

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การพัฒนาเทคนิคโวลแทมเมตรีสำหรับการหาปริมาณไอออนสารหนูอนินทรีย์
ผู้เขียน	นางสาวสุทิสรา เงินเรืองโรจน์
ปริญญา	วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (เคมี)
อาจารย์ที่ปรึกษา	รองศาสตราจารย์ ดร. จรุงญ จักร์มณี

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ได้พัฒนาวิธีแคโทดิกสตรipping โวลแทมเมตรี เพื่อวิเคราะห์หาสารหนูอนินทรีย์ในปริมาณน้อย วิธีนี้อาศัยการเกิดรีดักชันของสารหนูและรวมตัวเป็นสารประกอบอินเทอร์เมทัลลิกกับทองแดงที่ขั้วปรอทแขวนในระหว่างขั้นตอนของการเกาะของสาร ซึ่งในขั้นสตรipping สารประกอบดังกล่าวจะถูกรีดิวซ์ไปเป็นอาร์ซีนที่สัคย์ที่เป็นลบมากขึ้น ในขั้นตอนของการเกาะของสารนั้น โซเดียมไดเอทิลไดไทโอคาร์บาเมตที่มีอยู่ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์จะรวมตัวกับสารหนูเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนและดูดซับขั้วปรอทแขวนได้ ซึ่งช่วยเพิ่มความไวของการวิเคราะห์ ขั้นตอนของการเกาะติดสารจะให้ค่าศักย์ไฟฟ้าคงที่ -0.40 โวลต์แก่ขั้วไฟฟ้าทำงาน เทียบกับขั้วไฟฟ้าอ้างอิงซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์ ในระบบที่มีสารละลายอิเล็กโทรไลต์กรดไฮโดรคลอริก 1 โมลาร์กับสารละลายทองแดงเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร และสารละลายโซเดียมไดเอทิลไดไทโอคาร์บาเมตเข้มข้น 5 ไมโครกรัมต่อลิตร แล้วทำการสแกนศักย์แบบสแควร์เวฟจาก -0.40 ถึง -1.00 โวลต์ พร้อมทำการบันทึกโวลแทมโมแกรม จากนั้นค่ากระแสของพีคที่ได้ จะถูกนำมาพล็อตกับความเข้มข้นของสารหนู ได้กราฟมาตรฐานที่เป็นเส้นตรง การวิเคราะห์อาร์ซีนิต จะทำโดยรีดิวซ์อาร์ซีนิตให้เป็นอาร์ซีนิตโดยใช้สารละลายไทโอซัลเฟต ภายใต้สภาวะที่เหมาะสมได้กราฟมาตรฐานที่เป็นเส้นตรงของอาร์ซีนิตในช่วง 2 ถึง 30 ไมโครกรัมต่อลิตร ในสภาวะที่ไม่มีโซเดียมไดเอทิลไดไทโอคาร์บาเมต และ ช่วง $0.1-0.6$ ไมโครกรัมต่อลิตร ในสภาวะที่มีโซเดียมไดเอทิลไดไทโอคาร์บาเมต ค่าขีดจำกัดต่ำสุดในการตรวจวัดอาร์ซีนิตเท่ากับ 0.45 ไมโครกรัมต่อลิตร ในสภาวะที่ไม่มีโซเดียมได

เอทิลไดโทโอคาร์บามาต และ 0.22 นาโนกรัมต่อลิตร ในสภาวะที่มีโซเดียมไดเอทิลไดโทโอคาร์บามาต ตามลำดับ

