

### บทที่ 3

## วิธีการดำเนินการวิจัย

### 3.1 บทนำ

ในบทนี้จะกล่าวถึงวิธีการดำเนินการวิจัยในเรื่องผลของการให้ความร้อนแบบไดอิเล็กทริกต่อปริมาณและคุณภาพของน้ำมันจากเมล็ดงาขี้ม้อน ทั้งนี้ได้ระบุถึงรายละเอียดตั้งแต่ขั้นตอนแรกคือการเตรียมเมล็ดงาขี้ม้อนจนถึงวิธีการทดลองในด้านปริมาณ สมบัติทางกายภาพและทางเคมีของเมล็ด รวมถึงน้ำมันที่สกัดได้จากเมล็ดงาขี้ม้อน ทั้งนี้ภาพเมล็ดงาขี้ม้อนและอุปกรณ์การทดลองแสดงในภาคผนวก ก ตัวอย่างตารางเก็บข้อมูลและการวิธีการหาค่าปริมาณต่างๆ แสดงในภาคผนวก ข ภาคผนวก ค และภาคผนวก ง ตามลำดับ

### 3.2 การวางแผนการทดลอง

วางแผนการทดลองแบบสุ่มสมบูรณ์ (completely randomized design) ซึ่งมีแบบแผนการทดลองโดยมีตัวแปรอิสระแบ่งเป็นการวิเคราะห์เทคนิคการให้ความร้อน 2 เทคนิค คือ เทคนิคการให้ความร้อนแบบไดอิเล็กทริก (dielectric heating) โดยใช้เครื่องอบไมโครเวฟที่ควบคุมอุณหภูมิได้ (controllable temperature microwave dryer, CTMW) และเทคนิคการให้ความร้อนแบบลมร้อน (convective drying) โดยใช้เครื่องอบลมร้อน (hot air dryer, HA) ซึ่งทั้ง 2 เทคนิคแบ่งอุณหภูมิในการลดความชื้นเมล็ดงาขี้ม้อน 3 ระดับ คือ 30, 40 และ 50 องศาเซลเซียส ตามลำดับ

วิเคราะห์ความแปรปรวนโดยใช้ ANOVA และเปรียบเทียบความแตกต่างระหว่างค่าเฉลี่ยโดยใช้วิธี Duncan ที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 ด้วยโปรแกรมสำเร็จรูป SPSS

### 3.3 การเตรียมเมล็ดงาขี้ม้อนเพื่อใช้ในการทดลอง

นำเมล็ดงาขี้ม้อนจากอำเภอแม่จัน จังหวัดเชียงราย ที่ถึงระยะเวลาเก็บเกี่ยวโดยมีอายุประมาณ 4 ถึง 5 เดือนหลังเมล็ดงอก มาทำความสะอาดโดยคัดสิ่งเจือปนออกโดยใช้ตะแกรงขนาด 0.2 มิลลิเมตร จากนั้นนำเข้าเครื่องผสมตัวอย่างเป็นระยะเวลา 30 นาที เพื่อลดความแปรปรวนของตัวอย่าง เพื่อให้ได้วัตถุดิบที่นำมาวิเคราะห์เหมือนกันในทุกกลุ่มการทดลอง

### 3.4 การประเมินสมรรถนะของการลดความชื้น

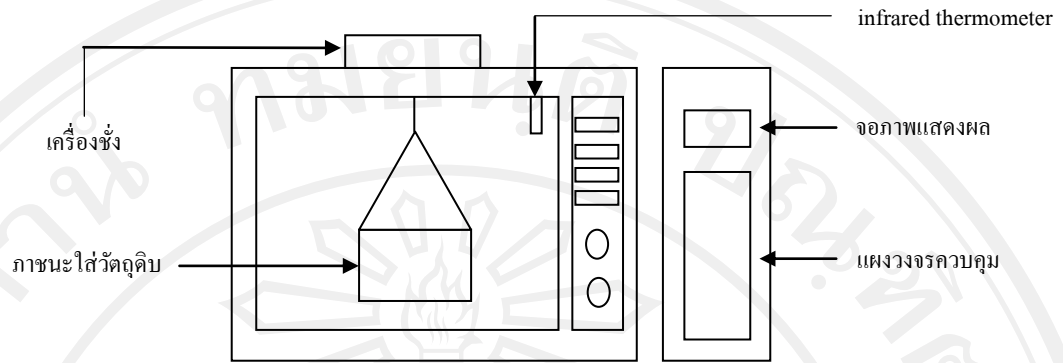
การเก็บข้อมูลในการประเมินสมรรถนะของเครื่องอบลดความชื้น ด้วยกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความชื้น (% wb) กับระยะเวลาในการลดความชื้น (นาที) หรือ drying curve (Hall, 1980) เพื่อประเมินประสิทธิภาพของรูปแบบการให้ความร้อน 2 รูปแบบคือ การให้ความร้อนแบบไดอิเล็กทริกโดยใช้เครื่องอบไมโครเวฟเปรียบเทียบกับการใช้ลมร้อนด้วยเครื่องอบลมร้อน (ตารางเก็บข้อมูลและวิธีการคำนวณน้ำหนักสุดท้ายที่ความชื้นร้อยละ 7 (% wb) ของเมล็ดงาขี้ม้อน แสดงในภาคผนวก ข.1 และ ง.1)

#### 3.4.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการประเมินสมรรถนะของเครื่องอบแห้ง

- (1) กระป๋องอะลูมิเนียมสำหรับวิเคราะห์ปริมาณความชื้น (moisture can)
- (2) คีมคีบ (forcep)
- (3) โถดูดความชื้น (desiccator)
- (4) ถาดอลูมิเนียม (aluminum tray)
- (5) เครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง (เครื่องชั่งแบบละเอียด; Mettler-Toledo, AB204-s, Switzerland)
- (6) ชั่งทศนิยม 2 ตำแหน่ง (digital balance; Mettler Toledo, Switzerland)
- (7) เครื่องอบลมร้อน (hot air oven; Binder, MUA Tender: 10, Germany)
- (8) เครื่องบันทึกข้อมูลอุณหภูมิและความชื้นสัมพัทธ์ของอากาศ (data logger; Testo, 177-H1 VO1.10, Germany)

