

การกักเก็บสารสกัดข้าวลิ้มพัวด้วยบีดส์แอลจินต-ไคโตซาน

Encapsulation of Leum Pua Rice Extract with Aginate-Chitosan Beads

กมลชนก ขุนทอง

อีเมล : 6051701251@lamduan.mfu.ac.th

หลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิทยาศาสตร์เครื่องสำอาง
สำนักวิชาวิทยาศาสตร์เครื่องสำอาง มหาวิทยาลัยแม่ฟ้าหลวง

ดร. ฐาปกรณ์ ตรีอุดม

อีเมล : thapakorn.tre@mfu.ac.th

สำนักวิชาวิทยาศาสตร์เครื่องสำอาง มหาวิทยาลัยแม่ฟ้าหลวง

ดร. ทวันนท์ ศรีพิสุทธิ

อีเมล : tawanun.sri@mfu.ac.th

สำนักวิชาวิทยาศาสตร์เครื่องสำอาง มหาวิทยาลัยแม่ฟ้าหลวง

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อเตรียมเม็ดบีดส์ที่บรรจุสารสกัดข้าวลิ้มพัวด้วยวิธี ไอออนิกเจลเลชัน (Ionic gelation) โดยใช้เม็ดบีดส์แอลจินตที่มีและไม่มีไคโตซานซัคซิเนตเป็นตัวบรรจุสารสกัด ทำการเปรียบเทียบขนาด รูปร่าง และความสามารถในการบวมน้ำของเม็ดบีดส์ พบว่า เม็ดบีดส์แอลจินต-ไคโตซานซัคซิเนตมีรูปร่างกลม มีขนาดสม่ำเสมอและมีค่าการบวมน้ำต่ำ จากนั้นนำเม็ดบีดส์มากักเก็บสารสกัดในปริมาณที่แตกต่างกัน วิเคราะห์สมบัติทางกายภาพและทางเคมีและประสิทธิภาพในการกักเก็บสารสกัด ทำการทดสอบความคงตัวในสภาวะร้อนสลับเย็น (Heating-cooling) ที่อุณหภูมิ 45 °C และ 4 °C เป็นเวลา 6 รอบ ผลการทดลองพบว่า เม็ดบีดส์แอลจินต-ไคโตซานซัคซิเนตมีความเหมาะสมในการรักษาสารสกัดให้มีปริมาณแอนโทไซยานินรวมคงเหลือมากที่สุด

นอกจากนี้ได้ทำการศึกษาความเข้ากันได้ของเม็ดบีคส์แอลจินेट-ไคโตซานซัคซิเนตที่กักเก็บสารสกัดข้าวลิ้มฝัวลงในสูตรตำรับเครื่องสำอางที่หลากหลาย ทั้งรูปแบบสารละลาย อิมัลชัน และเจล สังเกตการณ์เปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้นเมื่อเวลาผ่านไป 720 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ 30 °C

การศึกษานี้แสดงให้เห็นว่าเม็ดบีคส์แอลจินेट-ไคโตซานซัคซิเนตสามารถกักเก็บและเพิ่มความคงตัวให้กับสารสกัดข้าวลิ้มฝัวได้ และพบว่าเป็นตัวพาสารที่มีประสิทธิภาพสำหรับการประยุกต์ใช้ในเครื่องสำอาง

คำสำคัญ : ข้าวลิ้มฝัว/บีคส์/แอลจินेट/ไคโตซานซัคซิเนต/ความคงตัว

ABSTRACT

This research aimed to prepare beads containing Leum Pua rice extract using ionic gelation method. The alginate without and with chitosan succinate were used as the bead matrices. Size, shape and water swelling ability of the beads were compared. The alginate-chitosan succinate beads had round shape with uniform size and lower in water swelling percentage. These beads were then introduced to encapsulate the extract at different amounts. The physicochemical properties and encapsulation efficiency of the encapsulated beads were analyzed. Stability test was carried out under heating (45 °C)-cooling (4 °C) for 6 cycles. The results showed that the alginate-chitosan succinate beads were the most appropriate carrier for maintaining the total anthocyanin content of the extract. Moreover, the compatibility of alginate-chitosan succinate beads containing the extract with various cosmetic dosage forms including solutions, emulsions and gels was observed for 720 hours at 30 °C. This study shows that the alginate-chitosan succinate beads could encapsulate and enhance stability of Leum Pua rice extract and found to be effective carrier for cosmetic application.

Keywords: Leum Pua rice/Beads/Alginate/Chitosan succinate/Stability

บทนำ

แอนโทไซยานิน (Anthocyanin) เป็นรงควัตถุที่ละลายน้ำได้จัดอยู่ในกลุ่มฟลาโวนอยด์ (Flavonoids) แอนโทไซยานินสามารถพบได้ทั่วไปในแควิวโอลและเซลล์เนื้อเยื่อชั้นนอกของพืชทั้งในส่วนของลำต้น กาบใบ แผ่นใบ และช่อดอก รวมถึงเมล็ด (Kim et al., 2011) แอนโทไซยานินสามารถนำมาประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมสุขภาพและความงาม และผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง เพราะมีฤทธิ์ทางชีวภาพที่น่าสนใจ ได้แก่ ฤทธิ์การต้านอนุมูลอิสระ (Antioxidants) และลดการอักเสบ (Anti-inflammatory) (Delgado-Vargas, Jiménez & Paredes-López, 2000) เป็นต้น

