



การประเมินเปรียบเทียบปริมาณสารระเหยให้กลิ่นของกาแฟสำเร็จรูป ที่ทำแห้งแบบแช่เยือกแข็งและพ่นฝอย

Comparative Evaluation of Volatile Aroma Compounds Content of Freeze-Dried and Spray-Dried Instant Coffees

ณัฐมอล จินดาพรรณ และ ชนาکانต์ พวงเงิน

Nathamol Chindapan and Chanakan Puangngoen

ภาควิชาเทคโนโลยีการอาหาร คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสยาม ประเทศไทย

Food Technology, Faculty of Science, Siam University, Thailand

Received : 18 March 2024, Received in revised form : 6 June 2024, Accepted : 8 June 2024

Available online : 2 July 2024

บทคัดย่อ

วัตถุประสงค์และที่มา: ปัจจุบันกาแฟสำเร็จรูปที่ทำแห้งแบบแช่เยือกแข็งได้รับความนิยมจากผู้บริโภคชาวไทยเพิ่มขึ้น ทั้งนี้ อาจเป็นเพราะการผลิตระดับอุตสาหกรรมทำให้ราคาของผลิตภัณฑ์ลดลง อีกทั้งยังถูกอ้างว่ามีกลิ่นหอมมากกว่ากาแฟสำเร็จรูปที่ทำแห้งแบบพ่นฝอยด้วย อย่างไรก็ตาม ยังไม่เคยมีการศึกษาอย่างจริงจังโดยใช้วิธีการวิเคราะห์ที่น่าเชื่อถือ ดังนั้น งานวิจัยจึงมีวัตถุประสงค์เพื่อเปรียบเทียบปริมาณสารระเหยให้กลิ่นของกาแฟสำเร็จรูปที่ทำแห้งแบบแช่เยือกแข็งและพ่นฝอย ทั้งระดับห้องปฏิบัติการและอุตสาหกรรม ซึ่งผลิตจากเมล็ดกาแฟโรบัสต้า

วิธีดำเนินการวิจัย: ทำการแยก ระบุ และวิเคราะห์สารระเหยทั้งหมดในกาแฟสกัดที่เตรียมระดับห้องปฏิบัติการ กาแฟสกัด และกาแฟสกัดเข้มข้นที่เตรียมระดับอุตสาหกรรม และกาแฟสำเร็จรูปที่ทำแห้งแบบแช่เยือกแข็งและพ่นฝอยทั้งระดับห้องปฏิบัติการและอุตสาหกรรม โดยใช้เทคนิค HS-SPME/GC-MS

ผลการวิจัย: พบสารระเหยทั้งหมด 144 ชนิด แต่ระบุชนิดสารได้ 106 ชนิด เมื่อพิจารณาค่า odor activity values (OAVs) ของสารระเหยเหล่านี้ในกาแฟสกัดที่ใช้เป็นวัตถุดิบในการผลิตกาแฟสำเร็จรูป พบว่าเป็นสารระเหยให้กลิ่นที่มีค่า $OAV \geq 1$ จำนวน 53 ชนิด จำแนกเป็นไพราซีน 15 ชนิด ฟูแรน 8 ชนิด กรด 5 ชนิด แอลดีไฮด์ 5 ชนิด คีโตน 3 ชนิด ไพโรล 3 ชนิด เอสเทอร์ 2 ชนิด ไพรีดีน 2 ชนิด ไทอะโซล 2 ชนิด แอลกอฮอล์ 2 ชนิด ฟีนอล 2 ชนิด ออกซาโซล 1 ชนิด พูราโนน 1 ชนิด ไฮโดรคาร์บอน 1 ชนิด และ ไพแรน 1 ชนิด หลังจากทำให้เข้มข้น ปริมาณสารระเหยให้กลิ่นทั้งหมดในกาแฟสกัดเข้มข้นคงอยู่เพียง 43.94% ของที่มีในกาแฟสกัด โดยมีการลดลงของสารระเหยทุกกลุ่ม ยกเว้นฟูแรน เมื่อทำแห้ง กาแฟสำเร็จรูปที่ทำแห้งแบบแช่เยือกแข็งระดับห้องปฏิบัติการและอุตสาหกรรมมีการคงอยู่ของสารระเหยให้กลิ่นทั้งหมด 75.98% และ 73.39% ของที่มีในกาแฟสกัดเข้มข้น ขณะที่ กาแฟสำเร็จรูปที่ทำแห้งแบบพ่นฝอยระดับห้องปฏิบัติการและอุตสาหกรรมมีการคงอยู่ของสารระเหยให้กลิ่นทั้งหมด 50.11% และ 45.13% ของที่มีในกาแฟสกัดเข้มข้น ตามลำดับ อีกทั้ง กาแฟสำเร็จรูปที่ทำแห้งแบบแช่เยือกแข็งมีปริมาณสารระเหยกลุ่มไพราซีนและฟูแรนสูงกว่ากาแฟสำเร็จรูปที่ทำแห้งแบบพ่นฝอย ทั้งระดับห้องปฏิบัติการและอุตสาหกรรม



สรุปผลการวิจัย: กาแฟสำเร็จรูปที่ทำแห้งแบบแช่เยือกแข็งประกอบด้วยปริมาณสารระเหยให้กลิ่นทั้งหมดมากกว่ากาแฟสำเร็จรูปที่ทำแห้งแบบพ่นฝอยอย่างมีนัยสำคัญ ($p < 0.05$) ประมาณ 1.52 เท่า (หรือ 25.87%) และ 1.63 เท่า (หรือ 28.26%) สำหรับการผลิตระดับห้องปฏิบัติการและอุตสาหกรรม ตามลำดับ กำลังการผลิตของเครื่องจักรมีผลต่อปริมาณสารระเหยให้กลิ่นทั้งหมดในกาแฟสำเร็จรูปอย่างไม่มีนัยสำคัญทางสถิติ ($p \geq 0.05$)

คำสำคัญ : กาแฟสำเร็จรูป ; การทำแห้งแบบแช่เยือกแข็ง ; การทำแห้งแบบพ่นฝอย ; สารระเหยให้กลิ่น

Abstract

Background and Objectives: Nowadays, freeze-dried instant coffee is more popular with Thai consumers. This is probably because industrial-scale production results in lower prices. Also, it was claimed that its aroma is superior to spray-dried instant coffee; however, no comprehensive studies have been done using reliable analytical methods. This work aimed to compare the volatile aroma compounds content of freeze-dried and spray-dried instant coffees produced from a laboratory and industrial dryer produced from Robusta coffee beans.

Methodology: In the study, volatile compounds in coffee brew prepared on a laboratory scale, coffee brew and concentrated coffee brew prepared on an industrial scale, and instant coffee dried using a freeze dryer and spray dryer, either laboratory or industrial scale, were separated, identified, and analyzed using HS-SPME/GC-MS techniques.

Main Results: From the results, a total of 144 volatile compounds were detected, but only 106 compounds were identified. Considering their odor activity values (OAVs) in coffee brew used as a material for production of instant coffee, a total of 53 volatile aroma compounds ($OAV \geq 1$) were verified, of which 15 pyrazines, 8 furans, 5 acids, 5 aldehydes, 3 ketones, 3 pyrroles, 2 esters, 2 pyridines, 2 thiazoles, 2 alcohols, 2 phenols, 1 oxazole, 1 furanone, 1 hydrocarbon and 1 pyran. After concentration, the concentrated coffee brew remained total volatile aroma compounds of around 43.94% of its content in the coffee brew, with a loss in all classes of volatiles except for furans. Once drying, the instant coffee dried using the freeze dryer on both laboratory and industrial scales retained total volatile aroma compounds by 75.98% and 73.39% of their contents in the concentrated coffee brew. In comparison, the instant coffee dried using the spray dryer, either laboratory or industrial scale, maintained total volatile aroma compounds by 50.11% and 45.13% of their content in the concentrated coffee brew, respectively. Moreover, the instant coffee dried using the freeze dryer had higher pyrazines and furans contents than the instant coffee dried using the spray dryer, either laboratory or industrial scale.

Conclusions: It can be concluded that the freeze-dried instant coffee had significantly higher total volatile aroma compounds than the spray-dried instant coffee by 1.52 times (25.87%) for the laboratory scale and 1.63 times (28.26%)

for the industrial scale ($p < 0.05$). Also, the production scales did not significantly affect the total volatile aroma compounds in the instant coffees ($p \geq 0.05$).

Keywords : instant coffee ; freeze drying ; spray drying ; volatile aroma compound

*Corresponding author. E-mail : nathamol.chi@siam.edu

บทนำ

กลิ่น (aroma) เป็นดัชนีคุณภาพที่สำคัญมากสำหรับผลิตภัณฑ์กาแฟทุกชนิดรวมถึงกาแฟสำเร็จรูปด้วย เนื่องจากส่งผลต่อความชอบของผู้บริโภคโดยตรง กลิ่นกาแฟ (coffee aroma) ได้มาจากการผสมกันของสารระเหย (volatile compounds) หลายชนิด อาทิเช่น ซัลเฟอร์ (sulfurs) ไพราซีน (pyrazines) ไพรีดีน (pyridines) ไพร์โรล (pyrroles) ออกซาโซล (oxazoles) ฟิวแรน (furans) แอลดีไฮด์ (aldehydes) คีโตน (ketones) และฟีนอล (phenols) ซึ่งเกิดขึ้นเนื่องจาก Maillard reaction, Strecker degradation, caramelization และ pyrolysis ในระหว่างกระบวนการคั่วเมล็ดกาแฟ (Buffo & Cardelli-Freire, 2004 ; Chindapan *et al.*, 2021) ปัจจุบัน การหาปริมาณสารระเหยเหล่านี้มีหลายวิธี วิธีการหนึ่งที่นิยมใช้กันอยู่อย่างแพร่หลาย ได้แก่ การสกัดด้วยเทคนิค Headspace-Solid Phase Microextraction (HS-SPME) หลังการสกัด ทำการแยกและวิเคราะห์สารระเหยโดยใช้ Gas Chromatography (GC) ซึ่งต่อกับ Mass Spectrometry detector (MSD) หรือ Flame Ionization Detector (FID) หากสารระเหยที่ตรวจพบนั้นๆ ให้กลิ่นที่รับรู้ได้โดยมนุษย์จะระบุให้เป็นสารระเหยให้กลิ่น (Volatile aroma compounds) ของกาแฟ ซึ่งกรณีนี้จำเป็นต้องใช้ Olfactometry detector หรือ Electronic-nose ร่วมด้วย (Angeloni *et al.*, 2021 ; Zhang *et al.*, 2022) การสูญเสียสารระเหยประเภทนี้ในระหว่างกระบวนการผลิต ทำให้คุณภาพของผลิตภัณฑ์กาแฟสำเร็จรูปด้อยลงอย่างมีนัยสำคัญ

กระบวนการผลิตกาแฟสำเร็จรูปโดยทั่วไป ประกอบด้วย ขั้นตอนการคั่วและบดเมล็ดกาแฟ การสกัดของแข็งที่ละลายน้ำได้จากกาแฟคั่วโดยใช้น้ำร้อนร่วมกับความดัน การทำให้เข้มข้นโดยกระบวนการระเหย และสุดท้ายคือการทำแห้ง (Leobet *et al.*, 2020) แต่ละขั้นตอนล้วนเป็นสาเหตุที่ทำให้เกิดการสูญเสียสารระเหยให้กลิ่นในกาแฟสำเร็จรูป โดยเฉพาะขั้นตอนการทำแห้ง ซึ่งแต่เดิมนิยมใช้วิธีการทำแห้งแบบพ่นฝอย (spray drying) วิธีการนี้ เกี่ยวข้องกับการฉีดพ่นกาแฟสกัดให้เป็นละอองฝอยที่มีอนุภาคเล็กมากๆ เข้าไปผสมกับตัวกลางให้ความร้อน (ส่วนใหญ่ใช้ลมร้อน) ที่อุณหภูมิสูง (ซึ่งมีค่าระหว่าง 140-270 °C สำหรับอาหาร) เมื่ออนุภาคเล็กๆ เหล่านั้นสัมผัสกับลมร้อนจะเกิดการระเหยของน้ำอย่างรวดเร็ว และกลายเป็นกาแฟผงทันที ข้อเสียของวิธีนี้คือทำให้กาแฟสำเร็จรูปมีความหอมลดลงเมื่อเทียบกับกาแฟสด เนื่องจากวิธีการนี้ใช้อุณหภูมิสูงมาก (Filková *et al.*, 2014) อย่างไรก็ตาม พบว่าการสูญเสียสารระเหยในกาแฟสำเร็จรูปที่ทำแห้งแบบพ่นฝอยจะลดลงโดยการลดอุณหภูมิลงมา การเพิ่มความเข้มข้นของฟีด การพ่นฝอยที่ความดันสูงขึ้น และการเติมสารให้ความชื้นหนืด (Khwanpruk, 2009) ดังเช่น Bassoli *et al.* (1993) รายงานว่าการทำแห้งแบบพ่นฝอยที่อุณหภูมิสูง (270 °C) ส่งผลให้เกิดการสูญเสียสารระเหยสูงถึง 80% ซึ่งมากกว่าการทำแห้งแบบพ่นฝอยอุณหภูมิต่ำ (140 °C) ที่มีการสูญเสียสารระเหยเพียง 30% นอกจากนี้ King