นอกจากนี้ได้พัฒนาวิธีไซคลิกโวลแทมเมตรีเพื่อหาปริมาณอาร์ซีเนต ซึ่งวิธีนี้อาศัยการเกิดปฏิกิริยาทางเคมีไฟฟ้าของผลิตภัณฑ์จากปฏิกิริยาระหว่างอาร์ซีเนตกับกรดโมลิบดีกที่ขั้วไฟฟ้าทำงานแกสซีคาร์บอน โวลแทมโมแกรมถูกบันทึกโดยใช้อัตราในการสแกน 0.1 โวลต์ต่อวินาที โดยสแกนศักย์ไฟฟ้าระหว่าง 0.10 ถึง 0.55 โวลต์ เทียบกับขั้วไฟฟ้าอ้างอิงซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์ เกิดพิกซ์ที่ศักย์ไฟฟ้า 0.34 โวลต์ และ 0.39 โวลต์ ซึ่งให้กระแสของพิกซ์สัมพันธ์เชิงเส้นตรงกับความเข้มข้นของอาร์ซีเนต โดยให้กราฟมาตรฐานเป็นเส้นตรง 3 ช่วง คือ 10-100 ไมโครกรัมต่อลิตร 0.05-0.4 และ 1-10 มิลลิกรัมต่อลิตร มีค่าขีดจำกัดต่ำสุดในการตรวจวัดอาร์ซีเนตเท่ากับ 6.94 นาโนกรัมต่อลิตร ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์สำหรับการทำซ้ำ 11 ครั้ง เท่ากับ 3.72 เปอร์เซ็นต์ (ความเข้มข้นอาร์ซีเนต 50 ไมโครกรัมต่อลิตร) และ 2.71 เปอร์เซ็นต์ (ความเข้มข้นอาร์ซีเนต 0.2 มิลลิกรัมต่อลิตร) วิธีที่พัฒนาขึ้นนี้ได้นำไปประยุกต์ในการหาปริมาณอาร์ซีเนตในตัวอย่างน้ำ วิธีนี้ให้ค่าร้อยละการกลับคืนของการวิเคราะห์อาร์ซีเนตในช่วง 85.6 ถึง 95.4



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

Thesis Title	Development of Voltammetric Technique for Determination of Inorganic Arsenic Ions
Author	Miss Suthisa Ngoenrueangrot
Degree	Master of Science (Chemistry)
Advisor	Assoc. Prof. Dr. Jaroon Jakmunee

ABSTRACT

Square wave cathodic stripping voltammetric method was developed for the determination of inorganic arsenic at trace level. It was based on the formation of a copper-arsenic intermetallic compound at a hanging mercury drop electrode (HMDE) during the deposition step, which was further reduced to arsine at a more negative potential in the stripping step. The presence of Na-DDTC in supporting electrolyte could enhance the sensitivity of the analysis because Na-DDTC could form complex with arsenic and adsorbed at the HMDE in the deposition step. The deposition step was carried out by applying a fixed potential of -0.40 V vs Ag/AgCl reference electrode to the working electrode in an electrolyte solution containing 1 mol L⁻¹ HCl, 30 mg L⁻¹ Cu^{II} and 5 µg L⁻¹ Na-DDTC. Then, the square wave waveform was scanned from -0.40 to -1.00 V and a voltammogram was recorded. After that, the peak currents obtained were plotted against arsenic concentrations yielding a linear calibration graph. Determination of As^V was performed by reducing As^V to As^{III} by using thiosulfate. Under the optimum condition, the linear calibration graph in the concentration range of 2-30 µg L⁻¹ As^{III} in the absence of Na-DDTC and 0.1-0.6 µg L⁻¹ As^{III} in the presence of Na-DDTC were obtained. The limit of detection of CSV system in the absence of Na-DDTC and the presence of Na-DDTC were found to be 0.45 µg L⁻¹ and 0.22 ng L⁻¹, respectively.

In addition, cyclic voltammetric method was developed for determination of As^{V} . It was based on electrochemical reaction of the product formed by the reaction of arsenate with acidic molybdate at the glassy carbon working electrode. The voltammograms were recorded with a scan rate of 0.1 V s^{-1} , scan potential between 0.10 to 0.55 V vs Ag/AgCl reference electrode. Peak potentials were observed at 0.34 and 0.39 V vs Ag/AgCl reference electrode. The peak currents were linearly proportional to arsenate concentration. The linear calibration graphs were obtained in the ranges of 10-100 $\mu\text{g L}^{-1}$, 0.05-0.4, and 1-10 mg L^{-1} As^{V} with a limit of detection of 6.94 ng L^{-1} As^{V} . The relative standard deviations of 11 replicate analyses were 3.72% for 50 $\mu\text{g L}^{-1}$ and 2.71% for 0.2 mg L^{-1} As^{V} . The developed method was applied for determination of As^{V} in water samples. The method had percentage recoveries for the determination of As^{V} in the range of 85.6 - 95.4.