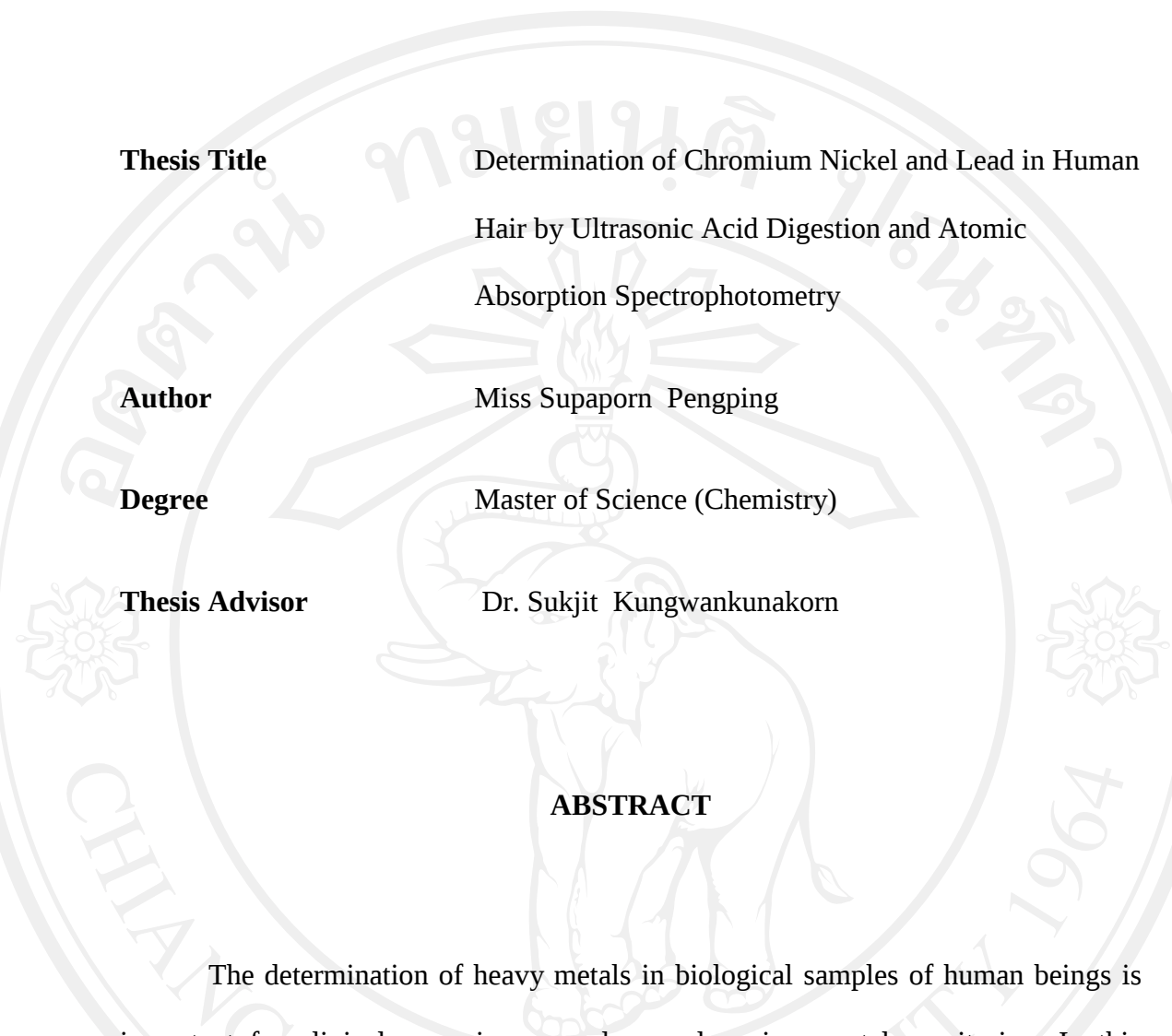




Thesis Title	Determination of Chromium Nickel and Lead in Human Hair by Ultrasonic Acid Digestion and Atomic Absorption Spectrophotometry
Author	Miss Supaporn Pengping
Degree	Master of Science (Chemistry)
Thesis Advisor	Dr. Sukjit Kungwankunakorn

ABSTRACT

The determination of heavy metals in biological samples of human beings is important for clinical screening procedure and environmental monitoring. In this study, an ultrasonic acid digestion (UAD) and cloud point extraction (CPE) were developed as a sample preparation and preconcentration for determination of Cr, Ni and Pb in human hair samples. Various parameters that influence on the extraction using an ultrasonic acid digestion, such as acid mixture, presonation time, sonication time and temperature of the ultrasonic bath have been investigated. The suitable conditions for UAD were as follow: an acid mixture of 2 ml concentrated HNO_3 and 1 ml H_2O_2 , 10 min presonation time, 30 min sonication time and 60 °C of temperature of the ultrasonic bath. After digestion with UAD, the sample solutions were preconcentrated by cloudpoint extraction. Cr, Ni and Pb were complexed with

ammonium-pyrrolidine dithiocarbamate (APDC) and Triton X-114 was added as non-ionic surfactant. These complexes were extracted into the surfactant-rich phase, at above its cloud point temperature. The surfactant-rich phase was diluted with methanol prior to its analysis by flame atomic absorption spectrophotometry. The chemical variables that affect the cloud point extraction, such as pH of solution, complexing agent concentration, Triton X-114 concentration and complexing time were optimized. Under optimal conditions, the cloud point was formed at 40°C with complexing time of 30 minutes, sample solution of 5 ml was used in the presence of 6×10^{-4} mol l⁻¹ APDC and 0.10 %v/v Triton X-114 at pH 4. The detection limits of Cr, Ni and Pb were 0.077, 0.162 and 0.249 µg ml⁻¹, respectively. The proposed method has been applied to determine Cr, Ni and Pb in human hair samples using ultrasonic acid digestion with cloud point extraction and FAAS analysis.

