

## ภาคผนวก

### ภาคผนวก ก

#### วิธีการวิเคราะห์

#### 1. การวิเคราะห์หาปริมาณน้ำมัน

##### วัสดุอุปกรณ์และสารเคมี

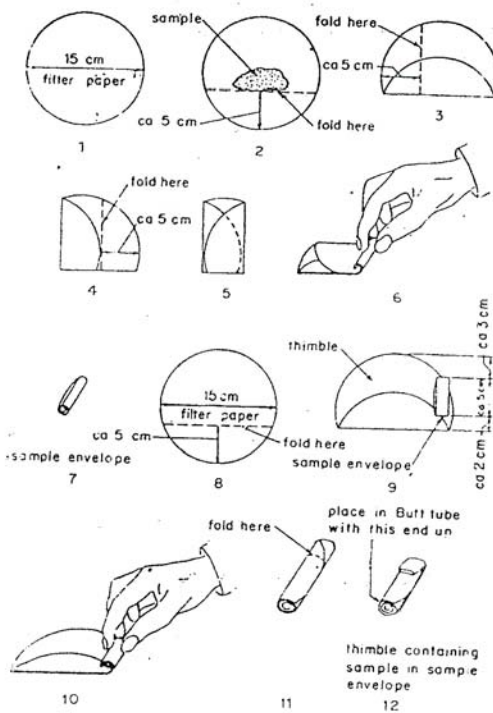
1. อุปกรณ์ชุดสกัดไขมัน (soxhlet apparatus) ประกอบด้วยขวดกลม (สำหรับใส่สารตัวทำละลาย) ซอกเลต (soxhlet) อุปกรณ์ควบแน่น (condensor) และเตาให้ความร้อน (heating mantle)
2. หลอดใส่ตัวอย่าง (extraction thimble)
3. สำลี
4. ตู้อบไฟฟ้า
5. เครื่องชั่งไฟฟ้าทศนิยม 4 ตำแหน่ง
6. โถดูดความชื้น
7. ปิโตรเลียม อีเทอร์ หรือเฮกเซน (petroleum ether หรือ hexane)

##### วิธีการวิเคราะห์ (ดัดแปลงจาก A.O.A.C., 1990)

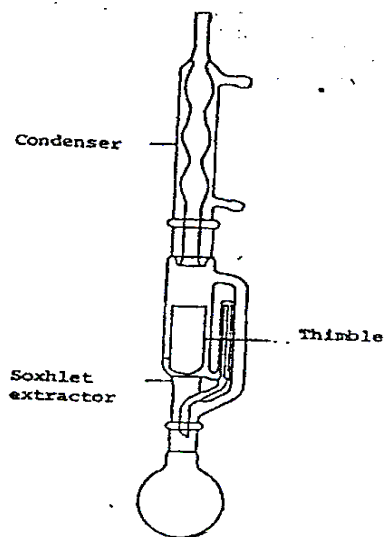
1. อบขวดก้นกลมสำหรับหาปริมาณน้ำมัน ซึ่งมีขนาดความจุ 250 มิลลิลิตร ในตู้อบไฟฟ้า ทิ้งให้เย็นใน โถดูดความชื้น และชั่งน้ำหนักที่แน่นอน
2. ชั่งตัวอย่างบนกระดาษกรองที่ทราบน้ำหนัก ถ้าตัวอย่างมีปริมาณน้ำมันที่มากให้ชั่ง 1-2 กรัม แต่ถ้าเป็นตัวอย่างที่มีปริมาณน้ำมันน้อยให้ชั่ง 3-5 กรัม ท่อให้มิดชิดตามวิธีการห่อ (ดังรูป 41) แล้วใส่ลงในหลอดสำหรับใส่ตัวอย่าง
3. นำหลอดตัวอย่างใส่ลงในซอกเลต
4. เติมตัวทำละลายเฮกเซนลงในขวดหาปริมาณน้ำมันประมาณ 150 มล. แล้ววางบนเตา
5. ประกอบชุดอุปกรณ์สกัดน้ำมัน พร้อมทั้งเปิดน้ำหล่ออุปกรณ์ควบแน่นและเปิดสวิทซ์ให้ความร้อน (ดังรูป 42)
6. ใช้เวลาในการสกัดนาน 14 ชั่วโมง โดยปรับความร้อนให้หยดของสารทำละลายกลั่นตัวจากอุปกรณ์ควบแน่นด้วยอัตรา 150 หยดต่อนาที
7. เมื่อครบ 14 ชั่วโมง นำหลอดใส่ตัวอย่างออกจากซอกเลต ทิ้งให้ตัวทำละลายไหลจากซอกเลตลงในขวดก้นกลมจนหมด