(1995) ได้เคยทดลองเติม propyl acetate ซึ่งเป็นสารระเหยชนิดหนึ่งลงในกาแฟแล้วนำไปทำแห้งแบบพ่นฝอยที่อุณหภูมิ 200 °C พบว่าปริมาณ propyl acetate ในกาแฟลดลงทันที 50% เมื่อถูกฉีดผ่าน atomizer และลดลงเพิ่มขึ้นอีก เมื่อผงกาแฟเคลื่อนที่ห่างจากหัวฉีด แต่การสูญเสียจะลดลงโดยการเพิ่มความเข้มข้นของกาแฟสด (brew coffee)

เพื่อรักษากลิ่นหอมของกาแฟไว้ให้ได้มากที่สุด ปัจจุบันได้มีการนำวิธีทำแห้งแบบแช่เยือกแข็ง (freeze drying) เข้ามาใช้ผลิตกาแฟสำเร็จรูปแทนการทำแห้งแบบพ่นฝอยมากขึ้น กระบวนการนี้เป็นการทำให้น้ำในอาหารกลายเป็นน้ำแข็งก่อนที่อุณหภูมิ -40 °C ถึง -50 °C จากนั้น จึงทำให้เกิดการระเหิดของน้ำแข็งกลายเป็นไอน้ำแยกออกไปจากอาหารที่ความดันต่ำ (MacLeod *et al.*, 2006) เนื่องด้วยกระบวนการนี้ใช้อุณหภูมิต่ำมาก จึงเป็นที่เข้าใจว่าจะสามารถช่วยรักษากลิ่นหอมของกาแฟไว้ได้มากกว่าการทำแห้งแบบพ่นฝอยในทุกกรณี แต่เมื่อพิจารณาผลงานวิจัยของ Bassoli *et al.* (1993) กลับพบว่าการทำแห้งแบบแช่เยือกแข็งช่วยรักษาสารระเหยในกาแฟสำเร็จรูปไว้ได้ดีกว่า เมื่อเทียบกับกาแฟสำเร็จรูปที่ทำแห้งแบบพ่นฝอยที่อุณหภูมิสูง (270 °C) เท่านั้น แต่เมื่อเทียบกับกาแฟสำเร็จรูปซึ่งทำแห้งแบบพ่นฝอยที่อุณหภูมิต่ำ (140 °C) กลับพบว่าการทำแห้งแบบแช่เยือกแข็งทำให้กาแฟสำเร็จรูปสูญเสียสารระเหยมากกว่า อาจเป็นเพราะวิธีนี้ใช้เวลาในการอบแห้งได้นานกว่า อย่างไรก็ตาม Ishwarya & Anandharamakrishnan (2015) ยังคงยืนยันว่ากาแฟสำเร็จรูปที่ทำแห้งแบบแช่เยือกแข็งมีการคงอยู่ของสารระเหยสูงกว่ากาแฟสำเร็จรูปที่ทำแห้งแบบพ่นฝอยที่อุณหภูมิ 150 °C ประมาณ 20% รวมทั้ง Bettaieb *et al.* (2024) พบว่าการทำแห้งแบบแช่เยือกแข็งช่วยรักษาสารระเหยให้กลิ่นในกาแฟสำเร็จรูปที่ผลิตจาก coffee blend (ระหว่างอาราบิก้าและอินทผลัม) ได้ดีมาก

จากข้อมูลข้างต้น พบว่าการคงอยู่ของสารระเหยในกาแฟสำเร็จรูปที่ทำแห้งแบบพ่นฝอยและแช่เยือกแข็งยังคงมีความขัดแย้งกันอยู่ ซึ่งอาจเป็นเพราะผู้วิจัยกำหนดสภาวะการทำแห้งและกำลังการผลิตที่แตกต่างกัน อีกทั้ง ยังเป็นการวิเคราะห์สารระเหยทั้งหมด (ซึ่งรวมทั้งสารที่ให้กลิ่นและไม่ให้กลิ่น) ยังมิได้สนใจสารระเหยชนิดที่ให้กลิ่นสำคัญในกาแฟสำเร็จรูป ดังนั้น งานวิจัยนี้จึงมีวัตถุประสงค์เพื่อประเมินเปรียบเทียบปริมาณสารระเหยให้กลิ่น (volatile aroma compounds) ในผลิตภัณฑ์กาแฟสำเร็จรูปที่ผลิตโดยใช้เครื่องทำแห้งแบบแช่เยือกแข็งและพ่นฝอยทั้งระดับห้องปฏิบัติการและระดับอุตสาหกรรม โดยใช้เทคนิค Head Space-Solid Phase Microextraction (HS-SPME) ร่วมกับ Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS)

วิธีดำเนินการวิจัย

วัตถุดิบ

สิ่งทดลองทั้งหมดที่ใช้ในการทดลองนี้ถูกเตรียมโดยบริษัท คิง ฟรีย แอนด์ ดราย จำกัด เลขที่ 30/28 หมู่ที่ 1 ตำบลโคกขาม อำเภอเมืองสมุทรสาคร จังหวัดสมุทรสาคร 74000 และจัดส่งมายังห้องปฏิบัติการเพื่อทำการทดลอง (ภายใน 2 สัปดาห์ นับจากวันที่เตรียมตัวอย่าง) แต่ละชนิดมีรายละเอียด ดังนี้

1) เมล็ดกาแฟคั่ว (roasted beans, RB) สายพันธุ์โรบัสต้า ซึ่งมีแหล่งปลูกในจังหวัดชุมพร ประเทศไทย ระดับคั่วเข้ม (city roast) ซึ่งมีค่าสี agtron number 47-55) บรรจุในถุงอะลูมิเนียมฟลอยด์ปิดสนิท (Figure S1)

2) กาแฟสกัด (coffee brew, CB) ซึ่งเตรียมจากเมล็ดกาแฟคั่ว (ข้อที่ 1) โดยใช้กระบวนการสกัดระดับอุตสาหกรรม ประกอบด้วยของแข็งที่ละลายได้ทั้งหมด (total soluble solid, TSS) 14% โดยน้ำหนัก บรรจุในขวดแก้ว (duran) ขนส่งแบบแช่แข็ง (-20 °C) และเก็บรักษาที่ -40 °C (Figure S1)

3) กาแฟสกัดเข้มข้น (concentrated coffee brew, CCB) ซึ่งเตรียมจากกาแฟสกัด (ข้อที่ 2) โดยใช้กระบวนการระเหยระดับอุตสาหกรรม ประกอบด้วยของแข็งที่ละลายได้ทั้งหมด (total soluble solid, TSS) 48-50% โดยน้ำหนัก pH 4.85 บรรจุในขวดแก้ว ขนส่งแบบแช่แข็ง (-20 °C) และเก็บรักษาที่ -40 °C (Figure S1)

4) กาแฟสำเร็จรูปที่ผลิตโดยใช้เครื่องทำแห้งแบบแช่เยือกแข็งระดับห้องปฏิบัติการ (instant coffee from lab-freeze dryer, IC-LabFD) ซึ่งเตรียมจากกาแฟสกัดเข้มข้น (ข้อที่ 3) ประกอบด้วยความชื้นเฉลี่ย 3.2% (w.b.) บรรจุในถุงอะลูมิเนียมฟอยด์ ขนส่งอุณหภูมิปกติ และเก็บรักษาที่ -20 °C (Figure S1)

5) กาแฟสำเร็จรูปที่ผลิตโดยใช้เครื่องทำแห้งแบบแช่เยือกแข็งระดับอุตสาหกรรม (instant coffee from industrial-freeze dryer, IC-IndusFD) ซึ่งเตรียมได้จากกาแฟสกัดเข้มข้น (ข้อที่ 3) ประกอบด้วยความชื้นเฉลี่ย 2.8% (w.b.) บรรจุในถุงอะลูมิเนียมฟอยด์ ขนส่งอุณหภูมิปกติ และเก็บรักษาที่ -20 °C (Figure S1)

6) กาแฟสำเร็จรูปที่ผลิตโดยใช้เครื่องทำแห้งแบบพ่นฝอยระดับห้องปฏิบัติการ (instant coffee from lab-spray dryer, IC-LabSD) ซึ่งเตรียมจากกาแฟสกัดเข้มข้น (ข้อที่ 3) ประกอบด้วยความชื้นเฉลี่ย 4.5% (w.b.) บรรจุในถุงอะลูมิเนียมฟอยด์ ขนส่งอุณหภูมิปกติ และเก็บรักษาที่ -20 °C (Figure S1)

7) กาแฟสำเร็จรูปที่ผลิตโดยใช้เครื่องทำแห้งแบบพ่นฝอยระดับอุตสาหกรรม (instant coffee from industrial-spray dryer, IC-IndusSD) ซึ่งเตรียมได้จากกาแฟสกัดเข้มข้น (ข้อที่ 3) ประกอบด้วยความชื้นเฉลี่ย 4.2% (w.b.) บรรจุในถุงอะลูมิเนียมฟอยด์ ขนส่งอุณหภูมิปกติ และเก็บรักษาที่ -20 °C (Figure S1)

*กาแฟสำเร็จรูปทุกชนิดผลิตจากเมล็ดกาแฟคั่ว กาแฟสกัด และกาแฟสกัดเข้มข้นล็อตเดียวกัน โดยใช้ operating parameters แสดงดัง Table 1

การเตรียมตัวอย่างกาแฟสำหรับการวิเคราะห์ชนิดและปริมาณสารระเหย

1) กาแฟสกัด (RB) เตรียมจากเมล็ดกาแฟคั่ว นำมาบดให้มีขนาดอนุภาคระหว่าง 180-250 ไมโครเมตร โดยใช้ coffee grinder (DE'LONGHI, KG521M, Treviso, Italy) และสกัดน้ำกาแฟโดยใช้เครื่องชงกาแฟเอสเพรสโซ (Lap-DED, La Pavoni, Milan, Italy) สำหรับการสกัดใช้กาแฟบด 9 กรัม น้ำร้อนอุณหภูมิ 93-95 °C ความดันประมาณ 12 bar ซึ่งจะได้ปริมาณของแข็งที่ละลายได้ทั้งหมดประมาณ 13.8-14.2% โดยน้ำหนัก ลดอุณหภูมิกาแฟสดลงทันทีจนได้อุณหภูมิสุดท้ายเป็น 40-42 °C และนำไปเจือจางให้มีปริมาณของแข็งที่ละลายได้ทั้งหมดเท่ากับ 2% และ 10% โดยใช้น้ำเกรด LC-MS (LiChrosolv® Merck KGaA, Darmstadt, Germany) ตรวจวัดปริมาณของแข็งโดยใช้ hand-held refractometer (Atago, model S-28, Tokyo, Japan), และนำไปวิเคราะห์ชนิดและปริมาณสารระเหยโดยใช้เทคนิค SPME/GC-MS ทันที

2) กาแฟสกัด (CB) และกาแฟสกัดเข้มข้น (CCB) ซึ่งเก็บรักษาไว้แบบแช่แข็ง นำมาละลายโดยการแช่น้ำ (โดยปล่อยให้ให้น้ำไหลผ่านตลอดเวลา) และเจือจางให้มีปริมาณของแข็งที่ละลายได้ทั้งหมดเท่ากับ 2% และ 10% โดยใช้เครื่อง LC-MS และนำไปวิเคราะห์ชนิดและปริมาณสารระเหยโดยใช้เทคนิค SPME/GC-MS ทันที

