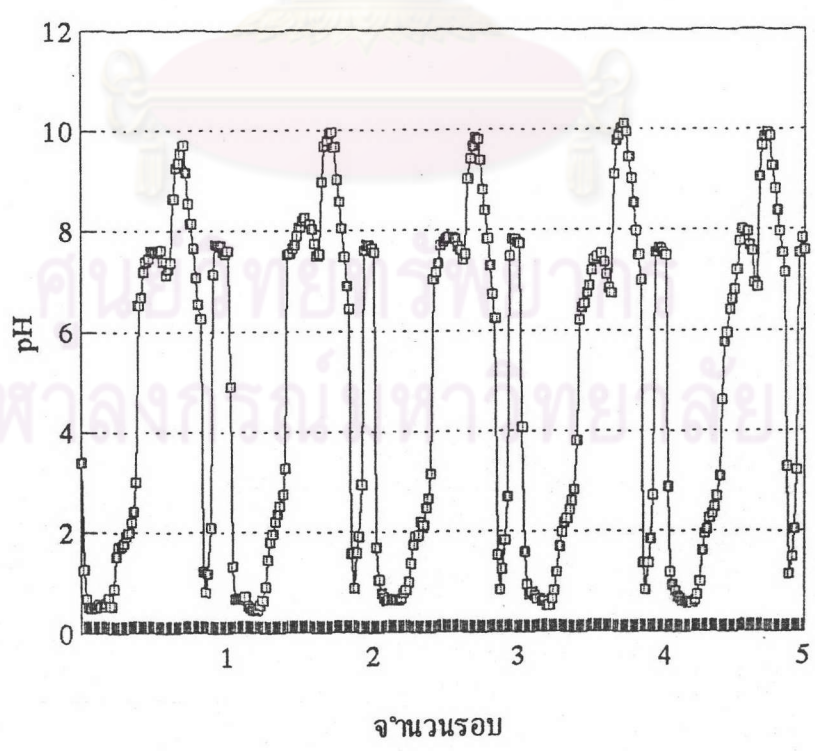
จากสภาวะเหมาะสมที่ได้คือในขั้นตอนการชะคือ แช่เรซินที่ผ่านการดูดซับแอล-ไลซีนในสารละลายที่ใช้ชะ 30 นาที และสารละลายตัวชะในการทดลองได้แก่ 2 โมลาร์แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 20 มล. 2 โมลาร์กรดไฮโดรคลอริก และน้ำกลั่นเรียงตามลำดับ ถ้าจนกระทั่งเก็บตัวอย่างวิเคราะห์แล้วไม่พบแอล-ไลซีนโมโนไฮโดรคลอไรด์ นำเรซินที่ผ่านการใช้งานนี้มาทดลองใช้งานซ้ำ 5 รอบ เพื่อพิจารณาประสิทธิภาพของเรซิน ได้ค่าผลิตผลกลับคืนคงที่ที่ระดับ 94-95 เปอร์เซ็นต์ ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 40 และภาพที่ 35-36

ตารางที่ 40: ประสิทธิภาพของเรซินเดิมโดยพิจารณาเปอร์เซ็นต์การดูดซับและผลิตผลกลับคืนในขั้นตอนการดูดซับและการชะเมื่อใช้งาน 5 รอบ

การใช้งานเรซิน (รอบ)	เปอร์เซ็นต์การดูดซับ แอล-ไลซีนโมโนไฮโดรคลอไรด์	เปอร์เซ็นต์ผลิตผลกลับคืน
1	74	90
2	75	89
3	73	93
4	74	94
5	73	95



ภาพที่ 35: เปอร์เซ็นต์การดูดซับและผลผลิตกลับคืนของการใช้งานเรซิน 5 รอบโดยใช้ตัวชะต่างและกรด 20 และ 22 มล. แช่เรซินในตัวชะต่าง 30 นาที



ภาพที่ 36: pH profile ในขั้นตอนการดูดซับและการชะของการใช้งานเรซิน 5 รอบ

3.2.4 ปัจจัยของอุณหภูมิในขั้นตอนการดูดซับและการชะ

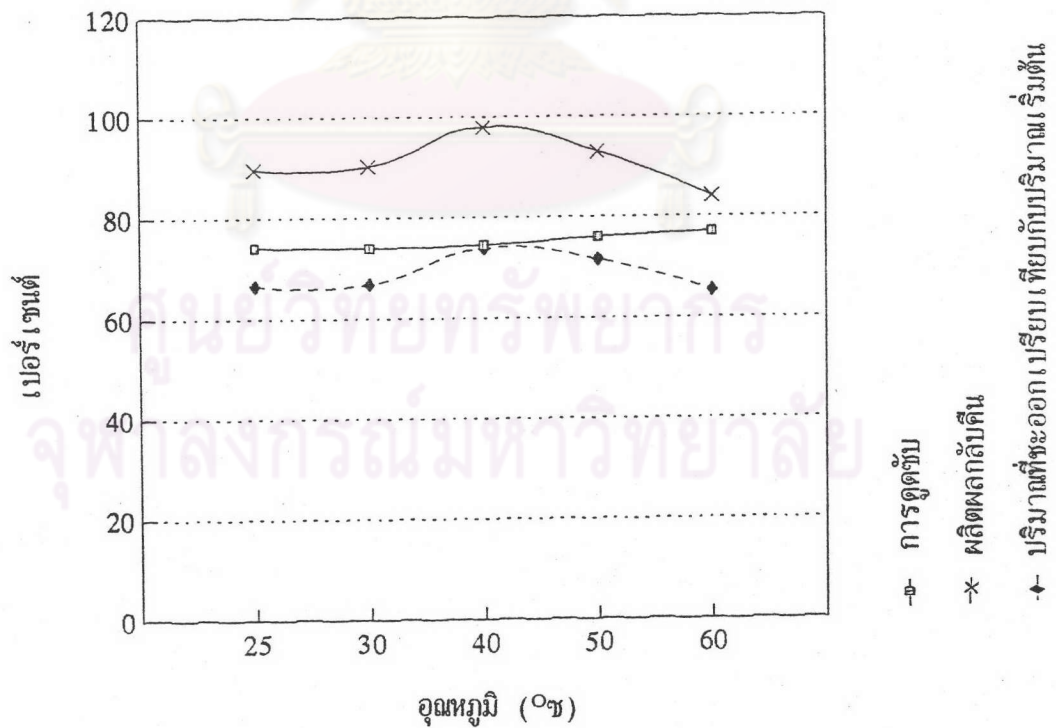
3.2.4.1 การแปรอุณหภูมิในขั้นตอนการดูดซับและการชะ

การศึกษาปัจจัยต่างๆที่ผ่านมาใช้สภาวะอุณหภูมิ 25 °ซ (49-51,66) เนื่องจากส่วนใหญ่มีรายงานการใช้งานที่อุณหภูมินี้ทั้งในขั้นตอนการดูดซับและการชะ สภาวะดังกล่าวต้องใช้ระบบทำความเย็นช่วยควบคุมอุณหภูมิ ต้นทุนของกระบวนการจึงรวมค่าใช้จ่ายส่วนนี้ด้วย สำหรับสภาวะอุณหภูมิของประเทศไทยโดยทั่วไปคือ 30-31 °ซ ถ้าสามารถปรับกระบวนการนี้ให้ใช้ได้ ที่อุณหภูมินี้จะช่วยลดต้นทุนจากระบบควบคุมอุณหภูมิ จึงน่าจะได้มีการศึกษาที่สภาวะนี้ นอกจากนี้ยังมีรายงานการศึกษาการใช้อุณหภูมิของระบบที่ 45 °ซ (145) และ 50 °ซ (68) โดยยังขาดรายละเอียดของผลการทดลอง เช่น เเปอร์เซ็นต์การดูดซับและการชะ เป็นต้น การทดลองนี้ได้แปรอุณหภูมิของระบบที่ 30-60 °ซ เพื่อนำผลมาเปรียบเทียบกับการทดลองที่อุณหภูมิ 25 °ซ

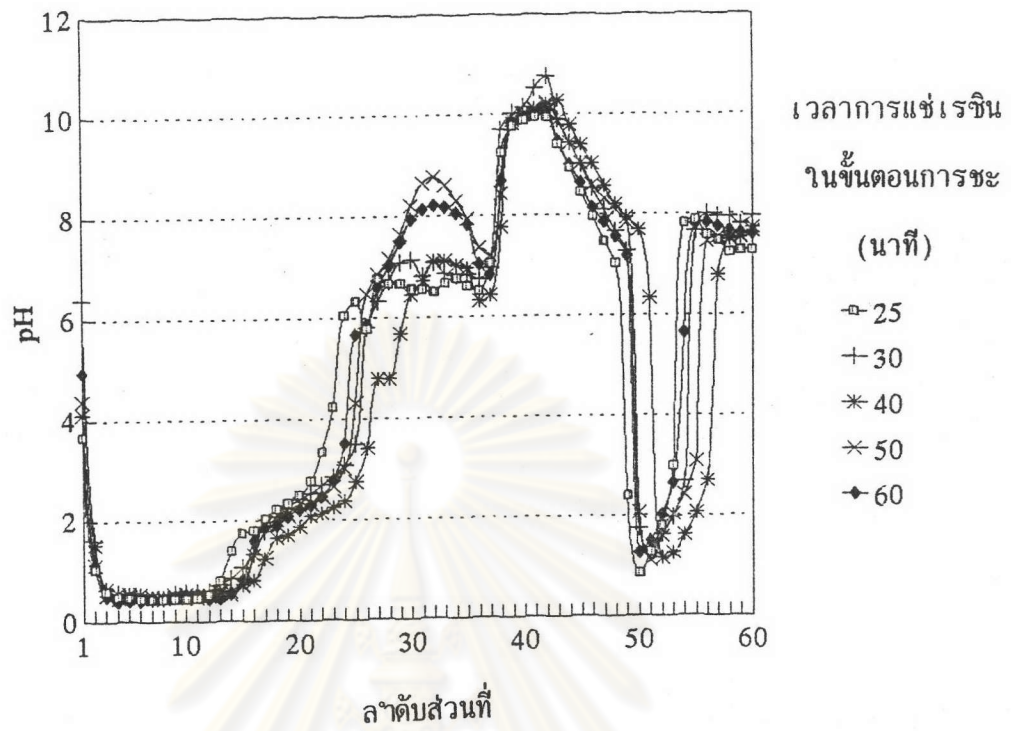
ผลการทดลองอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นไม่มีผลต่อขั้นตอนการดูดซับ ปริมาณการดูดซับยังคงเท่ากับระดับที่ใช้อุณหภูมิ 25 °ซ สำหรับในขั้นตอนการชะที่อุณหภูมิ 40 °ซ ให้เปอร์เซ็นต์ผลิตผลกลับคืนสูงที่สุดคือ 98 เเปอร์เซ็นต์ รองลงมาคือ 50 °ซ มีค่า 93 เเปอร์เซ็นต์ สำหรับอุณหภูมิ 25 และ 30 °ซ ให้ค่าผลิตผลกลับคืนใกล้เคียงกันคือ 89 และ 90 เเปอร์เซ็นต์ ส่วนกรณีอุณหภูมิ 60 °ซ ให้ค่าผลิตผลกลับคืนต่ำสุดคือ 84 เเปอร์เซ็นต์ เนื่องจากเป็นอุณหภูมิที่ค่อนข้างสูงทำให้ในขั้นตอนการชะ เกิดฟองอากาศจำนวนมากในคอลัมน์ทำให้ระบบขาดความต่อเนื่อง จากผลการทดลองในครั้งนี้ก็ไม่มีผลจาเป็นในการใช้อุณหภูมิที่ 25 °ซ อีก การใช้อุณหภูมิของระบบที่ 30 °ซ โดยไม่ต้องมีระบบควบคุมอุณหภูมิเข้ามาช่วยก็ให้ผลในระดับเดียวกัน สำหรับอุณหภูมิ 40 °ซ ที่ทำให้ได้ค่าผลิตผลกลับคืนเพิ่มขึ้น 8 เเปอร์เซ็นต์ การพิจารณาที่จะใช้อุณหภูมินี้ต้องคำนึงถึงความคุ้มค่าในการเพิ่มระบบทำความร้อนขึ้นมาเพื่อทำให้อุณหภูมิระบบสูงขึ้นไปอีก 10 °ซ ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 41 และภาพที่ 37-38

ตารางที่ 41: เปอร์เซนต์การดูดซับและผลิตผลกลับคืนของแอล-ไลซีนโรมันไฮดร
คลอไรด์ที่อุณหภูมิ 25-60 °ซ

อุณหภูมิ (°ซ)	เปอร์เซนต์การดูดซับ	เปอร์เซนต์ผลิตผลกลับคืน
25	74	89
30	74	90
40	75	98
50	76	93
60	77	83



ภาพที่ 37: เปอร์เซนต์การดูดซับ ผลิตผลกลับคืน และปริมาณที่หะออกเปรียบเทียบกับ
ปริมาณเริ่มต้นของแอล-ไลซีนโรมันไฮดรคลอไรด์ที่อุณหภูมิ 25-60 °ซ



ภาพที่ 38: pH profile ในขั้นตอนการดูดซับและการชะจากการแปรอุณหภูมิ 25-60 °ซ

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

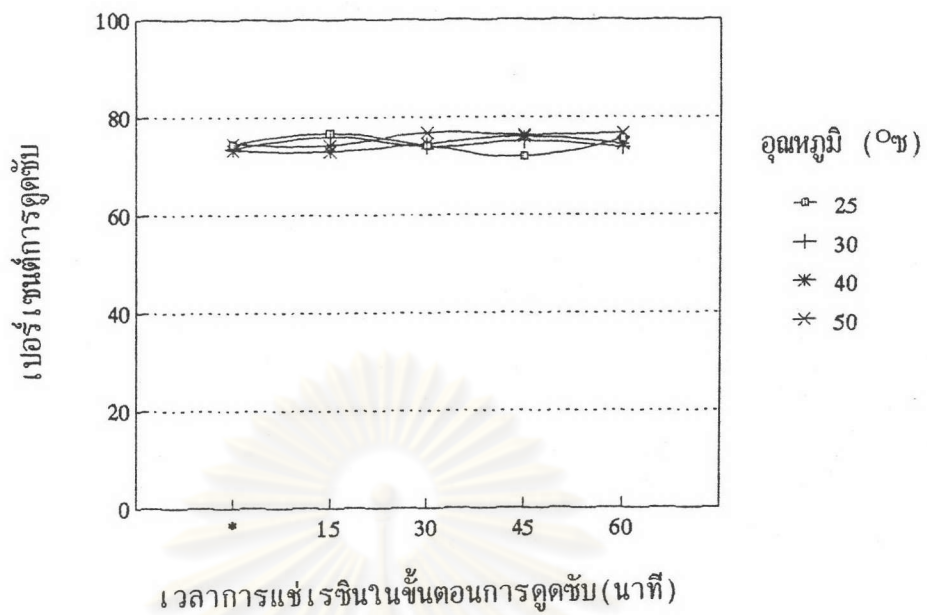
3.2.4.2 การหาเวลาที่ถึงจุดอ้อมตัวในขั้นตอนการดูซ้ำและการชะที่อุณหภูมิต่างๆ

