

บทที่ 3

อุปกรณ์ สารเคมี และวิธีการศึกษา

วัตถุประสงค์ อุปกรณ์และสารเคมี

3.1 วัตถุประสงค์

น้ำผึ้งดอกทานตะวันตกลูกจากสุภาพาร์มฝั่ง อ.แม่ริม จ.เชียงใหม่

3.2 สารเคมี

1. Maltodextrin DE 11 (Fluka, Germany)
2. Lithium Chloride (LiCl) (Ajax Finechem, Australia)
3. Potassium Acetate (CH_3COOK) (Ajax Finechem, Australia)
4. Magnesium Chloride ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) (Ajax Finechem, Australia)
5. Potassium Carbonate (K_2CO_3) (Ajax Finechem, Australia)
6. Magnesium Nitrate ($\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) (Ajax Finechem, Australia)
7. Sodium Chloride (NaCl) (Ajax Finechem, Australia)
8. Potassium Chloride (KCl) (Ajax Finechem, Australia)
9. Petroleum Ether (Labscan, Thailand)

3.3 เครื่องมือและอุปกรณ์

1. เครื่องหมุนเหวี่ยง (บริษัท มาร์ช คูล อินดัสทรี จำกัด, ประเทศไทย)
2. เครื่องวิเคราะห์สี ใช้ Color Quest II Colorimeter (Chroma Meter CR 300 Series, Minolta, Japan)
3. เครื่องวัดปริมาณของแข็งที่ละลายน้ำได้ทั้งหมด Hand Refractometer (N-10E, Atago Co., Ltd., Japan)
4. ตู้อบลมร้อน (Mettler, USA)
5. เครื่องวัดปริมาณน้ำอิสระ (a_w) ใช้เครื่อง Water Activity Meter (AquaLab รุ่น TE3, Decagon Devices, Inc Pullman, USA)

6. เครื่องวิเคราะห์จุดหลอมเหลว Differential Scanning Calorimeter (DSC) (Diamon DSC, Perkin Elmer, USA)
7. ตู้อบสุญญากาศ (Binder VD23, USA)
8. เครื่องทำแห้งแบบแช่เยือกแข็ง (Freeze drying) (LABCONCO, USA)
9. เครื่องปั่นเหวี่ยง (centrifuge) (Hermle, Germany)
10. โถดูดความชื้น (dessicator)

3.4 วิธีการศึกษา

การเตรียมวัตถุดิบ

ผลิตภัณฑ์น้ำผึ้งดอกทานตะวัน

นำผึ้งดอกทานตะวันตากผลึกผ่านการหมุนเหวี่ยงเพื่อแยกส่วนที่เป็นผลิตภัณฑ์น้ำผึ้งออกจากส่วนที่เป็นของเหลว

น้ำผึ้งดอกทานตะวันเหลว

นำดอกทานตะวันตากผลึกผ่านการละลายผลิตภัณฑ์น้ำผึ้งโดยใช้อ่างควบคุมอุณหภูมิที่อุณหภูมิ 75-80°C เป็นเวลา 15-20 นาที จนกระทั่งผลิตภัณฑ์น้ำผึ้งละลายหมด

ตอนที่ 1 การผลิตน้ำผึ้งผงด้วยวิธีทำแห้งแบบแช่เยือกแข็ง

น้ำผึ้งผงเตรียมได้จากน้ำผึ้งดอกทานตะวันเหลวและผลิตภัณฑ์น้ำผึ้งดอกทานตะวัน โดยทำการแปรระดับความเข้มข้นของมอลโทเด็กซ์ทริน 3 ระดับคือ 30, 40 และ 50% ของปริมาณของแข็งที่ละลายได้ทั้งหมดในน้ำผึ้ง มอลโทเด็กซ์ทรินที่ใช้มีค่า DE 11 จากนั้นนำไปแช่แข็งที่อุณหภูมิ -20 °C เป็นระยะเวลา 24 ชั่วโมง (Miao and Roos, 2006) และนำไปทำแห้งแบบแช่เยือกแข็งที่อุณหภูมิ -43 °C ภายใต้สถานะสุญญากาศที่ความดัน $<133 \times 10^{-3}$ mbar เป็นระยะเวลา 72 ชั่วโมง นำผลิตภัณฑ์ที่ได้มาบดให้ละเอียด และเก็บไว้ที่อุณหภูมิ -20°C จนกว่าจะทำการวิเคราะห์ในขั้นตอนต่อไป โดยทำการทดลอง 2 ซ้ำ วางแผนการทดลองแบบ 2x3 factorial in CRD จากนั้นนำตัวอย่างที่ได้มาวิเคราะห์สมบัติทางเคมีและกายภาพ งานวิจัยนี้ไม่ทำการวิเคราะห์คุณภาพด้านจุลินทรีย์ เนื่องจากน้ำผึ้งมีปริมาณน้ำตาลสูงซึ่งมีฤทธิ์ในการป้องกันการเจริญของจุลินทรีย์