3) กาแฟสำเร็จรูปทั้ง 4 ชนิด (ได้แก่ IC-LabFD, IC-IndusFD, IC-LabSD, IC-IndusSD) นำมาละลายในน้ำเกรด LC-MS ให้มีปริมาณของแข็งที่ละลายได้ทั้งหมดเท่ากับ 2% และ 10% และนำไปวิเคราะห์ชนิดและปริมาณสารระเหยทันที

Table 1 Operating parameters of spray drying and freeze drying either laboratory or industrial scale

Operating parameter	Spray drying		Operating parameter	Freeze drying	
	Laboratory scale	Industrial scale		Laboratory scale	Industrial scale
<u>Dryer specification</u>			<u>Dryer specification</u>		
- Evaporation rate (kg/h)	10	500	- Maximum sample loading (kg)	10	1,500
Sample temperature before spray drying (°C)	40-42	40-42	Sample temperature before freezing (°C)	50-60	50-60
Inlet temperature (°C)	180-200	196-203	Sample Temperature after freezing (°C)	-40	-40
Outlet temperature (°C)	90-100	90-100	Final temperature of product (°C)	40-50	40-50
Feed rate (L/h)	300-500	840-900	Vacuum (Pascal)	30-50	30-50
Pressure (Bar)	40-60	60-80	Drying time (h)	20-24	20-24

การศึกษานิสัยและปริมาณสารระเหย (volatile compounds) ในตัวอย่างกาแฟ

เปิดตัวอย่างกาแฟที่เตรียมไว้แล้ว 4 มิลลิตร ใส่ลงในขวดแก้วฝาเกลียวขนาด 20 มิลลิตร (screw headspace vials, Agilent, DE, Germany) เติมโซเดียมคลอไรด์ (Carlo Erba, Val de Reuil, France) 1 กรัม เพื่อช่วยจับโมเลกุลของน้ำ ทำให้สารระเหยถูกปลดปล่อยได้ง่ายขึ้น ตามด้วยการเติม 3-heptanone (Supelco, Sigma-Aldrich RTC, WY, USA) เข้มข้น 0.04 mg/mL จำนวน 25 ไมโครลิตร ซึ่งถูกใช้เป็น internal standard จากนั้น ปิดฝาขวด (18 mm magnetic PTFE / Sil headspace cap, Agilent, DE, Germany) ให้สนิท และเขย่าเบาๆ จนกระทั่ง โซเดียมคลอไรด์ละลายหมด (ดัดแปลงจาก Cai *et al.*, 2022) แล้วจึงนำไปวิเคราะห์ชนิดและปริมาณสารระเหยโดยใช้เทคนิค Head Space-Solid Phase Microextraction (HS-SPME) ร่วมกับ Gas Chromatography-Mass Spectrometry

วิเคราะห์สารระเหยโดยใช้ Gas Chromatograph (Agilent, 7890A, Santa Clara, CA, USA) ซึ่งต่ออยู่กับ Ion Trap Mass Spectrometer (Agilent, 5975C inert XL MSD with Triple-Axis Detector) และ autosampler (CTC Analytics, CombiPAL, Zwingen, Switzerland) สำหรับสภาวะในการสกัดและแยกสารระเหยใช้วิธีการของ Chindapan *et al.* (2021) โดยมีการดัดแปลงเล็กน้อย ดังนี้ บ่มขวดตัวอย่างที่บรรจุกาแฟที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 20 นาที จากนั้น ใช้ SPME fiber ชนิด 50/30- μ m divinylbenzene/carboxen/polydimethylsiloxane (DVB/CAR/PDMS) ซึ่งใช้กับ Autosampler (Supelco, Bellefonte, PA, USA) สอดผ่าน septa เข้าไปในขวดตัวอย่าง และปล่อยให้มีการดูดซับสารระเหยในช่องว่างของขวดตัวอย่าง ที่ 60 °C เป็นเวลาอีก 30 นาที พร้อมกับเขย่าตลอดเวลาที่ 500 rpm เมื่อครบเวลา SPME fiber จะถูกสอดเข้าสู่ injection port ของ GC-MS ที่อุณหภูมิ 180 °C เป็นเวลา 5 นาที เพื่อปลดปล่อยสารระเหยเข้าสู่แคปิลารีคอลัมน์ชนิด DB-WAX ความยาว 60 เมตร เส้นผ่านศูนย์กลาง 250 ไมโครเมตร ชั้นเคลือบหนา 0.25 ไมโครเมตร (J&W DB-WAX Ultra Inert, Agilent, Santa Clara, CA, USA) ใช้ก๊าซฮีเลียมบริสุทธิ์ 99.99% เป็นก๊าซตัวพาสารระเหยเข้าสู่คอลัมน์ แบบ splitless มีอัตราการไหลคงที่ที่ 1 mL/min โดยตั้งอุณหภูมิเริ่มต้นของตู้อบที่ 40 °C คงไว้เป็นเวลา 6 นาที แล้วเพิ่มเป็น 180 °C ด้วยอัตรา 3 °C/min คงไว้ที่ อุณหภูมินี้เป็นเวลา 2 นาที รวมเวลาทั้งหมด (GC run time) 54.67 นาที สำหรับ mass spectrometer กำหนดค่าพลังงานที่ทำให้สารแตกตัวเป็นไอออน (ionization energy) ไว้ที่ 70 eV คัดแยกและตรวจจับไอออนที่มีมวลต่อประจุ (m/z) ระหว่าง 33-300 m/z ในโหมดสแกน ตั้งอุณหภูมิของ ion source และ quadrupole ion trap ที่ 230 °C และ 150 °C ตามลำดับ ผลการวิเคราะห์แสดงดังตัวอย่างโครมาโตแกรม (Figure S2-S8)

การระบุชนิดของสารระเหย : ใช้การเปรียบเทียบข้อมูล mass spectrum ของสารแต่ละชนิดกับฐานข้อมูล database NIST08.L ร่วมกับการเปรียบเทียบค่า linear retention indices (LRI) ของสารมาตรฐาน C7-C40 saturated alkanes (1,000 μ g/mL each component in hexane, Supelco, Sigma-Aldrich RTC, WY, USA) ความเข้มข้น 200 ppm ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยคอลัมน์และสภาวะการวิเคราะห์เดียวกับตัวอย่างกาแฟ จากนั้น รายงานสารระเหยซึ่งมี similarity $\geq 80\%$ และมี LRI ใกล้เคียงกับ LRI ที่เคยรายงานไว้ใน literature ส่วนสารระเหย ซึ่งมี similarity $< 80\%$ หรือ LRI ต่างจาก LRI ที่เคยรายงานไว้ใน literatures มากกว่า 50 จะถูกระบุเป็น unknown

การวิเคราะห์สารระเหยเชิงปริมาณ: คำนวณหาปริมาณสารระเหยโดยการเปรียบเทียบพื้นที่ใต้พีคของสารระเหยแต่ละชนิดกับพื้นที่ใต้พีคของ internal standard (3-heptanone) แล้วรายงานเป็นความเข้มข้นสัมพัทธ์ของสารระเหยชนิดนั้นๆ ในเทอมของไมโครกรัมต่อกิโลกรัมของของแข็งที่ละลายได้ในกาแฟ (μ g per kg solid dissolved in coffee brew) หรือ ppb จากนั้น นำปริมาณของสารระเหยทั้งหมดมารวมกัน และรายงานเป็นปริมาณสารระเหยทั้งหมด (total volatile compounds) ในหน่วย mg/kg solid dissolved in coffee brew หรือ ppm

การศึกษาชนิดและปริมาณสารระเหยให้กลิ่น (volatile aroma compounds) ในกาแฟสกัด

นำสารระเหยซึ่งสามารถระบุชนิดจากข้อ 1 มาสืบค้นลักษณะของกลิ่น (aroma description) และความเข้มข้นต่ำสุดที่รับรู้โดยมนุษย์เมื่อละลายน้ำ (odor detection threshold in water) จากเอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง (literature) จากนั้น

คำนวณหา odor activity values (OAV) ของสารระเหยแต่ละตัวเฉพาะในกาแฟสกัด (CB) ซึ่งใช้เป็นวัตถุดิบในการผลิตกาแฟสำเร็จรูป ที่ความเข้มข้น 2% (w/w) ดังสมการต่อไปนี้

$$\text{Odor activity value (OAV)} = \frac{\text{ความเข้มข้นของสารระเหย (ppb)}}{\text{ความเข้มข้นต่ำสุดที่รับรู้โดยมนุษย์เมื่อละลายในน้ำ (ppb)}}$$

สารระเหยซึ่งมี $\text{OAV} \geq 1$ จะถูกระบุเป็นสารระเหยให้กลิ่น (volatile aroma compounds) ในตัวอย่างกาแฟ (Amanpour & Selli, 2015)

การวิเคราะห์ทางสถิติ

ทำการทดลอง 2 ซ้ำ (ตัวอย่างหรือวัตถุดิบมาจากการผลิตใน 2 ล็อต) วิเคราะห์ปริมาณสารระเหยทั้งหมดในตัวอย่างแต่ละล็อตโดยใช้เทคนิค HS-HPME/GC-MS ที่ความเข้มข้น 2% TSS และ 10% TSS จำนวน 4 ครั้ง ($n=4$) จากนั้น วิเคราะห์ข้อมูลโดยใช้ One-way ANOVA และเปรียบเทียบค่าเฉลี่ย (ของตัวอย่าง 2 ล็อต) โดยวิธี Tukey's Honestly Significant Difference (HSD) ที่ระดับความเชื่อมั่น 95% โดยใช้โปรแกรม SPSS for Window®

ผลการวิจัย

ผลการศึกษาระดับและปริมาณสารระเหย (volatile compounds) ในตัวอย่างกาแฟโรบัสต้า

Table 2 แสดงชนิดสารระเหยทั้งหมดที่แยกได้จากตัวอย่างกาแฟ 7 ชนิด โดยใช้เทคนิค HS-SPME/GC-MS ร่วมกับการเจือจางตัวอย่างเข้มข้นเป็น 2 ระดับ ได้แก่ 2% TSS และ 10% TSS ซึ่งประกอบด้วยสารระเหยทั้งหมดจำนวน 144 ชนิด แยกออกมาที่เวลาหน่วง (RT) ต่างๆ ระหว่างนาที่ที่ 6.60-53.89 ในจำนวนนี้ สามารถระบุชนิดได้จำนวน 106 ชนิด ซึ่งเป็นสารที่เคยรายงานว่ามีอยู่ในกาแฟคั่วมาก่อน (โปรดดูเอกสารอ้างอิงใน Table 2) และไม่สามารถระบุชนิด (unknown) จำนวน 38 ชนิด (ได้แก่ หมายเลขของพีคที่หายไปจาก Table 2) สารระเหยที่ระบุชนิดได้จำแนกเป็น 18 กลุ่ม เรียงจากมากไปน้อย ดังนี้ ไพราซีน 26 ชนิด ฟูแรน 20 ชนิด คีโตน 10 ชนิด กรด 8 ชนิด แอลดีไฮด์ 7 ชนิด เทอร์พีนอยด์ 7 ชนิด ไพโรล 6 ชนิด เอสเทอร์ 4 ชนิด ไพรีดีน 3 ชนิด ไทอะโซล 3 ชนิด แอลกอฮอล์ 3 ชนิด อะซิโตน 1 ชนิด ออกซาโซล 1 ชนิด ฟิวราโนน 1 ชนิด ฟีนอล 2 ชนิด ไฮโดรคาร์บอน 2 ชนิด ไทออล 1 ชนิด และ ไพแรน 1 ชนิด พบว่ากาแฟทุกชนิดประกอบด้วยสารระเหยชนิดเดียวกัน แต่ต่างกันที่ความเข้มข้น ยกเว้นกาแฟสำเร็จรูปที่ผลิตโดยใช้เครื่องทำแห้งแบบพ่นฝอยทั้งระดับห้องปฏิบัติการและอุตสาหกรรมที่มีสารระเหยบางชนิดที่ไม่พบในตัวอย่างอื่นๆ ปรากฏออกมา ได้แก่ พีคที่ 5 (unknown), พีคที่ 6 (1,4-cineole) พีคที่ 7 (2-isobutyl-4-methyl-1,3-dioxolane) และพีคที่ 67 (terpinen-4-ol)

