

บทที่ 3

การดำเนินงานวิจัย

3.1 วัตถุดิบ อุปกรณ์และสารเคมี

3.1.1 วัตถุดิบ

- มะนาวแป้น ซื้อจากตลาดพรานนก ราคาโดยเฉลี่ย 150 บาทต่อ 100 ผล
- มอลโตเดกซ์ทริน ที่มีค่า dextrose equivalent 17-20 ของบริษัท Starch Australasia จำกัด (ชื่อทางการค้า FIELDOSE 17) ซื้อจาก หจก.นิวทรีชั่น
- Tricalcium phosphate (TCP) ของบริษัท Stauffer Chemical จำกัด ซื้อจาก หจก.นิวทรีชั่น
- ซิลิกาเจลที่บรรจุใน sift-proof moisture permeable paper container ขนาดบรรจุ 2 กรัม ซื้อจากบริษัทสยามเบต้ากรู๊ป จำกัด

3.1.2 อุปกรณ์

- เครื่องคั้นน้ำผลไม้ (citrus juicer) รุ่น HJ 28 ของ Black&Decker
- เครื่องบดอาหารของ Bialetti(model frullatore macinacaffe)
- hand refractometer 0-32^obrix ของ Atago
- air-blast freezer ของบริษัท ออกัสต้า จัฟฟลาย จำกัด
- freeze dryer รุ่น 25-SRC-3MS ของ The VirTis Company
- gas chromatograph รุ่น GC-9A ของ Shimadzu และ recorder รุ่น C-R3A Chromatopac ของ Shimadzu
- microsyringe ขนาด 10 μ l ของ Hamilton
- rotary evaporator รุ่น VV 2000 ของ Heidolph
- เครื่องปิดผนึกถุงด้วยความร้อน ของ Sea master

- เครื่องร่อนแยกขนาดของ Retsch โดยใช้ตะแกรงร่อนขนาด 35 mesh
- เครื่องชั่งสารอย่างละเอียด (Sartorius A200S) และเครื่องชั่งสาร

อย่างหยาบ (Sartorius B310S)

- pH meter ของ Corning รุ่น 220
- spectrophotometer รุ่น UV-240 ของ Shimadzu
- a_w -value analyzer ของ Lufft model 5803

3.1.3 สารเคมี

- sodium hydroxide
- potassium hydrogen phthalate
- phenolphthalein
- pentane (purity 99%)
- d-limonene (purity 97%) ของ Merck ซื้อจากบริษัทเมอร์ค จำกัด
- citral(purity 97%) ของ Fluka ซื้อจากบริษัท Lab System จำกัด
- sodium chloride
- oxalic acid
- ascorbic acid
- 2,6-dichlorophenol indophenol

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.2 ขั้นตอนและวิธีดำเนินการวิจัย

3.2.1 วิเคราะห์สมบัติของน้ำมะนาวสด

- วัด total soluble solids โดยใช้ hand refractometer
- วัดความเป็นกรด โดยใช้ pH meter
- วิเคราะห์หาปริมาณ titratable acidity (as % citric acid)

(Rangana, 1977) รายละเอียดการวิเคราะห์แสดงในภาคผนวก ก.

- วิเคราะห์หาปริมาณวิตามินซี (ascorbic acid) (Rangana, 1977)

รายละเอียดการวิเคราะห์แสดงในภาคผนวก ก.

- วิเคราะห์หาปริมาณ d-Limonene และ citral โดยใช้ gas chromatographic method โดยดัดแปลงมาจากวิธีการของ Hall (1973) รายละเอียดการวิเคราะห์แสดงในภาคผนวก ก.

3.2.2 การเตรียมน้ำมะนาวและการทำแห้งน้ำมะนาวแบบเยือกแข็ง

การเตรียมน้ำมะนาวทำได้โดยนำผลมะนาวสดมาล้างให้สะอาด ผึ่งให้แห้ง เก็บที่อุณหภูมิห้องเย็น (ประมาณ 5°C) แล้วจึงนำมาผ่าครึ่ง คั้นน้ำโดยใช้เครื่องคั้นน้ำผลไม้ กรองด้วยผ้าขาวบาง 2 ชั้น น้ำมะนาวที่ได้เก็บในถุง high density polyethylene (HDPE) เก็บที่อุณหภูมิแช่แข็ง (-18°C) เมื่อจะนำมาใช้จึงนำมาละลาย แล้วเติม drying aid ลงไป คนให้ละลายเป็นเนื้อเดียวกัน สำหรับในการทดลองนี้ drying aid ที่ใช้คือ มอลโตเดกซ์ทริน (DE 17-20) เทน้ำมะนาวใส่ถาดโดยให้ความหนาของชั้นตัวอย่างเท่ากับ 5 มิลลิเมตร แล้วนำไปแช่แข็ง (pre-freezing) จากนั้นนำไปทำแห้งแบบเยือกแข็งโดยใช้ freeze dryer รุ่น 25-SRC-3MS ของ The VirTis Company การทำแห้งแบบเยือกแข็งประกอบด้วย 2 ขั้นตอน คือ freezing step และ drying step สภาวะที่ใช้งานแต่ละขั้นตอนเป็นดังนี้