การวิเคราะห์คุณภาพตัวอย่าง

สมบัติทางเคมี

(1) วิเคราะห์ค่า a_w

นำน้ำผึ้งผงมาวิเคราะห์ค่า a_w โดยใช้ น้ำผึ้งผงใส่ในตลับให้มีปริมาณของน้ำผึ้งผง 3 ใน 4 ของตลับ จากนั้นนำตลับที่มีน้ำผึ้งผงเข้าไปวัดค่า a_w ด้วยเครื่องวัดค่า a_w ณ อุณหภูมิห้อง (Chirife *et al.*, 2006)

(2) วิเคราะห์ค่าปริมาณความชื้น

นำน้ำผึ้งผงมาวิเคราะห์ปริมาณความชื้น โดยดัดแปลงวิธีวิเคราะห์จากวิธีของ AOAC (2000) คือ ใช้ น้ำผึ้งผงปริมาณประมาณ 2-5 g ใส่ใน aluminium can ที่อบและชั่งน้ำหนักก่อนอบ นำน้ำผึ้งผงอบใน vacuum oven ที่อุณหภูมิ 70°C จนน้ำหนักคงที่ นำออกมาทำให้เย็นใน desiccators ชั่งน้ำหนักหลังอบ คำนวณหาปริมาณความชื้นโดยใช้มาตรฐานน้ำหนักแห้ง ดังแสดงในภาคผนวก ก-1 (ภาคผนวก ก)

สมบัติทางกายภาพ

(1) วิเคราะห์ค่า T_g

นำน้ำผึ้งผงมาวิเคราะห์ค่า T_g ตามวิธีของ Silva *et al.* (2006) โดยใช้ปริมาณ 7-10 mg ใส่ใน aluminium pan นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง DSC โดยกำหนดอุณหภูมิให้ความร้อนจากอุณหภูมิ 30°C จนถึง 120°C ในอัตรา 10°C/นาที วิเคราะห์ค่า T_g จาก thermogram โดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูปของ DSC

(2) วิเคราะห์ค่าสีโดยใช้ระบบ CIE $L^*a^*b^*$

นำน้ำผึ้งผงมาวิเคราะห์ค่าสีระบบ CIE $L^* a^* b^*$ (Commission International de l'Éclairage) ภาคผนวก ก-2 (ภาคผนวก ก)

(3) วิเคราะห์ความสามารถในการละลาย

นำน้ำผึ้งผงมาวิเคราะห์ค่าความสามารถในการละลายโดยวิธีของ Shittu and Lawal (2007) ใช้ปริมาณประมาณ 1 g ใส่ใน centrifuge tube เติมน้ำ 10 ml ผสมให้ละลายที่อุณหภูมิห้อง แล้วนำไปเหวี่ยงที่ความเร็ว 3000 rpm นาน 10 นาที เทของเหลวส่วนที่ใส (supernatant) ใส่ใน aluminium can อบที่อุณหภูมิ 105°C เวลานาน 24 ชั่วโมง คำนวณหาความสามารถในการละลาย (%) ดังแสดงในภาคผนวก ก-3 (ภาคผนวก ก)

(4) วิเคราะห์ค่าความสามารถในการไหล โดยใช้วิธีวัดมุมกอง

นำน้ำผึ้งผงมาวิเคราะห์ค่าความสามารถในการไหลด้วยวิธีวัดมุมกองด้วยวิธีวัด angle of repose โดยชั่งตัวอย่างผลิตภัณฑ์น้ำผึ้งมาประมาณ 50 กรัม จากนั้นเทตัวอย่างผ่านกรวยกรองที่ยึดติดกับขาตั้งดังรูปโดยให้มีระยะห่างจากพื้นถึงปากกรวยพลาสติกเท่ากับ 15 เซนติเมตร แสดงดังรูปในภาคผนวก ก-4 (ภาคผนวก ก)

(5) วิเคราะห์ค่าความหนาแน่นของผง (Bulk density)

นำน้ำผึ้งผงมาวิเคราะห์ค่าความหนาแน่นของผงโดยใช้วิธีของ Jinapong *et al.* (2008) โดยนำตัวอย่างน้ำผึ้งผงใส่ลงไปใน cylinder ขนาด 100 ml โดยใส่ตัวอย่างให้ได้ปริมาตร 100 ml และชั่งน้ำหนักตัวอย่าง จากนั้นคำนวณค่าความหนาแน่นของผงโดยใช้ความสัมพันธ์ระหว่างมวล/ปริมาตร ดังแสดงในภาคผนวก ก-5 (ภาคผนวก ก)

(6) วิเคราะห์ค่าความหนาแน่นของอนุภาค (Particle density)

