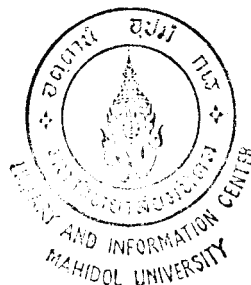


27 JUN 2001



**VOLTAMMETRIC DETERMINATION FOR TRACE METALS
IN THAI HOM MALI RICE FOR THE CERTIFICATION OF
IN-HOUSE RICE FLOUR REFERENCE MATERIAL**

NIORN CHUKANCHANAPITAK

²

อธิปัทมนาการ

จาก

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยมหิดล

**A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENTS FOR
THE DEGREE OF MASTER OF SCIENCE
(APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY)
FACULTY OF GRADUATE STUDIES
MAHIDOL UNIVERSITY**

2001

ISBN 974-665-714-3

COPYRIGHT OF MAHIDOL UNIVERSITY

TH

N 918 v

2001

d 2

Copyright by Mahidol University

3936626 SCAI/M : MAJOR: APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY;
M.Sc. (APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY)

KEY WORDS : TRACE METAL / RICE FLOUR / VOLTAMMETRY / CERTIFICATION /
IN-HOUSE REFERENCE MATERIAL / MICROWAVE DIGESTION / DPASV
/ ADSORPTIVE STRIPPING / DPAdSV / DPV / MULTIELEMENT

NIORN CHUKANCHANAPITAK : VOLTAMMETRIC DETERMINATION FOR TRACE
METALS IN THAI HOM MALI RICE FOR THE CERTIFICATION OF IN-HOUSE RICE FLOUR
REFERENCE MATERIAL. THESIS ADVISORS : WARET VEERASAI Dr.rer.nat., JUWADEE
SHIOWATANA Ph.D., DUANGJAI NACAPRICHA Ph.D. 132 P. ISBN 974-665-714-3

This study was intended to develop the voltammetric scheme for the determination of multielement in rice flour for their certified values.

A sequential simultaneous determination scheme (SSDS) for multielement (Zn, Cd, Pb, Cu, Mn, Ni and Co) analysis in Thai Hom Mali Rice flour was successfully developed by using a combination of various voltammetric methods with minimum electrolyte conditioning. The proposed SSDS was validated by analysis of rice flour certified reference material, SRM 1568a, and by recovery studies. Analytical results for most metals agreed well with the certified values except Pb. The recovery results were in acceptable ranges for all metals. The validated SSDS was applied for analysis of metals in an in-house rice flour.

The analytical results from voltammetric techniques (DPASV, CDPV and DPAdSV) were compared statistically to those from other independent techniques, including ICP-MS, ICP-AES and AAS, for significant disagreement between methods. At 99.73% confidence level, most of the analytical results agreed well. The analytical results from independent methods showed a tendency of bias between methods. Therefore, the certified values were calculated by using the weighted mean methods. From all available analytical results, the certified values could be given for Zn, Cd, Cu, Mn, Ni and Co. The certified values were reported together with their uncertainty at 95% confidence level. For Pb, the certified value could not be given because the level of this element was lower than the detection limit of the voltammetric method.

From these results it can be concluded that the certified in-house rice flour reference material is successfully developed.

3936626 SCAIM : สาขาวิชา : เคมีวิเคราะห์และเคมีอนินทรีย์ประยุกต์ ;

วท.ม.(เคมีวิเคราะห์และเคมีอนินทรีย์ประยุกต์)

นินอร์ ชูกาญจนพิทักษ์ : การวิเคราะห์ปริมาณโลหะหนักในแป้งข้าวหอมมะลิ ด้วยเทคนิคโวลแทมเมทรี
สำหรับการผลิตเป็นสารอ้างอิงมาตรฐานภายในประเทศ (VOLTAMMETRIC DETERMINATION FOR TRACE
METALS IN THAI HOM MALI RICE FOR THE CERTIFICATION OF IN-HOUSE RICE FLOUR REFERENCE
MATERIAL). คณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์ : วรศ วีระชัย, Dr.rer.nat, ชูศักดิ์ เชื้อววัฒนา, Ph.D., ดวงใจ
นาคะปรีชา, Ph.D. 132 หน้า. ISBN 974-665-714-3

งานวิจัยนี้ได้ทำการพัฒนาวิธีวิเคราะห์ธาตุปริมาณน้อย 7 ชนิด ได้แก่ สังกะสี แคลเซียม ตะกั่ว ทองแดง
แมงกานีส นิกเกิล และโคบอลต์ในแป้งข้าวหอมมะลิ โดยใช้เทคนิคโวลแทมเมทรีหลายแบบร่วมกับการปรับ
สภาพสารละลายอิเล็กโทรไลต์น้อยที่สุด ในการวิเคราะห์ธาตุหลายธาตุพร้อมกันเป็นลำดับต่อเนื่องใน
สารละลายเดียว ได้ทำการทดสอบความน่าเชื่อถือของแผนการวิเคราะห์ที่พัฒนาขึ้นด้วยการวิเคราะห์สารอ้างอิง
มาตรฐานแป้งข้าว SRM 1568a ซึ่งได้ผลการวิเคราะห์สอดคล้องกับค่าที่รับรองเป็นอย่างดี และการศึกษา
ผลการวิเคราะห์ก่กลับคืนได้ผลอยู่ในช่วงที่เป็นที่ยอมรับสำหรับทุกธาตุ วิธีวิเคราะห์ด้วยเทคนิคโวลแทมเมทรี
ที่ได้ตรวจสอบแล้วนี้ได้นำไปใช้ในการวิเคราะห์ตัวอย่างแป้งข้าวหอมมะลิซึ่งได้เตรียมเป็นสารอ้างอิง
มาตรฐานสำหรับใช้ภายในประเทศ

ได้ทำการเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ธาตุในแป้งข้าวจากวิธีโวลแทมเมทรี (DPASV CDPV และ
DPA_dSV) กับวิธีวิเคราะห์อื่น ได้แก่ ICP-MS ICP-AES และ AAS ด้วยวิธีทางสถิติเพื่อตรวจสอบความแตกต่าง
ของผลการวิเคราะห์ระหว่างวิธี พบว่าที่ความเชื่อมั่น 99.73% ผลการวิเคราะห์ธาตุส่วนใหญ่สอดคล้องกัน
อย่างไรก็ดีเนื่องจากผลการวิเคราะห์ธาตุมีแนวโน้มที่จะแตกต่างกันในระหว่างวิธีวิเคราะห์จึงได้ทำการหา
ค่าเฉลี่ยรวมหรือค่ารับรองโดยวิธี weighted mean จากผลการศึกษาสามารถทำการรับรองธาตุปริมาณน้อยได้
ทั้งหมด 6 ธาตุคือ สังกะสี แคลเซียม ทองแดง แมงกานีส นิกเกิล และโคบอลต์ โดยแสดงค่าเฉลี่ยรวม
พร้อมกับค่าความไม่แน่นอนที่ระดับความเชื่อมั่น 95% สำหรับตะกั่วไม่สามารถให้การรับรองได้เนื่องจาก
ผลวิเคราะห์ที่ได้มีค่าต่ำกว่าขีดจำกัดในการวิเคราะห์ปริมาณโดยวิธีโวลแทมเมทรี