- freezing step
 - : plate temperature -20°C
 - : ระยะเวลา 2 ชั่วโมง

- drying step

: plate temperature ใช้ระบบการควบคุมอุณหภูมิดังนี้

<u>plate temperature (°C)</u>	<u>time (hr.)</u>
-15	4
- 5	4
0	4
35	16

: condenser temperature -30°C

: ความดันสุญญากาศประมาณ 200 ไมโครเมตรปรอท

: ระยะเวลา 28 ชั่วโมง

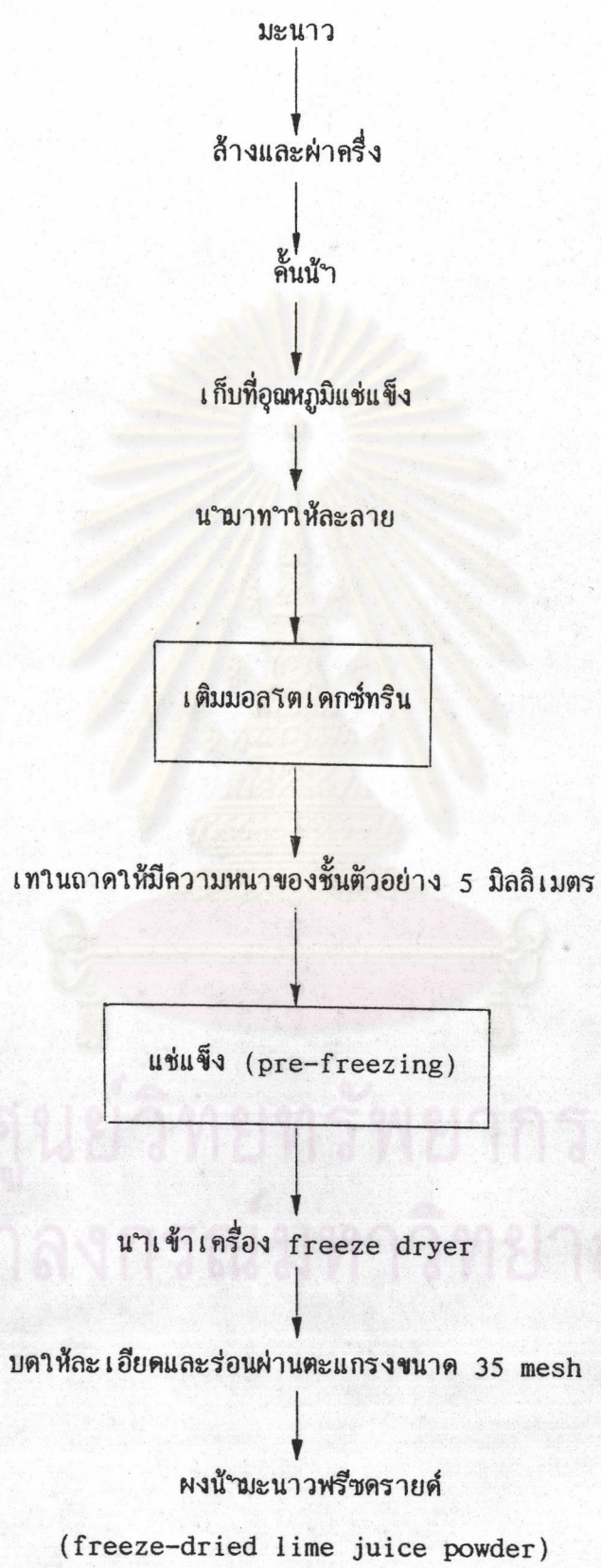
รวมระยะเวลาทั้งสองขั้นตอน 30 ชั่วโมง

เมื่อเสร็จสิ้นกระบวนการทำแห้งแบบเยือกแข็งนำผลิตภัณฑ์ที่ได้มาบดให้ละเอียดด้วยเครื่องบดอาหารของ Bialetti แล้วร่อนผ่านตะแกรงขนาด 35 mesh จะได้ผงน้ำมะนาวฟรีซไดรรายด์ (freeze-dried lime juice powder) แผนผังของขั้นตอนต่างๆ แสดงในรูปที่