วิธีการทดลองในข้อ 2.3.3 เวลาที่ถึงจุดอ้อมตัวของเรซินในขั้นตอนการดูซ้ำและการชะยึดเอาจากการศึกษาที่อุณหภูมิ 25 °ซ มาใช้ทั้ง 2 ขั้นตอน ซึ่งจากการทดลองที่ผ่านมาทำให้ยังไม่สามารถระบุได้ว่าเวลาที่ถึงจุดอ้อมตัวของเรซินในทั้ง 2 ขั้นตอนที่อุณหภูมิต่างๆ จะเท่ากันหรือไม่ ดังนั้นปัจจัยที่ศึกษาในการทดลองนี้คือ การแปรเวลาการแช่เรซินในขั้นตอนการดูซ้ำและการชะเปรียบเทียบกับกรณีไม่มีการแช่ และแปรอุณหภูมิ 25-50 °ซ จากผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 42 และภาพที่ 39-40 พบว่าในขั้นตอนการดูซ้ำค่าเปอร์เซ็นต์การดูซ้ำที่อุณหภูมิต่างๆ ไม่มีความแตกต่างกัน รวมทั้งปัจจัยการแช่เรซินเพื่อให้ถึงจุดอ้อมตัวก็ไม่มีผลเช่นกัน สำหรับในขั้นตอนการชะที่อุณหภูมิ 25 30 40 และ 50 °ซ มีเวลาที่เริ่มถึงจุดอ้อมตัวเท่ากันคือ เมื่อแช่เรซินในตัวชานาน 30 นาที

ตารางที่ 42: เปอร์เซนต์การดูซ้ำแอล-ไลซีนโรมันไฮโดรคลอไรด์และเปอร์เซนต์

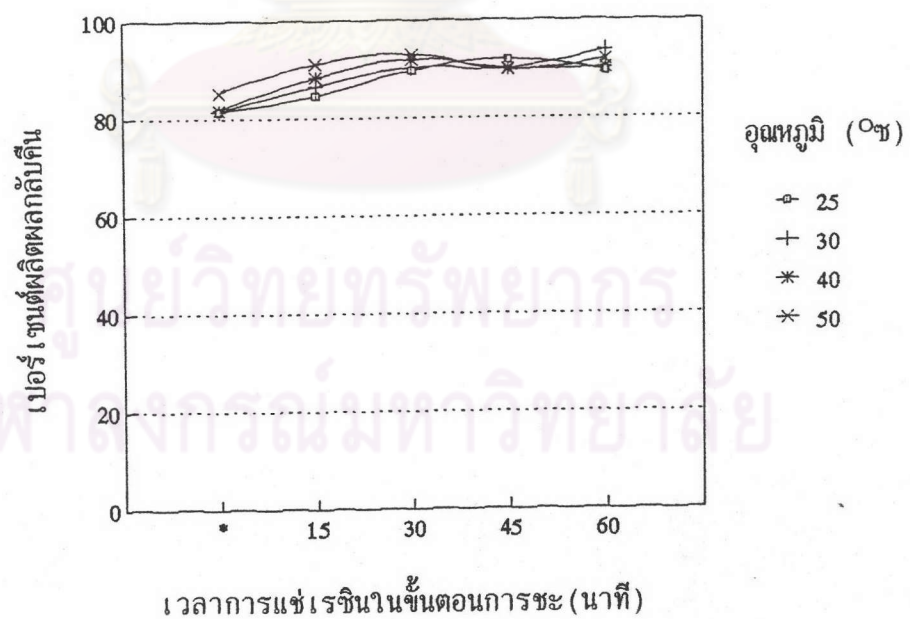
ผลิตผลกลับคืนจากการแปรอุณหภูมิ 25-50 °ซ และเวลาการแช่เรซินในขั้นตอนการชะ 0 15 30 45 และ 60 นาที

เวลาการแช่เรซินใน 2 โรมลาร์ แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ใน ขั้นตอนการชะ (นาที)	เปอร์เซนต์การดูซ้ำ				เปอร์เซนต์ผลิตผลกลับคืน			
	อุณหภูมิ (°ซ)				อุณหภูมิ (°ซ)			
	25	30	40	50	25	30	40	50
ไม่มี การแช่เรซิน	75	74	73	75	82	82	82	85
15	76	76	73	74	85	89	90	93
30	74	74	75	76	89	90	96	93
45	72	75	76	76	91	90	90	89
60	75	74	74	76	90	95	90	92



* ไม่แช่เรซินในสารละลายแอล-ไลซีนโรโมนไฮโดรคอลลอยด์

ภาพที่ 39: เปอร์เซนต์การงอกของแอล-ไลซีนโรโมนไฮโดรคอลลอยด์จากการแปรอุณหภูมิ 25-50 °C และเวลาการแช่เรซินในขั้นตอนการงอก 0 15 30 45 และ 60 นาที



* ไม่แช่เรซินในตัวชะ 2 โรลาร์แอมโรเนียมไฮดรอกไซด์

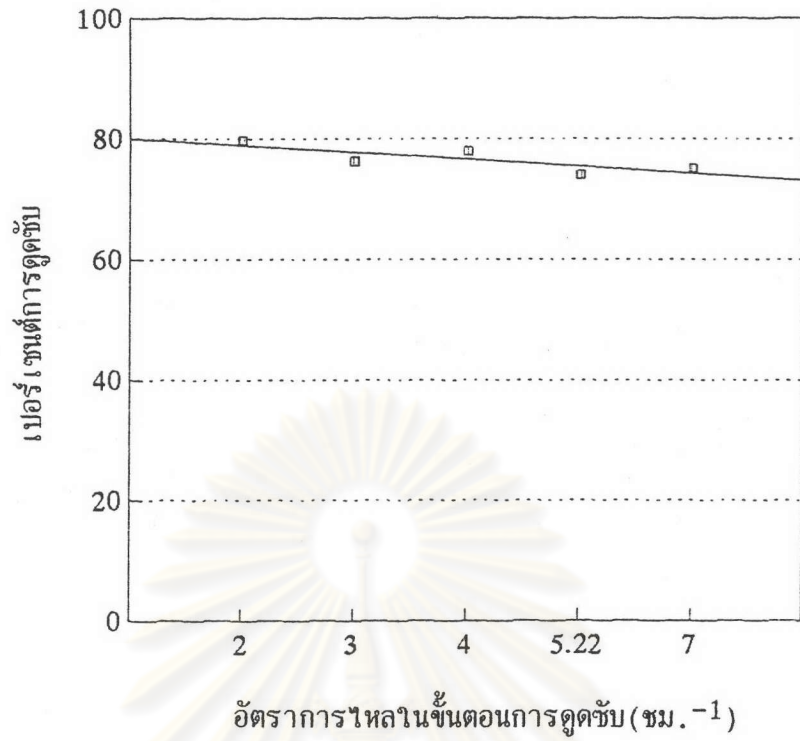
ภาพที่ 40: เปอร์เซนต์ผลผลิตกลับคืนของแอล-ไลซีนโรโมนไฮโดรคอลลอยด์จากการแปรอุณหภูมิ 25-50 °C และเวลาการแช่เรซินในขั้นตอนการงอก 0 15 30 45 และ 60 นาที

3.2.5 ปัจจัยของอัตราการไหล

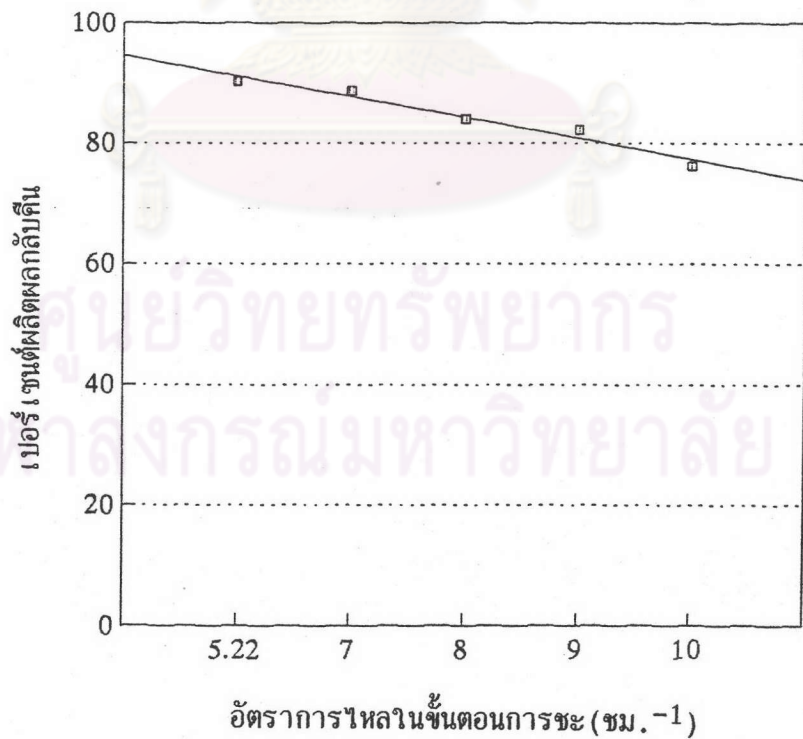
กระบวนการแยกแอล-ไลซีนด้วยคอลัมน์แคตไอออนเรซิน มีรายงานการวิจัยจำนวน คอลัมน์และขนาดต่างๆ รวมทั้งอัตราการไหลและหน่วยที่ใช้ อัตราการไหลที่ใช้มีทั้งกรณีที่ใช้อัตรา เดียวกันทั้งขั้นตอนการดูดซับและการชะและการใช้อัตราการไหลที่ต่างกันใน 2 ขั้นตอน ซึ่งการ พิจารณปัจจัยนี้คือ ต้องการให้ขั้นตอนการดูดซับแอล-ไลซีนมีเวลาเพียงพอต่อการเข้าเกาะกับ เรซินได้ดี (contaction time) และอัตราการไหลของตัวชะเอาแอล-ไลซีนออกจากเรซินได้ มากที่สุด ในการทดลองนี้ทำการแปรอัตราการไหลโดยใช้หน่วย space velocity (SV) หน่วย ชม.^{-1} ตามสูตรการคำนวณวิธีการทดลองข้อที่ 2.3.5 เพื่อใช้ในการเปรียบเทียบค่าอัตราการ ไหลที่ใช้ในการทดลองกับในรายงานเอกสาร จากผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 43 และ ภาพที่ 41-42 พบว่า อัตราการไหลในขั้นตอนการดูดซับและการชะที่ต่ำลงจะมีผลให้เปอร์เซ็นต์ การดูดซับและเปอร์เซ็นต์ผลิตผลกลับคืนสูงขึ้น อัตราการไหลที่ต่ำลงคือการเพิ่ม เวลาให้กับแอล- ไลซีนในการเข้าเกาะเรซินได้มากขึ้นในขั้นตอนการดูดซับ และให้เวลากับตัวชะในการชะเอา แอล-ไลซีนที่เกาะที่เรซินได้สมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ตารางที่ 43: เปอร์เซนต์การดูดซับและผลิตผลกลับคืนจากการแปรอัตราการไหล

ขั้นตอนการดูดซับ		ขั้นตอนการชะ	
อัตราการไหล (ชม. ⁻¹)	เปอร์เซนต์การดูดซับ	อัตราการไหล (ชม. ⁻¹)	เปอร์เซนต์ผลิตผลกลับคืน
2	80	5.22	90
3	76	7	88
4	77	8	84
5.22	74	9	82
7	75	10	76



ภาพที่ 41: เปอร์เซนต์การดูข้อจากการแปรอัตราการใช้เส้นในขั้นตอนการดูข้อ 2-7 ชม.-1



ภาพที่ 42: เปอร์เซนต์ผลผลิตกลับคืนจากการแปรอัตราการใช้เส้นในขั้นตอนการระ 5.22-10 ชม.-1

3.2.6 ปัจจัยของสิ่งปนเปื้อน

การพิจารณาอิทธิพลของสิ่งปนเปื้อนของวัตถุดิบในการหมัก ที่จะส่งผลกระทบต่อกระบวนการหมัก กระบวนการในตอนต้นจะศึกษาโดยใช้กากน้ำตาลและสารละลายการย่อยแป้งเป็นน้ำตาล เพราะเป็นวัตถุดิบที่ใช้ในการหมักเพื่อผลิตแอลกอฮอล์สิ่งปนเปื้อนและสารอาหารบางส่วนจะยังคงเหลืออยู่ในน้ำหมักหลังจากผ่านการหมักแล้ว จะทำการทดลองโดยใช้กากน้ำตาล สารละลายการย่อยแป้งเป็นน้ำตาลและสารอาหารที่ใช้ในการเพาะเลี้ยงเชื้อ ผสมลงในสารละลายแอลกอฮอล์โมโนโรสโตรคโลวไรต์ที่ระดับต่างๆ แล้วนำไปผ่านขั้นตอนในกระบวนการแยกแอลกอฮอล์และทำให้บริสุทธิ์จากสถานะเหมาะสมที่ศึกษาไว้ แต่จากสถิติบัตรการหมักแอลกอฮอล์ (26-32, 146) แสดงให้เห็นว่าอุตสาหกรรมการผลิตแอลกอฮอล์ในปัจจุบัน ใช้กลูโคสที่ได้จากการย่อยสลายแป้งเป็นแหล่งคาร์บอน ซึ่งจะถูกใช้จนหมดหลังเสร็จสิ้นการหมัก ดังนั้นการนำเอาสารละลายกลูโคสที่ได้จากการย่อยแป้งมาศึกษาในเรื่องอิทธิพลของสิ่งปนเปื้อนก็เป็นการพิจารณาที่ไม่ถูกต้อง และจากการตรวจสอบเอกสารในเรื่ององค์ประกอบของน้ำหมักหลังการหมัก มีการศึกษาถึงผลกระทบของไอออนสารอนินทรีย์โดยใช้สูตรอาหารที่ผสมขึ้น (49, 51) ไม่ใช่ส่วนที่เป็นสารอาหารที่แท้จริงหลังการหมัก ดังนั้นจึงเห็นว่าน่าจะได้ทำการศึกษาอิทธิพลของสิ่งปนเปื้อนจากวัตถุดิบในการหมัก โดยการใช้น้ำหมักแอลกอฮอล์

