Thesis Title

Study on Flavonoids of Some Red Rice Varieties by

Supercritical Fluid Extraction and Liquid

Chromatography-Mass Spectrometry

Author

Miss Arunee Danudol

M.S.

Chemistry

Examining Committee

Asst. Prof. Dr. Sugunya Wongpornchai

Chairman

Dr. Damrat Sapyen

Member

Dr. Sunanta Wangkarn

Member

Abstract

A study on some flavonoids in two caltivars, Khao Kum Doi Saket and Khao Hom Nin BD, of red rice seeds was performed using supercritical fluid extraction (SFE) and subsequent analysis by liquid chromatograph-mass spectrometer (LC-MS) having electrospray ionization (ESI) interface. Carbon dioxide was used as a supercritical fluid and a few percentage of methanol modifier was added in order to enhance the solvating power of CO₂. It was found that the appropriate SFE conditions for extraction of some flavonoids from rice seeds were at extraction temperature 65 °C and pressure 6000 psi with the addition of methanol modifier at 10 % of the sample cell volume. These allowed the

extraction time of 30 min to yield a yellow concentrated extract of the red rice seeds.

LC-ESI-MS technique was utilized for quantitative analysis of flavonoids in the red rice extracts. The ESI parameters were optimized in order to achieve the best sensitivity. These optimized parameters were fragmentor voltage, capillary voltage, drying gas temperature, drying gas flow rate, and nebulizer pressure. Identification of flavonoids in the red rice extracts was performed by comparing their MS-MS spectra with those of the standard flavonoids used in this experiment which were morin, quercetin, and myricetin. Only myricetin was found in the red rice extracts of Khao Hom Nin BD. Quantification of myricetin was then performed by LC-ESI-MS operated in selected ion monitoring mode at m/z 317 which corresponding to the molecular ion of myricetin. The concentration of myricetin found in the red rice sample, Khao Hom Nin BD, was 2.1 mg/kg.

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์

การศึกษาฟลาโวนอยด์ในข้าวแคงบางพันธุ์โดยการสกัดด้วยของไหล วิกฤตยวดยิ่งและลิควิด โครมาโทกราฟี-แมสสเปกโทรเมตรี

ชื่อผู้เขียน

นางสาวอรุณี คนุคล

วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาเคมี

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

ผศ.คร.สุกัญญา วงศ์พรชัย คร.คำรัส ทรัพย์เย็น คร.สุนันทา วังกานต์

ประธานกรรมการ กรรมการ

กรรมการ

าเทดัดย่อ

งานวิจัยนี้ได้ศึกษาฟลาโวนอยด์บางชนิดในเมล็ดข้าวแดง 2 พันธุ์ คือพันธุ์ข้าวก่ำดอย สะเก็ต และ พันธุ์ข้าวหอมนิลบีดี โดยการสกัดสารด้วยของใหลวิกฤตยวดยิ่ง และ วิเคราะห์ด้วยลิควิด โครมาโทกราฟ-แมสสเปกโทรมิเตอร์ที่มีอินเทอร์เฟสชนิดอิเล็กโทรสเปรย์อิออในเซชัน ได้ใช้การ์บอน ไดออกใชด์เป็นของใหลวิกฤตยวดยิ่ง และ มีเมทานอลเป็นโมดิฟายเออร์ในปริมาตรเล็กน้อยสำหรับ การเพิ่มประสิทธิภาพการสกัดของการ์บอนไดออกใชด์ จากการศึกษาพบว่าสภาวะที่เหมาะสมของการ สกัดสารด้วยของใหลวิกฤตยวดยิ่งในการสกัดฟลาโวนอยด์จากเมล็ดข้าวแดงได้แก่อุณหภูมิ 65 องศา เซลเซียส และ ความดัน 6000 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว ด้วยปริมาตรของโมดิฟายเออร์ร้อยละสิบของปริมาตร ช่องใส่ตัวอย่าง และ เวลาของการสกัดนาน 30 นาที ได้สารสกัดที่มีสีเหลืองเข้ม

สารสกัดที่ได้นำมาวิเคราะห์หาฟลา โวนอยค์ด้วยเครื่องมือลิควิคโครมาโทกราฟ-แมส สเปกโทรมิเตอร์ซึ่งมีอินเทอร์เฟสชนิดอิเล็กโทรสเปรย์อิออไนเซชัน พารามิเตอร์ต่างๆของอิเล็กโทร สเปรย์อิออไนเซชันได้ถูกนำมาหาสภาวะที่เหมาะสม ที่สุดเพื่อให้ได้สภาพไวที่ดีที่สุดสำหรับการตรวง วัด พารามิเตอร์ต่างๆเหล่านี้ ได้แก่ ความต่างศักย์ไฟฟ้าที่แฟรกเมนเตอร์ ความต่างศักย์ไฟฟ้าที่
แคปปิลลารี อุณหภูมิของแก๊สอบแห้ง อัตราการไหลของแก๊สอบแห้ง และ ความคันของเนบิวไลเซอร์
การพิสูจน์เอกลักษณ์ของฟลาโวนอยด์ในสารสกัดจากข้าวแคงทำโดยการเปรียบเทียบแมสสเปกตรัมที่
ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคแมสสเปกโทรเมตรี-แมสสเปกโทรเมตรีของสารสกัดกับแมสสเปกตรัม
ของสารมาตรฐานฟลาโวนอยด์ชนิดมอริน เคอร์เซติน และไมริเซติน พบเพียงไมริเซตินในสารสกัดจาก
ตัวอย่างข้าวแดง จากนั้นวิเคราะห์หาปริมาณของไมริเซตินคัวยเครื่องมือลิควิดโครมาโทกราฟแมสสเปกโทรมิเตอร์ที่มีอินเทอร์เฟสชนิดอิเล็กโทรสเปรย์อิออในเซชัน และ เลือกการเก็บข้อมูลแบบ
คัดเลือกอิออนที่มีอัตราส่วนมวลต่อประจุเท่ากับ 317 ซึ่งเป็นอิออนโมเลกุลของไมริเซติน จากการ
วิเคราะห์หาปริมาณพบไมริเซตินในตัวอย่างข้าวแคงชนิดข้าวหอมนิลบีดี เท่ากับ 2.1 มิลลิกรัมต่อ
กิโลกรัม