ข้าวลิ้มฝัว (Black glutinous Leum Pua rice) เป็นข้าวพื้นเมืองของประเทศไทย ลักษณะของข้าวลิ้มฝัว ผิวด้านนอกของเมล็ดที่เป็นเยื่อหุ้มเมล็ดจะมีสีดำ สีที่เกิดขึ้นนั้นพบว่ามีสาเหตุจากการสะสมของรงควัตถุ 3 ชนิดคือ แอนโทไซยานิน ฟลาโวนอล และโปรแอนโทไซยานิน (พิรณันท์ มาปิ่น, 2557) สารแอนโทไซยานินในข้าวมีตั้งแต่สีแดงไปจนถึงสีม่วง โดยงานวิจัยของ Yawadio, Tanimori & Morita (2007) พบว่าสารให้สีกลุ่มแอนโทไซยานินที่พบในข้าวมีสีส่วนใหญ่คือ Cyanidin-3-glucoside รองลงมาคือ Peonidin-3-glucoside ซึ่งสารดังกล่าวมีฤทธิ์ต่อต้านอนุมูลอิสระ (Antioxidant) และมีฤทธิ์ช่วยในการป้องกันโรคต่างๆที่มีสาเหตุจากอนุมูลอิสระ (Hu et al., 2003) อย่างไรก็ตาม จากการศึกษาค้นคว้าวิจัยที่มีผลต่อความเสถียรของแอนโทไซยานินที่ได้จากธรรมชาติ พบว่าปัจจัยทางเคมีและฟิสิกส์ที่เกี่ยวข้องกับการสลายตัวของแอนโทไซยานินได้แก่ อุณหภูมิ แสง ความเป็นกรดด่าง ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ โลหะ น้ำตาล และออกซิเจน ซึ่งเป็นข้อจำกัดในการนำแอนโทไซยานินไปประยุกต์ใช้งาน

การกักเก็บสารสำคัญในรูปแบบของเม็ดบีดส์แอลจิเนต-ไคโตซานถือเป็นวิธีหนึ่งในการช่วยเพิ่มความเสถียรให้กับสารสำคัญ โดยเทคนิคการกักเก็บนี้มีการเตรียมค่อนข้างง่ายเหมาะสมกับการกักเก็บสำหรับสารที่สลายตัวได้ง่าย เนื่องจากไม่มีการสัมผัสความร้อนและตัวทำละลายอินทรีย์หรือสารก่อ Cross-link ที่เป็นอันตราย ดังนั้นงานวิจัยนี้มุ่งเน้นที่จะทำการกักเก็บแอนโทไซยานินที่สกัดได้จากข้าวลิ้มฝัวลงในเม็ดบีดส์ที่มีส่วนผสมของแอลจิเนตและไคโตซานที่ตัดแปลงโครงสร้าง (ไคโตซานซัคซิเนต) พร้อมทั้งศึกษาสมบัติของเม็ดบีดส์รวมถึงประสิทธิภาพในการกักเก็บสารสกัดข้าวลิ้มฝัวและศึกษาความคงตัวของเม็ดบีดส์ต่อการเก็บรักษาภายใต้สภาวะร้อนสลับเย็น นอกจากนี้ทำการศึกษาความเข้ากันได้ของเม็ดบีดส์เมื่อทำการเติมลงไป ในสูตรตำรับเครื่องสำอาง

วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. เพื่อหาอัตราส่วนที่เหมาะสมระหว่างแอลจินตและไคโตซานซัคซินเนตในการเตรียมเม็ดบีดส์และหาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับบรรจุสารสกัดข้าวลิ้มฟัวลงในเม็ดบีดส์
2. เพื่อตรวจสอบคุณลักษณะของเม็ดบีดส์ที่เตรียมขึ้น
3. เพื่อศึกษาความคงตัวของสารสกัดข้าวลิ้มฟัวที่ถูกบรรจุในเม็ดบีดส์ เมื่อเก็บรักษาภายใต้สภาวะร้อนสลับเย็น (Heating-Cooling Cycle)
4. เพื่อเปรียบเทียบลักษณะทางกายภาพของเม็ดบีดส์ที่กักเก็บสารสกัดข้าวลิ้มฟัวเมื่อเติมลงในสูตรตำรับต่างๆทางเครื่องสำอาง

ขอบเขตของการวิจัย

ทำการเตรียมเม็ดบีดส์ที่เพื่อหาอัตราส่วนที่เหมาะสมระหว่าง โซเดียมแอลจินตและไคโตซานซัคซินเนตในการเตรียมเม็ดบีดส์ เพื่อทำการบรรจุสารสกัดข้าวลิ้มฟัวลงในเม็ดบีดส์ จากนั้นทำการตรวจสอบความคงตัวภายใต้สภาวะร้อนสลับเย็นของสารสกัดข้าวลิ้มฟัวเทียบกับสารสกัดข้าวลิ้มฟัวที่ถูกบรรจุในเม็ดบีดส์ และเตรียมสูตรตำรับเครื่องสำอางที่มีการเติมเม็ดบีดส์ที่กักเก็บสารสกัดข้าวลิ้มฟัว