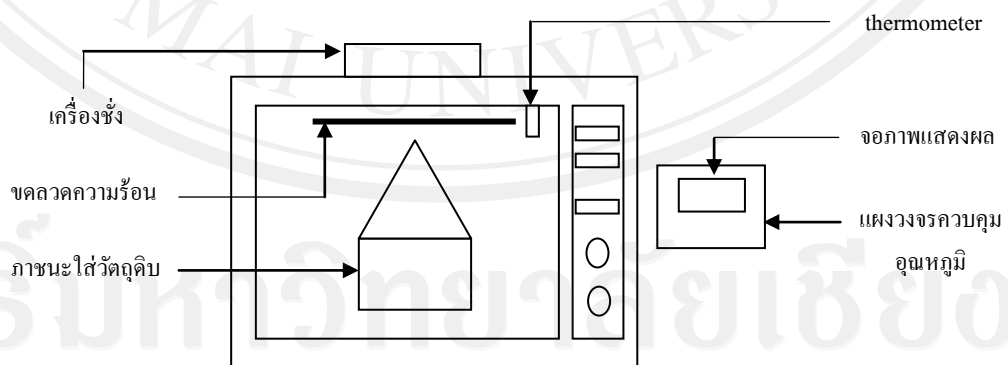
#### 3.4.2 เทคนิคการให้ความร้อนแบบไดอิเล็กทริกและแบบลมร้อน

(1) เครื่องอบไมโครเวฟ ยี่ห้อ Toshiba รุ่น ER-A7C (S) ความจุ 30 L ความถี่คลื่น 2450 MHz กำลังไฟฟ้า 900 W ซึ่งภาพที่ 3.1 ดัดแปลงให้เป็นเครื่องอบไมโครเวฟที่สามารถควบคุมอุณหภูมิได้ระหว่างการลดความชื้น โดยการสร้างแผงวงจรควบคุมการทำงานของแมกนีตรอน ซึ่งทำหน้าที่สร้างคลื่นไมโครเวฟ ติดตั้งพัดลมระบายอากาศขนาด 12V, 13A จำนวน 3 เครื่อง และเครื่องชั่งทศนิยม 2 ตำแหน่ง เพื่อบันทึกการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักระหว่างการลดความชื้น โดยไม่ต้องนำตัวอย่างออก วัดอุณหภูมิวัสดุภายในเครื่องอบด้วยเทอร์โมมิเตอร์แบบอินฟราเรด (infrared thermometer) ที่วัดอุณหภูมิในเครื่องอบทั้งหมด 6 ตำแหน่งและส่งสัญญาณเพื่อตัดการทำงานของแมกนีตรอน เมื่ออุณหภูมิของวัสดุติดตรงตามอุณหภูมิตามที่กำหนดไว้



ภาพที่ 3.1 ส่วนประกอบของเครื่องอบไมโครเวฟที่ควบคุมอุณหภูมิได้

(2) เครื่องอบลมร้อน (hot air dryer, HA) ดังภาพที่ 3.2 ได้ดัดแปลงจากเครื่องอบไมโครเวฟ ยี่ห้อ Toshiba รุ่น ER-G7TC (S) ความจุ 30 L กำลังไฟฟ้า 860 W โดยการติดตั้งขดลวดความร้อนและกล่องวงจรควบคุมอุณหภูมิในการตัดกระแสไฟฟ้าที่จ่ายให้กับขดลวดความร้อน ติดตั้งพัดลมระบายอากาศขนาด 12V, 13A จำนวน 3 เครื่องและเครื่องชั่งทศนิยม 2 ตำแหน่ง เพื่อบันทึกการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักระหว่างการผลิตความชื้น โดยไม่ต้องนำตัวอย่างออกจากเครื่องอบลมร้อน วัดอุณหภูมิในเครื่องอบโดยใช้เทอร์โมมิเตอร์แบบ K-type รุ่น DT-8114 เพื่อติดตามการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิและระบบควบคุมอุณหภูมิเพื่อให้อุณหภูมิในการอบสม่ำเสมอ นอกจากนี้ยังสามารถวัดอุณหภูมิและความชื้นสัมพัทธ์ภายนอกเครื่องอบโดยใช้เครื่องบันทึกข้อมูลอุณหภูมิและความชื้นสัมพัทธ์ของอากาศ



ภาพที่ 3.2 ส่วนประกอบของเครื่องอบลมร้อน

### 3.4.3 วิธีการทดลอง

นำเมล็ดงาขี้ม้อนที่ได้จากการเตรียมในข้อ 3.3 มาจัดเรียงในถาดอบแห้งลดความชื้น โดยใช้เมล็ดงาขี้ม้อนสดน้ำหนัก 200 กรัม ต่อการทดลอง แล้วอบลดความชื้นจนเหลือความชื้นสุดท้ายประมาณร้อยละ 7 (% wb) ซึ่งเป็นปริมาณความชื้นที่เหมาะสมในการเก็บรักษาเมล็ดงา (วิธีการคำนวณแสดงในภาคผนวก ง.1) และบันทึกน้ำหนักที่ลดลงระหว่างการลดความชื้น โดยทดลองซ้ำ 3 ซ้ำ จากนั้นคำนวณหาปริมาณความชื้นจากสมการที่ (3.1) ดังนี้ (Henderson and Perry, 1976)

$$m = \frac{W_m}{W_m + W_d} \times 100 \quad (3.1)$$

โดยที่  $m$  = ปริมาณความชื้น (% wb)  
 $W_m$  = น้ำหนักของน้ำ (กรัม)  
 $W_d$  = น้ำหนักของวัสดุแห้ง (กรัม)

### 3.4.4 การเก็บข้อมูลเพื่อประเมินสมรรถนะของเทคนิคการให้ความร้อน

- (1) ตรวจสอบอุณหภูมิของเมล็ดงาขี้ม้อนขณะอบการลดความชื้นและอุณหภูมิภายในห้องอบ
- (2) บันทึกน้ำหนักที่ลดลงของเมล็ดงาขี้ม้อนในแต่ละช่วงเวลาของการลดความชื้น
- (3) สร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความชื้น (% wb) กับระยะเวลาในการลดความชื้น (นาที)

