#### ผลของการเคลือบข้าวต่อ 2-AP และ n-เฮกซานัลในพันธุ์ข้าวกล้องหอมสุพรรณบุรี ด้วยเทคนิค SPME-GC-MS



นาวสาว นั้นทินี ศรีสุภัทรวนิช

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเทคโนโลยีทางอาหาร ภาควิชาเทคโนโลยีทางอาหาร คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีการศึกษา 2548 ISBN 974-14-3307-7 ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

# EFFECT OF RICE COATING ON 2-AP AND n-HEXANAL IN BROWN RICE CV. JAO HOM SUPANBURI BY SPME-GC-MS TECHNIQUE

Miss Nuntinee Srisupattarawanich

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements

for the Degree of Master of Science Program in Food Technology

Department of Food Technology

Faculty of Science

Chulalongkorn University

Academic Year 2005

ISBN 974-14-3307-7

หัวข้อวิทยานิพนธ์	ผลของการเคลือบข้าวต่อ 2-AP และ n-เฮกซานัลในพันธุ์ข้าวกล้องหอม
	สุพรรณบุรีด้วยเทคนิค SPME-GC-MS
โดย	นางสาวนันทินี ศรีสุภัทรวนิช
สาขาวิชา	เทคโนโลยีทางอาหาร
อาจารย์ที่ปรึกษา	รองศาสตราจารย์ ดร.วรรณา ตุลยธัญ
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	อาจารย์ ดร. อุบลรัตน์ สิริภัทราวรรณ
	ดร. อนวัช สุวรรณกุล
คณะวิ	วิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้นับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็น
ส่วนหนึ่งของการศึกษา 	าตามหลักสูตรปริญญามหาบัณฑิตรักษาราชการแทนคณบดีคณะวิทยาศาสตร์
(วอ <b>ง</b> ค	าสตราจารย์ ดร.ธราพงษ์ วิทิตศานต์)
`	รองคณบดีฝ่ายบริหาร
	Quest Charagam ประธานกรรมการ
(ជុំ្រាវ់)	ยศาสตราจารย์ ดร.สุรพงศ์ นวังคลัตถุศาสน์)
	<u> </u>
(รองค	าสตราจารย์ ดร.วรรณา ตุลยธัญ)
	อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม
(อาจา	ารย์ ดร. อุบลรัตน์ สิริภัทราวรรณ)
	อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม
(ଜୀ: ୧	อนวัช สุวรรณกุล)
	กรรมการ
(ผู้ขวย	ยศาสตราจารย์ ดร. ศักดิ์ดา จงแก้ววัฒนา)

นันทินี ศรีสุภัทรวนิช: ผลของการเคลือบข้าวต่อ 2-AP และ n-เฮกซานัล ในพันธุ์ข้าวกล้องหอมสุพรรณบุรี ด้วยเทคนิค SPME-GC-MS (EFFECT OF RICE COATING ON 2-AP AND n-HEXANAL IN BROWN RICE CV. JAO HOM SUPANBURI BY SPME-GC-MS TECHNIQUE) อ.ที่ปรึกษา: รศ. ดร. วรรณา ตุลยธัญ, อ. ที่ปรึกษาร่วม: อ. ดร. อุบลรัตน์ สิริภัทราวรรณ ดร. อนวัช สุวรรณกุล. จำนวน 81 หน้า. ISBN: 974-14-3307-7

