

The optimum SFE conditions for extraction of vitamin B₁ and vitamin B₂ in rice samples were at 6000 psi of applied pressure with 1.0 mL of MeOH modifier added. The best extraction temperature was 60 °C for 60 minutes. The extract solubilized in water was then analysed by HPLC with ODS (C18) column using the optimum conditions. Percent recoveries for vitamin B₁ and vitamin B₂ were found to be 101 and 78, respectively. Using the optimum HPLC-UV and SFE conditions for rice analysis the content of vitamin B₁ and vitamin B₂ were found to be 3.60 mg/L and 0.30 mg/L for sample R1 and 3.58 mg/L and 0.27 mg/L for sample R2.

The optimum MS conditions for identification of vitamins in rice sample were as follow: fragmentor voltage at 60 volt, drying gas flow rate of 12 L/min, 40 psi nebulizer pressure, capillary voltage of 3000 volt and 330 °C drying gas temperature. The fragmentation pattern of vitamins were found at m/z value of 265, 298 and 309 for vitamin B₁, and at 298, 377 and 399 for vitamin B₂. MS detector was found to be less sensitive for vitamin B₁ and vitamin B₂ analysis compared to the UV detector.

In conclusion, SFE can be used as the alternative method for extraction of vitamins in rice sample. This method is a more rapid method and less chemical consumption for vitamin extraction compared to the enzymatic method.

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์ การหาปริมาณวิตามินบางชนิดในข้าวโดยโครมาโทกราฟีของเหลว
สมรรถนะสูง

ชื่อผู้เขียน นายดำรงศักดิ์ แสมรัมย์

วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต สาขาวิชา เคมี

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

ดร. สิทธิชัย วิโรจน์บุณย์ ประธานกรรมการ

ผศ. ดร. สุกัญญา วงศ์พรชัย กรรมการ

ดร. วินัย อวงพิพัฒน์ กรรมการ

บทคัดย่อ

การสกัดวิตามินจากตัวอย่างข้าวก่อนทำการวิเคราะห์โดยเทคนิคโครมาโทกราฟี สามารถกระทำ
ได้โดยการสกัดด้วยเอนไซม์ ซึ่งเป็นวิธีแบบดั้งเดิมที่มีหลายขั้นตอน ใช้สารเคมีมาก และใช้เวลาในการ
สกัดนาน งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อพัฒนาการใช้ของไหลวิกฤตยวดยิ่ง (supercritical fluid extraction
,SFE) สำหรับสกัดวิตามิน B₁ และ วิตามิน B₂ ในตัวอย่างข้าว

จากการหาสถานะที่เหมาะสมของการสกัดวิตามินในตัวอย่างข้าว โดยใช้การสกัดแบบของไหล
วิกฤตยวดยิ่ง และ วิเคราะห์ปริมาณด้วยโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง ที่มีระบบตรวจวัด
สัญญาณแบบอัลตราไวโอเลต-วิสิเบิล ควบคู่กับการวิเคราะห์ด้วย โครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะ

สูง-แมสสเปคโตรเมตรี พบสภาวะที่เหมาะสมของโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง สำหรับวิเคราะห์วิตามิน ดังนั้น เฟสเคลื่อนที่ใช้สารละลายแอมโมเนียมอะซิเตด พีเอช 7.0 ผสมกับเมทานอล ในอัตราส่วน 50 ต่อ 50 โดยปริมาตร ที่อัตราการไหล 0.8 มิลลิลิตรต่อนาที ความยาวคลื่นของระบบตรวจวัดสัญญาณ 270 นาโนเมตร ซึ่งจำกัดค่าสุดที่ตรวจวัดได้คือ 0.160 มิลลิกรัมต่อลิตร สำหรับวิตามินบีหนึ่ง และ 0.014 มิลลิกรัมต่อลิตร สำหรับวิตามินบีสอง

สำหรับการสกัดวิตามินบีหนึ่งและวิตามินบีสองจากตัวอย่างข้าว โดยวิธีการสกัดแบบของไหลวิกฤตยิ่งยวด พบสภาวะของการสกัดที่เหมาะสมคือ ความดัน 6000 psi โดยใช้เมทานอลปริมาตร 1 มิลลิลิตรเป็นสารเติมแต่ง (modifier) อุณหภูมิการสกัด 60 องศาเซลเซียส นาน 60 นาที จากนั้นวิเคราะห์วิตามินที่สกัดได้ด้วย โครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง โดยใช้คอลัมน์ ODS (C18) พบว่าได้ค่าร้อยละการกลับคืน สำหรับวิตามินบีหนึ่ง และวิตามินบีสองเท่ากับ 101 และ 78 ตามลำดับ จากตัวอย่างข้าวที่ศึกษาจำนวน 2 ตัวอย่าง (R1และR2) พบปริมาณของวิตามินบีหนึ่ง และวิตามินบีสอง ในตัวอย่างข้าว R1 เท่ากับ 3.60 มิลลิกรัมต่อลิตร และ 0.30 มิลลิกรัมต่อลิตรตามลำดับ และสำหรับตัวอย่างข้าว R2 เท่ากับ 3.58 มิลลิกรัมต่อลิตร และ 0.27 มิลลิกรัมต่อลิตรตามลำดับ

สภาวะที่เหมาะสมของแมสสเปคโตรเมตรีสำหรับการหาเอกลักษณ์ของวิตามินบีหนึ่งและวิตามินบีสองในตัวอย่างข้าว ประกอบด้วย แฟรกเมนเตอร์ (fragmentor) ที่ 60 โวลต์, อัตราการไหลของ drying gas ที่ 12 ลิตรต่อนาที, ความดันของเนบิวไรเซอร์ 40 พีเอชไอ, คะปิลารีโวลต์เทจ 3000 โวลต์ และ อุณหภูมิของ drying gas 330 องศาเซลเซียส พบรูปแบบการแตกตัวของวิตามิน (ค่ามวลต่อประจุ) ที่ 265, 298 และ 309 สำหรับวิตามินบีหนึ่ง และ 298, 377 และ 399 สำหรับวิตามินบีสอง

การวิเคราะห์เชิงปริมาณด้วยเมสสเปคโตรเมตรี พบว่าให้ความไวต่ำกว่าการใช้ตัวตรวจวัดแบบ
อัลตราไวโอเลต

โดยสรุปพบว่าสามารถใช้การสกัดแบบของไหลวิกฤตยวดยิ่งในสกัดวิตามินจากตัวอย่างข้าวได้
โดยเป็นวิธีที่รวดเร็ว และประหยัดสารเคมีกว่าเมื่อเทียบกับการสกัดโดยใช้เอทิลเอซิม

มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Chiang Mai University