### 3.5 การวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพของเมล็ดงาขี้ม้อน

การวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพของเมล็ดงาขี้ม้อนหลังกระบวนการลดความชื้นของแต่ละกลุ่มทดลอง การวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพ ได้แก่ การวัดค่าความชื้นหลังการลดความชื้น การวัดค่าปริมาณน้ำอิสระ (water activity;  $a_w$ ) และค่าสีของเมล็ดงาขี้ม้อน

#### 3.5.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการวัดสมบัติทางกายภาพของเมล็ดงาขี้ม้อน

- (1) เครื่องวัดสี (color meter; HunterLab, Color Quest XE, USA)
- (2) เครื่องอบลมร้อน
- (3) เครื่องวัดค่าปริมาณน้ำอิสระ (water activity meter; Novasina, MS1-Aw, Switzerland)

- (4) กระจกสำหรับวิเคราะห์ปริมาณความชื้น
- (5) ถาดอลูมิเนียม
- (6) คีมคีบ
- (7) โถดูดความชื้น
- (8) เครื่องปั่น (blender; Oster, 4093, USA)

### 3.5.2 การวิเคราะห์สีเมล็ดของงาขี้ม้อน

นำเมล็ดงาขี้ม้อนใส่ลงในหลอดแก้ววัดสี (cell) จากนั้นนำไปวัดค่าสีโดยใช้ระบบ CIE ( $L^*$ ,  $a^*$  และ  $b^*$ ) ด้วยเครื่องวัดสี (color meter) การวัดสีให้วัด 3 ซ้ำ ในแต่ละกลุ่มการทดลอง (Ranganna, 1977) โดยตัวอย่างตารางการเก็บข้อมูลแสดงในภาคผนวก ข.3

โดยที่  $L^*$  = lightness factor (value)  
 $a^*$ ,  $b^*$  = chromaticity coordinates (hue, chroma)

นำค่าที่ได้มาคำนวณค่าความแตกต่างของสีโดยรวม (total color difference,  $\Delta E$ ) ของเมล็ดงาขี้ม้อนหลังลดความชื้นเปรียบเทียบกับสีก่อนการลดความชื้นจากสมการที่ (3.3) การคำนวณแสดงในภาคผนวก ง.3

$$\Delta E = [(L_1 - L_2)^2 + (a_1 - a_2)^2 + (b_1 - b_2)^2]^{1/2} \quad (3.2)$$

เมื่อค่า  $L^*$  value ใช้กำหนดค่าความสว่างหรือความมืด โดยเมื่อค่า  $L^*$  value มีค่าเป็น 0 จะแสดงถึงสีดำ และเมื่อค่า  $L^*$  มีค่า 100 จะแสดงถึงสีขาวที่สว่างที่สุด (สีขาว)

ค่า  $a^*$  ใช้กำหนดสีแดงหรือสีเขียว โดยเมื่อ  $a^*$  มีค่าเป็นบวก (+) จะแสดงถึงสีแดง แต่ถ้าค่า  $a^*$  มีค่าเป็นลบ (-) จะแสดงถึงสีเขียว โดยค่า  $a^*$  มีค่าอยู่ในช่วง -60 ถึง +60

ค่า  $b^*$  ใช้กำหนดสีเหลืองหรือสีน้ำเงิน โดยเมื่อ  $b^*$  มีค่าเป็นบวก (+) จะแสดงถึงสีเหลือง แต่ถ้าค่า  $b^*$  มีค่าเป็นลบ (-) จะแสดงถึงสีน้ำเงิน โดยค่า  $b^*$  มีค่าอยู่ในช่วง -60 ถึง +60

### 3.5.3 ปริมาณความชื้นของเมล็ดงาขี้ม้อน (% wb)

การวัดความชื้นก่อนและหลังอบ ได้ดัดแปลงจาก AOAC (2005) ซึ่งเป็นการวิเคราะห์หาปริมาณความชื้นด้วยเครื่องอบลมร้อน โดยการชั่งตัวอย่างที่ได้จากการสุ่มตัวอย่างในหัวข้อ 3.3 จำนวน 5 กรัม ใส่ในกระป๋องสำหรับวิเคราะห์ปริมาณความชื้น ที่ผ่านการลดความชื้นและทราบน้ำหนักที่แน่นอนแล้ว จากนั้นนำไปอบโดยด้วยเครื่องอบที่มีพัลลภภายในที่อุณหภูมิ  $103 \pm 2$

องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง นำออกจากเครื่องอบทิ้งไว้ให้เย็นในโถดูดความชื้น ชั่งน้ำหนักนำไปอบซ้ำอีก 2 ชั่วโมง แล้วนำออกมาชั่ง ทำเช่นนี้อีกจนกระทั่งน้ำหนักคงที่ กำหนดหาปริมาณความชื้นจากน้ำหนักที่ได้ ดังสมการที่ (3.3) ซึ่งตัวอย่างตารางข้อมูลความชื้น (สุดท้าย) และวิธีการคำนวณความชื้นเมล็ดงาขี้ม้อน แสดงในภาคผนวก ข.2 และ ง.2

$$\text{ความชื้น (\% wb)} = \left[ \frac{\text{น้ำหนักตัวอย่างก่อนอบ} - \text{น้ำหนักตัวอย่างหลังอบ}}{\text{น้ำหนักตัวอย่างก่อนอบ}} \right] \times 100 \quad (3.3)$$

### 3.5.4 การตรวจวัดค่าปริมาณน้ำอิสระ (water activity; $a_w$ ) ของเมล็ดงาขี้ม้อน

การวัดค่า  $a_w$  ทำได้โดยการนำเมล็ดงาขี้ม้อนที่ผ่านการลดความชื้นมาบดให้ละเอียด จากนั้นบรรจุลงภาชนะสำหรับวัดค่า  $a_w$  แล้วใส่ตัวอย่างลงในเครื่องวัดค่า  $a_w$  โดยวัด 3 ซ้ำ ในแต่ละกลุ่มการทดลอง (ตัวอย่างตารางข้อมูลปริมาณน้ำอิสระ แสดงในภาคผนวก ข.4)