8. ระเหยตัวทำละลายออกด้วยเครื่องระเหยสุญญากาศ
9. นำขวดหาปริมาณน้ำมันอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 80-90 องศาเซลเซียส จนแห้งใช้เวลาประมาณ 30 นาที ทิ้งให้เย็นในโถดูดความชื้น
10. ชั่งน้ำหนัก แล้วอบซ้ำนานครั้งละ 30 นาที จนกระทั่งผลต่างของน้ำหนักสองครั้งติดต่อกันไม่เกิน 1-3 มิลลิกรัม
11. คำนวณหาปริมาณน้ำมันจากสูตร

$$\text{ปริมาณน้ำมันคิดเป็นร้อยละโดยน้ำหนัก} = \frac{\text{น้ำหนักน้ำมันหลังอบ}}{\text{น้ำหนักตัวอย่างเริ่มต้น}} \times 100$$



รูปที่ 41 วิธีการห่อตัวอย่างสำหรับสกัดน้ำมัน



รูปที่ 42 ชุดอุปกรณ์การสกัดน้ำมัน

## 2. การวิเคราะห์กรดไขมันอิสระ

### สารเคมีที่ใช้ในการวิเคราะห์

1. เอทิลแอลกอฮอล์ 95 เปอร์เซ็นต์
2. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (ละลายในเอทิลแอลกอฮอล์) เข้มข้น 0.1 นอร์มอล สำหรับความเข้มข้น 0.1 นอร์มัล เตรียมโดยชั่งโซเดียมไฮดรอกไซด์ ปริมาณ 4 กรัม ละลายในน้ำกลั่น ปริมาตรให้ได้ 1 ลิตร เก็บสารละลายต่างในขวดแก้ว
3. ฟีนอล์ฟทาลีนเข้มข้นร้อยละ 1

### วิธีการวิเคราะห์

1. ชั่งตัวอย่างให้ได้น้ำหนักแน่นอน 1-10 กรัม ในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 มิลลิลิตร
2. เตรียมสารละลายเอทิลแอลกอฮอล์ให้เป็นกลาง โดยเติมฟีนอล์ฟทาลีน 5 หยด และปรับให้เป็นกลางด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.1 นอร์มัล หยดค้างที่หยดพร้อมทั้งเขย่าหรือคนจนได้สีชมพูถาวร
3. เติมเอทิลแอลกอฮอล์ที่เป็นกลาง 50 มิลลิลิตร ลงในตัวอย่าง เขย่าอย่างแรงให้ตัวอย่างละลายในแอลกอฮอล์ ถ้าละลายได้ไม่ดีให้อุ่นที่อุณหภูมิ 60-65 องศาเซลเซียส
4. ไตเตรตสารละลายตัวอย่างด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.1 นอร์มัล ขณะไตเตรตต้องเขย่าอย่างแรง จนกระทั่งได้สีชมพูคงที่อยู่ประมาณ 1 นาที
5. คำนวณปริมาณกรดไขมันอิสระจากสูตร

กรดไขมันอิสระร้อยละในรูปกรดโอเลอิก

$$= \frac{\text{ปริมาตรต่างที่ใช้ (มิลลิลิตร)} \times \text{ความเข้มข้นต่าง (นอร์มัล)} \times 28.2}{\text{น้ำหนักตัวอย่าง (กรัม)}}$$