Table 3 แสดงผลรวมของปริมาณสารระเหย (ทั้ง 144 ชนิด) ในตัวอย่างกาแฟ 7 ชนิด ในเทอมของมิลลิกรัมต่อมิลลิกรัมของ 3-heptanone ต่อกิโลกรัมของของแข็งที่ละลายได้ในกาแฟ (ppm) ซึ่งได้จากการวิเคราะห์สารระเหยโดยวิธี HS-SPME/GC-MS

ทั้งแบบที่เจือจางตัวอย่างให้มีความเข้มข้น 2% TSS และ 10% TSS ผลการวิเคราะห์ พบว่าแม้ตัวอย่างกาแฟจะมีความเข้มข้นต่างกัน แต่เมื่อคำนวณหาปริมาณสารระเหยโดยเทียบต่อมวลของของแข็งที่ละลายได้ในกาแฟจะได้ปริมาณสารระเหยทั้งหมดค่อนข้างใกล้เคียงกัน ยกเว้นตัวอย่างกาแฟเข้มข้น (CCB) ที่พบว่าการเตรียมตัวอย่างเข้มข้น 10% TSS ให้ผลรวมของปริมาณสารระเหยทั้งหมดน้อยกว่าวิธีที่วิเคราะห์โดยการเตรียมตัวอย่างเข้มข้น 2% TSS ถึง 2 เท่า ดังนั้น งานวิจัยนี้จึงเลือกพิจารณาผลการวิเคราะห์ตัวอย่างที่มีความเข้มข้น 2% TSS ที่ซึ่งผลรวมของปริมาณสารระเหยทั้งหมดในกาแฟสกัดจากเมล็ดกาแฟคั่ว (RB) และกาแฟสกัด (CB) แตกต่างกันอย่างไม่มีนัยสำคัญทางสถิติ ($p \geq 0.05$) โดยมีค่าเฉลี่ย 1,653.14 ppm และ 1,641.56 ppm ตามลำดับ ซึ่งสูงสุดเมื่อเปรียบเทียบกับตัวอย่างกาแฟชนิดอื่น ๆ อย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ ($p < 0.05$) ตัวอย่างกาแฟที่มีผลรวมของปริมาณสารระเหยทั้งหมดรองลงมา ได้แก่ กาแฟสกัดเข้มข้น (CCB) มีค่าเฉลี่ยอยู่ที่ 719.55 ppm ถัดไปเป็นกาแฟสำเร็จรูปที่ทำแห้งแบบแช่เยือกแข็ง (ค่าเฉลี่ย 634.02 ppm และ 572.03 ppm) และแบบพ่นฝอย (ค่าเฉลี่ย 389.28 ppm และ 372.95 ppm) ตามลำดับ

Figure 1 (a) และ (b) แสดงร้อยละการคงอยู่ของปริมาณสารระเหยทั้งหมดในตัวอย่างกาแฟแต่ละชนิด เทียบกับกาแฟสกัด (CB) และกาแฟสกัดเข้มข้น (CCB) ตามลำดับ พบว่า กาแฟสกัดเข้มข้น (CCB) มีการคงอยู่ของสารระเหยทั้งหมด 43.83% (หรือสูญเสียไป 56.17%) เมื่อเทียบกับปริมาณสารระเหยทั้งหมดในกาแฟสกัด (CB) เมื่อพิจารณาผลของการทำแห้งพบว่า กาแฟสำเร็จรูปที่ผลิตโดยใช้เครื่องทำแห้งแบบแช่เยือกแข็งระดับห้องปฏิบัติการ (IC-LabFD) และระดับอุตสาหกรรม (IC-IndusFD) มีการคงอยู่ของปริมาณสารระเหยทั้งหมด 38.63% และ 34.85% ของปริมาณสารระเหยทั้งหมดในกาแฟสกัด (CB) หรือคิดเป็น 88.16% และ 79.53% ของปริมาณสารระเหยทั้งหมดในกาแฟสกัดเข้มข้น (CCB) ในขณะที่ กาแฟสำเร็จรูปที่ผลิตโดยใช้เครื่องทำแห้งแบบพ่นฝอยระดับห้องปฏิบัติการ (IC-LabSD) และอุตสาหกรรม (IC-IndusSD) มีการคงอยู่ของปริมาณสารระเหยทั้งหมด 23.71% และ 22.72% ของปริมาณสารระเหยทั้งหมดในกาแฟสกัด (CB) หรือคิดเป็น 54.08% และ 51.84% ของปริมาณสารระเหยทั้งหมดในกาแฟสกัดเข้มข้น (CCB) ตามลำดับ



Table 2 List of volatile compounds in 7 coffee samples as identified via HS-SPME/GC-MS

No	RT	Compound name	Class	Expt.LRI	Ref.LRI	OT (ppb)	OAV	Aroma description	Reference
1	6.60	Isobutyraldehyde	Aldehydes	828	818	0.7	2,289	Pungent, fruity, malty	Flament (2002)
3	9.11	Isovaleraldehyde	Aldehydes	922	900	0.2	76,059	Malt, chocolate, slightly cheesy	Flament (2002)
4	18.77	1-Methyl pyrrole	Pyrroles	1139	1139	37	36	Smoky, woody, herbal	Caporaso <i>et al.</i> (2018)
6	20.69	1,4-Cineole	Terpenoids	1175	1169	0.27			
7	21.07	2-Isobutyl-4-methyl-1,3-dioxolane	Acetals	1186	N/A	N/A			
8	21.67	Pyridine	Pyridines	1199	1204	2000	3	Sour, putrid, fishy, bitter, roasted	Caporaso <i>et al.</i> (2018)
9	22.31	2,4,5-Trimethyl oxazole	Oxazoles	1209	1211	5*	521	Nutty, sweet, green*	See remark
10	22.86	Pyrazine	Pyrazines	1221	1232	177,000			
11	23.91	Methyl furfuryl ether	Furans	1242	1252	N/A			
14	25.30	2-Methyltetrahydrofuran-3-one	Furanones	1271	1283	0.005**	330,787	Sweet, bready, buttery, nutty*	See remark
15	25.55	2-Methylpyrazine	Pyrazines	1276	1288	60	336	Nutty, roasted, chocolate, sweet, green, bitter almond	Caporaso <i>et al.</i> (2018); Flament (2002)
16	26.24	4-Methylthiazole	Thiazoles	1290	1304	55	38	Tomato, fruity, nutty, green, meaty	Ma <i>et. al</i> (2022); Flament (2002)
19	27.18	3-Methylpyridine	Pyridine	1310	1323	1000***	2	Green, earthy, hazelnut	Flament (2002);
20	27.45	Hydroxyacetone	Ketones	1316	1321	N/A			
21	28.05	2-Heptanol	Alcohols	1329	1328	81	69	Fresh, lemon, grass, herbal, sweet floral, fruity, green	Burdock (2010); Flament (2002)
22	28.28	2,5-Dimethylpyrazine	Pyrazines	1334	1348	2600	8	Nutty, roasted, grassy	Caporaso <i>et al.</i> (2018)
23	28.57	2,6-Dimethylpyrazine	Pyrazines	1340	1354	3100	7	Chocolate, cocoa, roasted, nuts, fried	Caporaso <i>et al.</i> (2018)
24	28.77	2-Ethylpyrazine	Pyrazines	1344	1359	6000	3	Nutty, peanut, butte	Caporaso <i>et al.</i> (2018)
25	29.41	2,3-Dimethylpyrazine	Pyrazines	1358	1371	250	32	Nutty, roasted	Caporaso <i>et al.</i> (2018)



No	RT	Compound name	Class	Expt.LRI	Ref.LRI	OT (ppb)	OAV	Aroma description	Reference
26	29.79	2-Cyclopentenone	Ketones	1367	1383	N/A			
27	30.36	2-Methyl-2-cyclopenten-1-one	Ketones	1379	1395	N/A			
28	30.70	4,5-Dimethylthiazole	Thiazoles	1386	1372	470	3	Nutty, green	Flament (2002)
29	31.16	2-Ethyl-6-methylpyrazine	Pyrazines	1396	1408	30	1,510	Flowery, fruity, hazelnut-like	Caporaso <i>et al.</i> (2018)
30	31.47	2-Methyl-5-ethylpyrazine	Pyrazines	1403	1415	100	326	Coffee-like	Caporaso <i>et al.</i> (2018)
31	31.84	5-Ethyl-2-methylthiazole	Thiazoles	1411	1410	N/A			
32	32.04	2-Ethyl-3-methylpyrazine	Pyrazines	1417	1417	130	107	Nutty, peanut	Caporaso <i>et al.</i> (2018)
33	32.13	2,3,5-Trimethylpyrazine	Pyrazines	1414	1429	1800	12	Nutty, roasted	Flament (2002)
34	32.33	2-Methyl-5-isopropyl pyrazine	Pyrazines	1423	1424*	N/A			
35	32.62	2-Propylpyrazine	Pyrazines	1429	1447	300	17	Green, vegetable	Burdock (2010)
37	33.33	2,6-Diethylpyrazine	Pyrazines	1445	1463	6	3,840	Nutty, hazelnut	Flament (2002)
38	33.70	(Z)-Linalool oxide (Furanoid)	Furans	1454	1451	320	5	earthy floral sweet woody	Niu <i>et al.</i> (2022); Flament (2002)
39	33.84	3-Ethyl-2,5-dimethylpyrazine	Pyrazines	1457	1470	1	75,558	Earthy, roasted	Caporaso <i>et al.</i> (2018)
40	33.89	Acetic acid	Acids	1458	1465	22,000			
41	34.19	2,3-Diethylpyrazine	Pyrazines	1465	1449	N/A			
42	34.46	Furfural	Aldehydes	1471	1472	3000	39	Sweet, woody, almond	Caporaso <i>et al.</i> (2018)
43	34.60	2-Ethyl-3,5-dimethylpyrazine	Pyrazines	1475	1475	1	30,616	Earthy, roasted	Caporaso <i>et al.</i> (2018)
44	34.71	2-Methyl-6-propylpyrazine	Pyrazines	1477	1464	100	115	Burnt, butterscotch	Flament (2002)
46	35.44	Furfuryl methyl sulfide	Furans	1493	1516	105	63	Coffee, mustard, garlic, burnt	Yan <i>et al.</i> (2020); Flament (2002)
47	35.70	2-Ethenyl-6-methylpyrazine	Pyrazines	1500	1521	N/A			
48	35.93	3,5-Diethyl-2-methylpyrazine	Pyrazines	1505	1524	N/A			
49	36.26	Acetylfuran	Furans	1514	1527	10,000	1	Sweet, balsam, almond, cocoa	Caporaso <i>et al.</i> (2018)



No	RT	Compound name	Class	Expt.LRI	Ref.LRI	OT (ppb)	OAV	Aroma description	Reference
50	37.05	Benzaldehyde	Aldehydes	1532	1550	350	47	Powerful sweet, bitter almond	Flament (2002)
51	37.33	3-Isobutyl-2,5-dimethylpyrazine	Pyrazines	1539	1521	N/A			
52	37.49	Furfuryl acetate	Furans	1543	1552	100	103	Ethereal-floral, herbal-spicy	Caporaso <i>et al.</i> (2018)
53	37.57	Propionic acid	Acids	1545	1557	20,000			
55	37.97	2,3-Dimethyl-2-cyclopenten-1-one	Ketones	1555	1573	N/A			
57	38.25	Isopropenylpyrazine	Pyrazines	1562	1543	N/A			
58	38.57	2,3,5-Trimethyl-2-cyclopentenone	Ketones	1569	1592	N/A			
59	38.79	Isobutyric acid	Acids	1575	1552	8,100	100	*Sour, acid, cheesy dairy buttery rancid	¹ Liu (n.d.)
60	39.12	5-Methylfurfural	Furans	1583	1570	6	7357	Spicy, caramel, maple	Caporaso <i>et al.</i> (2018)
61	39.24	2-Propionylfuran	Furans	1585	1571	N/A			
62	39.31	1-Terpinenol	Terpenoids	1587	1586	N/A			
63	39.59	2-Isoamylpyrazine	Pyrazines	1594	1530	N/A			
64	39.74	beta-Methoxypyridine	Pyridine	1598	1581	N/A			
65	39.95	Furfuryl propionate	Furans	1603	1620	N/A			
66	40.20	1,5-Dimethyl-2-pyrrolecarbonitrile	Pyrroles	1609	1612	N/A			
67	40.36	Terpinen-4-ol	Terpenoids	1613	1613	340			
68	40.48	2,2-Methylenebisfuran	Furans	1616	1636	N/A			
70	40.68	1-Ethyl-2-pyrrolecarboxaldehyde	Pyrroles	1621	1616	N/A			
71	40.87	2-Acetyl-5-methylfuran	Furans	1626	1650	N/A			
73	41.15	1-Methyl-1H-pyrrole-2-carboxaldehyde	Pyrroles	1634	1651	40	367	Roasted, nutty	Caporaso <i>et al.</i> (2018)
74	41.24	Butyric acid	Acids	1636	1636	240	38	Sour, rancid butter	Flament (2002)



