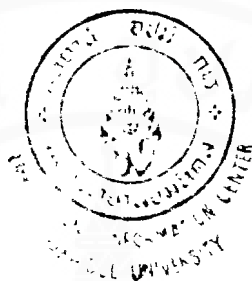


**DETERMINATION OF MINERAL CONTENTS IN THAI HERBS  
USING INDUCTIVELY COUPLED PLASMA MASS SPECTROMETRY**



**SARAWUT LUNVONGSA**

ดุษฎีนิพนธ์  
เพื่อ  
ขอรับปริญญาโท สาขา  
วิทยาศาสตร์ประยุกต์ และอนินทรีย์เคมี

**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**

**2000**

**ISBN 974-664-238-3**

**COPYRIGHT OF MAHIDOL UNIVERSITY**

TH  
S 243.1  
2000  
C.2

44541 ๑.๑

4036384 SCAI/M: MAJOR: APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY;

M. Sc. (APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY)

KEY WORDS : ICP-MS / FAAS / MICROWAVE DIGESTION / ANION EXCHANGE

RESIN / MULTI-ELEMENT / MINERAL / THAI HERB

SARAWUT LUNVONGSA: DETERMINATION OF MINERAL CONTENTS  
IN THAI HERBS USING INDUCTIVELY COUPLED PLASMA MASS  
SPECTROMETRY. THESIS ADVISOR : JUWADEE SHIOWATANA, Ph. D.,  
DUANGJAI NACAPRICHA, Ph. D. 105 p. ISBN 974-664-238-3

The presence of minerals in food can have both good and bad consequences. Several minerals are known to be essential for human life while others are toxic. Determination of mineral contents of edible plants is therefore of considerable interest. This work attempted to determine 24 metals in 17 common Thai herbs and 5 herb capsules using a multielemental analytical technique, Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS). The performance of ICP-MS has been investigated as a function of a number of parameters associated with sample uptake rate and plasma operation. 1.1 mL/min sample uptake rate, 1300 watts RF power and 0.95 L/min nebulizer gas flow rate were the optimum conditions obtained. Indium was used as the internal standard in order to compensate for the difference in analyte signals resulting from sample preparation error and nebulization changing efficiency. The isobaric elemental interferences were corrected by selecting suitable isotopes and applying the appropriate correction equations.

The microwave digestion of the plant samples in a mixture of HNO<sub>3</sub> and H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> was explored. This digestion procedure is simple and quick and gives low reagent blank, also minimizing interference effect.

The accuracy of the method was assessed by analysis of a certified reference material, SRM 1515: Apple leaves. The analytical results showed that, twelve elements (Al, B, Ba, Co, Cu, Mg, Mn, Na, P, Pb, Sr and V) could be determined with good accuracy. The results of Mo, Ni, Sb and Zn were lower than the certified values probably due to incomplete digestion. As, Cr, Fe and Se gave higher values than certified values possibly owing to positive polyatomic interferences. The isotope ratios after mass bias correction of <sup>53</sup>Cr/<sup>52</sup>Cr, <sup>54</sup>Fe/<sup>57</sup>Fe and <sup>82</sup>Se/<sup>77</sup>Se were found to be -60.6, -63.4 and -63.9 % their natural ratios, respectively, indicating the interference problem of Cr, Fe and Se measurement. Separation by anion exchange resin was successfully used to eliminate (Cr and Fe) and reduce (As and Se) interferences from the existing anions. Upon treatment, acceptable recoveries were obtained for Cr and Fe but As and Se could not be determined with good accuracy although the results were improved. Ca and K could not be determined with good accuracy because of inconsistency in blank intensities, and were therefore determined using Flame Atomic Absorption Spectrometry (FAAS).

The method developed was applied to the analysis of 17 selected common Thai herbs, collected from three locations (Kabin buri, Pinklao and Kingpetch), 5 selected herb capsules.

4036384 SCAI/M : สาขาวิชา : เคมีวิเคราะห์และเคมีอนินทรีย์ประยุกต์;

วท.ม. (เคมีวิเคราะห์และเคมีอนินทรีย์ประยุกต์)

สรารุช ลันวงษา : การวิเคราะห์ปริมาณแร่ธาตุต่างๆในพืชสมุนไพรไทยด้วยเทคนิคอินดักทีฟพลาสมาแมสสเปกโตรเมตรี (DETERMINATION OF MINERAL CONTENTS IN THAI HERBS USING INDUCTIVELY COUPLED PLASMA MASS SPECTROMETRY) : คณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์ : ยูวดี เชี่ยววัฒนา, Ph. D., ดวงใจ นาคะปรีชา, Ph. D. 105 หน้า. ISBN 974-664-238-3