งานวิจัยนี้ใช้เชื้อ *B. lactofermentum* ATCC 21798 จากหลอดไลโอฟิลไลซ์แช่เยลอาหารเหลวสูตร PY (ภาคผนวกที่ 2.1) บ่มบนเครื่องเขย่า 250 รอบต่อนาที อุณหภูมิ 30 °C เป็นเวลา 48 ชม. ทำการตรวจลักษณะเชื้อเป็นแกรมบวก รูปแท่ง หลังจากนั้นนำเชื้อที่เจริญบนอาหารแข็งเอียงสูตร PY ในหลอดทดลอง ตามวิธีการทดลองที่ 2.3.6.2 เชื้อที่เจริญบนอาหารแข็งเอียง 1 ลูกเติมต่ออาหารเหลวสำหรับเลี้ยงหัวเชื้อ (ภาคผนวกที่ 2.2) ปริมาตร 20 มล. นำไปเลี้ยงตามวิธีการทดลองที่ 2.3.6.4(ก.) เป็นวิธีการเตรียมหัวเชื้อ จากนั้นรวมปริมาตรให้ได้ 350 มล. ถ่ายลงในอาหารเหลวสำหรับผลิตแอลกอฮอล์ (ภาคผนวกที่ 2.3) ปริมาตร 3150 มล. บรรจุในถังหมักขนาด 5 ลิตรนำไปเลี้ยงตามวิธีการทดลองที่ 2.3.6.4(ข.) เป็นการผลิตแอลกอฮอล์ ทำการเพาะเลี้ยงจนกระทั่งผลผลิตแอลกอฮอล์เริ่มลดลงเป็นเวลา 84 ชม. วิเคราะห์ปริมาณแอลกอฮอล์ทุก 4 ชม. ได้ผลการทดลองตามตารางที่ 44 และภาพที่ 43

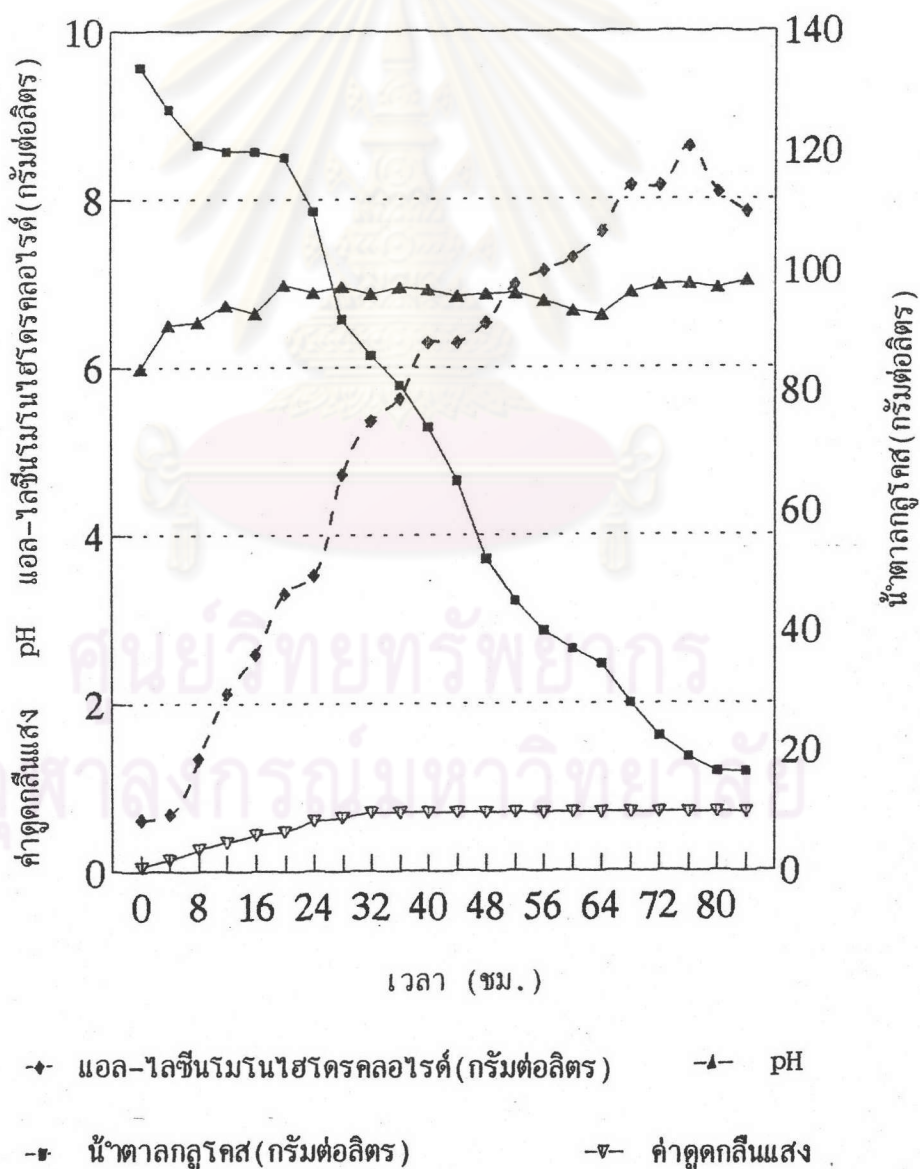
ตารางที่ 44: ผลการเพาะเลี้ยง *B. lactofermentum* ATCC 21798

ในถังหมักขนาด 5 ลิตร

เวลา (ชม.)	ค่าดูดกลืนแสง(X10) (580 นาโนเมตร)	pH	น้ำตาลกลูโคส (กรัมต่อลิตร)	แอล-ไลซีน (กรัมต่อลิตร)
0	0.050	5.99	134	0.621
4	0.140	6.50	127	0.683
8	0.264	6.54	121	1.340
12	0.348	6.74	120	2.117
16	0.435	6.64	120	2.583
20	0.473	6.98	119	3.301
24	0.600	6.89	110	3.524
28	0.640	6.96	92	4.719
32	0.700	6.87	86	5.360
36	0.700	6.95	81	5.621
40	0.700	6.92	74	6.291
44	0.700	6.84	65	6.291
48	0.700	6.87	52	6.524
52	0.700	6.88	45	6.991
56	0.700	6.79	40	7.146
60	0.700	6.67	37	7.301
64	0.700	6.62	34.50	7.612
68	0.700	6.89	28	8.156
72	0.700	6.98	22.50	8.156
76	0.700	6.99	19	8.622

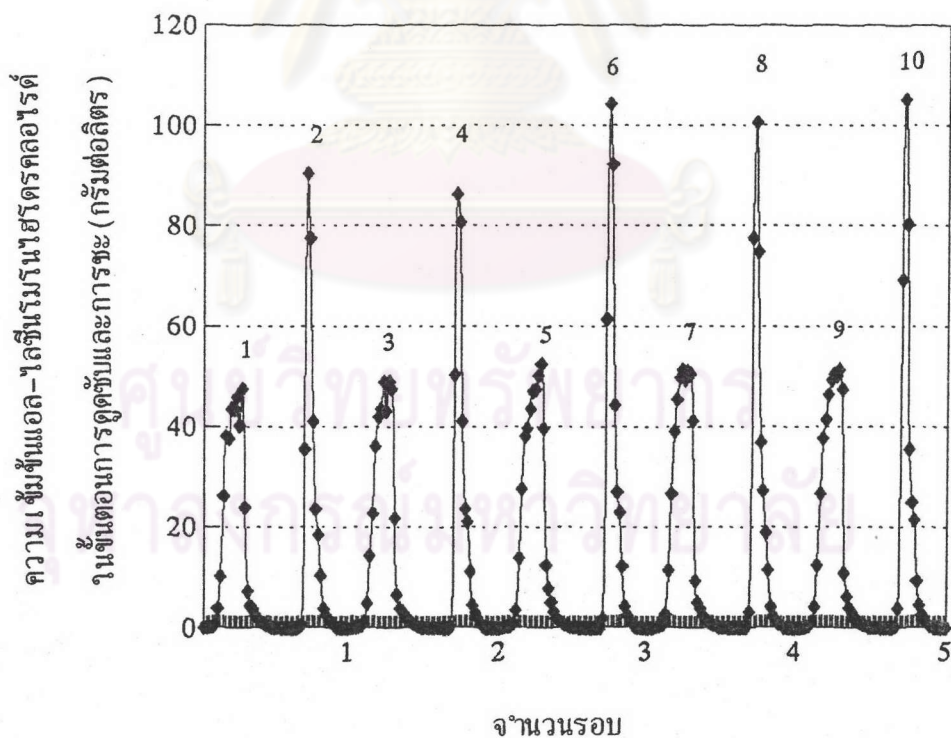
ตารางที่ 44 (ต่อ)

เวลา (ชม.)	ค่าดูดกลืนแสง(X10) (580 นาโนเมตร)	pH	น้ำตาลกลูโคส (กรัมต่อลิตร)	แอล-ไลซีน (กรัมต่อลิตร)
80	0.700	6.94	16.50	8.078
84	0.700	7.03	16.50	7.845

ภาพที่ 43: ผลการเพาะเลี้ยง *B. lactofermentum* ATCC 21798 ในถังหมักขนาด 5 ลิตร

ตารางที่ 45: เปอร์เซนต์การดูดซับและผลิตผลกลับคืนของน้ำหมักจากการใช้งานเรซินเดิม
5 รอบ

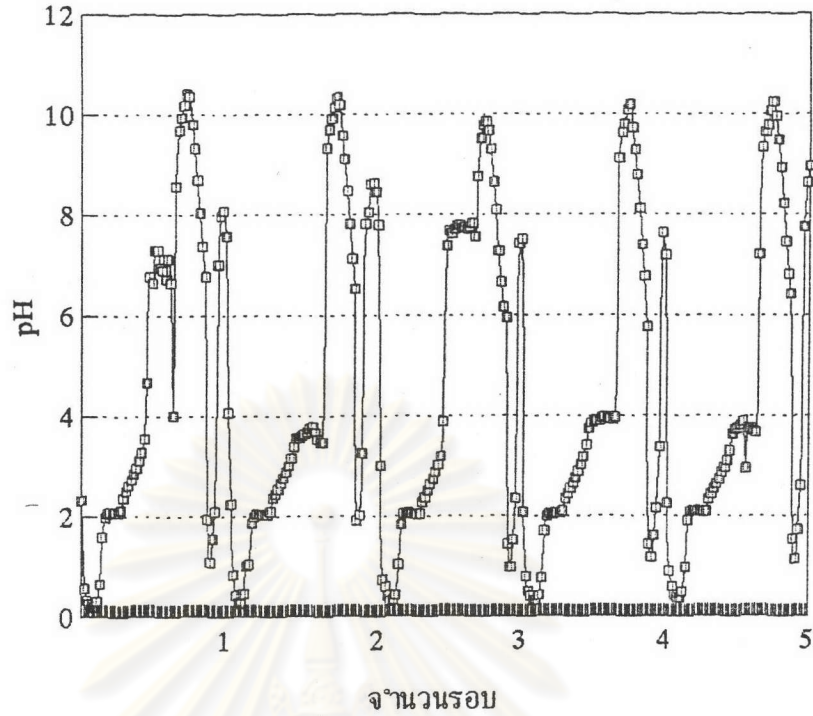
การใช้งานเรซิน(รอบ)	เปอร์เซนต์การดูดซับ	เปอร์เซนต์ผลิตผลกลับคืน
1	59	55
2	58	60
3	54	73
4	53	72
5	53	72



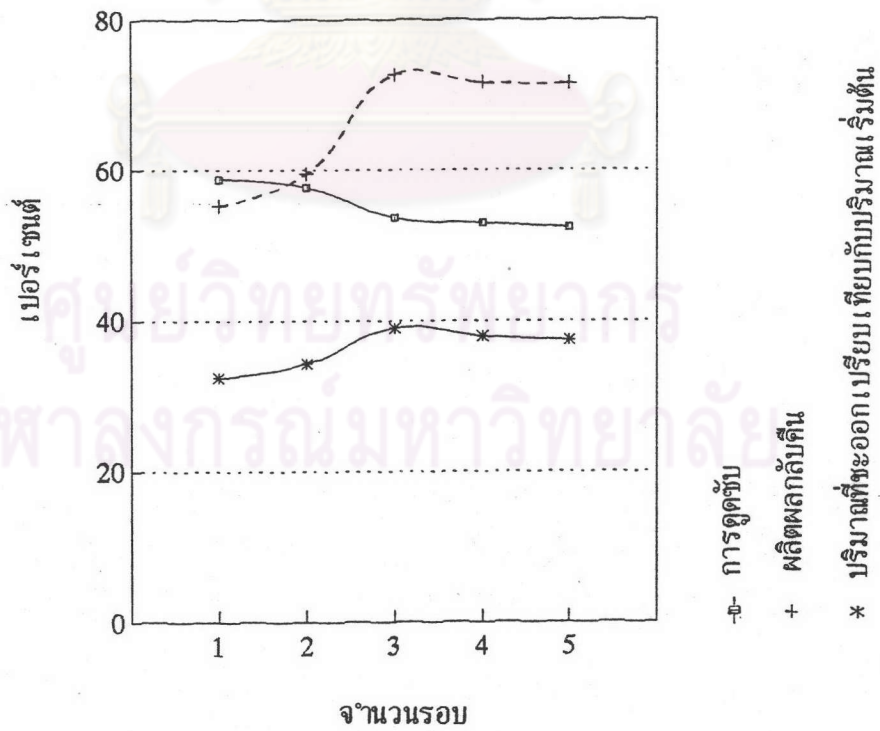
หมายเลข: 1 3 5 7 9 คือพีคในขั้นตอนการดูดซับ (พีคที่แสดงคือส่วนที่ไม่ถูกดูดซับ)

หมายเลข: 2 4 6 8 10 คือพีคในขั้นตอนการชะ

ภาพที่ 44: profile ในขั้นตอนการดูดซับและการชะของน้ำหมักแอลกอฮอล์จำนวน 5 รอบ



ภาพที่ 45: pH profile ในขั้นตอนการดูดซับและการชะของน้ำหมักแอล-ไลซีน จำนวน 5 รอบ



ภาพที่ 46: เปอร์เซ็นต์การดูดซับ ผลผลิตกลับคืนและปริมาณที่ชะออกเปรียบเทียบกับปริมาณเริ่มต้นของน้ำหมักแอล-ไลซีน