การวิเคราะห์ปริมาณ 2-acetyl-1-pyrroline (2AP) และ n-hexanal ในงานวิจัยนี้ใช้เทคนิค solid phase microextraction-gas chromatography-mass spectrometry (SPME-GC-MS) โดยมีภาวะที่เหมาะสมของ เครื่อง GC-MS คือ (1) โปรแกรมอุณหภูมิที่มีการเพิ่มอุณหภูมิ 3 ช่วง ช่วงแรกจากอุณหภูมิ 45°C ถึง 80°C ช่วงที่ 2 จากอุณหภูมิ 80°C ถึง 120°C และช่วงที่ 3 จากอุณหภูมิ 120°C ถึง 180°C โดยแต่ละช่วงอุณหภูมิมีอัตราการ เพิ่มเป็น 3 5 และ 20 °C/min ตามลำดับ (2) liner เป็น SPME liner (3) ใช้ full scan ในการวิเคราะห์เชิงคุณภาพ โดยมีช่วงมวลต่อประจุ 35-200 amu และ (4) ใช้ SIM (Selected ion monitoring) ในการวิเคราะห์เชิงปริมาณ ภายใต้ภาวะดังกล่าว 2AP และ n-hexanal มี retention time เท่ากับ 11.15 และ 19.94 นาที ตามลำดับ

ในงานวิจัยนี้ใช้เทคนิค SPME-GC-MS ในการติดตามการเปลี่ยนแปลงปริมาณ 2-AP และ n-hexanal ในข้าวกล้องหอมสุพรรณบุรีที่เก็บ 6 เดือน โดยเคลือบตัวอย่างข้าวกล้องที่ใช้ด้วยเจลแป้งข้าว เก็บข้าวกล้องเคลือบ และไม่เคลือบในถุงผ้าดิบ ถุง polypropylene (PP) และถุง laminated ซนิด oriented polypropylene(OPP) / aluminum (AI) / linear low density polyethylene (LLDPE) จากการวิจัย พบว่า การเปลี่ยนแปลงของสาร 2AP ในข้าวที่เก็บในบรรจุภัณฑ์ทั้งสามชนิดมีแนวโน้มลดลงตลอดระยะเวลาการเก็บ โดยข้าวที่บรรจุในถุง laminated มี แนวโน้มการลดลงของ 2AP น้อยที่สุด และการเคลือบข้าวทำให้ปริมาณ 2AP ในข้าวลดลง การเปลี่ยนแปลงของ สาร n-hexanal ในระหว่างการเก็บพบว่า ปริมาณ n-hexanal ของข้าวในทุกบรรจุภัณฑ์มีค่าเพิ่มขึ้นในช่วง 2-3 เดือนแรก แล้วมีแนวโน้มลดลงตลอดการเก็บ โดยข้าวที่บรรจุในถุง laminated มีแนวโน้มการเพิ่มของ n-hexanal น้อยที่สุด และการเคลือบข้าวส่งผลให้ปริมาณ n-hexanal เกิดน้อยลง ในระหว่างเก็บปริมาณความชื้นและค่า water activity ของข้าวที่บรรจุในถุง PP และ ถุง laminated มีปริมาณเพิ่มขึ้นในเดือนที่ 2 และมีแนวโน้มคงที่ จนถึงเดือนที่ 6 ข้าวกล้องปกติมีปริมาณความขึ้นและค่า water activity ต่ำกว่าข้าวกล้องเคลือบ นอกจากนี้ยัง พบว่าคะแนนของความชอบโดยรวม (1-7) ของข้าวกล้องปกติและข้าวกล้องเคลือบในเดือนที่ 6 อยู่ในช่วง 3 ถึง 4

ภาควิชาเทคโนโลยีทางอาหาร	ลายมือชื่อนิสิต นั้นหินั สรัฐภัพรวน์ป
สาขาวิชาเทคโนโลยีทางอาหาร	ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา 🔼!! 🗥 🗸 🗸
ปีการศึกษา 2548	ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม ดเกิน ผู้รมดนาว
	ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

## 4672298223: MAJOR FOOD TECHNOLOGY

KEY WORDS: 2-AP/n-HEXANAL/BROWN RICE/COATING/PACKAGING/SPME-GC-MS

NUNTINEE SRISUPATTARAWANICH: EFFECT OF RICE COATING ON 2-AP AND n-HEXANAL IN BROWN RICE CV. JAO HOM SUPANBURI BY SPME-GC-MS TECHNIQUE: THESIS ADVISOR: ASSO. PROF. VANNA TULYATUN, CO-ADVISOR: UBONRAT SIRIPATTRAWAN, Ph. D., ANAWAT SUWANAGUL, Ph. D., 81 pp. ISBN: 974-14-3307-7