No	RT	Compound name	Class	Expt.LRI	Ref.LRI	OT (ppb)	OAV	Aroma description	Reference
75	41.38	5H-5-Methyl-6,7-dihydrocyclopentapyrazine	Pyrazines	1639	1643	N/A			
76	41.51	Butyrolactone	Furans	1643	1665	1000	9	Creamy, oily, fatty, caramel	Caporaso <i>et al.</i> (2018)
78	41.94	Phenylacetaldehyde	Aldehyde	1654	1661	4	4,329	Green, floral, sweet, honey	Flament (2002)
79	42.36	ortho-Tolualdehyde	Aldehyde	1664	1669	N/A			
80	42.58	Furfuryl alcohol	Furans	1670	1678	2000	41	Caramellic, burnt, smoky	Caporaso <i>et al.</i> (2018)
81	42.85	Isovaleric acid	Acids	1677	1687	400	61	Cheesy, dairy, creamy, fermented	Caporaso <i>et al.</i> (2018)
84	43.24	2-Furfuyl-5-methyl furan	Furans	1687	1706	N/A			
85	43.49	2-Methyl-5-propionylfuran	Furans	1693	1700	N/A			
87	43.81	Furfuryl isovalerate	Furans	1701	N/A	N/A			
88	43.99	2-Acetyl-6-methyl pyrazine	Pyrazines	1706	1705	3000	5	Popcorn	Buttery (1999); Flament (2002)
92	44.61	4-(5-Methyl-2-furyl)-2-butanone	Furans	1724	1745	N/A			
93	44.74	Pyrazinamide	Pyrazines	1727	1740	N/A			
99	45.68	1-Methylene-1H-indene	Hydrocarbon	1752	1763	N/A			
100	45.75	Naphthalene	Hydrocarbon	1754	1754	21	377	Pungent, dry resinous	Flament (2002)
101	45.99	Cyclohexapyrazine	Pyrazines	1760	1744	N/A			
103	46.43	Methyl phenylacetate	Esters	1772	1758	25	270	Fruity, honey	Burdock (2010); Flament (2002)
105	46.64	2-Acetyl-3-methylthiophene	Thiophenes	1777	1762	N/A			
108	47.08	Methyl salicylate	Esters	1789	1775	0.04	439,128	Wintergreen, Mint	Buttery & Ling (1995); Heo <i>et al.</i> (2020)
109	47.25	Methyl nicotinate	Esters	1794	1793	N/A			
110	47.48	3-Methylvaleric acid	Acids	1800	1810	280	44	Green, sour-pungent	Flament (2002)
111	47.65	3-Methyl-2-butenic acid	Acids	1805	1819	14,000	1	Green, phenolic, dairy	Caporaso <i>et al.</i> (2018)



No	RT	Compound name	Class	Expt. LRI	Ref. LRI	OT (ppb)	OAV	Aroma description	Reference
112	47.74	2-Hydroxy-3,4-dimethyl-2-cyclopenten-1-one	Ketones	1807	1839	20	279	Caramel	Flament (2002)
113	47.99	3,4-Dimethyl-1H-pyrrole-2-carboxaldehyde	Pyrroles	1814	N/A	N/A			
114	48.22	Methyl furfuryl disulfide	Furans	1821	1813	0.04	274,264	Sulfurous, coffee, roasted, alliaceous, meaty	Flament (2002)
115	48.36	Ethyl salicylate	Acids	1825	1837	N/A			
117	48.63	(E)- β -Damascenone	Ketones	1832	1834	0.009	691,291	Apple, rose, honey, tobacco, sweet	Flament (2002)
118	48.88	1-Furfuryl pyrrole	Pyrroles	1839	1850	100	295	Vegetable	Rodrigues <i>et al.</i> (2023)
119	49.00	Cyclotene	Ketones	1843	1857	300	36	Caramel, maple, spicy, burnt	Flament (2002)
121	49.32	2-Propionylthiophene	Thiophenes	1852	1842*	N/A			
123	49.80	3-Phenylfuran	Furans	1865	1880	N/A			
124	50.05	Guaiacol	Phenols	1872	1886	3	20,121	Phenolic, burnt, smoky	Caporaso <i>et al.</i> (2018)
125	50.30	2-Methylpropanoic acid, 3-hydroxy-2,4,4-trimethylpentyl ester	Esters	1879	N/A	N/A			
126	50.44	2-Acetyl-5-methylthiophene	Thiophenes	1883	1889*	N/A			
127	50.60	Benzyl alcohol	Alcohols	1888	1905	5,500	2	Floral	Flament (2002)
129	51.36	3-Ethyl-2-hydroxy-2-cyclopenten-1-one	Ketones	1909	1907	N/A			
131	51.67	Furfural acetone	Furans	1918	1932*	N/A			
132	51.95	Phenylethyl Alcohol	Alcohol	1926	1931	28,900			



No	RT	Compound name	Class	Expt. LRI	Ref. LRI	OT (ppb)	OAV	Aroma description	Reference
136	52.58	alpha-Ethylidenebenzeneacetaldehyde	Aldehydes	1944	1939	N/A			
138	52.83	meta-Methoxybenzenethiol	Thiols	1951	N/A	N/A			
139	52.99	2-Thiophenemethanol	Thiophenes	1956	1951	N/A			
141	53.46	4-Methylguaiacol	Phenols	1969	1969	90	368	Sweet, spicy, smoky, phenolic	Flament (2002)
142	53.89	Maltol	Pyrans	1981	1980	5,800	1	Caramel, sweet	Piccino <i>et al.</i> (2014); Heo <i>et al.</i> (2020)
143	54.02	2-Acetylpyrrole	Ketones	1984	1984	170,000			
144	54.35	Difurfuryl ether	Furans	1993	2028	N/A			

Remark : Expt. and ref. LRI are linear retention index on standard polar column taken from this experiment and literature under NIST Chemistry WebBook (2023 update) and PubChem (2019 update).

OT is odor threshold ($\mu\text{g/kg}$) were taken from the literature. OAV was calculated by dividing concentration of volatile compound in coffee brew (CB) with its odor threshold (OT) from the literature.

The last column presents reference sources for OT and aroma description of compounds. OT and aroma description with superscript symbols*, **, *** are marketing information published on the website of The Good Scents, Hefei Home Sunshine Pharma and Fisher Scientific Company, respectively. Reference with superscript number¹ was retrieved from

https://www.academia.edu/6489064/Name_Odour_Threshold_ppb. N/A is not available.

Table 3 Summation of 144 volatile compounds (ppm) in different kinds of coffee samples obtained from analysis using SPME/GC-MS with sample dilution technique at 2% TSS and 10% TSS.

Coffee samples	*Total volatile compounds content (ppm)			
	2% TSS	%CV	10% TSS	%CV
RB	1653.14 ± 26.79 ^a	1.62	1617.94 ± 43.23 ^a	2.67
CB	1641.56 ± 36.35 ^a	2.21	1685.06 ± 43.48 ^a	2.58
CCB	719.55 ± 26.55 ^b	3.69	307.64 ± 6.40 ^d	2.08
IC-LabFD	634.02 ± 6.65 ^{bc}	1.05	736.59 ± 41.95 ^b	5.69
IC-IndusFD	572.03 ± 9.53 ^c	1.67	704.84 ± 25.01 ^b	3.55
IC-LabSD	389.28 ± 20.58 ^d	5.29	463.79 ± 25.28 ^c	5.45
IC-IndusSD	372.95 ± 15.59 ^d	4.18	413.22 ± 5.28 ^c	1.28

*Total volatile compounds content shown in the first and second column was analyzed from the sample containing TSS of 2% and 10 % respectively. ppm is mg 3-heptanone equivalent/kg dry coffee and CV is the coefficient of variation. Mean values ($\pm$ SD) with different letters within the same column are significantly different ($p \leq 0.05$).

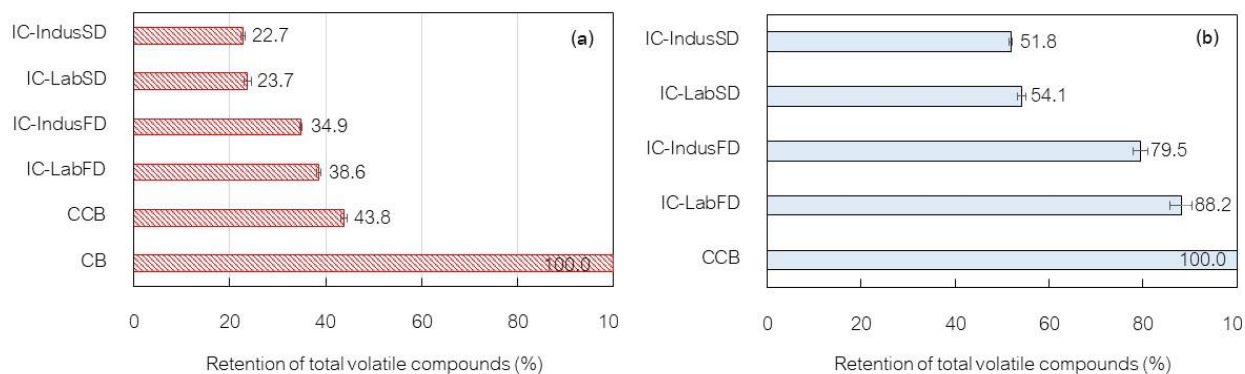


Figure 1 % Retention of total volatile compounds in different kinds of coffee samples based on total volatile compounds in coffee brew (a) and concentrated coffee brew (b), respectively

ผลการศึกษาชนิดและปริมาณสารระเหยให้กลิ่นของกาแฟ

จากการสืบค้นความเข้มข้นต่ำสุดที่รับรู้ได้โดยมนุษย์ (odor threshold) ของสารระเหยทั้ง 106 ชนิด ซึ่งระบุได้ใน Table 2 พบว่าสารระเหยจำนวน 63 ชนิด เคยมีการรายงาน odor threshold ไว้แล้ว ส่วนอีก 43 ชนิด ไม่พบ odor threshold อาจเป็นเพราะสารเหล่านี้ไม่มีกลิ่นหรือมีกลิ่นอ่อนที่อุณหภูมิห้อง เช่น pyrazinamide, 3,4-dimethyl-1H-pyrrole-2-carboxaldehyde หรืออาจมีกลิ่นไม่ดี เช่น para-methoxybenzenethiol, 2-thiophenemethanol หรืออาจเป็นเพราะละลายน้ำได้น้อยจำเป็นต้องละลายในตัวทำละลายอินทรีย์ เช่น methyl furfuryl ether, 2-acetyl-3-methylthiophene, 1-methylene-1h-indene, 4-(5-methyl-2-furyl)-2-butanone, furfural acetone ด้วยเหตุผลเหล่านี้จึงมีแนวโน้มสูงที่สารเหล่านี้จะไม่ใช้สารระเหยให้กลิ่นของกาแฟ (งานวิจัยนี้จึงตัดสารเหล่านี้ออกไปจากโปรไฟล์ เนื่องจากคาดว่าสารเหล่านี้จะไม่ได้กระทบต่อผลลัพธ์มากนัก) จากการคำนวณหา OAV ของสารระเหยทั้ง 63 ชนิด ในกาแฟสกัดซึ่งใช้เป็นวัตถุดิบในการผลิตกาแฟสำเร็จรูป ที่ระดับความเข้มข้น 2% TSS พบสารระเหยที่มี OAV น้อยกว่า 1 จำนวน 10 ชนิด ซึ่งจะถูกตัดออกจากโปรไฟล์ ขณะที่ อีก 53 ชนิดมี OAV ≥ 1 ส่วนนี้จะถูกระบุให้เป็นสารระเหยให้กลิ่น ที่นำไปใช้ประเมินคุณภาพของกาแฟสำเร็จรูปที่อบแห้งด้วยกระบวนการต่าง ๆ ทั้งนี้ สารระเหยให้กลิ่นทั้ง 53 ชนิด มีลักษณะกลิ่นจำเพาะ (aroma description) แสดงดัง Table 2