### 3.6 การวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพของน้ำมันจากเมล็ดงาขี้ม้อน

วิธีวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพของน้ำมันจากเมล็ดงาขี้ม้อน ใช้วิธีการวิเคราะห์ตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมน้ำมันรำสำหรับบริโภค (สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม, 2516) และมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมน้ำมันปาล์ม (สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม, 2521) โดยวิธีวิเคราะห์เป็นไปตามขั้นตอนต่างๆ ดังนี้

#### 3.6.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการวัดสมบัติทางกายภาพของน้ำมันจากเมล็ดงาขี้ม้อน

[1] อุปกรณ์วิเคราะห์

- (1) กระจกตวงวัดปริมาตร (cylinder) ขนาด 50 มิลลิลิตร
- (2) บีกเกอร์ (beaker) ขนาด 250 มิลลิลิตร
- (3) กรวยแยกสาร (separating funnel) ขนาด 500 มิลลิลิตร
- (4) ขวดสีชา (reagent bottle) ขนาด 500 มิลลิลิตร
- (5) ขวดวัดความถ่วงจำเพาะ (calibrated gravity bottle) ขนาด 25 มิลลิลิตร
- (6) กระดาษกรอง (Whatman No. 5)
- (7) กระดาษกรอง (Whatman No. 1)

## [2] เครื่องมือวิเคราะห์

- (1) เครื่องปั่น
- (2) เครื่องหมุนเหวี่ยง (centrifuge; Hermle, Z200A, Germany)
- (3) เครื่องระเหยแยกสารแบบหมุนและควบคุมความดัน (Rotary evaporator + Accessories; Buchi, R-205/V Advance, Switzerland)
- (4) เครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- (5) อ่างควบคุมอุณหภูมิ (water bath; Eyela, NCB-2300, Japan)
- (6) เครื่องวัดสี (color meter; HunterLab, Color Quest XE, USA)
- (7) เครื่องวัดความหนืดของของเหลว (viscometer; Brookfield, DV-III+, USA)

[3] วัตถุดิบ ได้แก่ เมล็ดงาขี้ม้อนที่ผ่านกระบวนการอบลดความชื้นให้เหลือประมาณร้อยละ 7 (% wb)

## [4] สารเคมี

- (1) เฮกเซน (RCI Labscan, Thailand)
- (2) โซเดียมซัลเฟต (Ajax Finechem, Australia)

### 3.6.2 ปริมาณน้ำมันจากเมล็ดงาขี้ม้อนที่สกัดได้

การสกัดและวิเคราะห์ปริมาณน้ำมันสามารถดำเนินการทดลองโดยนำเมล็ดงาขี้ม้อนที่ผ่านกระบวนการลดความชื้นเหลือประมาณร้อยละ 7 (% wb) มาปั่นละเอียดแล้วนำไปใส่ในกรวยแยกสารและเติมเฮกเซนปริมาณ 500 มิลลิลิตร ลงไปในกรวยแยกสาร เขย่าให้เข้ากันแล้วตั้งทิ้งไว้ในอุณหภูมิห้องเป็นเวลา 12 ชั่วโมง เปิดวาล์วแยกส่วนกากและสารละลายออกจากกัน (เก็บส่วนกากเมล็ดงาขี้ม้อนไว้) จากนั้นนำสารละลายที่ได้ไปเข้าเครื่องหมุนเหวี่ยงที่ความเร็ว 5,000 รอบต่อนาทีเป็นเวลา 10 นาที เพื่อแยกกากที่มีอนุภาคขนาดใหญ่ออกและกรองสารละลายดังกล่าวด้วยกระดาษกรอง Whatman No. 1 แล้วเก็บสิ่งที่กรองได้ไว้ในขวดสีชาและนำไปเก็บในตู้แช่เย็นที่อุณหภูมิ 4 องศาเซลเซียส นำส่วนกากเมล็ดงาขี้ม้อนไปสกัดซ้ำแล้วเอาสารละลายที่ได้มารวมกับสารละลายที่เก็บในขวดสีชาในตอนแรก นำสารละลายที่ได้ไปแยกเฮกเซนออกด้วยเครื่องระเหยแยกสารแบบหมุนและควบคุมความดัน ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส ความดัน 100 มิลลิบาร์ เติมผงโซเดียมซัลเฟตลงในน้ำมันที่ได้จากการระเหยแยกเฮกเซนออกแล้วคน และเติมผงโซเดียมซัลเฟตลงไปอย่างต่อเนื่องจนสังเกตเห็นว่าผงของโซเดียมซัลเฟตไม่จับตัวกัน และลอยกระจายทั่วปริมาตรของน้ำมัน แล้วกรองด้วยกระดาษกรอง Whatman No. 1 เพื่อแยกผงโซเดียมซัลเฟตออกจากน้ำมัน วัดปริมาณน้ำมันที่ได้โดยใช้กระบอกตวงวัดปริมาตรและบันทึกปริมาตรของน้ำมันที่สกัดได้เป็นค่าร้อยละ

ของน้ำมันจากเมล็ดงาขี้ม้อนที่สกัดได้ ซึ่งตารางการเก็บข้อมูลปริมาณน้ำมันจากเมล็ดงาขี้ม้อนแสดงในภาคผนวก ข.5

### 3.6.3 ความถ่วงจำเพาะ

ซึ่งนำหนักขวดวัดความถ่วงจำเพาะและบันทึกค่า กรองน้ำมันจากเมล็ดงาขี้ม้อนด้วยกระดาษกรอง Whatman No. 5 แล้วเทน้ำมันลงในขวดวัดความถ่วงจำเพาะเพื่อหาปริมาณความถ่วงจำเพาะ ปิดจุก จุ่มลงในอ่างน้ำที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที เช็ดน้ำมันที่ล้นออกจากขวดแล้วชั่งน้ำหนัก จากนั้นทดลองซ้ำโดยเปลี่ยนจากน้ำมันเป็นน้ำแล้วคำนวณดังสมการที่ (3.4) ซึ่งตารางและวิธีการคำนวณแสดงในภาคผนวก ข.7 และ ง.4

$$\text{ความถ่วงจำเพาะที่อุณหภูมิ } 30^{\circ}\text{C} = \frac{A-B}{C-B} \quad (3.4)$$