Quantitative analyses of 2-acetyl-1-pyrroline (2AP) and n-hexanal were analysed by solid phase microextraction-gas chromatography-mass spectrometry (SPME-GC-MS) technique. The optimum conditions of gas chromatograph-mass spectrometer were (1) the column temperature program started at 45°C upon injection and was increased at a rate of 3°C/min to 80°C, then at a rate of 5°C/min to 120°C, and finally at a rate of 20°C/min to 180°C (2) the liner was SPME liner (3) the mass spectrometer was operated in full scan mode from mass per charge(m/z) 35 to 200 for the qualitative analysis and (4) SIM (selected ion monitoring) was used for the quantitative analysis. Under these operating conditions, retention time of 2AP and n-hexanal were 11.15 and 19.94 minute, respectively.

SPME-GC-MS was used to investigate 2AP and n-hexanal contents of Jao Hom Supunburi brown rice during storage for 6 months. The brown rice was coated by using its rice flour gel as the coating polymer. The coated rice and uncoated rice were packed in unbleached cloth (control), polypropylene and oriented polypropylene (OPP)/ aluminum (Al)/ linear low density polyethylene (LLDPE) bags. 2AP content decreased during storage in all packaging and rice packed in laminated bag decreased the least. Coating rice process reduced 2AP content as compared to uncoated rice. The rancid volatile, n-hexanal increased during the first two months and then slowly decreased throughout storage; rice packed in laminated bag contained less n-hexanal than the other two packagings. Coated rice with flour gel reduced n-hexanal as compared to uncoated rice. Moreover, moisture content and water activity of rice packed in PP and laminated bags increased after the first month and then remained relatively constant until 6 months. Moisture content and water activity were lower in the uncoated rice than the coated rice. Furthermore, overall preference scores (1-7) of cooked coated brown rice and uncoated brown rice stored 6 months was in the range of 3 to 4 points.

DepartmentFood Technology	Student's signature. Nuntinge 51
Field of studyFood Technology	Advisor's signature Vanha Tul
Academic year2005	Co-advisor's signature. Annual Suu

Co-advisor's signature....

#### กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้เสร็จสมบูรณ์ได้ โดยความกรุณาและความช่วยเหลืออย่างดียิ่งจาก รศ.ดร. วรรณา ตุลยธัญ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ อาจารย์ ดร. อุบลรัตน์ สิริภัทราวรรณ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม ดร. อนวัช สุวรรณกุล อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม และ ผศ. ดร. ศักดิ์ดา จงแก้ววัฒนา กรรมการ ซึ่งท่านได้เสียสละเวลาอันมีค่าให้คำแนะนำเกี่ยวกับ แนวทางการวิจัย และคำปรึกษาที่มีประโยชน์อย่างมากกับวิทยานิพนธ์นี้

ขอขอบพระคุณ ผศ.ดร.สุรพงศ์ นวังคลัตถุศาสน์ ที่กรุณาเป็นคณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ ที่ท่านได้กรุณาให้คำแนะนำ และตรวจสอบวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ ทำให้วิทยานิพนธ์นี้สมบูรณ์ ตามหลักสูตรปริญญามหาบัณฑิต

ขอขอบพระคุณสถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย (วว.) และพี่ๆใน ฝ่ายเทคโนโลยีหลังการเก็บเกี่ยวที่ให้การอนุเคราะห์ในการใช้เครื่องมือวิเคราะห์และให้การดูแล เป็นอย่างดี

ขอขอบพระคุณ อ.อานันต์ ผลวัฒนะ นักวิชาการเกษตร สถาบันวิจัยข้าว กรมวิชาการ เกษตร สำหรับการอนุเคราะห์ตัวอย่างข้าวที่ใช้ในงานวิจัย