แร่ธาตุที่มีอยู่ในอาหารส่งผลทั้งในแง่ดีและไม่ดีต่อร่างกายมนุษย์ หลายชนิดมีความจำเป็นบางชนิดกลับก่อให้เกิดโทษถึงแม้ว่าจะได้รับในปริมาณน้อย การวิเคราะห์ปริมาณแร่ธาตุเหล่านี้ที่มีอยู่ในพืชผักจึงได้รับความสนใจเป็นอย่างมาก ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาวิธีวิเคราะห์ปริมาณแร่ธาตุต่างๆ 24 ชนิดในตัวอย่างผักพื้นบ้าน 17 ชนิดและยาเม็ดสมุนไพร 5 ชนิดด้วยเทคนิค ICP-MS การศึกษาประสิทธิภาพของ ICP-MS ที่มีผลมาจากอัตราเร็วในการดูดสารละลายและปัจจัยที่มีผลต่อสภาวะของพลาสมาพบว่าที่อัตราเร็วของการดูดสารละลายเท่ากับ 1.1 มิลลิลิตรต่อนาที ค่า RF power เท่ากับ 1300 วัตต์ และค่าอัตราเร็วของ Nebulizer gas เท่ากับ 0.95 ลิตรต่อนาทีเป็นสภาวะที่ดีที่สุด อินเดียมถูกใช้เป็นสารเทียบมาตรฐานในการปรับค่าสัญญาณของธาตุที่สนใจที่อาจผิดพลาดไปในขั้นตอนการเตรียมสารละลายตัวอย่างหรืออาจเคลื่อนไปในช่วงตอนของการผลิตละอองฝอย ปัญหาการรบกวนของธาตุที่มีน้ำหนักเท่ากันได้ทำการแก้ไขโดยเลือกไอโซโทปอื่นที่เหมาะสมและหักลบส่วนเกินด้วยสมการคณิตศาสตร์

การตรวจสอบผลการย่อยตัวอย่างพืชในกรดผสมระหว่างกรดไนตริกและไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ด้วยเครื่องมือโครเวฟพบว่าวิธีการย่อยมีความสะดวก รวดเร็ว ปริมาณ Reagent blank ค่าและยังสามารถลดผลการรบกวนที่อาจเกิดขึ้นได้

การประเมินผลความถูกต้องของวิธีการวิเคราะห์ได้ศึกษาโดยการวิเคราะห์สารอ้างอิงมาตรฐานไบโอแมสเปิด SRM 1515 พบว่าธาตุ 12 ชนิด (Al B Ba Co Cu Mg Mn Na P Pb Sr และ V) ให้ผลการวิเคราะห์ที่ถูกต้อง ส่วน Mo Ni Sb และ Zn ให้ผลการวิเคราะห์ต่ำกว่าค่ารับรองทั้งนี้อาจเป็นเพราะว่าธาตุเหล่านี้ถูกย่อยได้ไม่สมบูรณ์นัก ส่วน As Cr Fe และ Se ให้ผลการวิเคราะห์สูงกว่าค่ารับรองซึ่งอาจเป็นผลจากการรบกวนของ Polyatomic ions ทั้งนี้การวัดสัดส่วนไอโซโทปของธาตุที่สงสัยหลังจากการแก้ค่าความผิดพลาดจากความแตกต่างของน้ำหนักแล้วพบว่าสัดส่วนของ  $^{53}\text{Cr}/^{52}\text{Cr}$ ,  $^{54}\text{Fe}/^{57}\text{Fe}$  และ  $^{82}\text{Se}/^{77}\text{Se}$  มีค่าที่แตกต่างจากสัดส่วนธรรมชาติเท่ากับ -66.6 -63.4 และ -63.9 % ตามลำดับ แสดงว่าเกิดปัญหาการรบกวนขณะการวิเคราะห์ธาตุเหล่านี้ เรซินชนิดแลกเปลี่ยนไอออนลบแยกไอออนลบสามารถแก้ปัญหารบกวนที่เกิดขึ้นกับการวิเคราะห์ Cr และ Fe ได้และลดปัญหาการรบกวนลงได้บางส่วนสำหรับการวิเคราะห์ As และ Se ด้วยวิธีการนี้สามารถวิเคราะห์ Cr และ Fe ได้ด้วยความถูกต้องที่ดีแต่ยังได้ค่าที่สูงกว่าความเป็นจริงสำหรับ As และ Se ส่วน Ca และ K ไม่สามารถวิเคราะห์ปริมาณที่ถูกต้องได้ถูกต้องด้วย ICP-MS เนื่องจากความไม่คงตัวของสัญญาณ Reagent blank ดังนั้นจึงวิเคราะห์ด้วย FAAS

วิธีการที่ได้พัฒนาขึ้นนี้ได้นำมาประยุกต์ใช้เพื่อทำการวิเคราะห์ปริมาณของแร่ธาตุต่างๆในพืชผักพื้นบ้านจำนวน 17 ชนิดที่เก็บตัวอย่างมาจากสามแหล่งคือ กบินทร์บุรี ปีนเกล้าและกิ่งเพชร และยาเม็ดสมุนไพรอีก 5 ชนิด