- โดยที่
- A = น้ำหนักของขวดและน้ำมันที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส (กรัม)
  - B = น้ำหนักของขวดเปล่า (กรัม)
  - C = น้ำหนักของขวดและน้ำที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส (กรัม)

### 3.6.4 สี

เทน้ำมันจากเมล็ดงาขี้ม้อนที่ผ่านการกรอง (ด้วยกระดาษกรอง Whatman No. 5) ลงในหลอดแก้วเพื่อวัดสีและวัดสีน้ำมันด้วยเครื่องวัดสีในโหมด transmittance บันทึกค่า  $L^*$ ,  $a^*$  และ  $b^*$  คำนวณค่าความแตกต่างของสีดังสมการที่ (3.2) (ตัวอย่างแสดงในภาคผนวก ข.6)

### 3.6.5 ความหนืด

กรองน้ำมันจากเมล็ดงาขี้ม้อนลงในบีกเกอร์ขนาด 200 มิลลิลิตร ด้วยกระดาษกรอง Whatman No. 5 นำไปแช่ในอ่างควบคุมอุณหภูมิที่ 25 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที นำไปวัดค่าความหนืดด้วยเครื่องวัดความหนืดของเหลว โดยใช้หัววัดเบอร์ 4 ใช้ความเร็วรอบ 100 รอบต่อนาที บันทึกค่าความหนืด (cP) ที่ได้ (ตารางการเก็บข้อมูลความหนืดน้ำมันจากเมล็ดงาขี้ม้อนแสดงในภาคผนวก ข.8)



### 3.7 การวิเคราะห์สมบัติทางเคมีของน้ำมันจากเมล็ดงาจี๋ม่อน

วิธีวิเคราะห์สมบัติทางเคมีใช้วิธีการวิเคราะห์ตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมน้ำมันรำสำหรับบริโภค (สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม, 2516) และมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมน้ำมันปาล์ม (สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม, 2521) โดยวิเคราะห์ทั้งหมด 6 ค่า คือ ค่าไอโอดีน ค่าซาปอนิฟิเคชัน ค่าของกรด ปริมาณสารที่ระเหยได้ ค่าเปอร์ออกไซด์ และปริมาณเบตา-แคโรทีน

#### 3.7.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการวัดสมบัติทางเคมีของน้ำมันจากเมล็ดงาจี๋ม่อน

##### [1] อุปกรณ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์

- (1) ขวดรูปชมพู่ (Erlenmeyer flask) ขนาด 250 มิลลิลิตร
- (2) ชุดไตเตรต (titration set)
- (3) ปิเปตต์ (measuring pipette) ขนาด 1, 5, 10 และ 25 มิลลิลิตร
- (4) กระจกตวงวัดปริมาตร (glass measuring cylinder) ขนาด 50 มิลลิลิตร
- (5) บีกเกอร์ (beaker) ขนาด 250 และ 1,000 มิลลิลิตร
- (6) ขวดแก้ว (laboratory bottle) ขนาด 1,000 มิลลิลิตร
- (7) ขวดปรับปริมาตร (volumetric flask) ขนาด 10, 100, 250 และ 1,000 มิลลิลิตร
- (8) หลอดหยด (dropper)
- (9) พาราฟิล์ม (parafilm)

##### [2] เครื่องมือวิเคราะห์

- (1) เครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- (2) เตาไฟฟ้า (hot plate; Labinco, LD 816, Netherland)
- (3) เครื่องอบลมร้อน
- (4) สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (spectrophotometer; Analyze-jena, Specord 40, Germany)

##### [3] สารเคมี

- (1) ฟีนอล์ฟทาลินชนิดผง (RFCL, India)
- (2) โปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ (Ajax Finechem, Australia)
- (3) กรดไฮโดรคลอริก (RCI Labscan, Thailand)
- (4) ไดเอทิลอีเทอร์ (RCI Labscan, Thailand)
- (5) โปแตสเซียมไอโอไดด์ (Ajax Finechem, Australia)

- (6) โซเดียมไทโอซัลเฟต (Ajax Finechem, Australia)
- (7) กรดอะซิติกเข้มข้น (RCI Labscan, Thailand)
- (8) ไอโอดีนบริสุทธิ์ (Ajax Finechem, Australia)
- (9) โปรมีน (Panreac, EU)
- (10) เอทิลแอลกอฮอล์ (Merck, Germany)
- (11) คลอโรฟอร์ม (RCI Labscan, Thailand)
- (12) แป้ง (Merck, Germany) ใช้เป็น indicator
- (13) น้ำกลั่น (PM, Thailand)

[4] วัสดุคืบ

- (1) น้ำมันจากเมล็ดงาที่ผ่านการสกัด (ข้อ 3.6.2)

### 3.7.2 ค่าไอโอดีน

ใช้ปิเปตต์ขนาด 1 มิลลิลิตร ปิเปตต์น้ำมันจากเมล็ดงาที่ผ่านการสกัดแล้วเทในขวดรูปชมพู่แล้วเติมคลอโรฟอร์ม ปริมาตร 9 มิลลิลิตร เติมสารละลาย Hanus iodine reagent ปริมาตร 25 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากันแล้วปิดฝาด้วยพาราฟิล์ม ทิ้งไว้ในที่มืดเป็นเวลา 30 นาที เติมสารละลายโปแตสเซียมไอโอไดด์ ความเข้มข้นร้อยละ 15 ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ไตเตรตด้วยสารละลายมาตรฐาน โซเดียมไทโอซัลเฟต ความเข้มข้น 0.1 M จนกระทั่งส่วนผสมมีสีน้ำตาลเปลี่ยนเป็นสีเหลืองอ่อน หยคน้ำแป้งลงไปประมาณ 5 หยด เขย่าให้ผสมกันโดยทั่วถึงแล้วไตเตรตต่อจนสีน้ำเงินหายไป บันทึกปริมาตรของโซเดียมไทโอซัลเฟตที่ใช้ ทดลอง 3 ซ้ำ แล้วคำนวณหาปริมาณของไอโอดีนที่ทำปฏิกิริยาพอดีกับไขมันดังสมการที่ (3.5) ตารางและวิธีการคำนวณ (ภาคผนวก ข.12 และ ง.8) โดยค่าไอโอดีนสามารถคำนวณได้ดังนี้