ขอขอบคุณนายทินกร สีเสียดค้า สำหรับคำแนะนำและความช่วยเหลือในระหว่างการทำ วิทยานิพนธ์

ขอขอบคุณ เพื่อนๆ พี่ๆ น้องๆ ระดับปริญญาโท ภาควิชาเทคโนโลยีทางอาหารจุฬาลง-กรณ์มหาวิทยาลัย สำหรับความช่วยเหลือ กำลังใจ และน้ำใจที่มีให้ และขอบคุณพี่ๆ นักวิทยา-ศาสตร์ ประจำห้องปฏิบัติการ สำหรับการอำนวยความสะดวกในการวิจัย และสำหรับผู้ที่มีส่วน ช่วยเหลือซึ่งผู้วิจัยมิได้กล่าวนาม ก็ขอได้รับความขอบคุณจากผู้วิจัยไว้ ณ โอกาสนี้

สุดท้ายนี้ ข้าพเจ้าขอกราบขอบพระคุณบิดา มารดา และญาติพี่น้องของข้าพเจ้า ที่ให้ ความช่วยเหลือ ความห่วงใย และให้กำลังใจแก่ข้าพเจ้าจนสำเร็จการศึกษา

### สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทยง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ จ
กิตติกรรมประกาศ ฉ
สารบัญ ช
สารบัญตาราง ช
สารบัญรูป
บทที่
บทที่ 1 บทนำ
บทที่ 2 วารสารปริทัศน์
บทที่ 3 การดำเนินงานวิจัย15
บทที่ 4 ผลและวิจารณ์การทดลอง
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ53
รายการอ้างอิง
ภาคผนวก
ภาคผนวก ก59
ภาคผนวก ข
ภาคผนวก ค69
ภาคผนวก ง75
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

### สารบัญตาราง

ตารา	รางที่	
2.1	ปริมาณองค์ประกอบทางเคมีของข้าว (หน่วยน้ำหนักแห้ง)	3
2.2	ความเข้มข้นของสารระเหยหลักในข้าวใหม่และข้าวที่เก็บเป็นเวลา 3 เดือน	
	ภายใต้ความดันบรรยากาศ	9
3.1	ภาวะของเครื่อง GC-MS 4 แบบสำหรับใช้ในการแยกสาร 2AP n-hexanal และ TMP	17
3.2	การ scan ของเครื่อง MS	20
4.1	ตารางสรุปเวลารีเทนชันของสาร n-hexanal, 2AP และ TMP และเวลาที่ใช้	
	ในการแยกสารทั้งหมดที่ได้มาจากการใช้โปรแกรมอุณหภูมิทั้ง 4 แบบ	24
4.2	ค่า OTR และ WVTR ของถุง PP และถุง laminated ชนิด OPP/AI/LLDPE	37
4.3	ผลการวิเคราะห์ความแปรปรวนของความชื้น ปริมาณสาร 2AP ปริมาณสาร	
	n-hexanal ค่า b (ค่าสีเหลือง) และดัชนีความขาวของข้าวกล้องเคลือบและ	
	ข้าวกล้องปกติ ในบรรจุภัณฑ์ต่างชนิดที่ระยะเวลาการเก็บ 6 เดือน	38
4.4	ผลการวิเคราะห์ความแปรปรวนของ water activity ของข้าวกล้องเคลือบและ	
	ข้าวกล้องปกติในบรรจุภัณฑ์ต่างชนิดที่ระยะเวลาต่างๆ	47
4.5	ผลการวิเคราะห์ความแปรปรวนของผลการประเมิณคุณภาพทางประสาทสัมผัสของ	
	ข้าวกล้องเคลือบเจลหุงสุก	49
ค.1	การวิเคราะห์ความแปรปรวนปริมาณความขึ้นของข้าวกล้องเคลือบเจลแป้ง	
	ในบรรจุภัณฑ์ที่ระยะเวลาต่างๆ	.70
ค.2	การวิเคราะห์ความแปรปรวนปริมาณสาร 2AP ของข้าวกล้องเคลือบเจลแป้ง	
	ในบรรจุภัณฑ์ที่ระยะเวลาต่างๆ	70
ค.3	การวิเคราะห์ความแปรปรวนปริมาณสาร n-hexanal ของข้าวกล้องเคลือบเจลแป้ง	
	ในบรรจุภัณฑ์ที่ระยะเวลาต่างๆ	71
ค.4	การวิเคราะห์ความแปรปรวนค่าดัชนีความขาวของข้าวกล้องเคลือบเจลแป้ง	
	ในบรรจุภัณฑ์ที่ระยะเวลาต่างๆ	71
ค.5	การวิเคราะห์ความแปรปรวนค่า b ของข้าวกล้องเคลือบเจลแป้ง	
	ในบรรจุภัณฑ์ที่ระยะเวลาต่างๆ	72
ค.6	การวิเคราะห์ความแปรปรวนค่า water activity ของข้าวกล้องเคลือบเจลแป้ง	
	ในบรรจภัณฑ์ที่ระยะเวลาต่างๆ	72