3.3 สภาวะของการตกผลึก

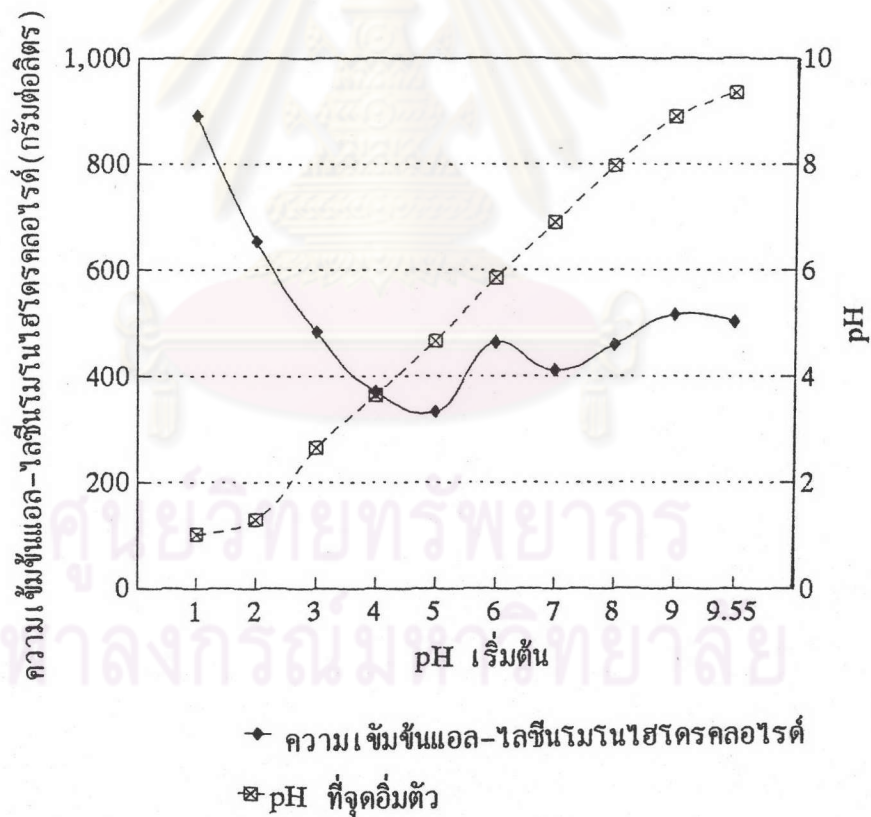
กระบวนการแยกแอล-ไลซีนจากน้ำหมักให้บริสุทธิ์และเข้มข้น เมื่อน้ำหมักผ่านขั้นตอนการแยกด้วยคอลัมน์แคตไอออนเรซินแล้ว แอล-ไลซีนส่วนที่ถูกชะออกมาจะมีสภาพเป็นด่าง ต้องปรับ pH ที่ค่าหนึ่งก่อนนำไปทำให้เข้มข้นด้วยเครื่องระเหยแบบสูญญากาศ เพื่อให้เข้มข้นถึงจุดอิ่มตัวของการละลาย ซึ่งปัจจัยนี้มีความสำคัญและจำเป็นต้องขึ้นตอนการตกผลึก จึงทำการตกผลึกแอล-ไลซีนที่ pH ต่างๆ เพื่อต้องการทราบระดับความเข้มข้นที่จุดอิ่มตัวของการละลายที่ pH ต่างๆ ดังแสดงในตารางที่ 46 และภาพที่ 47 ระดับความเข้มข้นที่จุดอิ่มตัวของการละลายสูงที่สุดที่ pH 1.0 ค่า pH ถัดมาจะมีระดับความเข้มข้นลดลงเรื่อยๆ จนมีระดับต่ำที่สุดที่ pH 5.0 ที่ pH 6.0 จะมีค่าเพิ่ม แต่ที่ pH 7.0 จะมีค่าต่ำลงอีกเล็กน้อย และที่ค่า pH สูงขึ้นไปจากนี้จะมีระดับความเข้มข้นเพิ่มขึ้นอีกเล็กน้อย หลังจากนั้นนำผลึกอบแห้งที่ได้ไปวัดค่าสเปกโทรโฟโตเมตริกด้วยเครื่องวัดค่าการเบี่ยงเบนแสง (Polarimeter) ตามวิธีการของสำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม (12) เพื่อตรวจสอบคุณลักษณะของผลึกที่ได้เปรียบเทียบกับผลึกแอล-ไลซีนโรโมนไฮโดรคลอไรด์ของบริษัท อายิโรเนะโรดิเอะ (ประเทศไทย) จำกัด ได้ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 47 ซึ่งผลการวัดค่าสเปกโทรโฟโตเมตริกที่ได้นั้นต่ำกว่าค่ามาตรฐานในช่วง +2 - +3

ตารางที่ 46: ความเข้มข้นที่จุดอิ่มตัวของการละลายของแอล-ไลซีนโรโมนไฮโดรคลอไรด์ ที่ pH ต่างๆ อุณหภูมิ 31 °ซ

ค่า pH ของสารละลาย		ความเข้มข้นเฉลี่ยของแอล-ไลซีนโรโมนไฮโดรคลอไรด์ ที่จุดอิ่มตัวของการละลาย (กรัมต่อลิตร)
ก่อนตกผลึก	หลังตกผลึก	
1.00	1.02	891.67
2.00	1.30	654.17
3.00	2.65	483.34
4.00	3.65	370.84
5.00	4.66	333.34
6.00	5.85	463.75

ตารางที่ 46 (ต่อ)

ค่า pH ของสารละลาย		ความเข้มข้นเฉลี่ยของแอล-ไลซีนโรโมนไฮโดรคลอไรด์
ก่อนตกผลึก	หลังตกผลึก	ที่จุดอิ่มตัวของการละลาย (กรัมต่อลิตร)
7.00	6.90	411.25
8.00	7.97	459.38
9.00	8.89	516.25
9.55	9.35	503.13



ภาพที่ 47: ความเข้มข้นที่จุดอิ่มตัวของการละลายแอล-ไลซีนโรโมนไฮโดรคลอไรด์ ที่ pH 1.00-9.55 อุณหภูมิ 31 °ซ

ตารางที่ 47: ค่าสเปกโทรโฟโตเมตริก [α]_D²⁵ ของผลึกแอล-ไลซีนโรโมนไฮโดรคลอไรด์ที่ pH ต่างๆ เปรียบเทียบกับค่ามาตรฐานอุตสาหกรรม

ผลึกแอล-ไลซีนโรโมนไฮโดรคลอไรด์ ที่เตรียมที่ pH ต่างๆ	ค่าสเปกโทรโฟโตเมตริก [α] _D ²⁵	
	รูปแบบการคำนวณเนื้อสาร	
	ผลึกรูปแอนไฮดริส (L-lysine.HCl)	ผลึกรูปไดไฮเดรท (L-lysine.HCl.2H ₂ O)
- กำหนดของมาตรฐานอุตสาหกรรม	+19.0-21.5	
- แอล-ไลซีนโรโมนไฮโดรคลอไรด์ของบริษัท		
อายิโรโมนโรต๊ะ (ประเทศไทย) จำกัด	19.978	
pH 1.00	17.047	18.976
pH 2.00	16.611	19.106
pH 3.00	16.042	18.716
pH 4.00	16.661	19.369
pH 5.00	16.080	-
pH 6.00	16.651	-
pH 7.00	16.579	19.288
pH 8.00	16.532	-
pH 9.00	16.656	18.942
pH 9.55	16.400	19.021

หมายเหตุ:

- ความยาวเซลล์สำหรับวัดค่าสเปกโทรโฟโตเมตริก = 100 ซม.
- ความเข้มข้นของตัวอย่างในสารละลาย 6 รมลาร์
- กรดไฮโดรคลอริก = 2.5 เปอร์เซ็นต์
- ช่องผ่านของแสงโซเดียม (φ) = 8.0

3.4 การวิเคราะห์ปริมาณแอล-ไลซีนโรมันไฮโดรคลอไรด์

3.4.1 การวิเคราะห์โดยการวัดค่าการดูดกลืนแสง

วิธีวิเคราะห์ทำตามวิธีของ Pomthong(1989)(104) รายละเอียดของวิธีการแสดงในวิธีการทดลองข้อที่ 2.5.1 ซึ่งเดิมตัวอย่างที่ทำปฏิกิริยากับนินไฮดรินรีเอเจนต์ นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ 400 นาโนเมตร แต่เมื่อทำการทดลองกับระบบคอลัมน์แปรอัตราการไหลผลที่ได้ไม่มีความแตกต่างกัน และค่าเปอร์เซ็นต์การดูดซับและผลิตผลกลับคืนจากขั้นตอนการดูดซับมีค่าต่ำมาก ทั้งที่เป็นการศึกษาโดยการใส่สารละลายแอล-ไลซีนโรมันไฮโดรคลอไรด์ที่มีความบริสุทธิ์ 98.5 เปอร์เซ็นต์ จึงสันนิษฐานว่าเกิดจากกราฟมาตรฐานที่ได้จากการวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ 400 นาโนเมตร อาจมีความแตกต่างกันของกราฟมาตรฐานของตัวอย่างในขั้นตอนการดูดซับ ซึ่งเป็นกรดในช่วง 2-4 และตัวอย่างในขั้นตอนการชะสภาพเป็นด่างในช่วง 9-10 จึงทำการแปรช่วงคลื่นในการดูดกลืนแสง(scan peak)ตามวิธีของ Pomthong แบ่งตัวอย่างในช่วงเป็นกรดและด่าง เพื่อพิจารณาว่าค่าดูดกลืนแสงสูงสุดอยู่ที่ 400 นาโนเมตรตามที่รายงานหรือไม่ ได้ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 48 และภาพที่ 48

ตารางที่ 48: พิกของการสแกนตัวอย่างที่ทำปฏิกิริยากับนินไฮดรินรีเอเจนต์ที่ pH ต่างๆ

ขั้นตอน	ค่า pH ของตัวอย่างที่ทำปฏิกิริยากับนินไฮดรินรีเอเจนต์	ความยาวคลื่นที่พิกแสดง (นาโนเมตร)
การดูดซับ	1.0	441.60
	2.0	437.80
	3.0	440.00
	4.0	439.00
	5.0	439.20
	6.0	441.40
	7.0	441.80

ตารางที่ 48 (ต่อ)

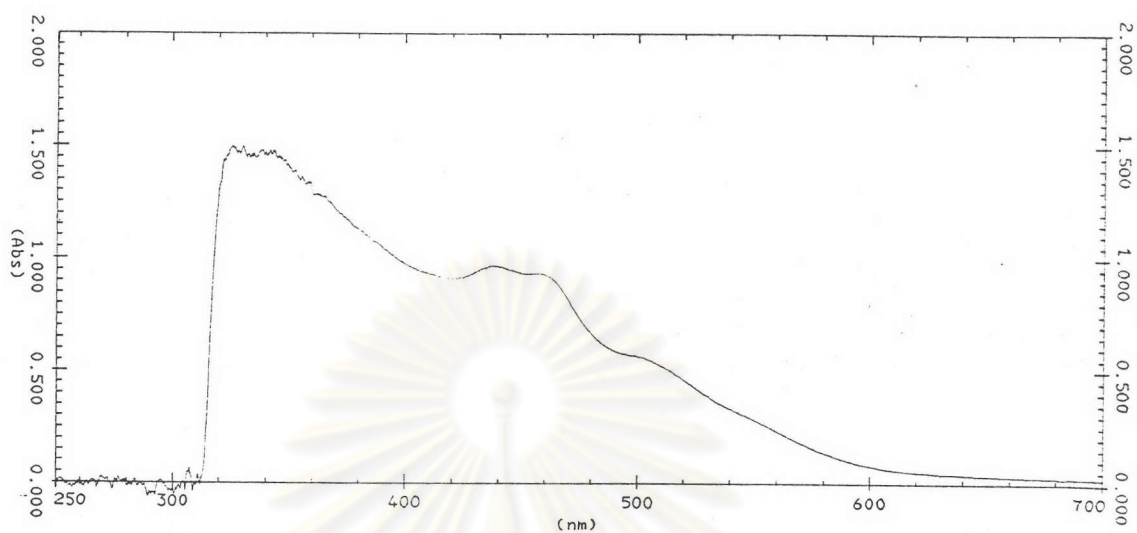
ขั้นตอน	ค่า pH ของตัวอย่างที่ทำปฏิกิริยากับนินไฮดรินรีเอเจนต์	ความยาวคลื่นที่พีคแสดง (นาโนเมตร)
	8.0	442.80
การชะ	9.0	444.00
	10.0	444.00
	11.0	445.20

หมายเหตุ:

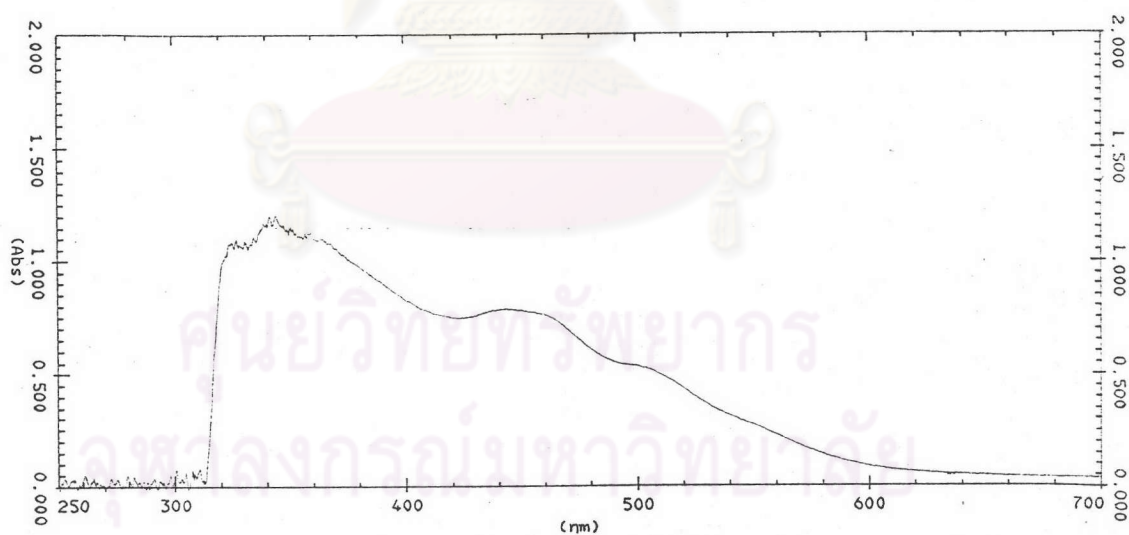
- pathlength = 1.0 ซม.
- slit width = 2.0
- blank ของการสแกน : ในช่วงกรด คือ น้ำกลั่น