บททวนวรรณกรรม

Hiemori, M., Koh, E., and Mitchell, AE. (2009) ได้ศึกษาองค์ประกอบและความเสถียรทางความร้อนของแอนโทไซยานินใน Black rice (*Oryza sativa* L. japonica var. SBR) โดยแอนโทไซยานิน 6 ชนิดถูกนำมาวิเคราะห์โดยเครื่อง HPLC-PDA และ LC-(ESI) MS/MS พบว่า แอนโทไซยานินที่พบมากที่สุดคือ Cyanidin-3-glucoside (572.47 ไมโครกรัมต่อกรัม คิดเป็น 91.13% ของปริมาณแอนโทไซยานินทั้งหมด) รองลงมาคือ Peonidin-3-glucoside (29.78 ไมโครกรัมต่อกรัม คิดเป็น 4.74% ของปริมาณแอนโทไซยานินทั้งหมด) และพบ Cyaniding-dihexoside จำนวน 3 ไอโซเมอร์และ Cyaniding hexoside อีก 1 ชนิด นอกจากนี้ความเสถียรทางความร้อนของแอนโทไซยานินที่ประเมินจากการหุงข้าวและความดันที่ใช้ พบว่ากระบวนการหุงข้าว Black rice เป็นสาเหตุทำให้ปริมาณของแอนโทไซยานินลดลงอย่างมีนัยสำคัญ โดยความดัน (Pressure) ที่ใช้ในการหุงข้าวเป็นสาเหตุสำคัญที่สุดที่ทำให้ปริมาณของ Cyanidin-3-glucoside ลดลง รองลงมาคือ หม้อหุงข้าว (Rice cooker) ในขณะที่ปริมาณของ Protocatechuic acid มีการเพิ่มขึ้นอีก 2.7-3.4 เท่า ในทุกวิธีการ

ของกระบวนการหุงข้าว ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าการหุงข้าว Black rice เป็นสาเหตุให้เกิดการสลายตัวทางความร้อนของ Cyanidin-3-glucoside และการเกิดของ Protocatechuic acid ขึ้นพร้อมกัน

Kanokpanont, Yamdech, & Aramwit, (2018) ได้ทำการศึกษาความคงตัวของสารแอนโทไซยานินที่สกัดจากลูกหม่อน ได้ทำการกักเก็บแอนโทไซยานินโดยใช้แอลจินेट-ไคโตซานเพื่อนำมาประยุกต์ใช้ในอาหารและผลิตภัณฑ์ยา ในการวิจัยได้เตรียมบีดส์จากสูตรผสมของแอลจินेटและไคโตซานในอัตราส่วนที่แตกต่างกันที่ 0.05, 0.10, 0.15, และ 0.20 % w/v มีการศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของเม็ดบีดส์ด้วยกล้องจุลทรรศน์ วัดค่าการบวม น้ำ ทดสอบการปลดปล่อยของแอนโทไซยานินจากเม็ดบีดส์โดยการบ่มเม็ดบีดส์ในระบบจำลองของกระเพาะ (Simulated gastric fluid pH 12) และลำไส้ (Simulated intestinal fluid pH 6.8) ทดสอบความเสถียรในอุณหภูมิสูงและต่ำสลับกัน จากการวิจัยพบว่า เม็ดบีดส์แอลจินेटที่มีไคโตซาน 0.05 % มีประสิทธิภาพในการกักเก็บแอนโทไซยานินได้สูงที่สุด โดยจากการบ่มเม็ดบีดส์ในระบบจำลองของกระเพาะและลำไส้พบว่า เม็ดบีดส์แอลจินेटที่มีไคโตซาน 0.05 % มีการแตกตัวและการปลดปล่อยแอนโทไซยานินน้อยที่สุดเมื่อเทียบกับเม็ดบีดส์ในอัตราส่วนอื่นๆ การวัดค่าการบวมพบว่า ในเวลา 1 ชั่วโมงแรก เม็ดบีดส์ทุกอัตราส่วนมีการบวมเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว โดยมีค่าการบวมน้ำสูงสุดเมื่อบ่มที่ pH 6.0 และ 7.4 แต่ใน pH 1.0 มีการเปลี่ยนแปลงเพียงเล็กน้อย

วิธีดำเนินการวิจัย

1. การเตรียมเม็ดบีดส์ที่มีส่วนผสมของแอลจินेटและไคโตซานซัคซิเนต

เม็ดบีดส์ถูกเตรียมขึ้นโดยวิธี Ionic gelation เริ่มต้นด้วยการละลายโซเดียมแอลจินेट 0.5 กรัม ในน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร จากนั้นนำสารละลายโซเดียมแอลจินेटที่ละลายเป็นเนื้อเดียวกันใส่ในกระบอกฉีดขนาด 5 มิลลิลิตร ที่ประกอบเข้ากับเข็มฉีดยาเบอร์ 21 ขนาด 1 นิ้ว และหยดสารละลายโซเดียมแอลจินेटลงในสารละลาย CaCl_2 (ความเข้มข้น 0.1 M) ภายใต้การกวนอย่างต่อเนื่องเป็นเวลา 30 นาที จากนั้นล้างด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้ง ในการวิจัยนี้จะเตรียมเม็ดบีดส์ 3 สูตรคือ (1) เม็ดบีดส์แอลจินेटหยดในสารละลาย CaCl_2 (BSA) (2) เม็ดบีดส์แอลจินेटที่หยดในสารผสมระหว่าง CaCl_2 และ 0.25% ไคโตซานซัคซิเนต (BCS1) (3) เม็ดบีดส์แอลจินेटที่หยดในสารผสมระหว่าง CaCl_2 และ 0.5% ไคโตซานซัคซิเนต (BCS2)

