การศึกษาปริมาณไอโมนินและผลของอากาศในช่องว่างในขวดเก็บของน้ำมะนาวถนอม

นางสาว สุภารัตน์ เรืองมณีไพฑูรย์

005986

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
แผนกวิชาเคมีเทคนิค
บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
พ.ศ. ๒๕๒๑

i 18028287

THE STUDIES OF LIMONIN CONTENT AND THE EFFECT OF INCORPORATED AIR IN PRESERVED LIME JUICE

Miss Suparat Reungmaneepaitoon

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements

for the Degree of Master of Science

Department of Chemical Technology

Graduate School

Chulalongkorn University

1978

Thesis Title	The Studies of Limonin Content and the Effect of Incorporated Air in Preserved Lime Juice.
By	Miss Suparat Reungmaneepaitoon
Department	Chemical Technology
Thesis Advisor	Assistant Professor Vicha Vanadurongwan, Ph.D.
	Assistant Professor Suchata Jinachitra, M.Phil.

Accepted by the Graduate School, Chulalongkorn University in partial fulfillment of the requirements for the Master's degree.

S. Bunnag ..... Acting Dean of Graduate School

(Assistant Professor Supradit Bunnag, Ph.D.)

Thesis Committee

Prasom Sthapitanonda ..... Chairman

(Professor Prasom Sthapitanonda, Ph.D.)

Maen Amorasit ..... Member

(Associate Professor Maen Amorasit, M.S.)

Suchata Jinachitra ..... Member

(Assistant Professor Suchata Jinachitra, M.Phil.)

Vicha Vanadurongwan ..... Member

(Assistant Professor Vicha Vanadurongwan, Ph.D.)

Copyright of the Graduate School, Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การศึกษาปริมาณลิโมนินและผลของอากาศในช่องว่างในขวดเก็บของน้ำมะนาวถนอม
ชื่อนิสิต	นางสาว สุภารัตน์ เรืองมณีไพฑูรย์
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. วิชา วนดุรงค์วรรณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ สุชาตา ชินะจิตร
แผนกวิชา	เคมีเทคนิค
ปีการศึกษา	๒๕๒๑

หอสมุดกลาง จุฬาลงกรณมหาวิทยาลัย

บทคัดย่อ

ปัญหาของการทำน้ำผลไม้พวก ซิตรัส คือ รสขมที่เกิดขึ้นเมื่อคั้นน้ำออกจากผลแล้ว รสขมนี้เนื่องจากสารลิโมนินซึ่งถูกเปลี่ยนมาจากสารเริ่มต้นที่ไม่มีรสขม ลิโมโนเอท เอริง แลคโตน การเปลี่ยนแปลงของสารนี้ขึ้นอยู่กับระยะเวลาของการเก็บ และสภาพของการเก็บรวมทั้งวิธีการคั้นน้ำ งานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาวิธีสกัดและหาปริมาณลิโมนินที่เหมาะสมง่ายต่อการปฏิบัติ โดยใช้วิธีสเปคโตรโฟโตเมตริคในการหาปริมาณของลิโมนิน ๒,๔-ไดไนโตรฟีนิลไฮดราโซน จากการศึกษาที่ผ่านมาพบว่า ๒๐๐ หรือ ๓๐๐ ส่วนในล้านส่วนของโปตัสเซี่ยมเมตาไบซัลไฟต์ หรือโปตัสเซี่ยมซอร์เบท รักษาคุณภาพน้ำมะนาวไว้ได้นานถึง ๒ เดือนที่อุณหภูมิห้อง และ ๔ เดือนที่อุณหภูมิตู้เย็น จึงเลือกใช้สาร ๒ ชนิดนี้ในการทดลอง ผลปรากฏว่าสารเคมีทั้ง ๒ ไม่มีผลต่อปริมาณลิโมนินมากนักหลังจากเก็บน้ำมะนาวได้ ๖ สัปดาห์ ในช่วง ๖ สัปดาห์นี้ ปริมาณลิโมนินมีการเปลี่ยนแปลงในแนวโน้มเพิ่มขึ้น อัตราการเพิ่มของปริมาณลิโมนินของน้ำมะนาวถนอมด้วยโปตัสเซี่ยมเมตาไบซัลไฟต์จะช้ากว่าน้ำมะนาวที่ถนอมด้วยโปตัสเซี่ยมซอร์เบท ปริมาณลิโมนินของน้ำมะนาวสดจะมีค่าระหว่าง ๔.๕๕-๖.๐๐ ส่วนในล้านส่วน และเพิ่มขึ้นถึง ๑๓-๑๕ ส่วนในล้านส่วนหลังจากผ่านการพาสเจอร์ไรซ์ ปริมาณลิโมนินส่วนใหญ่ถูกเปลี่ยนมาจากลิโมโนเอท เอริง แลคโตน ในระหว่างขบวนการพาสเจอร์ไรซ์ คุณภาพของน้ำมะนาวที่อุณหภูมิตู้เย็น (๗.๕°ซ) ยังเป็นที่ยอมรับหลังจากเก็บนานถึง ๔ เดือน ไม่ว่าจะเติมสารเคมีหรือไม่ก็ตาม ส่วนที่อุณหภูมิห้องคุณภาพยังเป็นที่ยอมรับได้เพียง ๑๔ สัปดาห์