ในช่วงด่าง คือ 2 รมลาร์ แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์

ผลการทดลองพบว่าค่าดูดกลืนแสงสูงสุดอยู่ที่ 440 นาโนเมตรทั้ง 2 ขั้นตอน ซึ่งเมื่อทำกราฟมาตรฐานที่ความยาวคลื่นนี้เปรียบเทียบกับกราฟมาตรฐานเดิม พบว่าเส้นกราฟจะเบนออกจากเดิมทั้งในขั้นตอนการดูดซับและการชะ 5 และ 10 เปอร์เซ็นต์ตามลำดับ ดังแสดงในภาพที่ 49 ดังนั้นกราฟมาตรฐานใหม่จะมี 2 เส้นเนื่องจากใน 2 ขั้นตอนมีช่วง pH ต่างกัน ในการวิเคราะห์ปฏิกิริยาเกิดได้ดีในสภาพกรด ซึ่งในขั้นตอนการดูดซับจะให้ตัวอย่างในสภาพกรดช่วง pH 1-4 และทำปฏิกิริยากับนินไฮดรินได้ดีกว่า ส่วนในขั้นตอนการชะจะให้ตัวอย่างในสภาพด่างช่วง pH 8-10 การเกิดปฏิกิริยาจะดีกว่า ดังนั้นการอ่านค่าตัวอย่างจากการทดลองจึงแยกใช้เส้นกราฟมาตรฐานของแต่ละขั้นตอน

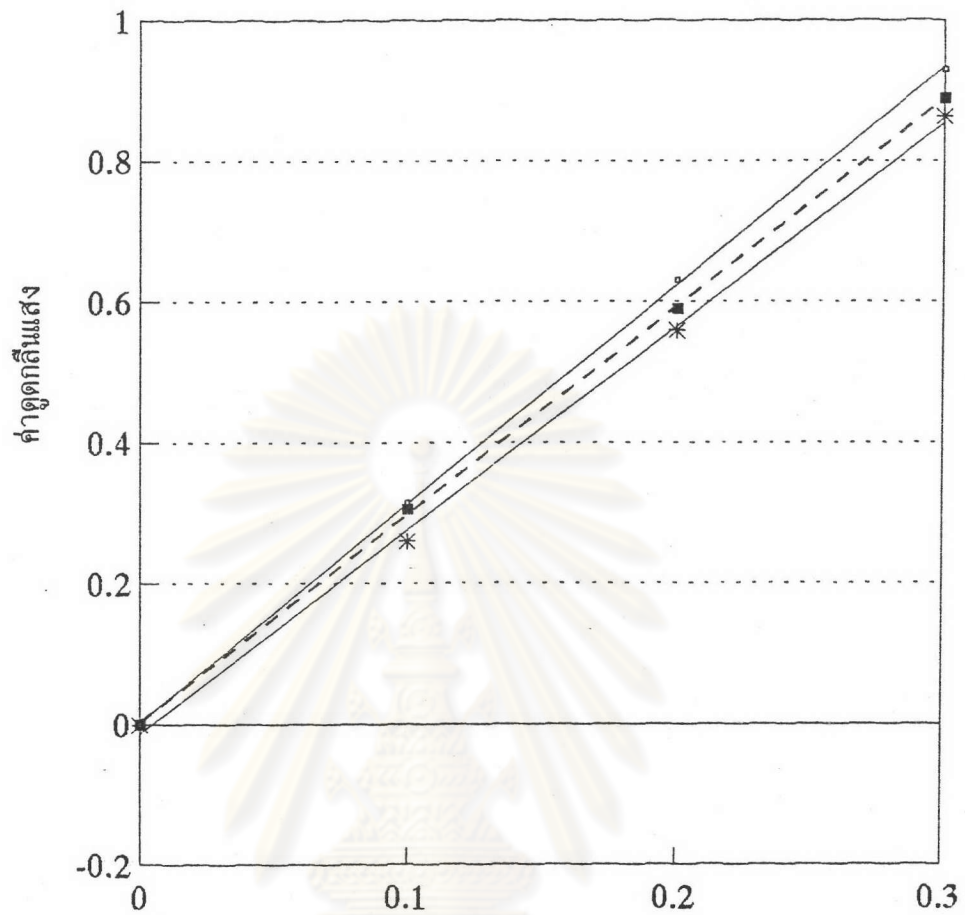


ตัวอย่างแอลไลซีนรีเอเจนต์ไฮดรคลอไรด์ pH 2.0



ตัวอย่างแอลไลซีนรีเอเจนต์ไฮดรคลอไรด์ pH 10.0

ภาพที่ 48: พิสูจน์การสแกนตัวอย่างที่ทาปฏิกิริยากับนินไฮดรินรีเอเจนต์ที่ pH 2 และ 10



ความเข้มข้นแอล-ไลซีนโรมันไฮดรอกโลไรด์ (กรัมต่อลิตร)

ความยาวคลื่น (นาโนเมตร)

—○— 400

—■— 440(pH 2.0)

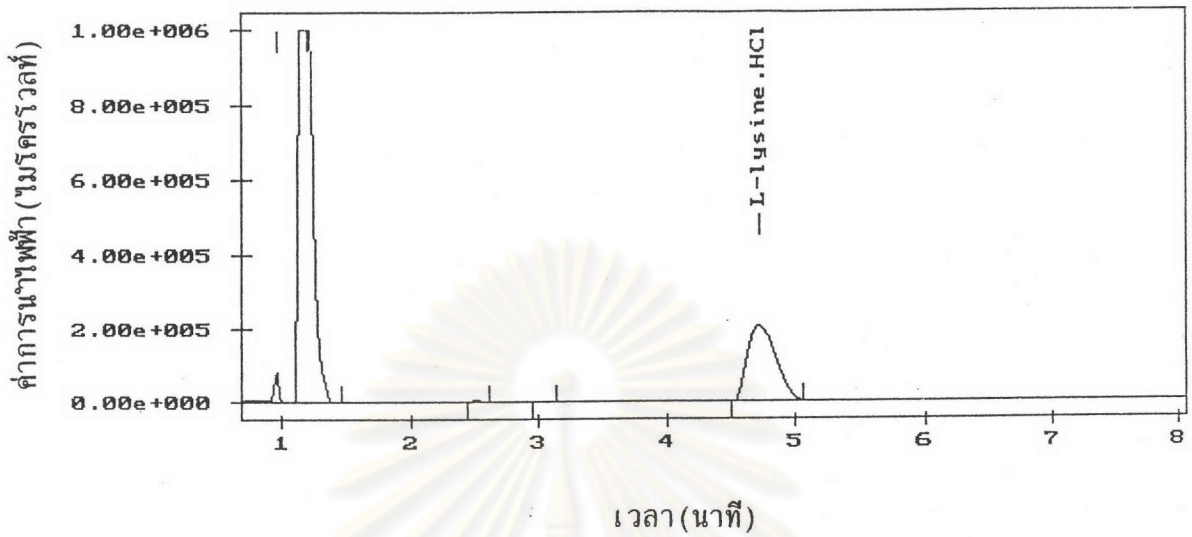
—*— 440(pH 10.0)

ภาพที่ 49: กราฟมาตรฐานที่ความยาวคลื่น 440 นาโนเมตรในขั้นตอนการดูดซับ และการชะเปรียบเทียบกับกราฟมาตรฐานเดิม

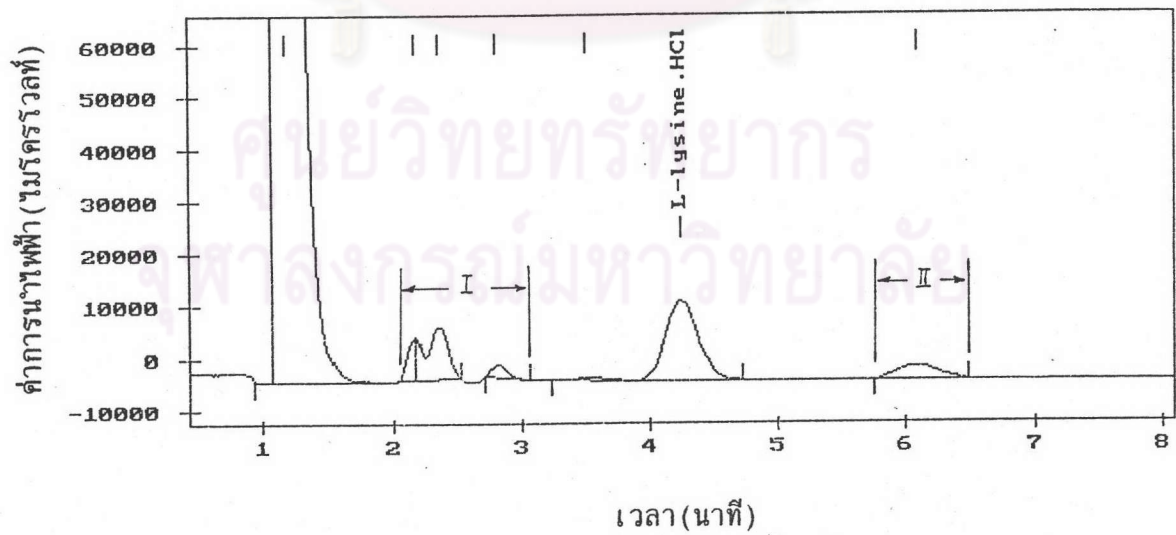
3.4.2 การวิเคราะห์โดยวิธีไอออนโครมาโตกราฟี

การวิเคราะห์ปริมาณแอล-ไลซีนโรนไฮโดรคลอไรด์โดยวิธีไอออนโครมาโตกราฟี ตามวิธีการทดลองข้อที่ 2.5.2 เพื่อให้ได้ค่าแม่นยำพบว่า กราฟมาตรฐานแอล-ไลซีนโรนไฮโดรคลอไรด์มีเวลาที่เหมาะสมของสารที่อยู่ในคอลัมน์ 4.7 นาที แต่ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยวิธีไอออนโครมาโตกราฟี พบว่าในทุกตัวอย่างมีพีค unknown แสดงที่เวลาต่างๆ ด้วย ได้แก่ นาทีที่ 2-3 และ 6 นาที โดยกำหนดให้เป็นพีค I และ II ตามลำดับ ดังแสดงในภาพที่ 50-51 เมื่อนำตัวอย่างพีค unknown ทั้ง I และ II มาวิเคราะห์ด้วยแมสสเปกโตรมิเตอร์ โดยใส่ตัวอย่างผ่านเครื่องลิวอิโดโครมาโตกราฟีด้วยประจุลบ พบพีคที่ $m/e = 145$ ซึ่งเป็น pseudo-molecular ion $[(M-H)^-]$ ของแอล-ไลซีนโรนไฮโดรคลอไรด์ (มวลโมเลกุล 146) ทั้งในตัวอย่างแอล-ไลซีนมาตรฐานและแอล-ไลซีนเกรดผสมอาหารสัตว์ แต่ในตัวอย่างแอล-ไลซีนโรนไฮโดรคลอไรด์ที่ผ่านเครื่องไอออนโครมาโตกราฟีพบพีค $m/e = 145$ ซึ่งเป็นของแอล-ไลซีนโรนไฮโดรคลอไรด์แล้วยังพบพีคที่ $m/e = 149$ ซึ่งเป็น pseudomolecular ion ของกรดทาร์ทาริก (มวลโมเลกุล 150) ซึ่งใช้ในเฟสเคลื่อนที่ นอกจากนี้ยังพบพีคอื่นเนื่องมาจากสิ่งแปลกปลอมอื่นจำนวนเล็กน้อย พีค unknown ทั้ง 2 มีสิ่งปนเปื้อนที่มวลโมเลกุลต่างๆ ในเปอร์เซ็นต์ที่ต่างต่างกัน รวมทั้งมีพีคของแอล-ไลซีนในปริมาณต่ำ ดังนั้นวิธีนี้อาจไม่เหมาะสมที่จะนำมาใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณแอล-ไลซีนโรนไฮโดรคลอไรด์ ดังแสดงในภาพที่ 52-56

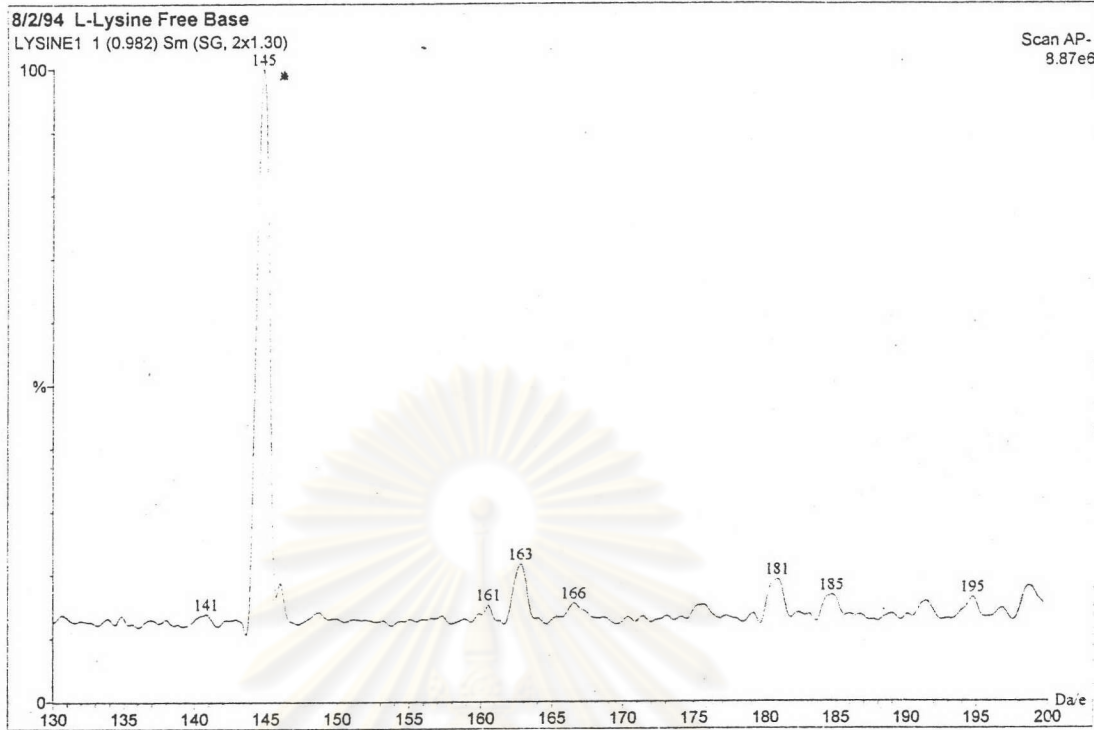
* พีคของแอล-ไลซีนโรนไฮโดรคลอไรด์คือมวลโมเลกุล 145 (ภาพที่ 52-56)