จากนั้นทำการตรวจสอบคุณลักษณะของเม็ดบีดส์ โดยศึกษา ขนาด รูปร่าง และค่าการบวม น้ำ เพื่อหาอัตราส่วนที่เหมาะสมระหว่างโซเดียมแอลจินेटและไคโตซานซัคซิเนต ในการเตรียมเม็ดบีดส์ เพื่อทำการบรรจุสารสกัดข้าวลิ้มฟัวลงในเม็ดบีดส์

2. การเตรียมเม็ดบีดส์ที่กักเก็บสารสกัดข้าวลิ้มฝัว

ทำการเลือกอัตราส่วนของแอลจินตและไคโตซานที่เหมาะสมที่สุดในการเกิดเป็นเม็ดบีดส์ ทำการกักเก็บสารสกัดแอนโทไซยานินโดยการใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของพอลิเมอร์ต่อสารสกัดที่แตกต่างกัน คือ 1:1 และ 2:1

3. ตรวจสอบประสิทธิภาพการกักเก็บสารสกัดข้าวลิ้มฝัว

วัดปริมาณของแอนโทไซยานินรวม (Total anthocyanin content, TAC) ด้วยวิธี pH differential method โดยวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารสกัดข้าวลิ้มฝัวที่ไม่ถูกกักเก็บซึ่งละลายอยู่ในสารละลาย CaCl₂ และ ไคโตซานซัคซิเนต โดยใช้สารละลาย CaCl₂ และ ไคโตซานซัคซิเนตเป็น Blank คำนวณหาประสิทธิภาพในการกักเก็บ (% Encapsulation efficiency) โดยดัดแปลงจากสมการ (Santos et al., 2013)

$$\% \text{ Encapsulation efficiency} = \frac{\text{เริ่มต้น} - \text{ที่ไม่ถูกกักเก็บ}}{\text{เริ่มต้น}} \times 100$$

4. ตรวจสอบคุณลักษณะของเม็ดบีดส์ที่เตรียมขึ้นด้วยเทคนิค FTIR และ XRD

ศึกษาหมู่ฟังก์ชันของเม็ดบีดส์แอลจินตและไคโตซานซัคซิเนตโดยใช้เทคนิค Fourier transform Infrared (FTIR) Spectroscopy โดยทำการวัดการดูดกลืนรังสีในช่วงอินฟราเรดที่อยู่ในช่วงเลขคลื่น 4000-400 cm⁻¹ ด้วยเครื่อง FT-IR และ ศึกษาโครงสร้างผลึกของสารประกอบที่มีอยู่ในเม็ดบีดส์แอลจินตและไคโตซานซัคซิเนตโดยเทคนิควิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ โดยทำการวิเคราะห์จากตำแหน่ง 0- 70 Degree 2 theta ด้วยเครื่อง XRD

5. ตรวจสอบความคงตัวของสารสกัดข้าวลิ้มฝัวเมื่อเก็บรักษาที่อุณหภูมิร้อนสลับเย็น

ทำการเก็บรักษาสารสกัดข้าวลิ้มฝัวที่ไม่ถูกกักเก็บ เทียบกับ เม็ดบีดส์ที่กักเก็บสารสกัดข้าวลิ้มฝัวที่มีส่วนผสมระหว่างแอลจินตและไคโตซานซัคซิเนต (BRE2) ในสภาวะร้อนสลับเย็น (Heating-cooling cycle) โดยเก็บรักษาที่อุณหภูมิ 4 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และ 45 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง คิดเป็น 1 รอบ ทดลองทั้งสิ้น 6 รอบ จากนั้นทำการวัดปริมาณแอนโทไซยานินรวมด้วยวิธี pH differential method

6. การเตรียมสูตรตำรับพื้นฐานสำหรับเติมเม็ดบีดส์ที่กักเก็บสารสกัดข้าวลิ้มผัว

เตรียมสูตรตำรับพื้นฐานทางเครื่องสำอางที่แตกต่างกันทั้งหมด 6 สูตร ประกอบด้วยสูตรตำรับเซรัม, น้ำมัน, อิมัลชันแบบน้ำมันในน้ำ, อิมัลชันแบบน้ำในน้ำมัน, เจลและเจลน้ำมัน โดยควบคุมค่า pH ของสูตรตำรับให้อยู่ในช่วง 5.5 – 6 ทำการเติมเม็ดบีดส์ที่บรรจุสารสกัดข้าวลิ้มผัว (BRE2) ปริมาณ 0.5 กรัมลงในแต่ละสูตรตำรับ เพื่อศึกษาการเปลี่ยนแปลงของเม็ดบีดส์ที่บรรจุลงในสูตรตำรับ โดยวางไว้ที่อุณหภูมิ 30 °C เป็นเวลา 0, 5, 20, 24, 360 และ 720 ชั่วโมง