3.1

ศูนย์วิจัยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย





รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการเตรียมน้ำมะนาวและการทำงานหึ่งน้ำมะนาวแบบเยือกแข็ง

3.2.3 ศึกษาผลของปริมาณมอลโตเดกซ์ทรินและวิธีการแช่แข็งในขั้นตอน pre-freezing ต่อคุณภาพของผงน้ำมะนาวพรีชดรายด์

3.2.3.1 เตรียมผงน้ำมะนาวพรีชดรายด์ ตามขั้นตอนดังข้อ 3.2.2 บังคับที่ ศึกษาในการทดลองนี้คือ แปรปริมาณมอลโตเดกซ์ทริน 5 ระดับคือ 15%, 20%, 25%, 30% และ 35% (w/w) และแปรวิธีการแช่แข็งในขั้นตอน pre-freezing 2 วิธีคือ การแช่แข็งด้วยอัตราเร็วต่ำใน freezing room ที่อุณหภูมิ -18°C นาน 20 ชั่วโมง และการแช่แข็งด้วยอัตราเร็วสูงใน air-blast freezer ที่อุณหภูมิ -32°C นาน 1 ชั่วโมง วางแผนการทดลองแบบ factorial completely randomized design ขนาด 5×2 ทำการทดลอง 2 ซ้ำ

3.2.3.2 วิเคราะห์สมบัติของน้ำมะนาว ค่าที่วิเคราะห์คือ total soluble solids, ปริมาณ titratable acidity และปริมาณ d-limonene และ citral โดยใช้วิธีการเช่นเดียวกับข้อ 3.2.1

3.2.3.3 วัด total soluble solids (TSS) ของน้ำมะนาวหลังเติม มอลโตเดกซ์ทริน พร้อมทั้งบันทึกน้ำหนักของน้ำมะนาวในแต่ละ treatment combinations ก่อนการทําแห้ง

รายละเอียดของข้อมูลการเตรียมน้ำมะนาวและสมบัติต่างๆ ของน้ำมะนาว ดังที่วิเคราะห์ในข้อ 3.2.3.2 และ 3.2.3.3 นั้น แสดงในภาคผนวก ข.

3.2.3.4 วิเคราะห์สมบัติของผงน้ำมะนาวพรีชดรายด์

- คำนวณ % yield ของการทําแห้ง รายละเอียดของการคำนวณ แสดงในภาคผนวก ก.

- วิเคราะห์หาปริมาณ titratable acidity วิธีวิเคราะห์ แสดงในภาคผนวก ก.

- หาปริมาณความชื้น (dry basis) โดยวิธีของ Foda และคณะ (1970) รายละเอียดของวิธีการและการคำนวณแสดงในภาคผนวก ก.

- ศึกษาพฤติกรรมการดูดความชื้น (hygroscopic behavior) ตามวิธีการของ Cal-Vidal และ Falcone (1985) โดยศึกษาในระบบที่ควบคุมอุณหภูมิ 25°C และระดับความชื้นสัมพัทธ์ 75% โดยใช้สารละลายอิมิตัวของโรชเคียมคลอไรด์ (Rockland, 1960) คำนวณ % water absorption ที่เวลาต่างๆ จนถึงภาวะสมดุล รายละเอียดของการวิเคราะห์

และการคำนวณแสดงในภาคผนวก ก.

- วิเคราะห์หาปริมาณ d-limonene และ citral และคำนวณ % retention ของสารทั้งสอง รายละเอียดการวิเคราะห์และการคำนวณแสดงในภาคผนวก ก.

- การทดสอบทางประสาทสัมผัส โดยใช้ผู้ทดสอบที่ผ่านการคัดเลือกแล้ว วิธีการคัดเลือกผู้ทดสอบและแบบทดสอบที่ใช้แสดงรายละเอียดในภาคผนวก ค. การเตรียมตัวอย่างผงน้ำมันวานิลลาสำหรับประเมินผลทางประสาทสัมผัสและแบบทดสอบที่ใช้แสดงรายละเอียดในภาคผนวก ง. วางแผนการทดสอบทางประสาทสัมผัสแบบ balance incomplete block design (BIB) แบบที่ 26 (สุรพล อุบดินสกุล, 2526) ที่มีจำนวนสิ่งทดลอง = 10 ใช้ผู้ทดสอบที่ผ่านการคัดเลือกแล้ว 15 คน โดยผู้ทดสอบแต่ละคนจะทดสอบ 4 ตัวอย่าง รายละเอียดการทดสอบและการคำนวณแสดงในภาคผนวก จ.