เมื่อพิจารณาสารระเหยให้กลิ่นทั้ง 53 ชนิด ที่มีอยู่ในกาแฟสกัดซึ่งใช้เป็นวัตถุดิบในการผลิตกาแฟสำเร็จรูป แยกตามหมู่ฟังก์ชัน สามารถเรียงลำดับจากมากไปน้อยได้ดังนี้ ไพราซีน 15 ชนิด ฟูแรน 8 ชนิด กรด 5 ชนิด แอลดีไฮด์ 5 ชนิด คีโตน 3 ชนิด ไพโรล 3 ชนิด เอสเทอร์ 2 ชนิด ไพรีดีน 2 ชนิด ไทอะโซล 2 ชนิด แอลกอฮอล์ 2 ชนิด ฟีนอล 2 ชนิด ออกซาโซล 1 ชนิด ฟูราโนน 1 ชนิด ไฮโดรคาร์บอน 1 ชนิด และ ไพแรน 1 ชนิด ในจำนวนนี้มี 8 ชนิด ที่มีค่า OAV $>10^4$ เรียงจากมากไปน้อยดังนี้ (E)- β -damascenone, methyl salicylate, 2-methyltetrahydrofuran-3-one, methyl furfuryl disulfide, isovaleraldehyde, 3-ethyl-2,5-dimethylpyrazine, 2-ethyl-3,5-dimethylpyrazine และ guaiacol เนื่องจากสารระเหยเหล่านี้ไม่เพียงมี odor threshold ต่ำ แต่มีความเข้มข้นสูงในกาแฟสกัด (CB) เรียงจากมากไปน้อย ดังนี้ 3-ethyl-2,5-dimethylpyrazine (75,558.08 $\mu\text{g/kg}$), guaiacol (60,361.93 $\mu\text{g/kg}$), 2-ethyl-3,5-dimethylpyrazine (30,616.44 $\mu\text{g/kg}$) methyl salicylate (17,565.13 $\mu\text{g/kg}$) isovaleraldehyde (15,211.85 $\mu\text{g/kg}$), methyl furfuryl disulfide (10,970.56 $\mu\text{g/kg}$), (E)- β -damascenone (6,221.62 $\mu\text{g/kg}$) และ 2-methyltetrahydrofuran-3-one (1,653.93 $\mu\text{g/kg}$) ตามลำดับ เมื่อนำความเข้มข้นของสารเหล่านี้ไปคูณกับค่า OAV ที่หาได้ (Table 2) จะมีค่าระหว่าง 10^0 ถึง 10^9 ซึ่งสูงกว่าสารระเหยให้กลิ่นชนิดอื่น ๆ

Table 4 แสดงผลรวมของปริมาณสารระเหยให้กลิ่นทั้ง 53 ชนิด และร้อยละการคงอยู่ของสารเหล่านี้ในตัวอย่กาแฟแต่ละชนิด โดยเทียบกับกาแฟสกัด (CB) และกาแฟสกัดเข้มข้น (CCB) จากผลการทดลองพบว่ากาแฟที่สกัดจากเมล็ดกาแฟคั่วในหีบปฏิบัติการ (RB) และกาแฟที่สกัดระดับอุตสาหกรรม (CB) ประกอบด้วยสารระเหยให้กลิ่นทั้งหมดของกาแฟแตกต่างกันอย่างไม่มีนัยสำคัญทางสถิติ ($p < 0.05$) โดยมีค่าเฉลี่ย 1,067.65 และ 1,027.99 ppm ตามลำดับ อย่างไรก็ตาม ปริมาณสารระเหยให้กลิ่นทั้งหมดในกาแฟสกัดเข้มข้น (CCB) มีค่าเฉลี่ย 451.67 ppm คิดเป็น 43.94% ของปริมาณสารระเหย

ให้กลิ่นทั้งหมดในกาแฟสกัด ผลการทดลองนี้ชี้ให้เห็นว่าการทำให้เข้มข้นโดยวิธีการระเหยทำให้มีการสูญเสียสารระเหยให้กลิ่นของกาแฟมากถึง 56.06%

เมื่อพิจารณาผลของการทำแห้ง (Table 4) พบว่ากาแฟสำเร็จรูปที่ผลิตโดยใช้เครื่องทำแห้งแบบแช่เยือกแข็งระดับห้องปฏิบัติการ (IC-LabFD) และอุตสาหกรรม (IC-IndusFD) ประกอบด้วยปริมาณของสารระเหยให้กลิ่นทั้งหมด (53 ชนิด) แตกต่างกันอย่างไม่มีนัยสำคัญทางสถิติ ($p \geq 0.05$) มีค่าเฉลี่ย 342.90 ppm และ 331.33 ppm ซึ่งคิดเป็น 33.39% และ 32.25% ของปริมาณสารระเหยให้กลิ่นทั้งหมดในกาแฟสกัด (CB) และคิดเป็น 75.98% และ 73.39% ของปริมาณสารระเหยให้กลิ่นในกาแฟสกัดเข้มข้น (CCB) ตามลำดับ ในขณะที่ กาแฟสำเร็จรูปที่ผลิตโดยใช้เครื่องทำแห้งแบบพ่นฝอยทั้งระดับห้องปฏิบัติการ (IC-LabSD) และอุตสาหกรรม (IC-IndusSD) มีสารระเหยให้กลิ่นเหลืออยู่เพียง 226.39 ppm และ 203.78 ppm ซึ่งคิดเป็น 22.02% และ 19.83% ของปริมาณสารระเหยให้กลิ่นในกาแฟสกัด (CB) และคิดเป็น 50.11% และ 45.13% ของปริมาณสารระเหยให้กลิ่นในกาแฟสกัดเข้มข้น (CCB) ตามลำดับ

Figure 2 แสดงปริมาณ (หรือความเข้มข้น) สารระเหยให้กลิ่นในกาแฟชนิดต่าง ๆ แยกตามกลุ่มฟังก์ชัน จากข้อมูลนี้ทำให้ทราบว่าแม้ผลรวมของปริมาณสารระเหยให้กลิ่นทั้งหมดในกาแฟที่สกัดในห้องปฏิบัติการ (RB) และกาแฟสกัดระดับอุตสาหกรรม (CB) จะแตกต่างกันอย่างไม่มีนัยสำคัญทางสถิติ แต่เมื่อพิจารณาปริมาณของสารแยกตามหมู่ฟังก์ชัน กลับพบว่า CB มีปริมาณแอลกอฮอล์และกรดสูง แต่มีปริมาณไพราซีน พูแรน และไพรีดินต่ำกว่า RB เมื่อทำให้เข้มข้น พบว่ากาแฟสกัดเข้มข้น (CCB) มีปริมาณสารระเหยให้กลิ่นทุก ๆ กลุ่ม ลดลง ยกเว้นพูแรนที่มีปริมาณเพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตาม หลังจากทำแห้ง กาแฟสำเร็จรูปทุกชนิดมีปริมาณพูแรนลดลง แต่กลับมีปริมาณไพราซีนเพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญ เมื่อเทียบกับปริมาณของสารเหล่านี้ใน CCB นอกจากนี้ ยังพบว่ากาแฟสำเร็จรูปที่ทำแห้งแบบแช่เยือกแข็งมีปริมาณไพราซีนและพูแรนสูงกว่ากาแฟสำเร็จรูปที่ทำแห้งแบบพ่นฝอยอย่างมีนัยสำคัญ ทั้งระดับห้องปฏิบัติการและอุตสาหกรรม อีกด้วย

วิจารณ์ผลการวิจัย

จากการศึกษาชนิดและปริมาณของสารระเหยในตัวอย่างกาแฟทั้ง 7 ชนิด ซึ่งผลิตจากเมล็ดกาแฟดิบสายพันธุ์โรบัสต้า พบว่ากาแฟที่ใช้ในการผลิตกาแฟสำเร็จรูปประกอบด้วยไพราซีนมากที่สุดถึง 26 ชนิด รองลงมา คือพูแรน 20 ชนิด ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Puviprom & Chaiseri (2003) ผู้ซึ่งเคยศึกษาสารระเหยในกาแฟโรบัสต้าของไทยโดยใช้ GC-MS และพบว่าในจำนวนสารระเหยที่ระบุได้ทั้งหมด 52 ชนิด กาแฟโรบัสต้าประกอบด้วยไพราซีน 15 ชนิด พูแรน 11 ชนิด เมื่อพิจารณาโปรไฟล์ของสารระเหยในตัวอย่างกาแฟสำเร็จรูปที่ผลิตโดยใช้เครื่องทำแห้งแบบพ่นฝอย พบว่ามีสารระเหยบางชนิดที่ไม่พบในกาแฟชนิดอื่น ๆ ปรากฏออกมา อาจเป็นเพราะว่าการผลิตกาแฟชนิดนี้มีการเติมสารแต่งกลิ่นสังเคราะห์ช่วยในกระบวนการผลิต สมมุติฐานนี้ถูกสนับสนุนด้วยการพบ 2-Isobutyl-4-methyl-1,3-dioxolane ซึ่งเป็นสารชนิดหนึ่งที่รู้จักกันดีในชื่อว่า 2-RR'-4-methyl-1,3-dioxolanes สารในกลุ่มนี้เกิดจากปฏิกิริยาระหว่างไกลคอลที่มาจาก 1,2-propylene glycol ซึ่งใช้เป็นตัวทำละลายสารแต่งกลิ่น (Flavoring agent) กับหมู่คาร์บอนิลของแอลดีไฮด์และคีโตนที่มีอยู่ในกาแฟ (Tateo *et al.*, 1998)

Table 4 Summation of 53 volatile aroma compounds and their retention in different kinds of coffee samples obtained from analysis using SPME/GC-MS with sample dilution technique at 2% TSS

Coffee sample	Total volatile aroma compounds content (ppm)	% Retention of total volatile aroma compounds	
		Based on CB	Based on CCB
RB	1067.65 ± 27.87 ^a	-	-
CB	1027.99 ± 37.14 ^a	100	-
CCB	451.67 ± 15.19 ^b	43.94 ± 0.11 ^a	100
IC-LabFD	342.90 ± 4.22 ^c	33.39 ± 1.62 ^b	75.98 ± 3.49 ^a
IC-IndusFD	331.33 ± 1.50 ^c	32.25 ± 1.02 ^b	73.39 ± 2.13 ^a
IC-LabSD	226.39 ± 10.18 ^d	22.02 ± 0.19 ^c	50.11 ± 0.57 ^b
IC-IndusSD	203.78 ± 2.66 ^d	19.83 ± 0.46 ^c	45.13 ± 0.93 ^b

*Mean values (± SD) with different letters within the same column are significantly different ($p \leq 0.05$). Retention of total volatile aroma compounds (%) was calculated based on total volatile aroma compounds in coffee brew (CB) and concentrated coffee brew (CCB), respectively.

