

27 SEP 1999



**COMPARISON OF ANALYTICAL TECHNIQUES FOR TRACE  
METALS FOR THE CERTIFICATION OF IN-HOUSE  
RICE FLOUR REFERENCE MATERIAL**

**WIPHARAT CHUACHUAD**

**With compliments  
of**

ศาสตราจารย์ ดร. ม. วัฒนวิทย์

**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**

1999

ISBN 974-662-700-7

**COPYRIGHT OF MAHIDOL UNIVERSITY**

311320 e.2

3936633 SCAI/M : MAJOR : APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY ;  
M.Sc. (APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY)

KEY WORDS : CERTIFICATION/ IN-HOUSE REFERENCE MATERIAL/ RICE  
FLOUR / STABILITY/ HOMOGENEITY

WIPHARAT CHUACHUAD : COMPARISON OF ANALYTICAL TECHNIQUES  
FOR TRACE METALS FOR THE CERTIFICATION OF IN-HOUSE RICE FLOUR  
REFERENCE MATERIAL. THESIS ADVISORS : JUWADEE SHIOWATANA Ph.D.,  
DUANGJAI NACAPRICHA Ph.D. WARET VEERASAI Dr.rer.nat.162 P. ISBN 974-662-700-7

The certification of rice flour material for trace elements based on at least two independent methods was carried out. Fourteen elements were targeted for the certification. The analytical techniques included ICP-AES, ICP-MS, ETAAS and FAAS. Out of the 14 elements, 9 elements, namely Na, K, Mg, Ca, Ba, Cu, Zn, Fe and Mn, could be certified. Pb, Cd, Cr, Co and V could not be certified because only one analysis method was successfully performed so reference values were given for these elements. The evaluation of some methods of analysis for some elements was conducted by analyzing SRM 1568a rice flour standard reference material.

Statistical tests for the study of homogeneity for Na, K, Mg, Ca, Cu, Zn, Fe at 95 % and for Mn at 99.15 % confidence level did not reveal significant differences between the within-bottle and between-bottle variation. The rice flour material is considered to be homogeneous at 250-650 mg sample sizes. No change was observed in a long-term stability study of the material over a period of 5 months and a short-term stability study at an elevated temperature of 50 °C for a period of 5 weeks, indicating the stability of material. The comparison of results obtained from different independent methods indicated no evidence of significant differences between at least two methods for Na, K, Mg, Ca, Fe, Zn and Mn at 95% confidence level, for Ba at 98.375 % confidence level and for Cu at 99.875 % confidence level. The certified values could be assigned to the 9 elements using both mean and weighted mean together with their uncertainty at confidence levels equal to or greater than 95 %.

3936633 SCAI/M : สาขาวิชา : เคมีวิเคราะห์และเคมีอนินทรีย์ประยุกต์ ;

วท.ม. (เคมีวิเคราะห์และเคมีอนินทรีย์ประยุกต์)

วิทยารัตน์ เชื้อชวด: การเปรียบเทียบเทคนิคการวิเคราะห์โลหะปริมาณน้อยในแป้งข้าวเพื่อ  
การรับรองสารอ้างอิง (COMPARISON OF ANALYTICAL TECHNIQUES FOR TRACE METALS  
FOR THE CERTIFICATION OF IN-HOUSE RICE FLOUR REFERENCE MATERIAL).

คณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์ : ยุวดี เชื้อวพัฒนา, Ph.D., ดวงใจ นาคะปรีชา, Ph.D., วรศ วีระสัย,  
Dr. rer. nat. 162 หน้า. ISBN 974-662-700-7

งานวิจัยนี้ได้ทำการรับรองธาตุปริมาณน้อยในสารอ้างอิงแป้งข้าวโดยอาศัยเทคนิคอย่างน้อย  
2 เทคนิคที่เป็นอิสระแก่กันวิเคราะห์ธาตุ 14 ชนิด วิธีการที่ใช้วิเคราะห์ได้แก่ ICP-AES, ICP-MS,  
ETAAS และ FAAS พบว่าสามารถรับรองได้ 9 ธาตุได้แก่ โซเดียม โพแทสเซียม แมกเนเซียม แคลเซียม  
แบเรียม ทองแดง สังกะสี เหล็กและแมงกานีส ส่วนธาตุตะกั่ว แคดเมียม โคบอลต์ และวานาเดียม ผล  
การวิเคราะห์ให้ค่าเชื่อถือได้เพียงเทคนิคเดียว จึงนำเสนอได้เป็นค่าอ้างอิง (reference value) เท่านั้น การ  
ประเมินวิธีวิเคราะห์บางวิธีและบางธาตุได้ศึกษาโดยการวิเคราะห์สารอ้างอิงมาตรฐานแป้งข้าว SRM  
1568a พบว่าให้ผลการวิเคราะห์สอดคล้องกันดี

การทดสอบความเป็นเนื้อเดียวกันโดยวิธีทางสถิติของ โซเดียม โพแทสเซียม แมกเนเซียม  
แคลเซียม ทองแดง สังกะสี และเหล็ก ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % และแมงกานีสที่ 99.15 % พบว่าให้ผล  
ที่ไม่แตกต่างกันระหว่างความเป็นเนื้อเดียวกันภายในขวดและระหว่างขวด จึงกล่าวได้ว่าสารอ้างอิงแป้ง  
ข้าวมีความเป็นเนื้อเดียวกันในระดับขนาดของตัวอย่าง 250-650 มิลลิกรัม ผลการศึกษาความเสถียรพบ  
ว่ามีความเสถียรระยะยาว 5 เดือนและมีความเสถียรระยะสั้นที่ 50 องศาเซลเซียสในระยะเวลา 5 สัปดาห์  
การเปรียบเทียบผลจากวิธีวิเคราะห์ต่างกันพบว่าไม่มีความแตกต่างกันที่ระดับความเชื่อมั่น 95 %  
สำหรับโซเดียม โพแทสเซียม แมกเนเซียม แคลเซียม เหล็ก สังกะสี และแมงกานีส, ส่วนแบเรียมและ  
ทองแดงพบว่าไม่มีความแตกต่างกันที่ 98.385 % และ 99.875 % ตามลำดับ ค่าความเข้มข้นที่รับรองได้  
ของธาตุ 9 ธาตุสามารถแสดงได้เป็นสองลักษณะคือ ค่าเฉลี่ยหรือค่าเฉลี่ย weighted mean พร้อมทั้ง  
แสดงค่าความไม่แน่นอนที่ระดับความเชื่อมั่นมากกว่าหรือเท่ากับ 95 %