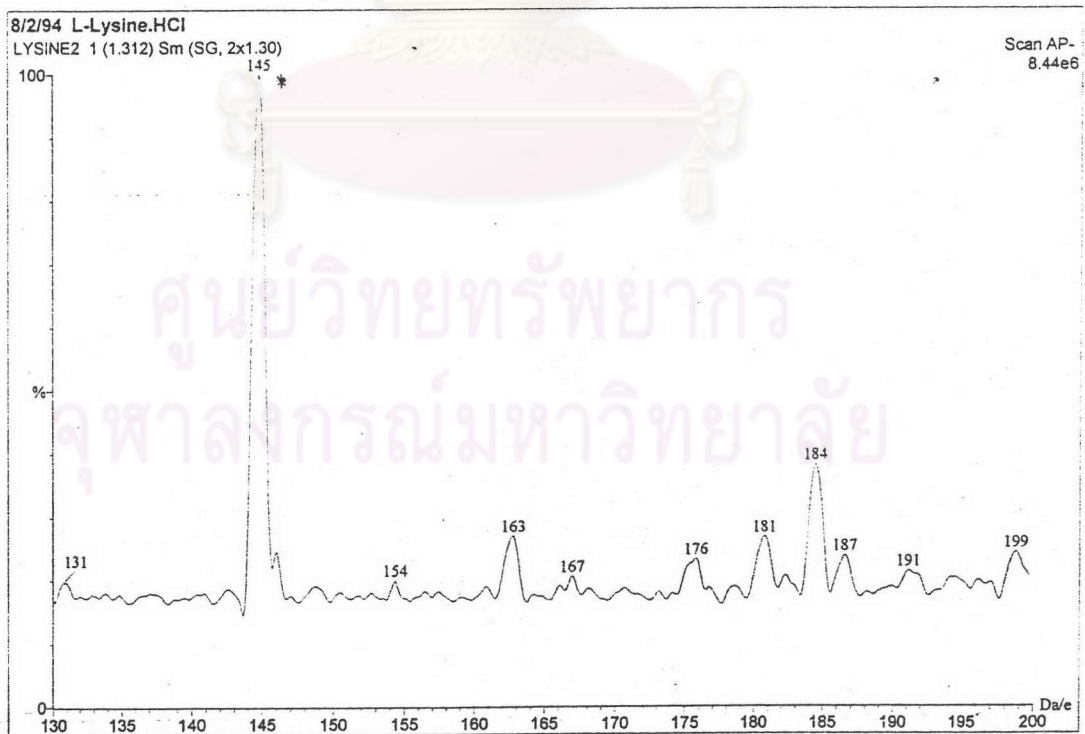
ภาพที่ 50: กราฟผลการวิเคราะห์แอล-ไลซีนโมโนไฮโดรคลอไรด์เกรดผสมอาหารสัตว์ ด้วยวิธีไอออนโครมาโตกราฟี



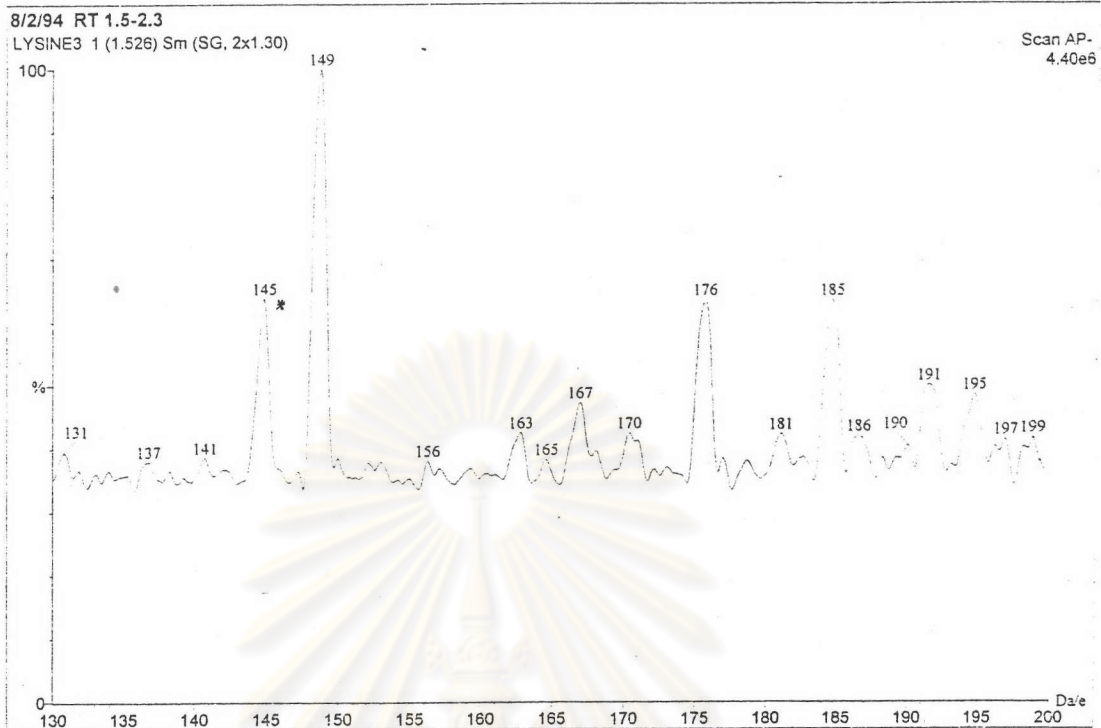
ภาพที่ 51: กราฟผลการวิเคราะห์ตัวอย่างแอล-ไลซีนโมโนไฮโดรคลอไรด์จากการผ่านคอลัมน์แคตไอออนเรซินด้วยวิธีไอออนโครมาโตกราฟี



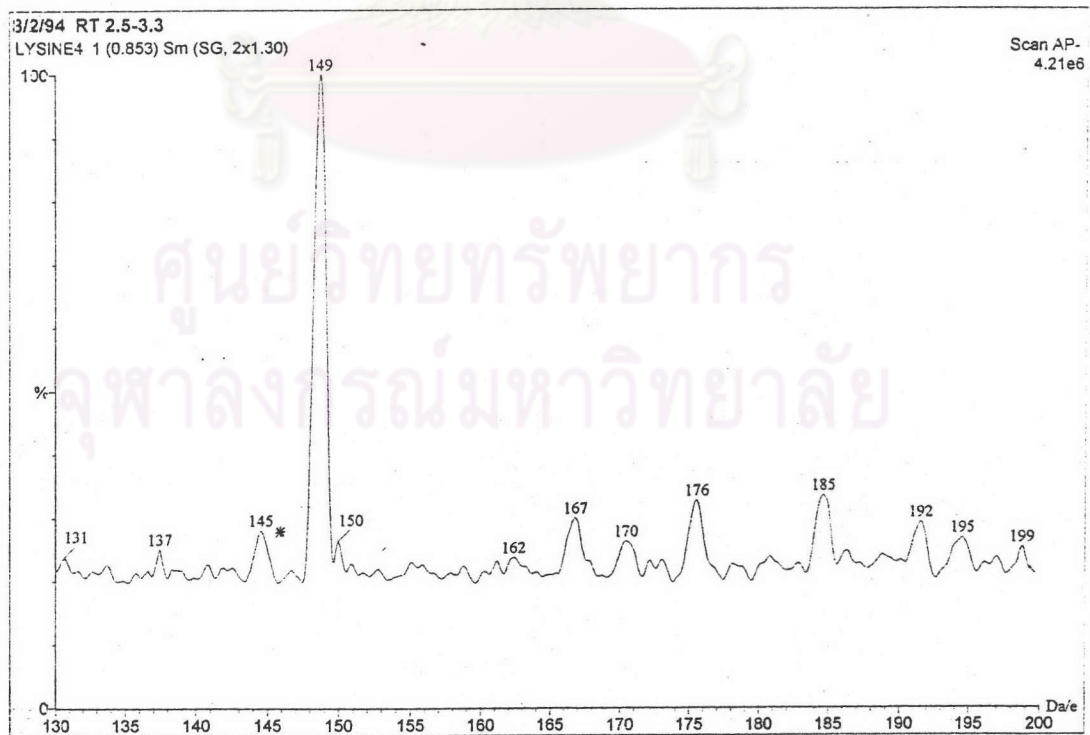
ภาพที่ 52: กราฟผลการวิเคราะห์ตัวอย่างแอล-ไลซีนมาตรฐานด้วยวิธี LC/MS โดยเทคนิค APCI(-)



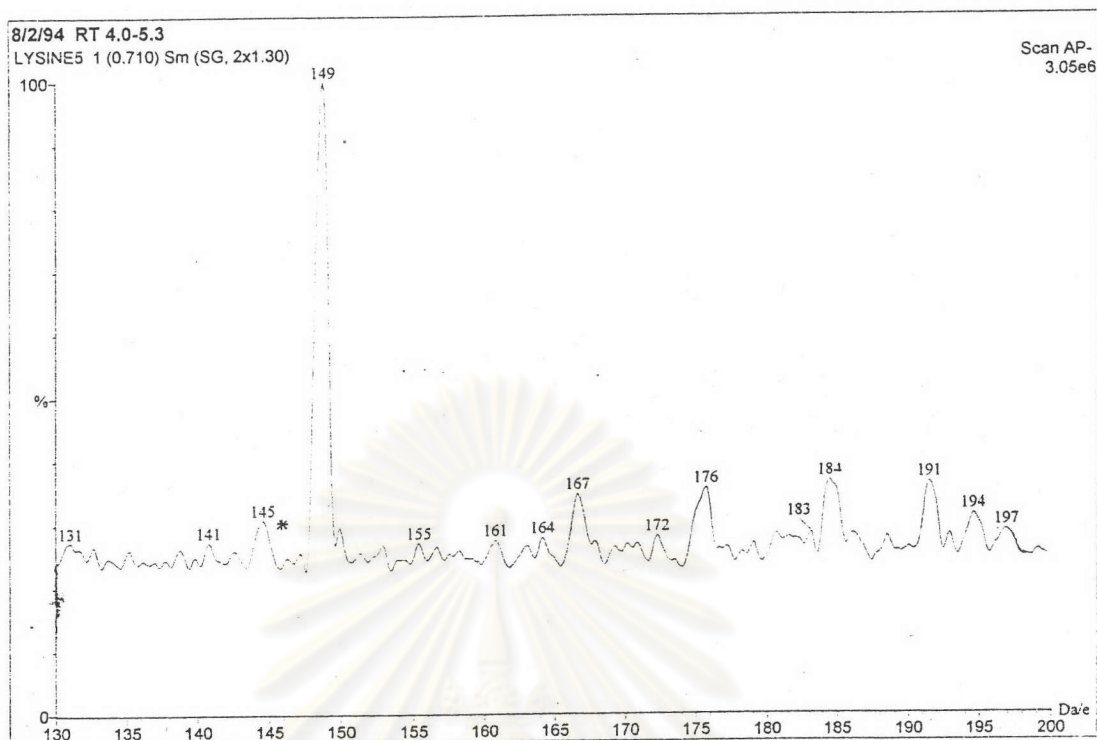
ภาพที่ 53: กราฟผลการวิเคราะห์ตัวอย่างแอล-ไลซีนเกรดผสมอาหารสัตว์เกรดด้วยวิธี LC/MS โดยเทคนิค APCI(-)



ภาพที่ 54: กราฟผลการวิเคราะห์ตัวอย่างฟิคแอล-ไลซีนด้วยวิธี LC/MS โดย
 เทคนิค APCI(-)



ภาพที่ 55: กราฟผลการวิเคราะห์ตัวอย่างฟิค unknown I ด้วยวิธี LC/MS
 โดยเทคนิค APCI(-)



ภาพที่ 56: กราฟผลการวิเคราะห์ตัวอย่างพืช unknown II ด้วยวิธี LC/MS

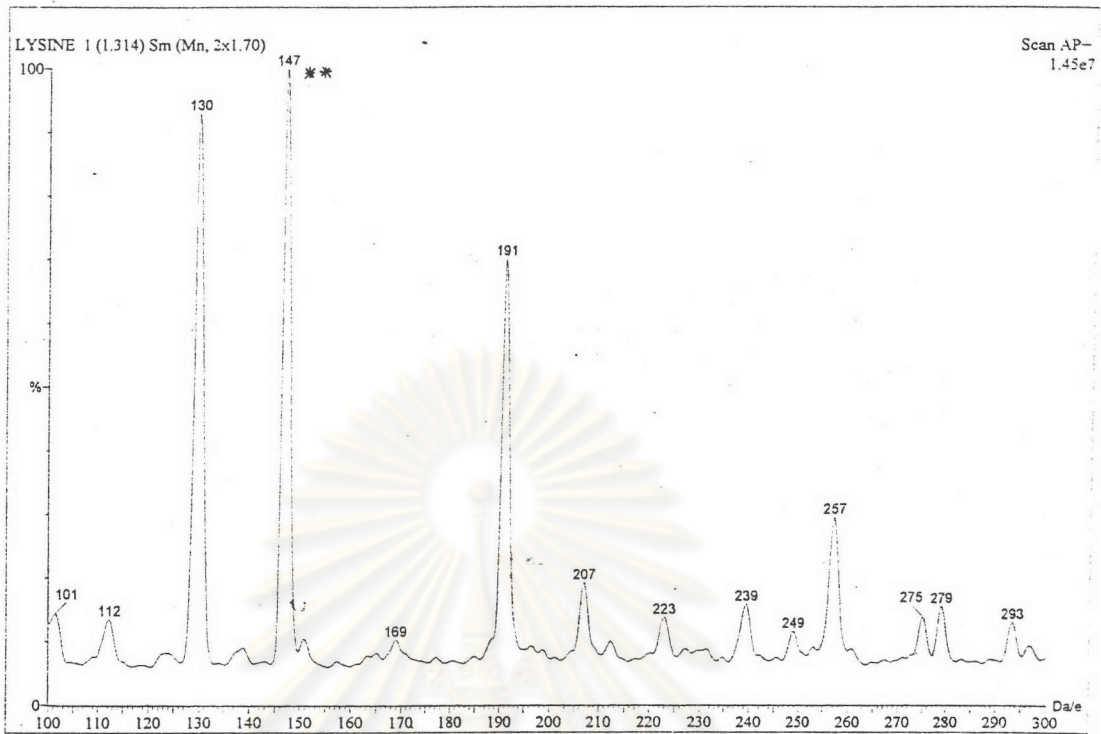
โดยเทคนิค APCI(-)