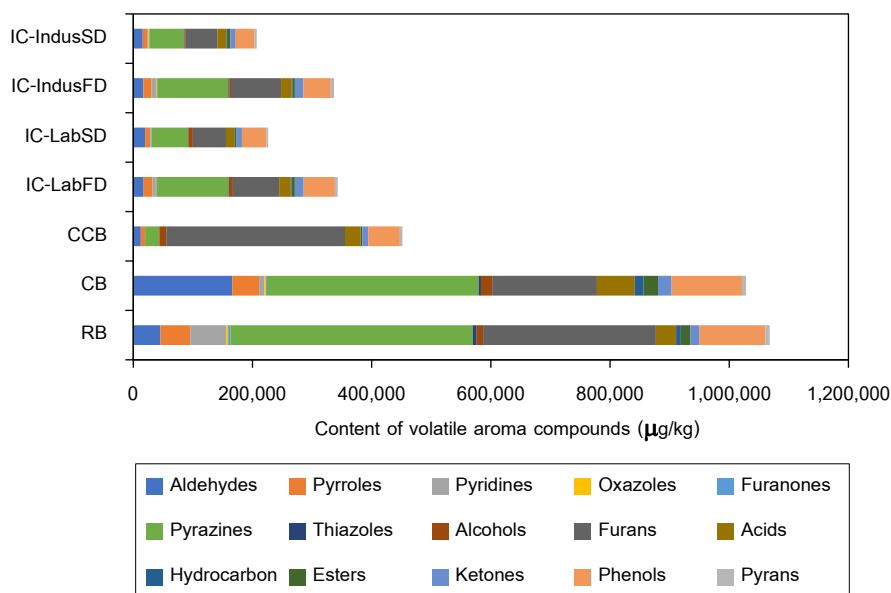


Figure 2 Content of volatile aroma compounds in different kinds of coffee samples classified by functional groups

จากการศึกษาปริมาณรวมของสารระเหยทั้งหมด (total volatile compounds) ในตัวอย่างกาแฟทั้ง 7 ชนิด โดยใช้เทคนิค HS-SPME/GC-MS ที่ความเข้มข้น 2% TSS และ 10% TSS พบว่าสามารถคำนวณหาปริมาณสารระเหยทั้งหมดโดยเทียบต่อมวลของของแข็งที่ละลายได้ในกาแฟชงค่อนข้างใกล้เคียงกัน ยกเว้นตัวอย่างกาแฟเข้มข้น (CCB) ที่พบว่าการเตรียมตัวอย่างเข้มข้น 10% TSS ให้ผลรวมของปริมาณสารระเหยทั้งหมดน้อยกว่าวิธีที่วิเคราะห์โดยการเตรียมตัวอย่างเข้มข้น 2% TSS ถึง 2 เท่า ทั้งนี้ อาจเป็นเพราะการทำให้เข้มข้นทำให้กาแฟสกัดเข้มข้น (CCB) มีปริมาณสารประกอบต่างๆ เช่น น้ำตาล กรดอินทรีย์ กรดอะมิโน สารประกอบฟีนอลิก และโปรตีน เพิ่มขึ้น สารเหล่านี้อาจเจือปนในตัวอย่างมากกว่าปกติ แม้จะเจือจางลงมาที่ 10% TSS ทำให้เกิด matrix effect ต่อการสกัด แยก และวิเคราะห์สารระเหยโดยวิธี HS-SPME/GC-MS (Zhu *et al.*, 2016; Zhou *et al.*, 2017)

เมื่อพิจารณาผลการวิเคราะห์ปริมาณสารระเหยทั้งหมดในตัวอย่างกาแฟที่เจือจาง 2% TSS (ซึ่งเป็นความเข้มข้นที่เหมาะสมของการต้มกาแฟสำเร็จรูปโดยทั่วไป) พบว่ากาแฟสกัดมีการคงอยู่ของปริมาณสารระเหยทั้งหมดสูงสุด และไม่แตกต่างจากกาแฟสกัดสดจากเมล็ดกาแฟคั่ว แต่กาแฟสกัดเข้มข้นมีปริมาณสารระเหยทั้งหมดลดลงมากกว่า 50% ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Bassoli *et al.* (1993) ผู้ซึ่งรายงานว่า การทำให้เข้มข้นโดยวิธีการระเหยส่งผลให้เกิดการสูญเสียสารระเหยในกาแฟสกัดประมาณ 60% หลังการทำแห้ง พบว่ากาแฟสำเร็จรูปที่ทำแห้งแบบแช่เยือกแข็งประกอบด้วยปริมาณสารระเหยทั้งหมดมากกว่ากาแฟสำเร็จรูปที่ทำแห้งแบบพ่นฝอย 1.63 เท่า (หรือ 34%) และ 1.53 เท่า (หรือ 27.69%) สำหรับการผลิตระดับห้องปฏิบัติการและอุตสาหกรรม ตามลำดับ ผลการศึกษานี้แตกต่างจากรายงานของ Ishwarya & Anandharamakrishnan (2015) เล็กน้อย ที่พบว่าการทำแห้งแบบแช่เยือกแข็งช่วยรักษาสารระเหยทั้งหมดในกาแฟสำเร็จรูปไว้ได้มากกว่าวิธีการทำแห้งแบบพ่นฝอยประมาณ 20% นอกจากนี้ พบว่ากาแฟสำเร็จรูปที่ผลิตโดยใช้เครื่องระดับอุตสาหกรรม (ทั้งการทำแห้งแบบแช่เยือกแข็งและพ่นฝอย) มีการคงอยู่ของปริมาณสารระเหยทั้งหมดน้อยกว่ากาแฟสำเร็จรูปที่ผลิตโดยใช้เครื่องระดับห้องปฏิบัติการเล็กน้อย อาจเป็นเพราะการผลิตในระดับอุตสาหกรรมใช้เวลามากกว่า อย่างไรก็ตาม ความแตกต่างที่ตรวจพบดังกล่าวไม่มีนัยสำคัญทางสถิติ

จากการศึกษาชนิดและปริมาณสารระเหยให้กลิ่น (Volatile aroma compounds) ของกาแฟ พบว่ากาแฟสกัดที่ใช้เป็นวัตถุดิบในการผลิตกาแฟสำเร็จรูปประกอบด้วยสารระเหยให้กลิ่นจำนวน 53 ชนิด โดยมีจำนวนของไพราซีนและฟูแรนมากที่สุดเช่นเดียวกับเทอมของสารระเหย แต่ชนิดที่มีบทบาทสำคัญต่อกลิ่นของกาแฟสกัดสายพันธุ์โรบัสต้าที่ใช้เป็นวัตถุดิบในการผลิตกาแฟสำเร็จรูปในงานวิจัยนี้ได้แก่ (E)- β -damascenone ซึ่งมีกลิ่นน้ำผึ้ง กลิ่นใบยาสูบ และกลิ่นผลไม้ methyl salicylate มีกลิ่นมินท์ 2-methyltetrahydrofuran-3-one มีกลิ่นหอมหวาน กลิ่นขนมปัง กลิ่นเนย และกลิ่นถั่ว methyl furfuryl disulfide มีกลิ่นกำมะถัน กลิ่นกาแฟ และกลิ่นคั่ว isovaleraldehyde มีกลิ่นมอลต์ และกลิ่นช็อกโกแลต 3-ethyl-2,5-dimethylpyrazine และ 2-ethyl-3,5-dimethylpyrazine มีกลิ่นดิน และกลิ่นคั่ว และ guaiacol มีกลิ่นฟีนอลิก/กลิ่นยา กลิ่นไหม้ และกลิ่นควัน (odor description เหล่านี้อ้างอิงมาจาก literature ที่แสดงไว้ใน Table 2)

เมื่อพิจารณาผลรวมของปริมาณสารระเหยให้กลิ่นทั้ง 53 ชนิด พบว่ามีแนวโน้มคล้ายกับปริมาณสารระเหยทั้งหมด นั่นคือ กาแฟสกัดระดับอุตสาหกรรม (CB) ยังคงประกอบด้วยสารระเหยให้กลิ่นทั้งหมดไม่แตกต่างจากกาแฟสกัดจากเมล็ดกาแฟคั่วในห้องปฏิบัติการ (RB) แต่เมื่อพิจารณาแยกตามหมู่ฟังก์ชัน พบว่า CB ประกอบด้วยปริมาณแอลดีไฮด์และกรดสูง แต่มีปริมาณไพรีน ไพรานีน และฟิวแรนต่ำกว่า RB ทั้งนี้ อาจเป็นเพราะสภาวะในการสกัดและความสดของกาแฟทั้งสองชนิด แตกต่างกัน หลังจากทำให้เข้มข้น กาแฟสกัดเข้มข้น (CCB) มีปริมาณสารระเหยให้กลิ่นทั้งหมดลดลงมากถึง 56.06% โดยเกิดจากการลดลงของสารระเหยให้กลิ่นเกือบทุกกลุ่ม ยกเว้นฟิวแรนที่มีปริมาณเพิ่มขึ้น การลดลงของสารระเหยให้กลิ่นหลังจากผ่านการทำให้เข้มข้น หลักๆ น่าจะเกิดจากการระเหย เนื่องจากสารระเหยให้กลิ่นส่วนใหญ่มีความดันไอสูงที่อุณหภูมิห้องและมีจุดเดือดต่ำ (Zanin *et al.*, 2020) นอกจากนี้ ยังอาจเกิดจาก matrix effect ของการวิเคราะห์โดยใช้ HS-SPME/GC-MS ดังที่อธิบายไว้ข้างต้น ได้อีกด้วย สังเกตได้จากการเพิ่มขึ้นของฟิวแรน ซึ่งส่วนใหญ่มีค่าการละลายน้ำต่ำจึงอาจเกิดเมทริกซ์กับสารประกอบอื่นๆ (ที่เพิ่มขึ้นเนื่องจากการทำให้เข้มข้น) น้อยกว่าสารระเหยให้กลิ่นในกลุ่มอื่นๆ เมื่อเทียบกับ CCB พบว่ากาแฟสำเร็จรูปทุกชนิดมีปริมาณฟิวแรนลดลง แต่กลับมีปริมาณไพรานีนเพิ่มขึ้น ผลการทดลองนี้สอดคล้องกับงานวิจัยของ Zhang *et al.* (2022) ที่พบว่ากระบวนการทำแห้งสามารถทำให้เกิดการเพิ่มสารระเหยบางชนิดเนื่องจากปฏิกิริยาต่างๆ หรือ อาจทำให้สารระเหยบางชนิดลดลงหรือหายไป ทั้งนี้ ขึ้นอยู่กับสภาวะในการทำแห้ง เช่น อุณหภูมิ ความดัน เวลา ที่น่าสนใจ คือพบว่าการทำแห้งแบบแช่เยือกแข็งที่ระดับห้องปฏิบัติการและอุตสาหกรรมทำให้เกิดการลดลงของปริมาณสารระเหยให้กลิ่นทั้งหมด อย่างมีนัยสำคัญ (ทั้งๆ ที่ แทบไม่พบการเปลี่ยนแปลงอย่างมีนัยสำคัญของสารระเหยทั้งหมด เมื่อเทียบกับ CCB) ซึ่งหมายความว่า การทำแห้งแบบแช่เยือกแข็งอาจมีผลกระทบน้อยหรือไม่กระทบเลยต่อปริมาณสารระเหยทั้งหมด แต่ส่งผลกระทบต่อปริมาณสารระเหยให้กลิ่นในกาแฟสำเร็จรูป เนื่องจากสารเหล่านี้มีความดันไอสูงที่อุณหภูมิห้องจึงระเหยได้ง่าย (Zanin *et al.*, 2020) ในขณะที่ การทำแห้งแบบพ่นฝอยส่งผลกระทบต่อทั้งปริมาณสารระเหยทั้งหมดและปริมาณสารระเหยให้กลิ่นของกาแฟสำเร็จรูป เพราะแม้เวลาทำแห้งจะสั้นแต่ใช้อุณหภูมิสูงกว่ามาก เมื่อพิจารณาสารระเหยให้กลิ่นแยกตามหมู่ฟังก์ชัน พบว่ากาแฟสำเร็จรูปที่ทำแห้งแบบแช่เยือกแข็งมีปริมาณไพรานีนและฟิวแรนสูงกว่ากาแฟสำเร็จรูปที่ทำแห้งแบบพ่นฝอย ทั้งระดับห้องปฏิบัติการและอุตสาหกรรม

สรุปผลการวิจัย

จากการศึกษาชนิดและปริมาณของสารระเหยให้กลิ่น (volatile aroma compounds) โดยใช้เทคนิค HS-SPME/GC-MS ในตัวอย่างกาแฟ 7 ชนิด ได้แก่ กาแฟสกัดจากเมล็ดกาแฟคั่วในห้องปฏิบัติการ (RB) กาแฟสกัดระดับอุตสาหกรรม (CB) กาแฟสกัดเข้มข้น (CCB) กาแฟสำเร็จรูปที่ผลิตโดยใช้เครื่องทำแห้งแบบแช่เยือกแข็งทั้งระดับห้องปฏิบัติการ (IC-LabFD) และอุตสาหกรรม (IC-IndusFD) กาแฟสำเร็จรูปที่ผลิตโดยใช้เครื่องทำแห้งแบบพ่นฝอยระดับห้องปฏิบัติการ (IC-LabSD) และอุตสาหกรรม (IC-IndusSD) พบว่ากาแฟสกัดที่ใช้เป็นวัตถุดิบในการผลิตกาแฟสำเร็จรูปประกอบด้วยสารระเหยให้กลิ่น (ที่มีค่า $OAV \geq 1$) ทั้งหมด 53 ชนิด จำแนกเป็นไพรานีน 15 ชนิด ฟิวแรน 8 ชนิด กรด 5 ชนิด แอลดีไฮด์ 5 ชนิด คีโตน 3 ชนิด ไพรีโรล 3 ชนิด เอสเทอร์ 2 ชนิด ไพรีน 2 ชนิด ไทอะโซล 2 ชนิด แอลกอฮอล์ 2 ชนิด ฟีนอล 2 ชนิด ออกซาโซล 1 ชนิด ฟูราโนน 1 ชนิด