### 3. การเตรียมสารละลายเมทิลเอสเทอร์

#### สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมเมทิลเอสเทอร์

1. ไอโซออกเทน
2. สารละลายโบรอนไตรฟลูออไรด์ในเมทานอล ความเข้มข้นร้อยละ 20
3. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในเมทานอล ความเข้มข้น 0.5 นอร์มัล (เตรียมใหม่ทุกครั้งก่อนใช้)
4. สารละลายโซเดียมคลอไรด์อิ่มตัว
5. ก๊าซไนโตรเจนบริสุทธิ์

#### วิธีการเตรียมเมทิลเอสเทอร์

1. ชั่งตัวอย่างน้ำมัน 25 มิลลิกรัม ใส่ในหลอดฝาเกลียวขนาด 10 มิลลิลิตร เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในเมทานอล ปริมาตร 1.5 มิลลิลิตร เป่าด้วยก๊าซไนโตรเจนบริสุทธิ์ และ ปิดฝาหลอดให้แน่น ปั่นผสมแล้วแช่ในน้ำเดือดเป็นเวลา 5 นาที
2. ทำให้เย็นทันทีแล้วเติมสารละลายโบรอนไตรฟลูออไรด์ในเมทานอล ปริมาตร 2.0 มิลลิลิตร เป่าด้วยก๊าซไนโตรเจนบริสุทธิ์และ ปิดฝาหลอดให้แน่น ปั่นผสมแล้วแช่ในน้ำเดือดเป็นเวลา 30 นาที
3. ทำให้เย็นทันทีโดยให้มีอุณหภูมิ 30-40 องศาเซลเซียส แล้วเติมไอโซออกเทนปริมาตร 1.0 มิลลิลิตร ปั่นผสมเป็นเวลา 30 วินาที
4. เติมสารละลายโซเดียมคลอไรด์อิ่มตัว ปริมาตร 5.0 มิลลิลิตร ทันทีก่อน ปั่นผสมแล้วตั้งทิ้งไว้ สารละลายแยกชั้น
5. ดูดสารละลายส่วนบน (ส่วนของไอโซออกเทน) ใส่ injection vial tube ที่สะอาดและแห้ง
6. สกัดสารละลายชั้นล่างซ้ำอีกครั้งด้วยไอโซออกเทน ปริมาตร 1.0 มิลลิลิตร ปั่นผสมแล้วตั้งทิ้งไว้ สารละลายแยกชั้น ดูดสารละลายส่วนบนที่ได้ใส่ใน injection vial tube เดียวกับกับที่ได้จากข้อ 5 เป่าก๊าซไนโตรเจนบริสุทธิ์และปิดฝาหลอดให้แน่น เก็บไว้ที่อุณหภูมิ 4 องศาเซลเซียส