ให้น้ำหนักของน้ำมันตัวอย่างที่ใช้  $= X \text{ g}$

ปริมาตรของโซเดียมไทโอซัลเฟตความเข้มข้น 0.1 M ที่ใช้ไตเตรตกับ blank  $= B \text{ ml}$

ปริมาตรของโซเดียมไทโอซัลเฟตความเข้มข้น 0.1 M ที่ใช้ไตเตรตกับน้ำมันตัวอย่าง  $= S \text{ ml}$

จำนวน โมลของ  $I_2$  ที่ทำปฏิกิริยาพอดีกับไขมัน  $X \text{ g} = 0.10(B-S)/(2 \times 1000)$  โมล

น้ำหนักของ  $I_2$  ที่ทำปฏิกิริยาพอดีกับไขมัน  $X \text{ g} = 0.10(B-S) \times 2 \times 126.9 / (2 \times 1000 \times X)$  g

น้ำหนักของ  $I_2$  ที่ทำปฏิกิริยาพอดีกับไขมัน  $100 \text{ g} = 0.10(B-S) \times 2 \times 126.9 \times 100 / (2 \times 1000 \times X)$  g

ดังนั้น

$$\text{ค่าไอโอดีน} = \frac{(B-S) \times 0.10 \times 12.69}{X \text{ g}} \quad (3.5)$$

### 3.7.3 ค่าซาปอนิฟิเคชัน

ชั่งน้ำมันจากเมล็ดงาขี้ม้อน จำนวน 2 กรัม ลงในขวดแก้วรูปชมพู่ เติมสารละลายโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ในเอทิลแอลกอฮอล์ ความเข้มข้น 0.5 N ปริมาตร 25 มิลลิลิตร นำไปตั้งบนเครื่องให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส เขย่าเพื่อให้สารละลายผสมเป็นเนื้อเดียวกัน หยดสารละลายฟีนอล์ฟทาลีนอินดิเคเตอร์ จำนวน 4-5 หยด เขย่าส่วนผสมกันให้ทั่วถึง แล้วไตเตรตกับสารละลายมาตรฐานกรดไฮโดรคลอริก ความเข้มข้น 0.5 N จนกระทั่งสีชมพูจางหายไป (วิเคราะห์ค่า blank ไปพร้อมกับการวิเคราะห์น้ำมันตัวอย่าง) จากนั้นคำนวณค่าซาปอนิฟิเคชันดังสมการที่ (3.6) ตารางและวิธีการคำนวณแสดงในภาคผนวก ข.10 และ ง.6

$$\text{ค่าซาปอนิฟิเคชัน} = \frac{56.1(B-S)N}{W} \quad (3.6)$$

โดยที่ B = ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานกรดไฮโดรคลอริกที่ไตเตรตกับ blank (มิลลิลิตร)

S = ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานกรดไฮโดรคลอริกที่ไตเตรตกับน้ำมันตัวอย่าง (มิลลิลิตร)

N = ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานกรดไฮโดรคลอริก (N)

W = น้ำหนักของน้ำมันตัวอย่างที่ใช้ (กรัม)

### 3.7.4 ค่าของกรด

ชั่งน้ำมันจากเมล็ดงาขี้ม้อน จำนวน 5 กรัม ลงในขวดรูปชมพู่ เติมสารละลายผสมระหว่างเอทิลแอลกอฮอล์กับไดเอทิลอีเทอร์ในสัดส่วน 1:1 (V/V) ในปริมาตร 50 มิลลิลิตร แล้วหยดสารละลายฟีนอล์ฟทาลีนอินดิเคเตอร์จำนวน 4-5 หยด ไตเตรตด้วยสารละลายมาตรฐานโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 0.1 N จนกระทั่งสีชมพูของสารละลายฟีนอล์ฟทาลีนจางหายไป ค่าของกรดของน้ำมันจากเมล็ดงาขี้ม้อนสามารถคำนวณดังสมการที่ (3.7) ตารางการเก็บข้อมูลและวิธีการคำนวณแสดงในภาคผนวก ข.9 และ ง.5

$$\text{ค่าของกรด (mgNaOH/g)} = \frac{56.1aN}{P} \quad (3.7)$$

โดยที่ a = ปริมาตรของสารละลายโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ (มิลลิลิตร)  
 N = ความเข้มข้นของสารละลายโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ (N)  
 P = น้ำหนักของน้ำมันตัวอย่าง (กรัม)

### 3.7.5 ปริมาณสารที่ระเหยได้

ชั่งน้ำมันจากเมล็ดงาจี๋ม้อน จำนวน 10 กรัม ในกระป๋องที่สำหรับวิเคราะห์หาปริมาณความชื้นที่ผ่านการล้างและอบแห้งและทราบน้ำหนักที่แน่นอน แล้วนำไปอบในเครื่องอบลมร้อนที่อุณหภูมิ  $105 \pm 1$  องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จึงนำไปทำให้เย็นในโถดูดความชื้นที่อุณหภูมิห้องแล้วนำไปชั่งน้ำหนัก นำไปอบอีกครั้งๆ ละ 30 นาที ทำให้เย็นและชั่งน้ำหนักทุกครั้ง จนกระทั่งได้น้ำหนักของน้ำมันจากเมล็ดงาจี๋ม้อนคงที่ คำนวณหาปริมาณสารที่ระเหยได้ดังสมการที่ (3.8) ตารางการเก็บข้อมูลและวิธีการคำนวณแสดงในภาคผนวก ข.14 และ ง.10

$$\text{ปริมาณสารที่ระเหยได้ (\%)} = \frac{100w}{W} \quad (3.8)$$

โดยที่ w = น้ำหนักของตัวอย่างที่หายไป (กรัม)  
 W = น้ำหนักของตัวอย่างที่ใช้ (กรัม)