ไฮโดรคาร์บอน 1 ชนิด และ ไพแรน 1 ชนิด ในจำนวนนี้ 8 ชนิด มีค่า OAV มากกว่า 10^4 และมีความเข้มข้นสูงในกาแฟสกัด ได้แก่ methyl salicylate, 3-ethyl-2,5-dimethylpyrazine, (E)- β -damascenone, methyl furfuryl disulfide, guaiacol, isovaleraldehyde, 2-ethyl-3,5-dimethylpyrazine และ 2-methyltetrahydrofuran-3-one จึงคาดว่าสารระเหยให้กลิ่นทั้ง 8 ชนิดนี้มีอิทธิพลมากที่สุดต่อกลิ่นของกาแฟสกัดที่ใช้เป็นวัตถุดิบในการผลิตกาแฟสำเร็จรูป เมื่อพิจารณาผลรวมของปริมาณสารระเหยให้กลิ่นทั้งหมด (53 ชนิด) ในกาแฟชนิดต่างๆ พบว่ากาแฟสกัดเข้มข้นมีปริมาณสารระเหยให้กลิ่น 451.67 ppm คิดเป็น 43.94% ของปริมาณสารระเหยให้กลิ่นทั้งหมดในกาแฟสกัด (ซึ่งมีอยู่โดยเฉลี่ย 1027,99 ppm) นอกจากนี้ พบว่ากาแฟสำเร็จรูปที่ผลิตโดยใช้เครื่องทำแห้งแบบแช่เยือกแข็งระดับห้องปฏิบัติการและอุตสาหกรรมยังคงประกอบด้วยสารระเหยให้กลิ่นประมาณ 75.98% และ 73.39% ของปริมาณสารระเหยให้กลิ่นใน CCB ในขณะที่ กาแฟสำเร็จรูปที่ผลิตโดยใช้เครื่องทำแห้งแบบพ่นฝอยระดับห้องปฏิบัติการและอุตสาหกรรมมีสารระเหยให้กลิ่นคิดเป็น 50.11% และ 45.13% ของปริมาณสารระเหยให้กลิ่นใน CCB โดยสรุปกาแฟสำเร็จรูปที่ผลิตโดยใช้เครื่องทำแห้งแบบแช่เยือกแข็งยังคงประกอบด้วยปริมาณสารระเหยให้กลิ่นทั้งหมด (โดยเฉพาะกลุ่มไพราซีนและฟูแรน) มากกว่ากาแฟสำเร็จรูปที่ผลิตโดยใช้เครื่องทำแห้งแบบพ่นฝอยอย่างมีนัยสำคัญ ($p < 0.05$) ประมาณ 1.52 เท่า (หรือ 25.87%) และ 1.63 เท่า (หรือ 28.26%) สำหรับการผลิตระดับห้องปฏิบัติการและอุตสาหกรรม ตามลำดับ อีกทั้ง พบว่ากาแฟสำเร็จรูปที่ทำแห้งด้วยวิธีการเดียวกันแต่กำลังการผลิตแตกต่างกันยังคงประกอบด้วยสารระเหยให้กลิ่นแตกต่างกันอย่างไม่มีนัยสำคัญทางสถิติ ($p \geq 0.05$) แม้ว่าผลการวิจัยนี้อาจทำให้ได้ข้อสรุปว่ากาแฟสำเร็จรูปที่ทำแห้งแบบแช่เยือกแข็งมีกลิ่นหอมมากกว่ากาแฟสำเร็จรูปที่ทำแห้งแบบพ่นฝอย อย่างไรก็ตาม เพื่อสร้างความมั่นใจให้กับผู้บริโภค ควรมีการทดสอบทางประสาทสัมผัสเพิ่มเติม

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณ บริษัท คิง ฟรีช แอนด์ ดราย จำกัด ที่ให้การสนับสนุนทุนวิจัย วัตถุดิบ และบุคลากร คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสยาม ที่ให้การสนับสนุนด้านสถานที่ อุปกรณ์ และเครื่องมือในการทำวิจัย นอกจากนี้ ขอขอบคุณสำนักส่งเสริมและพัฒนางานวิจัย มหาวิทยาลัยสยาม ที่ช่วยประสานงานด้านเอกสารการเงิน ทำให้งานวิจัยนี้สำเร็จด้วยดี

เอกสารอ้างอิง

- Amanpour, A., & Selli, S. (2015). Differentiation of volatile profiles and odor activity values of Turkish coffee and French press coffee. *Journal of Food Processing and Preservation*, 40, 1116-1124.
- Angeloni, S., Mustafa, A. M., Abouelenein, D., Alessandroni, L., Acquaticci, L., Nzekoue, F.K., Petrelli, R., Sagratini, G., Vittori, S., Torregiani, E., & Caprioli, G. (2021). Characterization of the aroma profile and main key odorants of espresso coffee. *Molecules*, 26, 3856.



- Bassoli, D. G., Sumi, A. P., Akashi, Y., Uchida, H., & De Castro, A. S. (1993). Instant coffee with natural aroma by spray-drying. *Conference: ASIC, 15th International Conference on Coffee Science* (Volume 1), Montpellier-France.
- Bettaieb, I., Benabderrahim, M. A., Guillén-Bejarano, R., Rodríguez-Arcos, R., Jiménez-Araujo, A., Bouaine, M., Ghorbal, A., & Elfalleh, W. (2024). The effect of freeze-drying process and arabica coffee enrichment on bioactive content, aroma volatile, and sensory characteristics of date seed coffee. *Food Bioscience*, 57, 103473.
- Burdock, G. A. (2010). *Fenaroli's Handbook of Flavor Ingredients*. (Sixth Edition). Boca Raton: CRC Press.
- Buffo, R. A., & Cardelli-Freire, C. (2004). Coffee flavour: an overview. *Flavour and Fragrance Journal*, 19, 99-104.
- Buttery, R. G. (1999). Flavor chemistry and odor thresholds. In R. Teranishi, E. L. Wick, & I. Hornstein (Eds.), *Flavor Chemistry: Thirty Years of Progress* (353-364). New York: Kluwer Academic/Plenum Publishers.
- Buttery, R. G., & Ling, L. C. (1995). Volatile flavor components of corn tortillas and related products. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 43, 1878-1882.
- Cai, Y., Xu, Z., Pan, X., Gao, M., Wu, M., Wu, J., & Lao, F. (2022). Comparative profiling of hot and cold brew coffee flavor using chromatographic and sensory approaches. *Foods*, 11, 2968.
- Caporaso, N., Whitworth, M. B., Cui, C., & Fisk, I. D. (2018). Variability of single bean coffee volatile compounds of Arabica and robusta roasted coffees analysed by SPME-GC-MS. *Food Research International*, 108, 628-640.
- Chindapan, N., Puangngoen, C., & Devahastin, S. (2021). Profiles of volatile compounds and sensory characteristics of Robusta coffee beans roasted by hot air and superheated steam. *International Journal of Food Science & Technology*, 56, 3814-3825.
- Filková, I., Huang, L. X., & Mujumdar, A. S. (2014). Industrial spray drying systems. In A. S. Mujumdar (Ed.), *Handbook of Industrial Drying (4th Edition)* (pp. 191-225). Boca Raton: CRC Press.



- Flament, I. (2002). *Coffee Flavor Chemistry*. West Sussex: Wiley.
- Heo, J., Adhikari, K., Choi, K. S., & Lee, J. (2020). Analysis of caffeine, chlorogenic acid, trigonelline, and volatile compounds in cold brew coffee using high-performance liquid chromatography and solid-phase microextraction-gas chromatography-mass spectrometry. *Foods*, 9, 1746.
- Ishwarya, S. P., Anandharamakrishnan, C. (2015). Spray-freeze-drying approach for soluble coffee processing and its effect on quality characteristics. *Journal of Food Engineering*, 149, 171-180.
- Khwanpruk, K. (2009). *Volatile retention in the formation and dehydration of food powders*. Doctoral dissertation, Loughborough University. Loughborough University Research Repository.
- King, C. J. (1995). Spray drying: Retention of volatile compounds revisited. *Drying Technology*, 13, 1221-1240
- Leobet, E. L., Perin, E. C., Fontanini, J. I. C., Prado, N. V., Oro, S. R., Burgardt, V. C. F., Alfaro, A. T., & Machado-Lunkes, A. (2020). Effect of the drying process on the volatile compounds and sensory quality of agglomerated instant coffee. *Drying Technology*, 38, 1421-1432.
- Ma, G., He, S., Liu, S., Zhang, Z., Zhang, T., Wang, L., Ma, Y., & Sun, H. (2022). Application of Maillard reaction products derived only from enzymatically hydrolyzed sesame meal to enhance the flavor and oxidative stability of sesame oil. *Molecules*, 27, 8857.
- MacLeod, C. S., McKittrick, J. A., Hindmarsh, J. P., Johns, M. L., & Wilson, D. I. (2006). Fundamentals of spray freezing of instant coffee. *Journal of Food Engineering*, 74, 451-461.
- Niu, Y., Ma, Y., Xiao, Z., Zhu, J., Xiong, W., & Chen, F. (2022). Characterization of the key aroma compounds of three kinds of Chinese representative black tea and elucidation of the perceptual interactions of methyl salicylate and floral odorants. *Molecules*, 27, 1631.
- Piccino, S., Boulanger, R., Descroix, F., & Sing, A. S. C. (2014). Aromatic composition and potent odorants of the “specialty coffee” brew “bourbon pointu” correlated to its three trade classifications. *Food Research International*, 61, 264-271.



- Puviprom, J., & Chaiseri, S. (2003). Volatile compounds in Thai robusta coffee. Proceedings of 41th Kasetsart University Annual Conference: Agro-Industry: Bangkok-Thailand. (in Thai)
- Rodrigues, S., & Fernandes, F. A. N. (2023). Green chemistry applied to ground coffee volatile compounds modification aiming coffee aroma improvement. *Journal of Food Processing and Preservation*, 4921802.
- Tateo, F., Bononi, M., Lubian E., & Martello S. (1998). Identification of 1,3-dioxolanes in coffee-like flavorings. *Journal of High Resolution Chromatography*, 21, 658-660.
- Yan, Y., Chen, S., Nie, Y., & Xu, Y. (2020). Characterization of volatile sulfur compounds in soy sauce aroma type Baijiu and changes during fermentation by GC × GC-TOFMS, organoleptic impact evaluation, and multivariate data analysis. *Food Research International*, 131, 109043.
- Zanin, R. C., Smrke, S., Kurozawa, L. E., Yamashita, F., & Yeretizian, C. (2020). Novel experimental approach to study aroma release upon reconstitution of instant coffee products. *Food Chemistry*, 317, 126455.
- Zhang, K., Cheng, J., Hong, Q., Dong, W., Chen, X., Wu, G., & Zhang, Z. (2022). Identification of changes in the volatile compounds of robusta coffee beans during drying based on HS-SPME/GC-MS and E-nose analyses with the aid of chemometrics. *LWT-Food Science and Technology*, 161, 113317.
- Zhang, L., Cao, S., Li, J., & Wang, G. (2022). Effects of drying methods on the volatile compounds of *Allium mongolicum* Regel. *Foods*, 11, 2080.
- Zhou, W., Yang, S., & Wang, P. G. (2017). Matrix effects and application of matrix effect factor. *Bioanalysis*, 9, 1839-1844.
- Zhu, H., Zhu, J., Wang, L., & Li, Z. (2016). Development of a SPME-GC-MS method for the determination of volatile compounds in Shanxi aged vinegar and its analytical characterization by aroma wheel. *Journal of Food Science and Technology*, 53, 171–183.