ผลการวิจัย

1. การเตรียมเม็ดบีดส์ที่มีส่วนผสมของแอลจินेटและไคโตซานซัคซิเนต

1.1 ขนาดและรูปร่าง

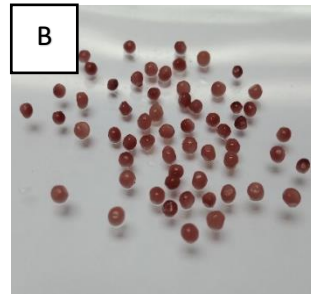
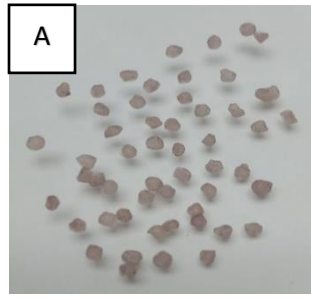
เม็ดบีดส์ที่เตรียมได้ทั้ง 3 ตัวอย่าง มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยระหว่าง 1.3-1.6 มิลลิเมตร โดยตัวอย่างของเม็ดบีดส์ที่มีองค์ประกอบของแอลจินेटเพียงอย่างเดียวมีขนาดเล็กกว่า ลักษณะภายนอก สี ไม่มีสี ส่วนเม็ดบีดส์ที่มีองค์ประกอบของแอลจินेटและไคโตซานซัคซิเนตมีขนาดใหญ่กว่าเล็กน้อยบริเวณผิวด้านนอกของเม็ดบีดส์มีสีเหลืองอ่อนๆ

1.2 การบวมน้ำ

การหาค่าการบวมน้ำของเม็ดบีดส์ สามารถทำได้โดยนำเม็ดบีดส์แห้งแต่ละตัวอย่างมา 20 เม็ด แช่ในน้ำกลั่นเป็นเวลา 30 60 และ 120 นาที แล้วทำการชั่งน้ำหนัก จากนั้นนำค่าน้ำหนักมาคำนวณค่าการบวมน้ำเทียบกับน้ำหนักของเม็ดบีดส์แห้งเริ่มต้น พบว่าเมื่อเวลาผ่านไปนานขึ้นเม็ดบีดส์มีค่าการบวมน้ำที่เพิ่มมากขึ้น โดยเมื่อเวลาผ่านไปครบ 120 นาที เม็ดบีดส์แอลจินेटที่หดยในสารผสมระหว่าง CaCl_2 และ ไคโตซานซัคซิเนต 0.5% โดยน้ำหนัก (BCS2) มีค่าการบวมน้ำต่ำที่สุด โดยมีค่าเท่ากับ $250.00 \pm 7.67 \%$

2. การกักเก็บสารสกัดข้าวลิ้มผัวลงในเม็ดบีดส์

ได้ทำการเลือกอัตราส่วนของแอลจินेटและไคโตซานซัคซิเนตที่เหมาะสมที่สุดคือ BCS2 มาทำการกักเก็บสารสกัดแอนโทไซยานินโดยทำการเปรียบเทียบการใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของพอลิเมอร์ต่อสารสกัดที่แตกต่างกัน คือ 1:1 (BRE1) และ 2:1 (BRE2)



ภาพที่ 1 เม็ดปิดสัที่กักเก็บสารสกัดข้าวลิ้มผัว (A) คือเม็ดปิดสั BRE1 และ (B) คือเม็ดปิดสั BRE2

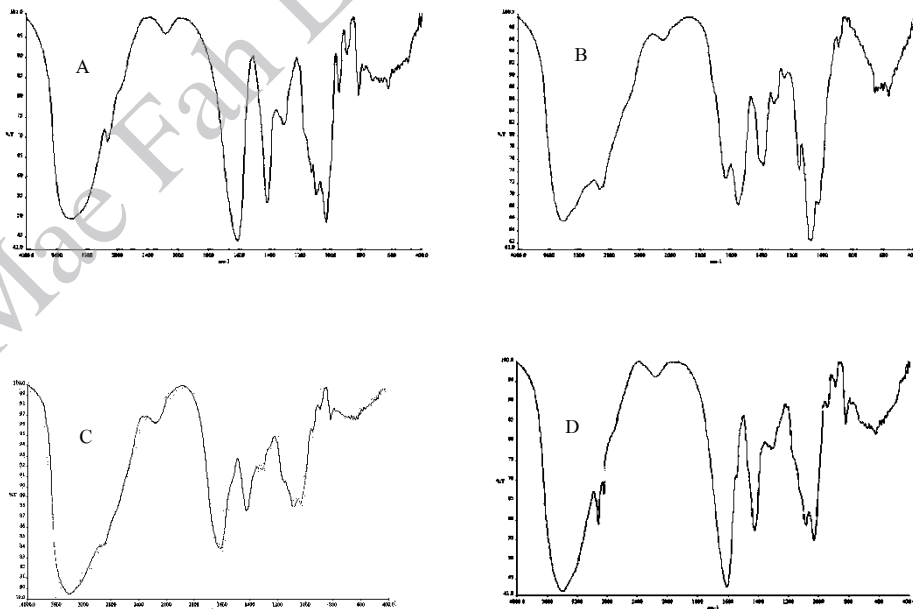
3. การวิเคราะห์ประสิทธิภาพการกักเก็บ (% Encapsulation efficiency)