นำน้ำผึ้งผงมาวิเคราะห์ค่าความหนาแน่นของอนุภาค โดยใช้วิธีของ Barbosa-Cánovas and Joliano (2005) โดยชั่งน้ำหนักของ pycnometer, น้ำหนักของ pycnometer ที่เติม petroleum ether จากนั้นเติมตัวอย่างลงใน pycnometer ชั่งน้ำหนัก เติม petroleum ether ลงไปจนเต็ม pycnometer พร้อมทั้งชั่งน้ำหนัก คำนวณความหนาแน่นของอนุภาคดังแสดงในภาคผนวก ก-6 (ภาคผนวก ก)

ตอนที่ 2 การผลิตน้ำผึ้งผงจากผลิตภัณฑ์น้ำผึ้งดอกทานตะวันโดยการอบแห้งแบบสุญญากาศ

น้ำผึ้งผงเตรียมได้จากผลิตภัณฑ์น้ำผึ้งดอกทานตะวันโดยทำการแปรระดับความเข้มข้นของมอลโทเด็กซ์ทริน 3 ระดับคือ 30, 40 และ 50% ของปริมาณของแข็งที่ละลายได้ทั้งหมดในน้ำผึ้ง มอลโทเด็กซ์ทรินที่ใช้มีค่า DE 11 นำตัวอย่างน้ำผึ้งดังกล่าวมาอบแห้งในตู้อบสุญญากาศ (oven vacuum) เพื่อศึกษาหาระดับอุณหภูมิที่เหมาะสมในการอบแห้ง สำหรับผลิตภัณฑ์น้ำผึ้งดอกทานตะวันทำการแปรระดับอุณหภูมิที่ใช้ในการอบแห้ง 3 ระดับคือ 35, 40 และ 45°C ทำการทดลอง 2 ซ้ำ วางแผนการทดลองแบบ 3x3 factorial in CRD จากนั้นนำตัวอย่างที่ได้มาวิเคราะห์สมบัติทางเคมีและกายภาพ เช่นเดียวกับตอนที่ 1

ตอนที่ 3 การผลิตน้ำผึ้งผงจากน้ำผึ้งดอกทานตะวันเหลวโดยการอบแห้งแบบสุญญากาศ

น้ำผึ้งผงเตรียมได้จากน้ำผึ้งดอกทานตะวันเหลวโดยทำการแปรระดับความเข้มข้นของมอลโทเด็กซ์ทริน 3 ระดับคือ 30, 40 และ 50% ของปริมาณของแข็งที่ละลายได้ในน้ำผึ้ง มอลโทเด็กซ์ทรินที่ใช้มีค่า DE 11 นำตัวอย่างน้ำผึ้งดังกล่าวมาอบแห้งในตู้อบสุญญากาศ (oven vacuum) เพื่อศึกษาหาระดับอุณหภูมิที่เหมาะสมในการอบแห้ง สำหรับผลิตภัณฑ์น้ำผึ้งดอกทานตะวันทำการแปร

ระดับอุณหภูมิที่ใช้ในการอบแห้ง 3 ระดับคือ 60, 70 และ 80°C ทำการทดลอง 2 ซ้ำ วางแผนการทดลองแบบ 3x3 factorial in CRD จากนั้นนำตัวอย่างที่ได้มาวิเคราะห์สมบัติทางเคมีและกายภาพ เช่นเดียวกับตอนที่ 1

ตอนที่ 4 การวิเคราะห์ผลทางสถิติ

นำผลการวิเคราะห์น้ำผึ้งผงที่ผ่านการการอบแห้งแบบสุญญากาศและแบบแช่เยือกแข็งในแต่ละระดับความแตกต่างของมอลโทเด็คซ์ทริน มาวิเคราะห์ทางสถิติโดยหาค่าความแปรปรวนของข้อมูล (Analysis of variance) และเปรียบเทียบค่าเฉลี่ยโดยวิธี Duncan's new multiple range test (ไพโรจน์, 2535) เพื่อคัดเลือกสภาวะการอบแห้งและระดับของมอลโทเด็คซ์ทรินที่เหมาะสมที่สุดในการอบแห้งแบบสุญญากาศและแบบแช่เยือกแข็ง

ตอนที่ 5 การวิเคราะห์ Moisture sorption isotherm

คัดเลือกตัวอย่างน้ำผึ้งผงที่ดีที่สุดจากผลการทดลองทั้งหมดข้างต้น มาวิเคราะห์ลักษณะ sorption isotherm ด้วยวิธี gravimetric method เพื่อทำนายอายุการเก็บรักษาน้ำผึ้งผง โดยเก็บตัวอย่างน้ำผึ้งผงที่สภาวะความชื้นสัมพัทธ์แตกต่างกัน 8 ระดับ (0-75%) ที่อุณหภูมิห้อง จนตัวอย่างเข้าสู่สภาวะสมดุล (Bell and Labuza, 2000) จากนั้นจึงนำตัวอย่างไปวิเคราะห์ความชื้นโดยสร้าง sorption isotherm จากความสัมพันธ์ของความชื้น และ a_w เท่ากับ RH/100 ที่สภาวะสมดุล