3.5 การวิเคราะห์ความบริสุทธิ์ของผลึกแอล-ไลซีนโรโมนไฮโดรคลอไรด์ ด้วยวิธีแมสสเปกโตรมิเตอร์ โดยใส่ตัวอย่างผ่านเครื่องลิวติโครมาโตกราฟ โดยเทคนิคแอตมอสเฟอริกเพรสเชอร์ เคมีคัล ไอออนไนเซชัน

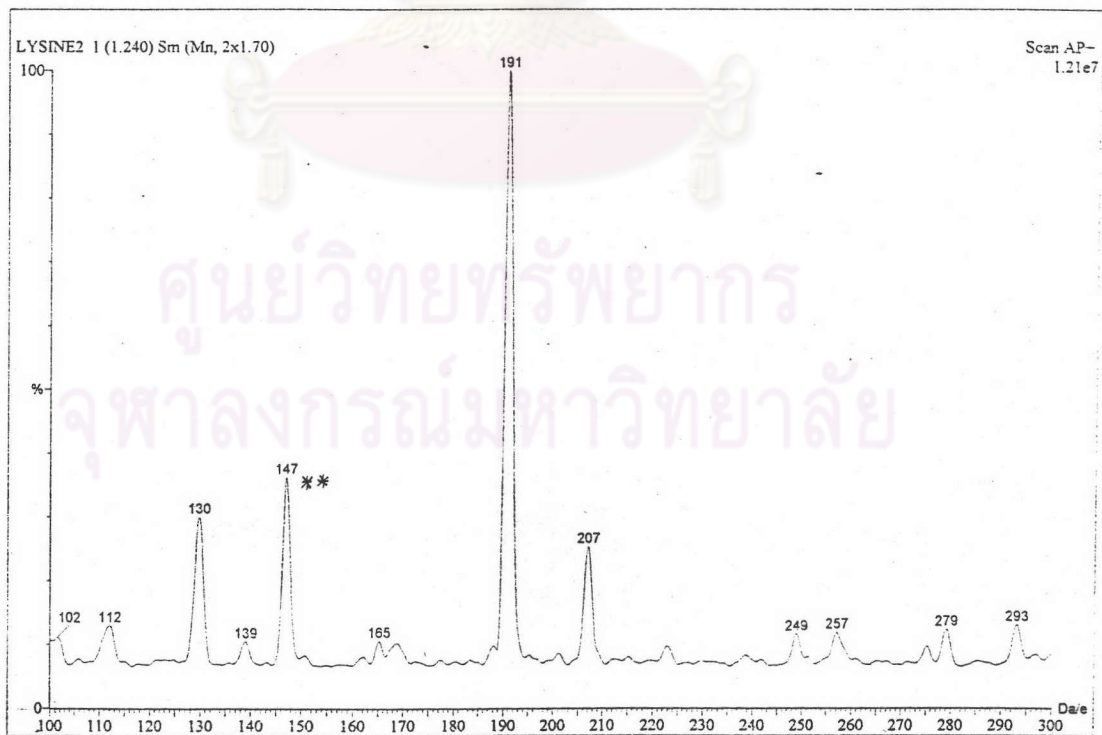
(LC/MS: Atmospheric Pressure Chemical Ionization Technique)

งานวิจัยนั้นนำผลึกแอล-ไลซีนโรโมนไฮโดรคลอไรด์จากการเตรียมที่ pH ต่างๆ มาวิเคราะห์ความบริสุทธิ์ด้วยวิธีแมสสเปกโตรมิเตอร์ โดยใส่ตัวอย่างผ่านเครื่องลิวติโครมาโตกราฟด้วยประจวบตามวิธีการทดลองข้อที่ 2.5.3 เปรียบเทียบกับผลึกมาตรฐานผลการทดลองดังแสดงในภาพที่ 52-53 และ 57-66 พบพิกที่ $m/e = 147$ ซึ่งเป็น pseudomolecular ion $[(M+H)^+]$ ของแอล-ไลซีนโรโมนไฮโดรคลอไรด์ (มวลโมเลกุล 146) และพบพิกที่ $m/e = 130$ ซึ่งเป็นพิก $[(M+H)^+-NH_3]$ และพิก $m/e = 191$ นอกจากนี้ยังพบพิกเล็กๆอื่นๆอีกเป็นที่น่าสังเกตว่าพิกที่ $m/e = 191$ มีความเข้มสูงทุกค่า pH ยกเว้นที่ pH 6.0 ซึ่งไม่พบพิก 191 จากผลการวิเคราะห์การตกผลึกแอล-ไลซีนโรโมนไฮโดรคลอไรด์ที่ pH 6.0 ให้ผลึกที่มีความบริสุทธิ์สูงที่สุด

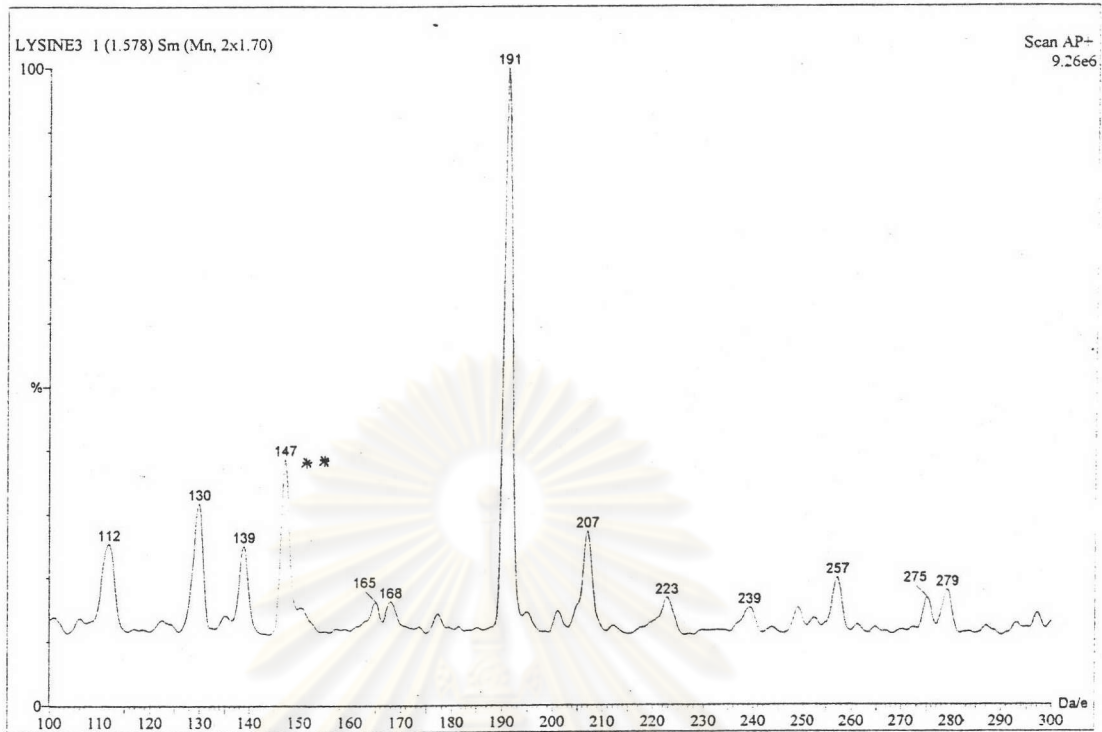
** พิกของแอล-ไลซีนโรโมนไฮโดรคลอไรด์คือมวลโมเลกุล 147 (ภาพที่ 57-66)



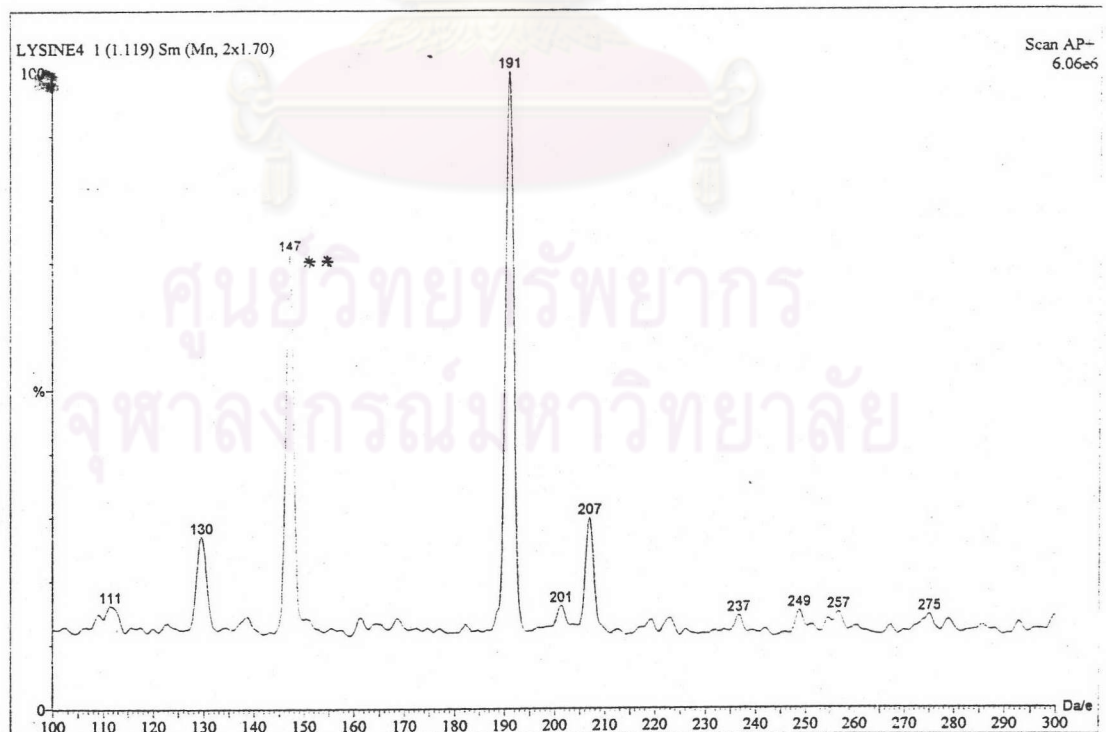
ภาพที่ 57: กราฟผลการวิเคราะห์ตัวอย่างผลึกแอล-ไลซีนโรมันไฮโดรคลอไรด์
จากการเตรียมที่ pH 1.0 ด้วยวิธี LC/MS โดยเทคนิค APCI(+)



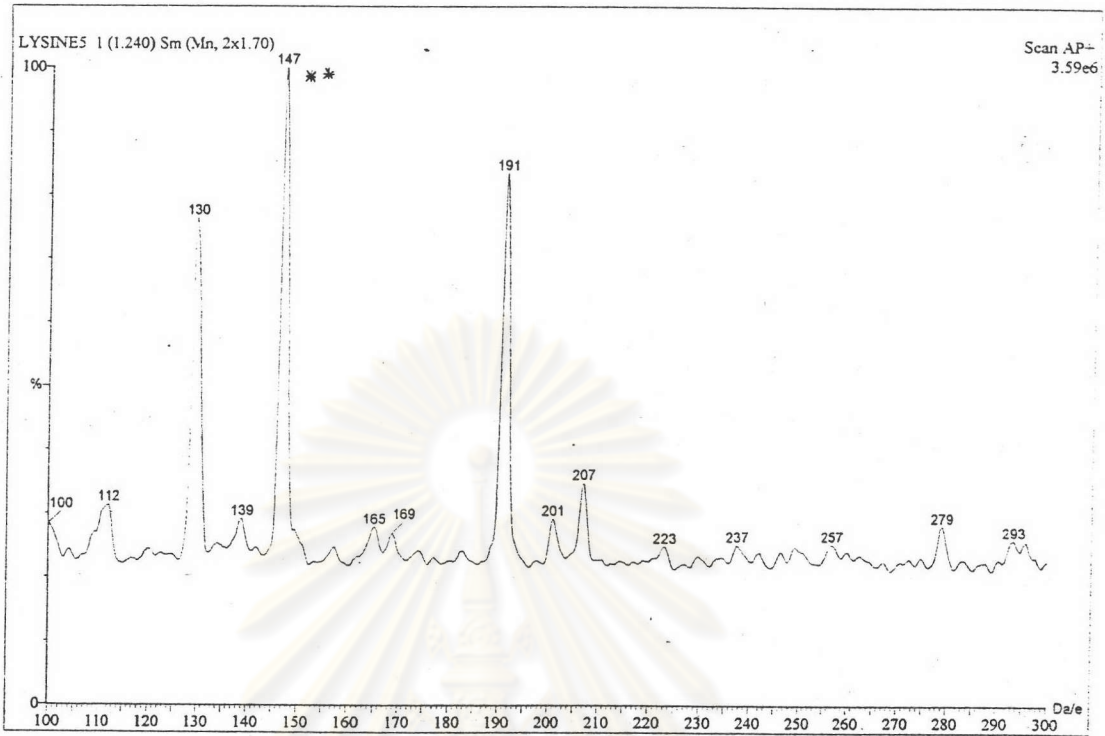
ภาพที่ 58: กราฟผลการวิเคราะห์ตัวอย่างผลึกแอล-ไลซีนโรมันไฮโดรคลอไรด์
จากการเตรียมที่ pH 2.0 ด้วยวิธี LC/MS โดยเทคนิค APCI(+)