นำเม็ดปิดสัทั้ง 2 อัตราส่วน มาตรวจสอบหาประสิทธิภาพการกักเก็บสารสกัดข้าวลิ้มผัว (% Encapsulation efficiency) โดยตรวจวัดจากปริมาณแอนโทไซยานินรวมด้วยวิธี pH differential method พบว่า เม็ดปิดสั BRE2 มีประสิทธิภาพการกักเก็บสารสกัดข้าวลิ้มผัวได้มากถึง 74.48 ± 2.08 % รองลงมาคือ เม็ดปิดสั BRE1 ที่กักเก็บได้ 58.12 ± 0.66 %

4. ตรวจสอบคุณลักษณะของเม็ดปิดสัที่เตรียมขึ้นด้วยเทคนิค FTIR และ XRD

4.1 ตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันของสารด้วยเทคนิค Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR)

การศึกษาหมู่ฟังก์ชันของตัวอย่าง โดยการวัดการดูดกลืนรังสีในช่วงอินฟราเรดที่อยู่ในช่วงเลขคลื่น $4000-400 \text{ cm}^{-1}$ ด้วยเครื่อง FT-IR แสดงดังภาพที่ 2



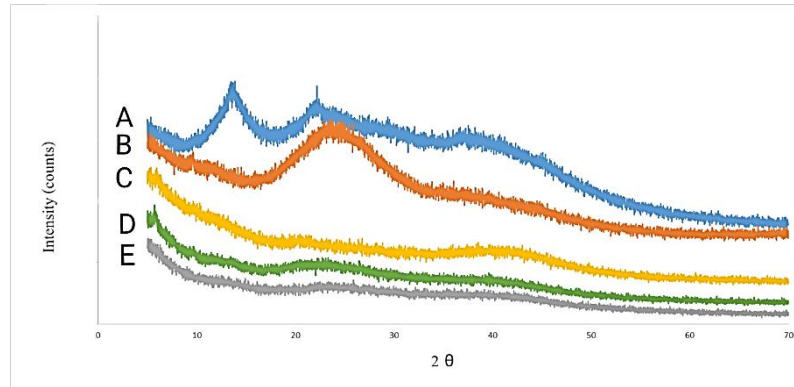
ภาพที่ 2 สเปกตรัม FTIR , (A) คือ SA (B) คือ CS (C) คือ เม็ดปิดสั BCS2 (D) คือ เม็ดปิดสั BRE2

ผลการศึกษาพบว่าพันธะ O-H stretching ปรากฏอยู่ที่ช่วงเลขคลื่น 3500- 3000 cm^{-1} สำหรับพันธะ C-H stretching จะปรากฏอยู่ที่ช่วงเลขคลื่น 3000-2840 cm^{-1} โดยพันธะทั้งสองชนิดนี้เป็นพันธะที่ปรากฏอยู่ในโครงสร้างของโซเดียมแอลจินेट (SA) และไคโตซานซัคซิเนต (CS) รวมถึงในเม็ดบีดส์ BCS2 และ BRE2 ด้วยเช่นกัน (ภาพที่ 2 A, B, C and D) สอดคล้องกับงานวิจัยของ (Trivedi, Branton, Trivedi & Nayak, 2015; Liu, Li & Wei, 2010; Lihong, et al., 2010) นอกจากนี้สเปกตรัม FTIR ในภาพที่ 2 A ยังพบการสั่นสะเทือนของพันธะ C=O stretching (Fontes, Calado, Rossi & Rocha-Leão, 2013) ที่ช่วงเลขคลื่น 1610 cm^{-1} และการสั่นสะเทือนของพันธะ O-H bending ที่เลขคลื่น 1030 cm^{-1}

จากสเปกตรัม FTIR ในภาพที่ 2 B พบการสั่นสะเทือนของหมู่ N-H, amide I (C=O stretching), amide II (N-H bending), และ amide III (C-N stretching) ของไคโตซานซัคซิเนต ที่เลขคลื่น 1631, 1553 และ 1390 cm^{-1} ตามลำดับ สเปกตรัม FTIR ในภาพที่ 2 C เป็นของเม็ดบีดส์ BCS2 พบการสั่นสะเทือนของ พันธะ O-H stretching และพันธะ C-H stretching ที่เลขคลื่น 3411 และ 2941 cm^{-1} เช่นเดียวกับที่พบใน SA และ CS และยังพบการสั่นสะเทือนของพันธะ C=O stretching ที่ช่วงเลขคลื่น 1612 cm^{-1} ตรงกับที่พบใน SA และ amide II (N-H bending) ที่ช่วงเลขคลื่น 1425 cm^{-1} ที่พบใน CS เช่นกัน สเปกตรัม FTIR ในภาพที่ 2 D เป็นของเม็ดบีดส์ BRE2 พบการสั่นสะเทือนของพันธะ O-H stretching และพันธะ C-H stretching ที่เลขคลื่น 3395 และ 2921 cm^{-1} เช่นเดียวกับที่พบใน SA และ CS และยังพบการสั่นสะเทือนของพันธะ C=O stretching ที่ช่วงเลขคลื่น 1610 cm^{-1} ตรงกับที่พบใน SA และ amide II (N-H bending) ที่ช่วงเลขคลื่น 1423 cm^{-1} ที่พบใน CS เช่นกัน จึงสามารถสรุปได้ว่า เม็ดบีดส์ที่เตรียมขึ้นมีโซเดียมแอลจินेटและไคโตซานซัคซิเนตเป็นองค์ประกอบ