สีของน้ำมะนาวที่ไม่ได้เติมสารเคมีจะเปลี่ยนไปภายหลังจากการเก็บนานถึง ๑๐ สัปดาห์ น้ำมะนาวที่ถนอมด้วย ๓๐๐ ส่วนในล้านส่วนของโปตัสเซี่ยมเมตาไบซัลไฟต์จะมีปริมาณวิตามินซีเหลือมากที่สุด

อากาศที่อยู่ในช่องว่างของขวดบรรจุน้ำมะนาวครึ่งขวดมีผลต่อคุณภาพของน้ำมะนาวเมื่อเก็บที่อุณหภูมิตู้เย็นและอุณหภูมิห้อง อุณหภูมิที่เก็บสูงจะทำให้การเปลี่ยนแปลงของสีและการสูญสลายของวิตามินซีในน้ำมะนาวครึ่งขวดเกิดเร็วขึ้น น้ำมะนาวถนอมด้วยสารเคมีไม่ว่าจะเป็นโปตัสเซี่ยมเมตาไบซัลไฟต์หรือซอร์เบทก็ตาม เมื่อเก็บที่อุณหภูมิตู้เย็นจะเปลี่ยนเป็นสีน้ำตาลเล็กน้อยและคุณภาพยังเป็นที่ยอมรับหลังจาก ๔ เดือน ส่วนคุณค่าทางวิตามินซีของน้ำมะนาวครึ่งขวดเก็บที่อุณหภูมิตู้เย็นจะสูญสลายเหลือเพียง ๕% เมื่อเก็บได้ ๖ สัปดาห์ ส่วนการเก็บที่อุณหภูมิห้อง สีของน้ำมะนาวจะเปลี่ยนไปเป็นสีน้ำตาลภายใน ๑ เดือน และวิตามินซีจะสูญสลายหมดภายใน ๔ สัปดาห์ การเติมสารเคมีโซเดียมเบนโซเอทคลอไรด์ ๒๐๐ ส่วนในล้านส่วนจะช่วยชลอในการเปลี่ยนสีและการสูญสลายของวิตามินซีในน้ำมะนาวหลังจากเก็บไว้ ๑ เดือนได้ดีกว่าโปตัสเซียมไบซัลไฟต์ที่มีความเข้มข้นเท่ากัน

Thesis Title	The Studies of Limonin Content and the Effect of Incorporated Air in Preserved Lime Juice.
Name	Miss Suparat Reungmaneepaitoon
Thesis Advisor	Assistant Professor Vicha Vanadurongwan, Ph.D.
	Assistant Professor Suchata Jinachitra, M. Phil.
Department	Chemical Technology
Academic	1978

ABSTRACT

A serious problem in the production of juice from citrus fruit is the bitterness in the juice after extraction from the fruit. Limonin, which is converted from non bitter precursor limonoate A-ring lactone is responsible for the bitterness which developes at a rate depending upon storage time, condition and method of extraction. The limonin was extracted from the juice using chloroform and its content was determined spectrophotometrically in the form of limonin 2,4-dinitrophenylhydrazone. 200 or 300 ppm of potassium metabisulfite or potassium sorbate were chosen as additives since it was found in the previous study that the qualities of the juice treated with these additives were acceptable after 2 months at room temperature and 4 months at refrigerator temperature. These two chemicals were shown to have no significant effects on limonin after 6 weeks of storage time. During 6 weeks limonin content varied with increasing tendency. The rate of increase of limonin in lime juice treated with

potassium metabisulfite was lower than that of the others. The limonin content in the fresh lime juice was observed to range between 4.55-6.00 ppm and increased to a level of 13-15 ppm after pasteurization. It appeared that most of limonin had already been formed from its non-bitter precursor just after pasteurization. The experiment showed that the quality of lime juice treated with potassium metabisulfite or potassium sorbate including controlled lime juice gave the same acceptability results at the end of 4 months at refrigerator temperature, while at room tempersture the acceptability was reduced to 14 weeks for the treated juice and 10 weeks for the control. The vitamin C retention of the lime juice treated with 300 ppm of potassium metabisulfite was the best.

It was shown that incorporated air had effects on the quality of lime juice at room temperature and refrigerator temperature. High storage temperature enhanced the deterioration of lime juice in view of browning development and ascorbic acid destruction. Preserved lime juice with incorporated air stored at refrigerator temperature was acceptable at the end of 4 months, but the vitamin C retention was lost to 5% at the end of 6 weeks. At room temperature lime juice turned brown after 1 month and there was no vitamin C left at the end of 4 weeks. The addition of 200 ppm of stannous chloride solution results a better appearance and vitamin C retention after 1 month in comparing with metabisulfite.

หอสมุดกลาง จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ACKNOWLEDGEMENT

The author wishes to express her sincere gratitude to Assistant Professor Dr. Vicha Vanadurongwan and Assistant Professor Suchata Jinachitra for the guidance and encouragement throughout the course of this research work including review of this thesis.