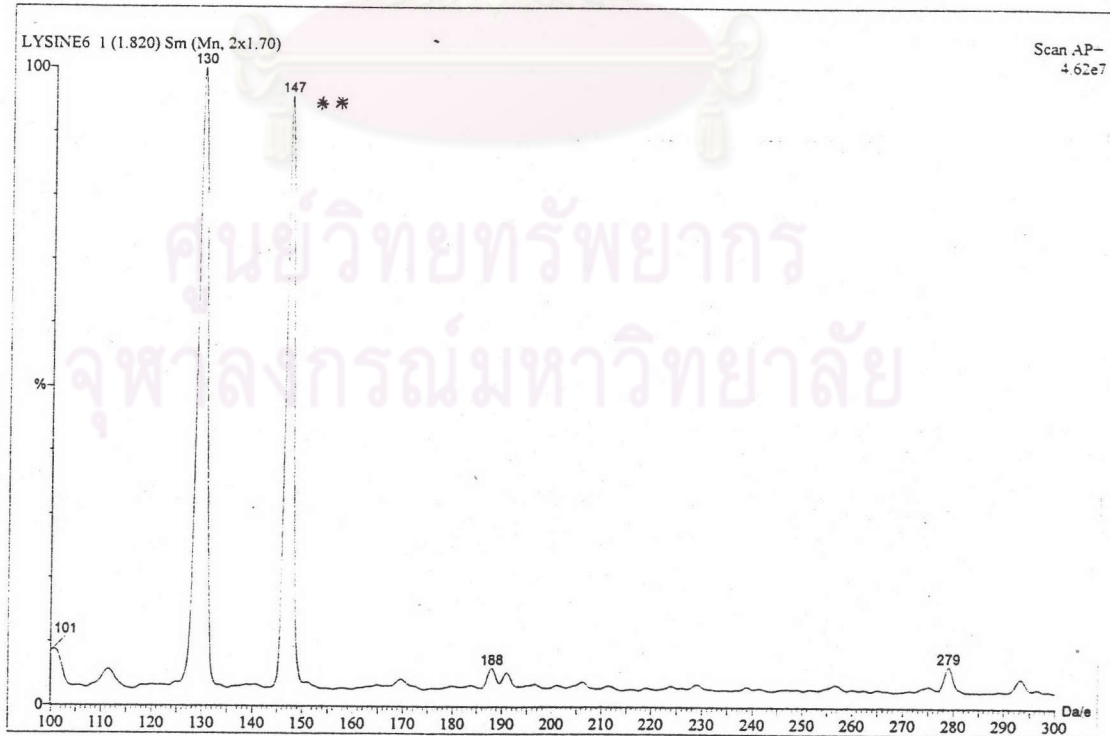
ภาพที่ 59: กราฟผลการวิเคราะห์ตัวอย่างผลึกแอล-ไลซีนโรมันไฮโดรคลอไรด์
จากการเตรียมที่ pH 3.0 ด้วยวิธี LC/MS โดยเทคนิค APCI(+)



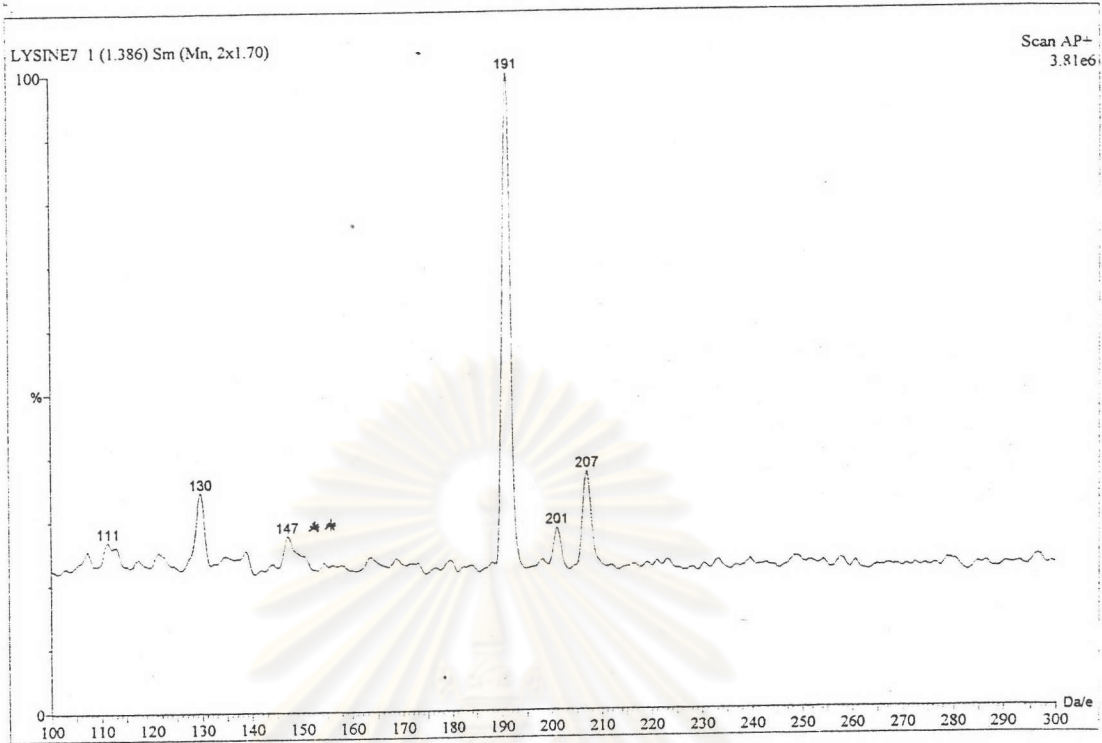
ภาพที่ 60: กราฟผลการวิเคราะห์ตัวอย่างผลึกแอล-ไลซีนโรมันไฮโดรคลอไรด์
จากการเตรียมที่ pH 4.0 ด้วยวิธี LC/MS โดยเทคนิค APCI(+)



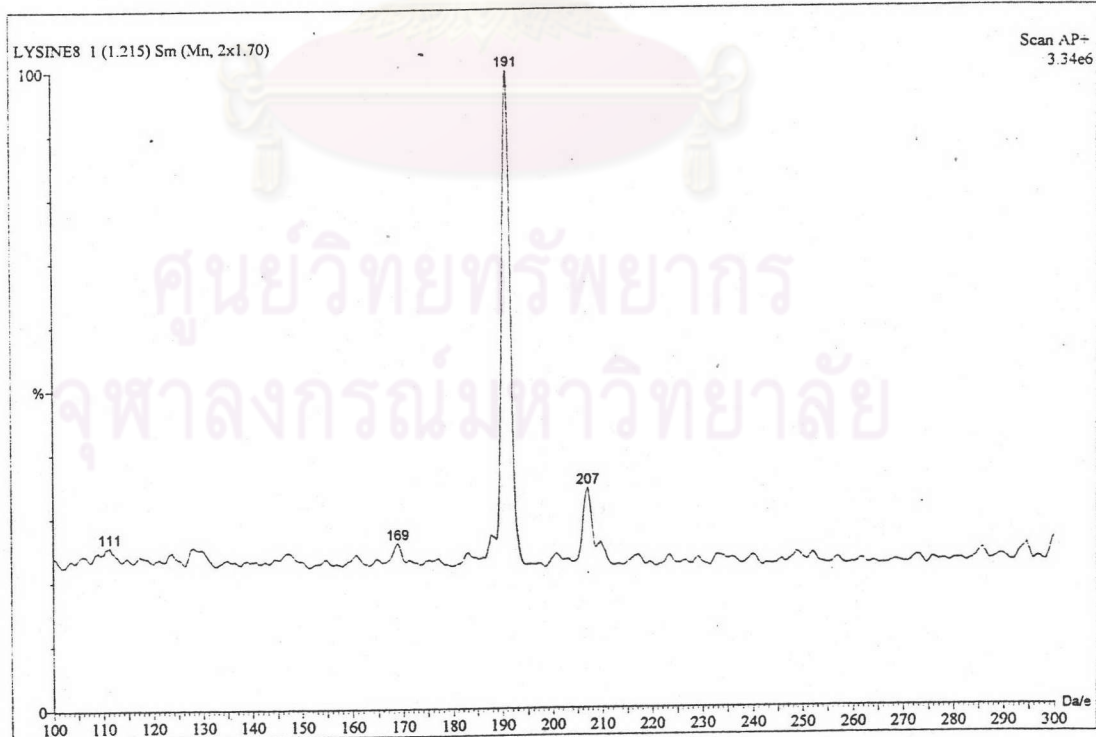
ภาพที่ 61: กราฟผลการวิเคราะห์ตัวอย่างผลึกแอล-ไลซีนโรมโนไฮโดรคลอไรด์
จากการเตรียมที่ pH 5.0 ด้วยวิธี LC/MS โดยเทคนิค APCI(+)



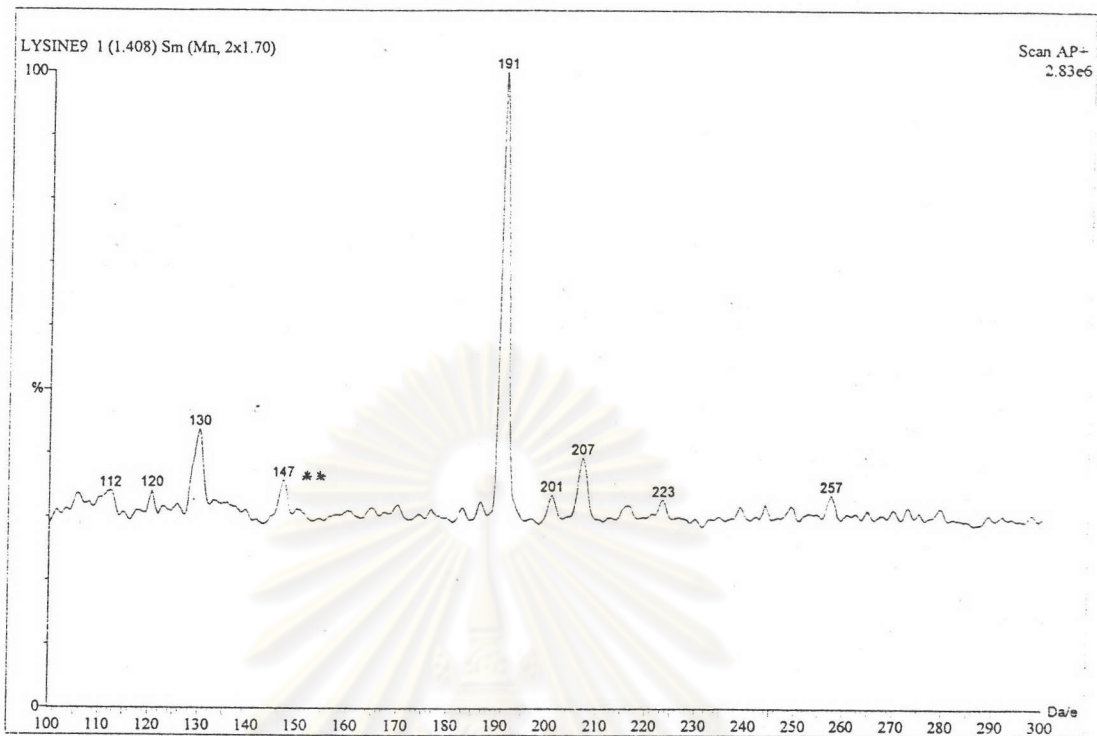
ภาพที่ 62: กราฟผลการวิเคราะห์ตัวอย่างผลึกแอล-ไลซีนโรมโนไฮโดรคลอไรด์
จากการเตรียมที่ pH 6.0 ด้วยวิธี LC/MS โดยเทคนิค APCI(+)



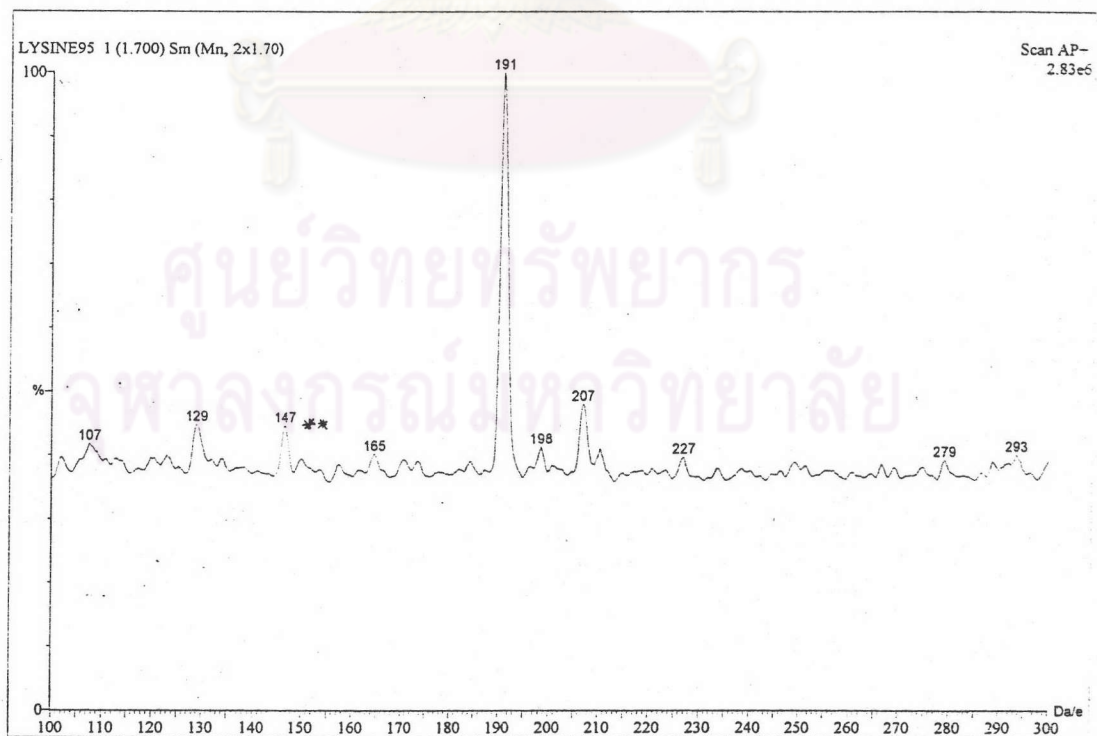
ภาพที่ 63: กราฟผลการวิเคราะห์ตัวอย่างผลึกแอล-ไลซีนโรมันไฮโดรคลอไรด์
จากการเตรียมที่ pH 7.0 ด้วยวิธี LC/MS โดยเทคนิค APCI(+)



ภาพที่ 64: กราฟผลการวิเคราะห์ตัวอย่างผลึกแอล-ไลซีนโรมันไฮโดรคลอไรด์
จากการเตรียมที่ pH 8.0 ด้วยวิธี LC/MS โดยเทคนิค APCI(+)



ภาพที่ 65: กราฟผลการวิเคราะห์ตัวอย่างผลิตภัณฑ์แอล-ไลซีนโมโนไฮโดรคลอไรด์
จากการเตรียมที่ pH 9.0 ด้วยวิธี LC/MS โดยเทคนิค APCI(+)



ภาพที่ 66: กราฟผลการวิเคราะห์ตัวอย่างผลิตภัณฑ์แอล-ไลซีนโมโนไฮโดรคลอไรด์
จากการเตรียมที่ pH 9.55 ด้วยวิธี LC/MS โดยเทคนิค APCI(+)