### 3.7.6 ค่าเปอร์ออกไซด์

ชั่งตัวอย่างน้ำมันจากเมล็ดงาจี๋ม้อน จำนวน 2 กรัม ในขวดรูปชมพู่ เติมสารละลายคลอโรฟอร์ม ปริมาตร 10 มิลลิลิตร แล้วเขย่าให้น้ำมันละลายในคลอโรฟอร์ม เติมสารละลายกรดอะซีติกเข้มข้นปริมาตร 15 มิลลิลิตร และสารละลายอิมตัวของโปแตสเซียมไอโอไดด์ ปริมาตร 1 มิลลิลิตร ปิดจุกและเขย่าอีก 1 นาที ตั้งทิ้งไว้ในที่มืดเป็นเวลา 5 นาที เติมน้ำกลั่นลงไปปริมาตร 75 มิลลิลิตร หยดสารละลายเป็งประมาณ 5 หยด แล้วไตเตรตด้วยสารละลายมาตรฐานโซเดียมไทโอซัลเฟต ความเข้มข้น 0.01 N (ทำ blank ควบคู่ไปกับตัวอย่างน้ำมันจากเมล็ดงาจี๋ม้อน โดยไม่มีการเติมน้ำมันจากเมล็ดงาจี๋ม้อนตัวอย่าง ปริมาตรสารละลายมาตรฐานโซเดียมไทโอซัลเฟตที่ใช้ไตเตรตควรจะเป็นศูนย์ แต่ถ้าไม่เป็นศูนย์ให้นำมาหักออกจากปริมาตรสารละลายมาตรฐานโซเดียมไทโอซัลเฟตที่ใช้ไตเตรตกับน้ำมัน) จากนั้นคำนวณดังสมการที่ (3.9) ตารางการเก็บข้อมูลและวิธีการคำนวณแสดงในภาคผนวก ข.11 และ ง.7

$$\text{ค่าเปอร์ออกไซด์ (meq.O}_2\text{/kg)} = 1000 \frac{aN}{P} \quad (3.9)$$

โดยที่ a = ปริมาตรของสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟตที่ใช้ไตเตรต (มิลลิลิตร)  
 N = ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานโซเดียมไทโอซัลเฟต (N)  
 P = น้ำหนักของน้ำมัน (กรัม)

### 3.7.7 ปริมาณเบตา-แคโรทีน

นำน้ำมันจากเมล็ดงาขี้ม้อนตัวอย่างปริมาตร 2 มิลลิลิตร ใน cuvette แล้วชั่งน้ำหนักของน้ำมันจากเมล็ดงาขี้ม้อน จากนั้นนำ cuvette ที่ใส่น้ำมันจากเมล็ดงาขี้ม้อนตัวอย่างไปวัดค่าการดูดกลืนแสง (absorbance) ที่ความยาวคลื่น 445 นาโนเมตร โดยใช้เฮกเซนเป็น blank แล้วนำค่าที่ได้ไปคำนวณดังสมการที่ (3.10) ตารางการเก็บข้อมูลและวิธีการคำนวณแสดงในภาคผนวก ข.13 และ ง.9

$$\text{ปริมาณเบตา-แคโรทีน (ppm)} = \frac{(V \times 383 \times E)}{(100 \times W)} \quad (3.10)$$

โดยที่ V = ปริมาตรของน้ำมันที่วิเคราะห์ (มิลลิลิตร)  
 383 = ค่า diffusion coefficient ของเบตา-แคโรทีน  
 E = ค่าความแตกต่างของค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 445 นาโนเมตร ( $A_{445}$ ) ระหว่างน้ำมันตัวอย่างกับเฮกเซน  
 W = น้ำหนักของน้ำมัน ที่ใช้ในการวิเคราะห์ (กรัม)

### 3.8 วิธีการเตรียมสารละลายในการวิเคราะห์สมบัติทางเคมีของน้ำมันจากเมล็ดงาขี้ม้อน

เนื่องจากการวิเคราะห์สมบัติต่างๆ ทางเคมีของน้ำมันจากเมล็ดงาขี้ม้อนจะต้องมีการเตรียมสารเพื่อใช้ในการวิเคราะห์สมบัติต่างๆ ดังนั้นในหัวข้อนี้จึงเป็นการอธิบายวิธีการเตรียมสาร เพื่อหาสมบัติทางเคมีของน้ำมันจากเมล็ดงาขี้ม้อน โดยขั้นตอนการเตรียมสารละลายต่างๆ แสดงดังต่อไปนี้

#### (1) สารละลาย Hanus iodine reagent

1.1 ชั่งไอโอดีนบริสุทธิ์ จำนวน 13.615 กรัม ละลายในกรดอะซิติกเข้มข้น จำนวน 825 มิลลิลิตร นำไปอุ่นเพื่อให้ไอโอดีนบริสุทธิ์ละลายทั้งหมดแล้วทิ้งไว้ให้เย็น วิเคราะห์หาความเข้มข้น

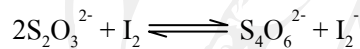
ของไอโอดีนที่เตรียมได้โดยการเปิดสารละลายที่เตรียมไว้จำนวน 25 มิลลิลิตร ไตเตรตกับสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟต ความเข้มข้น 0.05 M โดยใช้ น้ำแข็ง เป็นอินดิเคเตอร์ ไตเตรตจนกระทั่งสีน้ำเงินจางหายไป บันทึกปริมาตรของสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟตที่ใช้ ( $V_1$  ml)

1.2 เตรียมสารละลายโบรมีนในกรดอะซิติกเข้มข้น โดยเปิดสารละลายโบรมีน จำนวน 3 มิลลิลิตร ใสลงในกรดอะซิติกเข้มข้น จำนวน 200 มิลลิลิตร จากนั้นคำนวณหาความเข้มข้นของโบรมีน โดยการนำสารละลายโบรมีนที่เตรียมได้จำนวน 5 มิลลิลิตร เติมด้วยสารละลายโปแตสเซียมไอโอไดด์ ความเข้มข้นร้อยละ 15 จำนวน 10 มิลลิลิตร แล้วนำไปไตเตรตด้วยสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟต ความเข้มข้น 0.05 M โดยใช้ น้ำแข็ง เป็นอินดิเคเตอร์ บันทึกปริมาตรของสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟต ที่ใช้ ( $V_2$  ml)

