

ชื่อวิทยานิพนธ์	การวิเคราะห์หาปริมาณแคดเมียมและตะกั่วในตัวอย่างอาหารทะเลโดยเทคนิคการเพิ่มความเข้มข้นแบบโซลิดเฟสเอ็กซ์แทรกชันร่วมกับแกรไฟท์เฟอร์เนทอะตอมมิกแอบซอร์บชันสเปกโทรเมทรี
ผู้เขียน	นายชัยพัฒน์ ลาพิณี
สาขาวิชา	เคมีวิเคราะห์
ปีการศึกษา	2549

บทคัดย่อ

การศึกษาวิธีการเตรียมตัวอย่างที่สะดวกและรวดเร็วในการวิเคราะห์หาปริมาณแคดเมียมและตะกั่วในตัวอย่างอาหารทะเลแห้งแข็งจากบริษัทอาหารในภาคใต้ เช่น ปลาทูน่า หมึกกล้วย หมึกสาย หมึกกระดอง และกุ้ง ทำได้โดยการย่อยตัวอย่างอาหารทะเลโดยใช้วิธีการย่อยตัวอย่างให้ความร้อน (Water bath digestion) โดยนำตัวอย่างอาหารทะเลมาย่อยด้วยกรดไนตริกเข้มข้นภายในขวดพอลิพโรพิลีน (Polypropylene vessel) ร่วมกับการให้ความร้อนผ่านอ่างให้ความร้อนที่อุณหภูมิระหว่าง 65-100 องศาเซลเซียส สารละลายที่ได้นำไปสกัดโดยใช้เทคนิคการสกัดแบบการสกัดด้วยสารดูดซับของแข็ง (Solid phase extraction; SPE) ซึ่งการสกัดด้วยวิธีนี้ได้ทำการศึกษาโดยใช้ ออกตะเดคซิลซิลิกาเมมเบรนดิสค์ นำมาปรับสภาพโดยใช้ 8 -ไฮดรอกซีควิโนลีน เพื่อให้มีสถานะที่เหมาะสมในการสกัดแคดเมียมและตะกั่วในตัวอย่างอาหารทะเล

ในการศึกษาได้ทำการหาสถานะที่เหมาะสมในการสกัดแคดเมียมและตะกั่ว เช่น สภาพความเป็นกรด - เบส ปริมาณลิแกนด์ ความเข้มข้นและปริมาตรตัวชะ จากการศึกษพบว่า การสกัดแคดเมียมและตะกั่วทำได้อย่างมีประสิทธิภาพในช่วงความเป็นกรด-เบสระหว่าง 6.0-7.0 ปริมาณลิแกนด์ที่เหมาะสม คือ ใช้ 8-ไฮดรอกซีควิโนลีนจำนวน 10.00 มิลลิกรัม ละลายในเอทานอล 2.0 มิลลิลิตร แคดเมียมและตะกั่วที่ถูกดูดซับไว้จะถูกระบายออกมาโดยใช้กรดไนตริกเข้มข้น 1.0 โมลาร์ จำนวน 5.0 มิลลิลิตร จากนั้นนำไปวิเคราะห์เพื่อหาปริมาณโดยใช้เทคนิคแกรไฟท์เฟอร์เนทอะตอมมิกแอบซอร์บชันสเปกโทรเมทรี (GFAAS)

ขีดจำกัดต่ำสุดของการตรวจวัดของแคดเมียมและตะกั่ว เท่ากับ $0.073 \mu\text{g L}^{-1}$ และ $0.332 \mu\text{g L}^{-1}$ ตามลำดับ ประสิทธิภาพสูงสุดของเมมเบรนดิสค์ซึ่งปรับสภาพโดยใช้ 8 -ไฮดรอกซีควิโนลีน 10.00 มิลลิกรัม ในการสกัดแคดเมียมและตะกั่ว เท่ากับ $30.67 \pm 3.77 \mu\text{g L}^{-1}$ และ $168.82 \pm 11.13 \mu\text{g L}^{-1}$ ตามลำดับ การศึกษาความถูกต้องและแม่นยำของวิธีการทำได้โดยการวิเคราะห์หั่วสดอ้างอิงมาตรฐานเนื้อปลาทะเล (Certified reference material; DORM-2: Dogfish muscle) พบค่า