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์

การวิเคราะห์โครเมียม นิกเกิล และตะกั่ว ในเส้นผมมนุษย์
โดยการย่อยด้วยกรดร่วมกับอัลตราโซนิกและอะตอมมิก
แอมป์โซลฟิซันสเปกโทรโฟโตเมตรี

ผู้เขียน

นางสาวสุภาพร เป้งปิง

ปริญญา

วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (เคมี)

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์

ดร. สุจิตต์ กังวานคุณากร

บทคัดย่อ

การวิเคราะห์หาปริมาณโลหะหนักในตัวอย่างทางชีวภาพของมนุษย์เริ่มมีความสำคัญในการคัดกรองทางการแพทย์และเป็นตัวบ่งชี้ทางชีวภาพ ในการศึกษาครั้งนี้ พัฒนาการเตรียมตัวอย่างโดยการย่อยด้วยกรดร่วมกับอัลตราโซนิกและเพิ่มความเข้มข้นของสารตัวอย่างโดยการสกัดแบบคลาวด์พอยต์ เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียม นิกเกิล และตะกั่ว ในตัวอย่างเส้นผมมนุษย์ศึกษาภาวะต่าง ๆ ของการย่อยด้วยกรดร่วมกับอัลตราโซนิก เช่น ชนิดของกรดผสม เวลาในการแช่ตัวอย่างก่อนที่จะสั่นด้วยคลื่นอัลตราโซนิก เวลาในการสั่นด้วยคลื่นอัลตราโซนิก และอุณหภูมิของอ่างอัลตราโซนิก ซึ่งสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการย่อยด้วยกรดร่วมกับอัลตราโซนิกคือ ใช้กรดผสมของกรดไนตริกเข้มข้น 2 มิลลิลิตรกับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 1 มิลลิลิตร ใช้เวลาในการแช่ตัวอย่างก่อนที่จะสั่นด้วยคลื่นอัลตราโซนิก 10 นาที เวลาในการสั่นด้วยคลื่นอัลตราโซนิก 30 นาที และอุณหภูมิของอ่างอัลตราโซนิก 60 องศาเซลเซียส หลังการย่อยด้วยกรดร่วมกับอัลตราโซนิก มีการใช้การสกัดแบบคลาวด์พอยต์ เพื่อเพิ่มความเข้มข้นของโลหะในสารละลายตัวอย่าง โดยโลหะโครเมียม นิกเกิล และตะกั่วเกิดสารประกอบเชิงซ้อนกับแอมโมเนียม ไพรโรลิดีน ไดไฮโอคาร์บาเมต (เอพีดีซี) และใช้ไทเทร้น เอ็กส์-114 เป็นสารลดแรงดึงผิวชนิดปราศจากไอออน ซึ่งสารประกอบเชิงซ้อนนี้จะถูกสกัดเข้าไปอยู่ในชั้นของ

สารละลายที่มีสารลดแรงตึงผิวมาก เมื่ออุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิคลาวด์พอยต์ โดยชั้นที่มีสารลดแรงตึงผิวมาก ทำให้เจือจางด้วยเมทานอล ก่อนทำการวิเคราะห์ด้วยเฟลมอะตอมมิก แอ็บซอร์พชันสเปกโทรโฟโตเมตรี ตัวแปรทางเคมีที่มีผลต่อการสกัดแบบคลาวด์พอยต์ เช่น สภาพความเป็นกรด่างของสารละลาย ความเข้มข้นของสารที่ทำให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อน ความเข้มข้นของไทรทัน เอ็กส์-114 และระยะเวลาการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน ซึ่งสภาวะที่เหมาะสมในการสกัด คือ จุดคลาวด์พอยต์อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส เวลาการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนเท่ากับ 30 นาที สารละลายตัวอย่าง 5 มิลลิลิตร สารเอพิดิซีเข้มข้น 6×10^{-4} โมลต่อลิตร และไทรทัน เอ็กส์-114 0.10 เปอร์เซ็นต์ปริมาตรต่อปริมาตร ความเป็นกรดเบสเท่ากับ 4 ซึ่งค่าขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์เท่ากับ 0.077 0.162 และ 0.249 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร สำหรับโลหะโครเมียม นิกเกิล และตะกั่ว ตามลำดับ วิธีการนี้นำไปประยุกต์หาปริมาณโลหะโครเมียม นิกเกิล และตะกั่ว ในตัวอย่างเส้นผมมนุษย์ โดยใช้การย่อยด้วยกรดร่วมกับอัลตราโซนิกกับการสกัดแบบคลาวด์พอยต์และวิเคราะห์ด้วยเฟลมอะตอมมิกแอ็บซอร์พชันสเปกโทรโฟโตเมตรี