#### 4. การวิเคราะห์จุดขุ่น (ASTM-D2500)

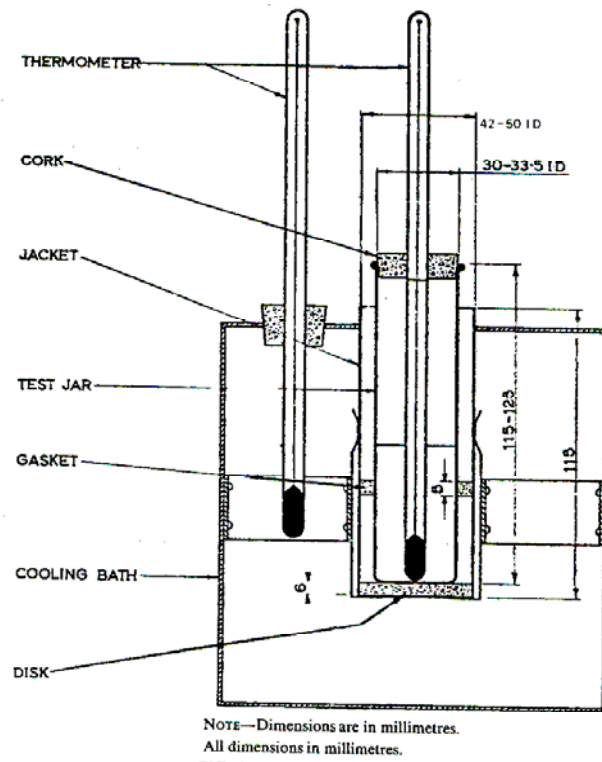
##### วิธีการวิเคราะห์

1. เขย่าตัวอย่างและเทใส่หลอดแก้วทดสอบเท่ากับขีดบอกระดับ (45 มิลลิลิตร)
2. ปิดฝาด้วยจุกค็อกพร้อมใส่เทอร์โมมิเตอร์โดยให้ตำแหน่งช่วง capillary ของเทอร์โมมิเตอร์ต่ำกว่าผิวหน้าของตัวอย่าง (ดังรูป 43)
3. อุณหภูมิให้ได้อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส แล้วปล่อยให้อุณหภูมิลดลงถึงอุณหภูมิห้อง ให้ความควบคุมการลดลงของอุณหภูมิตัวอย่างดังนี้

เมื่ออุณหภูมิตัวอย่างได้	ย้ายหลอดแก้วสู่อ่างแอลกอฮอล์
27	0
9	-18
-6	-33
-24	-51
-42	-69

หมายเหตุ : การปรับอุณหภูมิจากอ่างแอลกอฮอล์ ใช้น้ำแข็งแห้งใส่ทางฝาเปิดอ่าง เปิดมอเตอร์ขับใบกวนให้ระดับอุณหภูมิในอ่างสม่ำเสมอ

4. ทุกๆ อุณหภูมิ 1 องศาเซลเซียส ที่ลดลง ให้ยกหลอดแก้วขึ้นจากอ่างทดสอบในแนวตั้ง สังเกตความขุ่น (การก่อตัวของไข) จากด้านบนของหลอดแก้ว ถ้ายังไม่เต็มพื้นที่กั้นหลอด ให้คืนหลอดแก้วลงอ่างเหมือนเดิม (ขั้นตอนนี้ไม่เกิน 3 วินาที)
5. ถ้าพบว่าจุดขุ่นเต็มพื้นที่กั้นหลอดแล้ว ให้บันทึกอุณหภูมินั้นไว้และรายงานผลเป็นจุดขุ่น



รูปที่ 43 อุปกรณ์วิเคราะห์จุดหลอม

## 5. การวิเคราะห์หาจุดไหลเท (Pour point : ASTM-D97)

### วิธีการวิเคราะห์

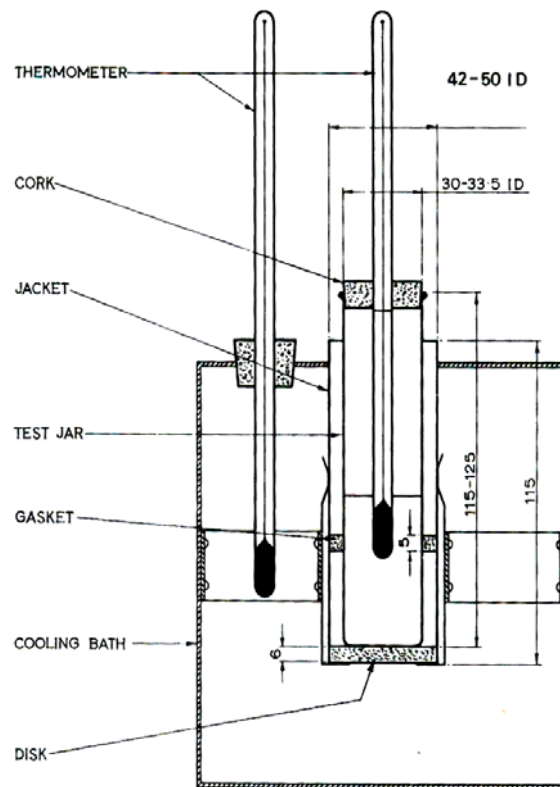
1. เขย่าตัวอย่างและเทใส่หลอดแก้วทดสอบเท่ากับขีดบอกระดับ (45 มิลลิลิตร)
2. ปิดฝาด้วยจุกค็อกพร้อมกับใส่เทอร์โมมิเตอร์โดยให้ตำแหน่งช่วง capillary ของเทอร์โมมิเตอร์ต่ำกว่าผิวหน้าของตัวอย่าง (ดังรูป 44)
3. อุ้มตัวอย่างให้ได้อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส แล้วปล่อยให้อุณหภูมิลดลงถึงอุณหภูมิห้อง
4. ให้ควบคุมการลดลงของอุณหภูมิตัวอย่างดังนี้