ตารา	หน้
ค.7	การวิเคราะห์ความแปรปรวนคะแนนความเข้มของสีข้าวกล้องเคลือบเจลแป้ง
	ที่ระยะเวลาต่างๆ73
ค.8	การวิเคราะห์ความแปรปรวนคะแนนกลิ่นหอมของข้าวกล้องเคลือบเจลแป้ง
	ที่ระยะเวลาต่างๆ73
ค.9	การวิเคราะห์ความแปรปรวนคะแนนกลิ่นหืนของข้าวกล้องเคลือบเจลแป้ง
	ที่ระยะเวลาต่างๆ74
ค.10	การวิเคราะห์ความแปรปรวนความชอบโดยรวมของข้าวกล้องเคลือบเจลแป้ง
	ที่ระยะเวลาต่างๆ74
<b>3</b> .1	ปริมาณ 2AP ของข้าวกล้องเคลือบเจลแป้งในบรรจุภัณฑ์ที่ระยะเวลาต่างๆ76
<b>1</b> .2	ปริมาณ n-hexanal ของข้าวกล้องเคลือบเจลแป้งในบรรจุภัณฑ์ที่ระยะเวลาต่างๆ77
<b>1</b> .3	ค่าดัชนีความขาวของข้าวกล้องเคลือบเจลแป้งในบรรจุภัณฑ์ที่ระยะเวลาต่างๆ
1.4	ค่า b ของข้าวกล้องเคลือบเจลแป้งในบรรจุภัณฑ์ที่ระยะเวลาต่างๆ79
<b>1</b> .5	ค่า water activity ของข้าวกล้องเคลือบเจลแป้งในบรรจุภัณฑ์ที่ระยะเวลาต่างๆ80

## สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1	แผนภูมิสรุปการเปลี่ยนแปลงระหว่างการเกิดออโตออกซิเดชันของไขมัน
2.2	การเกิดไฮโดรเพอร์ออกไซด์ของกรดไขมัน linoleic
2.3	กลไกการเกิด 2-Acetyl-1-pyrroline7
2.4	การเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของสารระเหยจากข้าวกล้องที่เก็บที่ 37°C
	และความขึ้นสัมพัทธ์ 70%10
3.1	ขั้นตอนการเลือก Liner ที่เหมาะสม18
4.1	โครมาโทแกรมที่ได้จากการแยกสาร n-hexanal, 2AP และ TMP
	ด้วยโปรแกรมอุณหภูมิ แบบที่ 124
4.2	โครมาโทแกรมที่ได้จากการแยกสาร n-hexanal, 2AP และ TMP
	ด้วยโปรแกรมอุณหภูมิแบบที่ 2
4.3	โครมาโทแกรมที่ได้จากการแยกสาร n-hexanal, 2AP และ TMP
	ด้วยโปรแกรมอุณหภูมิแบบที่ 325
4.4	โครมาโทแกรมที่ได้จากการแยกสาร n-hexanal, 2AP และ TMP
	ด้วยโปรแกรมอุณหภูมิแบบที่ 4
4.5	โครมาโทแกรมที่ได้จากการแยกสารระเหยด้วยเครื่อง GC-MS
	โดยตั้งช่วงมวลต่อประจุเท่ากับ 35-200 amu27
4.6	โครมาโทแกรมที่ได้จากการแยกสารระเหยด้วยเครื่อง GC-MS
	โดยตั้งช่วงมวลต่อ ประจุเท่ากับ 35-600 amu27
4.7	โครมาโทแกรมที่ได้จากการแยกสารระเหยด้วยเครื่อง GC-MS ที่ใช้ splitless liner28
4.8	โครมาโทแกรมที่ได้จากการแยกสารระเหยด้วยเครื่อง GC-MS ที่ใช้ SPME liner28
4.9	โครมาโทแกรมของสารระเหยที่แยกด้วยเครื่อง GC-MS30
4.10	โครมาโทแกรมของ n-Hexanal, 2AP, และ TMP ที่ได้จากการแยกวิเคราะห์
	องค์ประกอบในสารระเหยจากเมล็ดข้าวกล้องตัวอย่างพันธุ์หอมสุพรรณบุรี
	ด้วยเทคนิค SPME-GC-MS33
4.11	mass spectrum ของลาร n-hexanal ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค
	SPMF-GC-MS34

รูปที่	หน้า
4.12 mass spectrum ของสาร 2AP ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค	
SPME-GC-MS	35
4.13 mass spectrum ของสาร TMP ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค	
SPME-GC-MS	36
4.14 mass spectrum ของสาร TMP ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค	
SPME-GC-MS (โดยใช้ SIM mode)	37
4.15 ปริมาณความขึ้นของข้าวกล้องในบรรจุภัณฑ์ต่างชนิดที่ระยะเวลาต่างๆ	
4.16 ปริมาณความชื้นของข้าวกล้องเคลือบและข้าวกล้องปกติในบรรจุภัณฑ์ต่างชนิด	
4.17 พลวัตของอัตราส่วนระหว่างพื้นที่ใต้พีคของ 2AP กับ TMP ของข้าวกล้องใน	
บรรจุภัณฑ์ต่างชนิดที่ระยะเวลาการเก็บ 6 เดือน	<i>1</i> 1
4.18 พลวัตของอัตราส่วนระหว่างพื้นที่ใต้พีคของ n-hexanal กับ TMP ของข้าวกล้องใน	
บรรจุภัณฑ์ต่างชนิดที่ระยะเวลาการเก็บ 6 เดือน	11
บรรจุภณฑต เงขนตทระยะเรล การถาบ o เดยน	
·	43
4.20 พลวัตของดัขนีความขาวของข้าวกล้องในบรรจุภัณฑ์ต่างชนิดที่ระยะเวลาการเก็บ	40
6 เดือน	46
4.21 พลวัตของค่า water activity ของข้าวกล้องในบรรจุภัณฑ์ต่างชนิดที่เก็บในระยะเวลา	
6 เดือน	48
4.22 คะแนนความเข้มของสีข้าวกล้องเคลือบและข้าวกล้องปกติที่เก็บเป็นเวลา	
0 3 และ 6 เดือน	50
4.23 คะแนนทางด้านกลิ่นหอมของข้าวกล้องเคลือบและข้าวกล้องปกติที่เก็บเป็นเวลา	
0 3 และ 6 เดือน	50
4.24 คะแนนทางด้านกลิ่นหืนของข้าวกล้องเคลือบและข้าวกล้องปกติที่เก็บเป็นเวลา	
0 3 และ 6 เดือน	51
4.25 คะแนนความชอบโดยรวมของข้าวกล้องเคลือบและข้าวกล้องปกติที่เก็บเป็นเวลา	
0.3 และ 6 เดือน	52