คำนวณปริมาตรของสารละลายโบรมีน ในข้อ 1.2 ที่จะเติมลงในข้อ 1.1 จำนวน 800 มิลลิลิตร ดังนี้

ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟต = 0.05 M

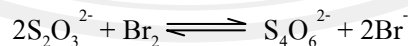
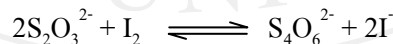
ตอนที่ 1 ปริมาตรของสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟตที่ทำปฏิกิริยาพอดีกับสารละลายไอโอดีนในกรดอะซิติกเข้มข้น จำนวน 25.00 มิลลิลิตร เท่ากับ  $V_1$  มิลลิลิตร



ดังนั้นความเข้มข้นของไอโอดีนในสารละลาย =  $0.05 V_1 / 2 \times 25$  M

จำนวนโมลของไอโอดีนในสารละลาย 800 มิลลิลิตร =  $0.05 V_1 \times 800 / (50.00 \times 1000)$  M

ตอนที่ 2 ปริมาตรของสารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟตที่ทำปฏิกิริยาพอดีกับสารละลายโบรมีนในกรดอะซิติกเข้มข้น จำนวน 5.00 ml เท่ากับ  $V_2$  ml



ดังนั้นจำนวนโมลของโบรมีนในสารละลาย 5.00 มิลลิลิตร =  $0.05 V_2 / 2 \times 1000$  M จะมีโบรมีน  $0.05 V_2 / (2 \times 1000)$  M อยู่ในสารละลาย 5.00 มิลลิลิตร ดังนั้นโบรมีน  $0.05 V_1 \times 800 / (50.00 \times 1000)$  M จะอยู่ในสารละลาย  $800V_1 / 5V_2$  มิลลิลิตร

1.3 นำสารละลายในข้อ 1.2 จำนวน  $800V_1 / 5V_2$  มิลลิลิตร มาเติมในสารละลายในข้อที่ 1.1 จำนวน 800 มิลลิลิตร จะได้สารละลาย Hanus iodine reagent

- (2) สารละลายโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้นร้อยละ 15  
ชั่งโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 15 กรัม ละลายในน้ำกลั่นแล้วปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตร โดยใช้ขวดปรับปริมาตร ขนาด 100 มิลลิลิตร
- (3) สารละลายน้ำแป้งเพื่อใช้เป็นอินดิเคเตอร์  
ชั่งแป้ง (soluble starch) 1 กรัม ละลายในน้ำกลั่นเพียงเล็กน้อย ผสมกับเมอร์คิวริกไอโอไดด์ จำนวน 5 มิลลิกรัม นำไปต้มในน้ำเดือดปริมาตร 500 มิลลิลิตร เป็นเวลา 1-2 นาที ทิ้งไว้ให้เย็น แยกเอาเฉพาะส่วนใส เพื่อใช้เป็นอินดิเคเตอร์
- (4) สารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟต ความเข้มข้น 0.10 M  
ชั่งโซเดียมไทโอซัลเฟตปริมาณ 24.82 กรัม ละลายในน้ำกลั่นแล้วปรับปริมาตรเป็น 1,000 มิลลิลิตร โดยใช้ขวดปรับปริมาตร ขนาด 1,000 มิลลิลิตร ด้วยน้ำกลั่น
- (5) สารละลายโซเดียมไทโอซัลเฟต ความเข้มข้น 0.05 M  
ชั่งโซเดียมไทโอซัลเฟตจำนวน 3.1024 กรัม ละลายในน้ำกลั่นแล้วปรับปริมาตรเป็น 250 มิลลิลิตร โดยใช้ขวดปรับปริมาตร ขนาด 250 มิลลิลิตร
- (6) สารละลายฟีนอล์ฟทาลีนอินดิเคเตอร์  
ชั่งฟีนอล์ฟทาลีนปริมาณ 1 กรัม ละลายในเอทิลแอลกอฮอล์ร้อยละ 99 แล้วปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตร โดยใช้ขวดปรับปริมาตร ขนาด 100 มิลลิลิตร
- (7) สารละลายโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ในเอทิลแอลกอฮอล์ ความเข้มข้น 0.5 N  
ชั่งโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 34 กรัม ละลายในน้ำกลั่นปริมาตร 20 มิลลิลิตร จากนั้นเติมเอทิลแอลกอฮอล์ร้อยละ 99 ปรับปริมาตรให้ได้ 1000 มิลลิลิตร โดยใช้ขวดปรับปริมาตร ขนาด 1,000 มิลลิลิตร
- (8) สารละลายโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ในเอทิลแอลกอฮอล์ ความเข้มข้น 0.1 N  
ชั่งโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 6.8 กรัม ละลายในน้ำกลั่นปริมาตร 20 มิลลิลิตร จากนั้นเติมเอทิลแอลกอฮอล์ร้อยละ 99 ปรับปริมาตรให้ได้ 1000 มิลลิลิตร โดยใช้ขวดปรับปริมาตร ขนาด 1,000 มิลลิลิตร
- (9) สารละลายมาตรฐานกรดไฮโดรคลอริก ความเข้มข้น 0.5 N  
ปิเปตต์กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นปริมาตร 43 มิลลิลิตร ละลายในน้ำกลั่นแล้วปรับปริมาตรเป็น 1,000 มิลลิลิตร โดยใช้ขวดปรับปริมาตร ขนาด 1,000 มิลลิลิตร
- (10) สารผสมระหว่างเอทิลแอลกอฮอล์กับไดเอทิลอีเทอร์อัตราส่วน 1:1 V/V  
ผสมระหว่างเอทิลแอลกอฮอล์กับไดเอทิลอีเทอร์อัตราส่วน 1:1 ml V/V แล้วปรับให้เป็นกลาง โดยใช้สารละลายโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ในเอทิลแอลกอฮอล์ 0.5 N



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

Copyright© by Chiang Mai University  
All rights reserved





ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

Copyright© by Chiang Mai University  
All rights reserved



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

Copyright© by Chiang Mai University  
All rights reserved



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

Copyright© by Chiang Mai University  
All rights reserved