เมื่ออุณหภูมิตัวอย่างได้	ย้ายหลอดแก้วสู่อ่างแอลกอฮอล์
27	0
9	-18
-6	-33
-24	-51
-42	-69

หมายเหตุ : การปรับอุณหภูมิอ่างแอลกอฮอล์ ใช้น้ำแข็งแห้งใส่ทางฝาเปิดอ่าง เปิดมอเตอร์จับใบกวนให้ระดับอุณหภูมิในอ่างสม่ำเสมอ

5. เมื่ออุณหภูมิตัวอย่างได้ 9 องศาเซลเซียส เหนือจุดไหลเท (คาดการณ์) ให้ยกหลอดแก้วขึ้นจากอ่างทดสอบ เอียงหลอดแก้ว ถ้าตัวอย่างยังไหลได้ให้คืนหลอดแก้วลงสู่อ่างเหมือนเดิมเหมือนเดิม (ขั้นตอนนี้ไม่เกิน 3 วินาที)
6. กระทำซ้ำเหมือนข้อ 5 ทุกๆ อุณหภูมิที่ลดลง 3 องศาเซลเซียส จนกระทั่งพบว่า ตัวอย่างเป็นไขแข็งตัว (100%) ให้เอียงหลอดแก้วในแนวระนาบต่อเนื่อง 5 วินาที ถ้าตัวอย่างไม่มีการไหลตัวให้หยุดการทดสอบ
7. การรายงานผลให้เอาอุณหภูมิสุดท้ายที่ตัวอย่างเป็นไขแข็งตัวเป็นอุณหภูมิจุดไหลเท





รูปที่ 44 อุปกรณ์วิเคราะห์จุดหลอมเหลว

## 6. การวิเคราะห์หาความหนืด (Viscosity : ASTM-D445)

### วิธีวิเคราะห์

1. เติมตัวอย่างน้ำมันลงไป ใน viscometer (ดังรูป 45)
2. ใช้จุกยางอุดตัวอย่างน้ำมันที่ตำแหน่งหลอดเล็กๆ จนผิวของน้ำมันที่คูดขึ้นมาอยู่เหนือขีดบน (ขีด E ดังรูป) จากนั้นปล่อยของไหลให้ไหลลงไปโดยดึงจุกยางออก
3. เริ่มจับเวลาเมื่อของไหลภายใต้แรงโน้มถ่วงผ่านขีดบน E และหยุดจับเวลาจนกระทั่งของไหลผ่านล่าง F ในเครื่องวัดความหนืดที่ 40 องศาเซลเซียส
4. คำนวณหาค่า Kinetic viscosity ได้จากสูตร

$$v = Ct$$

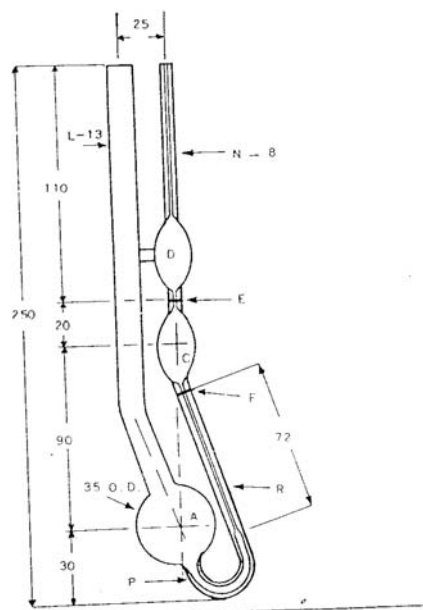
โดยที่  $v$  = Kinetic viscosity

$C$  = ค่าคงที่จากการทำมาตรฐานของเครื่อง (cSt/s) ดังตารางที่ 26

$t$  = เวลาที่ใช้ในการไหล (s)