เปอร์เซ็นต์การได้กลับคืนของแคดเมียมและตะกั่วอยู่ในช่วง 95-114 % และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD) อยู่ในช่วงน้อยกว่า 7% นอกจากนี้ได้ทำการศึกษาการรบกวนของไอออนอื่นๆต่อการสกัดสารตัวอย่างพบว่ามีผลรบกวนการสกัดน้อยมาก ดังนั้นวิธีการที่ได้ศึกษาขึ้นสามารถนำไปใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณแคดเมียมและตะกั่วในตัวอย่างอาหารทะเลได้อย่างมีประสิทธิภาพ จากการศึกษาพบระดับการปนเปื้อนของแคดเมียมและตะกั่วในตัวอย่างอาหารทะเลแช่แข็ง ($\mu\text{g g}^{-1}$ น้ำหนักแห้ง) ดังนี้ คือ ระดับแคดเมียมในปลาทูน่า 0.001-0.016 $\mu\text{g g}^{-1}$ หมึกกล้วย 0.001-0.009 $\mu\text{g g}^{-1}$ หมึกกระดอง 0.003-0.004 $\mu\text{g g}^{-1}$ หมึกสาย 0.019-0.049 $\mu\text{g g}^{-1}$ และกุ้ง 0.002-0.004 $\mu\text{g g}^{-1}$ และระดับตะกั่วในปลาทูน่า 0.009-0.129 $\mu\text{g g}^{-1}$ หมึกกล้วย 0.005-0.165 $\mu\text{g g}^{-1}$ หมึกกระดอง 0.003-0.005 $\mu\text{g g}^{-1}$ หมึกสาย 0.002-0.018 $\mu\text{g g}^{-1}$ และกุ้ง 0.005-0.025 $\mu\text{g g}^{-1}$ ตามลำดับ อย่างไรก็ตาม ปริมาณการปนเปื้อนของแคดเมียมและตะกั่วในตัวอย่างอาหารทะเลแช่แข็งที่ตรวจพบไม่เกิน 1.00 $\mu\text{g g}^{-1}$ ซึ่งยังคงอยู่ในระดับที่ปลอดภัยสำหรับผู้บริโภคตามมาตรฐานของกระทรวงสาธารณสุข

Thesis Title Determination of Cadmium and Lead in Seafood Samples Using Solid Phase Extraction and Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry

Author Mr. Chaipat Lapinee

Major Program Analytical Chemistry

Academic Year 2006

ABSTRACT

A simple and rapid sample preparation method had been studied for cadmium and lead determination in frozen seafood samples such as tunafishes (Skipjacks), squids, octopuses, cuttlefishes and prawns from the frozen seafood companies in the South of Thailand. The seafood samples were digested with concentrated nitric acid in closed vessel (Polypropylene vessel) using water bath heating in temperature range 65-100 °C. The clear sample solution was separated and preconcentrated by solid phase extraction (SPE) using octadecyl silica membrane disks modified by 8-hydroxyquinoline prior to determination by graphite furnace atomic absorption spectrometry (GFAAS).

The parameters in the preconcentration steps were studied such as influence of pH, amount of ligand, concentration and volume of eluent. Effective preconcentration of trace cadmium and lead was achieved in a pH range 6.0-7.0 on octadecyl bonded silica membrane disks modified with 10.00 mg of 8-hydroxyquinoline in 2.0 mL ethanol. The retained cadmium and lead were efficiently eluted with 5.0 mL of 1.0 M nitric acid and determined by GFAAS.

The detection limits for cadmium and lead were 0.073 $\mu\text{g L}^{-1}$ and 0.332 $\mu\text{g L}^{-1}$ respectively. Maximum capacities of the membrane disks modified by 10.00 mg of 8-hydroxyquinoline for cadmium and lead extraction were found to be $30.67 \pm 3.77 \mu\text{g L}^{-1}$ and $168.82 \pm 11.13 \mu\text{g L}^{-1}$ respectively. The accuracy was verified by analysis the certified reference material: DORM-2 (Dogfish muscle). The recoveries were found in between 95-114% with relative standard deviation (%RSD) less than 7%. The ion interferences were studied and found that the extraction method was not affected by coexisting ions. The studied method can be applied satisfactorily for cadmium and lead determination in seafood samples. The concentration of cadmium and lead in various frozen seafood samples ($\mu\text{g g}^{-1}$ dry weight) was found in range as

follows; cadmium concentration in tunafishes; 0.001-0.016 $\mu\text{g g}^{-1}$ squids; 0.001-0.009 $\mu\text{g g}^{-1}$ cuttlefishes; 0.003-0.004 $\mu\text{g g}^{-1}$ octopuses; 0.019-0.049 $\mu\text{g g}^{-1}$ and prawns; 0.002-0.004 $\mu\text{g g}^{-1}$ and lead concentration in tunafishes; 0.009-0.129 $\mu\text{g g}^{-1}$, squids; 0.005-0.165 $\mu\text{g g}^{-1}$, cuttlefishes; 0.003-0.005 $\mu\text{g g}^{-1}$, octopuses; 0.002-0.018 $\mu\text{g g}^{-1}$ and prawns; 0.005-0.025 $\mu\text{g g}^{-1}$ respectively.

However, the concentrations of cadmium and lead in seafood samples were lower than the food contamination standard limited level ($< 1.00 \mu\text{g g}^{-1}$) issued by the Ministry of Public Health of Thailand.