4.2 ตรวจสอบโครงสร้างผลึกของสารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่างด้วยเทคนิควิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-Ray Diffractometer ; XRD)

การศึกษาโครงสร้างผลึกของสารประกอบที่มีอยู่ในเม็ดบีดส์โดยเทคนิควิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ด้วยเครื่อง XRD ผลการทดสอบแสดงดังภาพที่ 3



ภาพที่ 3 XRD patterns, (A) คือ SA (B) คือ CS (C) คือ เม็ดบีดส์ BRE2 (D) คือ เม็ดบีดส์ BRE1 (E) คือ เม็ดบีดส์ BCS2

จากการศึกษาพบว่า โครงสร้างผลึกของ SA (ภาพที่ 3 E) ทำให้เกิดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ปรากฏพิคที่ตำแหน่ง 2θ ที่ 13.6° และ 23° (Trivedi et al., 2015), (Fontes et al., 2013) โครงสร้างผลึกของ CS ปรากฏพิคที่ตำแหน่ง 2θ ที่ 25° (Huang, Bu, Jiang, & Zeng, 2011) และเมื่อนำมาทำเป็นเม็ดบีดส์พบว่า เม็ดบีดส์ BCS2, BRE1 และ BRE2 มีความเป็นผลึกลดลง

5. ตรวจสอบความคงตัวของสารสกัดข้าวลิ้มฝัวเมื่อเก็บรักษาที่อุณหภูมิร้อนสลับเย็น

ศึกษาการเปลี่ยนแปลงของปริมาณแอนโทไซยานินรวมในตัวอย่าง หลังจากเก็บในสภาวะร้อนสลับเย็น 6 รอบ สารสกัดข้าวลิ้มฝัวมีปริมาณแอนโทไซยานินรวมลดลงสูงสุดถึง 48.04 % ในขณะที่เม็ดบีดส์ BRE2 มีค่าการลดลงที่น้อยที่สุดเท่ากับ 3.87 %

6. การเตรียมสูตรตำรับพื้นฐานสำหรับเติมเม็ดบีดส์ที่กักเก็บสารสกัดข้าวลิ้มฝัว

จากการเตรียมสูตรตำรับพื้นฐานทางเครื่องสำอางทั้งหมด 6 สูตร เพื่อทำการบรรจุเม็ดบีดส์ที่กักเก็บสารสกัดข้าวลิ้มฝัวและศึกษาการเปลี่ยนแปลงของเม็ดบีดส์และสูตรตำรับ เมื่อเวลาผ่านไป 720 ชั่วโมง เทียบกับเวลาเริ่มต้นพบว่า เม็ดบีดส์คงตัวได้ดีใน สูตรตำรับเจลน้ำมัน สูตรตำรับน้ำมัน รวมถึงอิมัลชันแบบน้ำในน้ำมัน

อภิปรายผลการวิจัย

งานวิจัยนี้ศึกษาเรื่องการกักเก็บแอนโทไซยานินที่สกัดได้จากข้าวลิ้มฝัวลงในเม็ดบีดส์ที่มีส่วนผสมของแอลจินเตและไคโตซานซัคซิเนต จากการศึกษาสมบัติการบวมตัวของเม็ดบีดส์พบว่า เม็ดบีดส์แอลจินเตที่หยดในสารผสมระหว่าง CaCl_2 และไคโตซานซัคซิเนต 0.5 % (BCS2) มีค่าการบวมน้ำต่ำที่สุด โดยมีค่า 250.00 ± 7.67 % จึงทำการเลือกเม็ดบีดส์ BCS2 มาทำการกักเก็บสารสกัด

แอนโทไซยานินโดยการใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักของพอลิเมอร์ต่อสารสกัดที่แตกต่างกัน คือ 1:1 (BRE1) และ 2:1 (BRE2) จากนั้นนำเม็ดบีดส์ทั้ง 2 อัตราส่วน มาหาประสิทธิภาพการกักเก็บ (% Encapsulation) พบว่า เม็ดบีดส์ BRE2 มีประสิทธิภาพการกักเก็บสารสกัดแอนโทไซยานินสูงกว่า เม็ดบีดส์ BRE1 การตรวจสอบคุณสมบัติต่างๆของเม็ดบีดส์ด้วยเทคนิค FTIR และ XRD ช่วยยืนยันว่าเม็ดบีดส์ที่เตรียมขึ้นมีความแตกต่างจาก โขเดียมแอลจิเนตและเม็ดบีดส์มีไคโตซานซัคซิเนตเป็นองค์ประกอบ