3.2.4 ศึกษาผลของ Tricalcium phosphate (TCP) และ In-package desiccant (IPD) ต่อการเปลี่ยนแปลงคุณภาพของผงน้ำมันวานิลลาระหว่างการเก็บ

3.2.4.1 เตรียมผงน้ำมันวานิลลาตามขั้นตอนดังข้อ 3.2.2 โดยใช้ปริมาณมอลโตเดกซ์ทรินและวิธีการแช่แข็งก่อนการทาน้ำแข็งที่เหมาะสมที่สรุปได้จากข้อ 3.2.3 คือ ปริมาณมอลโตเดกซ์ทริน 30% โดยน้ำหนักน้ำมันวานิลลา และแช่แข็งด้วยอัตราเร็วต่ำใน freezing room ที่อุณหภูมิ -18°C นาน 20 ชั่วโมง

3.2.4.2 ศึกษาผลของ TCP และ IPD ต่อการเปลี่ยนแปลงคุณภาพของผงน้ำมันวานิลลาระหว่างการเก็บ โดยผสมผงน้ำมันวานิลลาให้เข้ากันกับ TCP ซึ่งเป็นสารป้องกันการจับตัวเป็นก้อน แปรปริมาณ TCP 3 ระดับคือ 0% 0.5% และ 1.0% โดยน้ำหนักผงน้ำมันวานิลลา แล้วนำมาศึกษาผลของการใช้ IPD (silica gel ที่บรรจุใน sift-proof moisture permeable paper ปริมาณ 10% โดยน้ำหนักผงน้ำมันวานิลลา) โดยเปรียบเทียบกับเมื่อไม่ใช้ IPD บรรจุผลิตภัณฑ์ในถุงลามิเนต (PET-PE-Al-PE) ขนาด 4x4 นิ้ว ภายใต้อากาศแห้ง โดยบรรจุถุงละ 20 กรัม เก็บผลิตภัณฑ์ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 2 เดือน

3.2.4.2.1 ระหว่างการเก็บทุกๆ 2 สัปดาห์ ตลอดระยะเวลาการเก็บ 8 สัปดาห์ สุ่มตัวอย่างมาวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงคุณภาพของผลิตภัณฑ์ดังนี้

- หาปริมาณความชื้น (dry basis) โดยวิธีของ

Foda และคณะ (1970)

- วิเคราะห์หาปริมาณ titratable acidity (as %citric acid) (Rangana, 1977)

- วิเคราะห์หาปริมาณวิตามินซี (Rangana, 1977)

- วัด browning index (Kopelman, Meydav and Weinberg, 1977)

- วัดการละลายของผงน้ำมะนาวพรีซครายด์ (ดัดแปลงจากวิธีการของ Hassan, Al-kahtani และ Bakri, 1990)

รายละเอียดของวิธีการวิเคราะห์ต่างๆ แสดงในภาคผนวก ก.

- วัด water activity (a_w) ด้วย a_w -value analyzer ของ Lufft model 5803 โดยใช้ผงน้ำมะนาวพรีซครายด์น้ำหนักประมาณ 1 กรัม

- หาสัดส่วนโดยน้ำหนักของผลิตภัณฑ์ ที่ไม่จับตัวเป็นก้อน โดยนำผงน้ำมะนาวพรีซครายด์ที่บรรจุในถุงลามิเนต น้ำหนักประมาณ 20 กรัม มาร้อนผ่านตะแกรงขนาด 35 mesh บนเครื่องร่อนแยกขนาดของ Retsch โดยเขย่าแบบต่อเนื่องเป็นเวลา 1 นาที บันทึกน้ำหนักของผลิตภัณฑ์ที่ผ่านและไม่ผ่านตะแกรง คำนวณร้อยละโดยน้ำหนักของผลิตภัณฑ์ที่ผ่านตะแกรงร้อน (%uncaking)

วางแผนการทดลองแบบ factorial completely randomized design ขนาด $3 \times 2 \times 5$ ทดลอง 2 ชั้นและเปรียบเทียบค่าเฉลี่ยด้วยวิธี Duncan's multiple range test

3.2.4.2.2 ระหว่างการเก็บทุกๆ 1 เดือน ตลอดระยะเวลาการเก็บ 2 เดือน สุ่มตัวอย่างมาทดสอบทางประสาทสัมผัส โดยใช้ผู้ทดสอบชุดเดียวกับการทดลองข้อ

3.2.3.4 จำนวน 10 ท่าน การเตรียมตัวอย่างน้ำมะนาวพร้อมดื่มมาใช้วิธีการดังภาคผนวก ง. ส่วนแบบทดสอบที่ชี้แสดงรายละเอียดในภาคผนวก ฉ.

วางแผนการทดลองแบบ factorial randomized complete block design ขนาด $3 \times 2 \times 3$ และเปรียบเทียบค่าเฉลี่ยด้วยวิธี Duncan's multiple range test