The author wishes to thank Dr. Maier, V.P., Fruit and Vegetable Chemistry Laboratory, U.S Department of Agriculture, for very kindly providing standard limonin.

Appreciation is expressed to the Faculty of Science, Chulalongkorn University for supporting financially the research programme.

CONTENTS

	Page
Abstract (Thai)	iv
Abstract (English)	vi
Acknowledgement	viii
List of Tables	xii
List of Figures	xiv
Abbreviation	xvi
Chapter	
I INTRODUCTION	1
II LITERATURE REVIEW	3
III EXPERIMENTS	23
3.1 Chemicals	23
3.2 Instruments	24
3.3 Preparation of Lime Juice	24
3.4 Method of Analysis	26
3.4.1 Preparation of Plates for Thin-layer Chromatography	26
3.4.2 Preparation of Limonin	26
3.4.3 Preparation of Limonin Dinitrophenylhydrazone	26
3.4.4 Establishment of Limonin Standard Correlation	26
3.4.5 Estimation of Limonin in Lime Juice	27

หอสมุดกลาง จุฬาลงกรณมหาวิทยาลัย

Chapter			Page
		3.4.6 Analytical Method for Studying the Changes in Juice Quality during Storage	29
	3.5	Effect of Potassium Metabisulfite	31
	3.6	Effect of Potassium Sorbate	32
	3.7	Effect of Incorporated Air	33
		3.7.1 Effect of Potassium Metabisulfite and Potassium Sorbate	33
		3.7.2 Effect of Stannous Chloride in Lime Juice with Incorporated Air	34
IV	RESULTS		35
	4.1	Qualities of Fresh Lime Juice	35
	4.2	Effect of Potassium Metabisulfite in Full Bottle Sample	35
	4.3	Effect of Potassium Sorbate in Full Bottle Sample	54
	4.4	Effect of Incorporated Air	65
		4.4.1 Effect of Potassium Metabisulfite and Potassium Sorbate	65
		4.4.2 Effect of Incorporated Air and Changes of Storage Temperature	98
		4.4.3 Effect of Stannous Chloride in Lime Juice with Incorporated Air	109
V	DISCUSSION		117
VI	CONCLUSION AND RECOMMENDATION		122

Page

Reference 124

Appendix I 130

Appendix II 131

Appendix III 134

Appendix IV 135

Vita 136

LIST OF TABLES

Table		Page
1	Qualities of fresh lime juice	36
2	Effect of potassium metabisulfite on limonin content in lime juice during 4 months of storage time	38
3 to 5	Qualities of full-bottle-lime juice treated with various concentration of potassium metabisulfite (early season)	40
6 to 8	Qualities of full-bottle-lime juice treated with various concentration of potassium metabisulfite (late season)	47
9	Effect of potassium sorbate on limonin content of lime juice during 4 months of storage time	56
10 to 12	Qualities of full-bottle-lime juice treated with various concentration of potassium sorbate (early season)	58
13 to 17	Qualities of half-bottle-lime juice treated with various concentration of potassium metabisulfite, potassium sorbate (early season)	67
18 to 23	Qualities of half-bottle-lime juice treated with various concentration of potassium metabisulfite, potassium sorbate (late season)	85
24	Average percentage of vitamin C retention of half-bottle-lime juice with potassium metabisulfite, potassium sorbate	97
25 to 28	Vitamin C retention of half and full-bottle-lime juice with single and combined effect at room temperature	101

Table Page

29 to 31 Qualities of half-bottle-lime juice treated with 200 ppm of potassium metabisulfite, 200 ppm of stannous chloride 110

LIST OF FIGURES

Figure		Page
1	Conversion of Limonoate A-ring lactone to Limonin	9
2	Effect of potassium metabisulfite on the variation of limonin content with time	39
3	Effect of potassium metabisulfite on vitamin C retention in full-bottle-lime juice (early season)	46
4	Effect of potassium metabisulfite on vitamin C retention in full-bottle-lime juice (late season)	53
5	Effect of potassium sorbate on the variation of limonin content with time	57
6	Effect of potassium sorbate on vitamin C retention in full-bottle-lime juice	64
7	Effect of food additives on average vitamin C retention in half-bottle-lime juice	79
8	Percentage of vitamin C retention in half and full-bottle-lime juice (control)	80
9 to 10	Effect of potassium metabisulfite on vitamin C retention in half and full-bottle-lime juice	81
10 to 12	Effect of potassium sorbate on vitamin C retention in half and full-bottle-lime juice	83

Figure		Page
13 to 16	Vitamin C retention of half and full-bottle-lime juice with single and combined effect at room temperature	105
17	Effect of 200 ppm of potassium metabisulfite 200 ppm of stannous chloride on vitamin C retention in half-bottle-lime juice	116

ABBREVIATION

cm	:	centimeter
g	:	gram
hr	:	hour
min	:	minute
mg	:	milligram
nm	:	nonameter
ppm	:	part per million
temp	:	temperature
TLC	:	thin-layer-chromatography
Vit C	:	Vitamin C
µl	:	microliter