จากนั้นทดสอบความคงตัวของสารสกัดข้าวลิ้มฟัวเทียบกับเม็ดบีดส์ที่กักเก็บสารสกัดข้าวลิ้มฟัว (BRE2) ในสภาวะร้อนสลับเย็น (Heating-cooling cycle) จำนวน 6 รอบ พบว่า บีดส์ BRE2 มีค่าการลดลงของแอนโทไซยานินน้อยลงที่สุด โดยลดลงเท่ากับ 3.87 %

การทดลองเปรียบเทียบลักษณะทางกายภาพของเม็ดบีดส์ที่ทำการกักเก็บสารสกัดข้าวลิ้มฟัว (BRE2) เมื่อเติมลงในสูตรตำรับเครื่องสำอางต่างๆ พบว่า เมื่อเวลาผ่านไป 720 ชั่วโมงเมื่อเทียบกับเวลาเริ่มต้น เม็ดบีดส์คงตัวได้ดีในสูตรตำรับเจลน้ำมัน สูตรตำรับน้ำมัน รวมถึงอิมัลชันแบบน้ำในน้ำมัน

รายการอ้างอิง

- พืรมันท์ มาปิ่น, สุพรรณิกา ตี๋ขันธ์, ชนากานต์ เทโบลต์ พรหมอุทัย, ดำเนิน กาสะดี และศันสนีย์ จำจด .(2557). การคัดเลือกในชั่วต้นเพื่อลักษณะแอนโทไซยานินในเมล็ดสูงและไม่ไวต่อช่วงแสง ในลูกผสมชั่วที่ 2 ระหว่างข้าวพันธุ์ก่ำดอยสะเก็ดและปทุมธานี 1. *วารสารนเรศวรพะเยา*. 7(2), 160-171
- Delgado-Vargas, F., Jiménez, A. R., & Paredes-López, O. (2000). Natural pigments: carotenoids, anthocyanins, and betalains — characteristics, biosynthesis, processing, and stability. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 40(3), 173-289.
- Fan, Lihong, et al. (2010). The novel alginate/*N*-succinyl-chitosan antibacterial blend fibers. *Journal of applied polymer science* 116.4: 2151-2156.
- Fontes, G., Calado, V., Rossi, A. & Rocha-Leão, M. H. (2013). Characterization of AntibioticLoaded Alginate-Osa Starch Microbeads Produced by Iontropic Pregelation. *BioMed research international*, 6, 472626. doi:10.1155/2013/472626

- Hiemori, M., Koh, E. & Mitchell, A. E. (2009). Influence of Cooking on Anthocyanins in Black Rice (*Oryzasativa L. japonica* var. SBR). *J. Agric. Food Chem*, 57(5), 1908-1914. doi: 10.1021/jf803153z.
- Hu, C., Zawistowski, J., Ling, W. & Kitts, D. D. (2003). Black rice (*Oryza sativa* L. indica) pigmented fraction suppresses both reactive oxygen species and nitric oxide in chemical and biological model systems. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51(18), 5271-5277. doi:10.1021/jf034466n
- Huang, X.-Y., Bu, H.-T., Jiang, G.-B., & Zeng, M.-H. (2011). Cross-linked succinyl chitosan as an adsorbent for the removal of Methylene Blue from aqueous solution. *International Journal of Biological Macromolecules*, 49(4), 643-651
- Kanokpanont, S., Yamdech, R. & Aramwit, P. (2018). Stability enhancement of mulberry-extracted anthocyanin using alginate/chitosan microencapsulation for food supplement application. *Artificial Cells, Nanomedicine, and Biotechnology*, 46(4), 773-782. doi:10.1080/21691401.2017.1339050
- Kim, C. K., Cho, M. A., Choi, Y. H., Kim, J. A., . . . Park, S. H. (2011). Identification and characterization of seed-specific transcription factors regulating anthocyanin biosynthesis in black rice. *Journal of Applied Genetics*, 52(2), 161-169. doi:10.1007/s13353-011-0027-3
- Liu, H.-J., Li, P. & Wei, Q. (2010). Magnetic N-succinyl chitosan/alginate beads for carbamazepine delivery. *Drug Development and Industrial Pharmacy*, 36(11), 1286-1294. doi:10.3109/03639041003758689
- Santos, D. T., Albarelli, J. Q., Beppu, M. M. & Meireles, M. A. A. (2013). Stabilization of anthocyanin extract from jabuticaba skins by encapsulation using supercritical CO₂ as solvent. *Food Research International*, 50(2), 617-624.
- Trivedi, M. K., Branton, A., Trivedi, D. & Nayak, G. (2015). Characterization of physicochemical and thermal properties of chitosan and sodium alginate after biofield treatment. *Pharm Anal Acta*, 6(10), 1-9. doi: 10.4172/2153-2435.1000430
- Yawadio, R., Tanimori, S., & Morita, N. (2007). Identification of phenolic compounds isolated from pigmented rices and their aldose reductase inhibitory activities. *Food Chemistry*, 101(4), 1616-16.