ตารางที่ 26 ค่าคงที่การคำนวณความหนืด

Size No.	Approximate Constant, cSt/s	Kinematic Viscosity Range, cSt	Inside Diameter of Tube R, mm ( $\pm 2$ percent)	Inside Diameter of Tubes N, E, and P, mm	Bulb Volume, ml ( $\pm 5$ percent)	
					D	C
25	0.002	0.5" to 2	0.30	2.6 to 3.0	3.1	1.6
50	0.004	0.8 to 4	0.44	2.6 to 3.0	3.1	3.1
75	0.008	1.6 to 8	0.54	2.6 to 3.2	3.1	3.1
100	0.015	3 to 15	0.63	2.8 to 3.6	3.1	3.1
150	0.035	7 to 35	0.78	2.8 to 3.6	3.1	3.1
200	0.1	20 to 100	1.01	2.8 to 3.6	3.1	3.1
300	0.25	50 to 250	1.27	2.8 to 3.6	3.1	3.1
350	0.5	100 to 500	1.52	3.0 to 3.8	3.1	3.1
400	1.2	240 to 1 200	1.92	3.0 to 3.8	3.1	3.1
450	2.5	500 to 2 500	2.35	3.5 to 4.2	3.1	3.1
500	8	1 600 to 8 000	3.20	3.7 to 4.2	3.1	3.1
600	20	4 000 to 20 000	4.20	4.4 to 5.0	4.3	3.1



รูปที่ 45 เครื่องวัดความหนืด

## 7. การวิเคราะห์เมทิลเอสเทอร์

### สารเคมีที่ใช้ในการวิเคราะห์

1. สารละลายผสมของ เฮกเซน : ไดเอทิลอีเทอร์ : กรดฟอร์มิก ในอัตราส่วน 50 : 20 : 0.3 (ปริมาตรต่อปริมาตรต่อปริมาตร)
2. สารละลายผสมของ เฮกเซน : เบนซีน ในอัตราส่วน 1 : 1 (ปริมาตรต่อปริมาตร)

### วิธีวิเคราะห์

1. คุดตัวอย่างละลายเมทิลเอสเทอร์ 150 มิลลิกรัม ละลายด้วยคลอโรฟอร์ม 0.3 มิลลิลิตร
2. เตรียม quartz rods (silica gel podre coated Chromarod S-III) นำไปอบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 นาที แล้วนำไป blank scan ด้วย TLC/FID analyzer ภายใต้สภาวะ 30 วินาทีต่อสแกน อัตราการไหลของแก๊สไฮโดรเจน 160 มิลลิลิตรต่อนาที และอัตราการไหลของอากาศ 2000 มิลลิลิตรต่อนาที
3. หยดสารละลายจากข้อ (1) ลงไปประมาณ 1 ไมโครลิตร นำ quartz rods ไปแช่ในสารละลายซึ่งประกอบด้วย เฮกเซน : ไดเอทิลอีเทอร์ : กรดฟอร์มิก ในอัตราส่วน 50 : 20 : 0.3 (ปริมาตรต่อปริมาตรต่อปริมาตร) จนกระทั่งสารละลายเคลื่อนที่สูงประมาณ 8 เซนติเมตร หลังจากนั้นนำไปแช่ในสารละลายซึ่งประกอบด้วย เฮกเซน : เบนซีน ในอัตราส่วน 1 : 1 (ปริมาตรต่อปริมาตร) จนกระทั่งสารละลายเคลื่อนที่สูงประมาณ 10 เซนติเมตร
4. นำ quartz rods ไปอบที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 นาที แล้วนำมาสแกนภายใต้สภาวะเดียวกันกับ blank scan
5. อ่านผลการวิเคราะห์จากโปรแกรม ChromStar light โดยผลการทดลองแสดงในรูปแบบเปอร์เซ็นต์ของพื้นที่