

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การพัฒนาวิธีสแควร์เวฟแอโนดิกสตีปปีงโวลแทมเมตรีสำหรับการหาปริมาณธาตุปริมาณน้อยบางชนิดในน้ำส้มสายชู
ผู้เขียน	นางสาวกฤษฎา พรหมจันทร์
ปริญญา	วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (เคมี)
อาจารย์ที่ปรึกษา	ดร.กฤษณะ จิตมณี

บทคัดย่อ

น้ำส้มสายชูสามารถใช้ในการบริโภคโดยตรงหรือนำไปใช้เป็นส่วนผสมในอาหาร น้ำส้มสายชูอาจมีการปนเปื้อนโลหะที่เป็นพิษจากกระบวนการผลิตหรือวัตถุดิบ โดยมีการกำหนดค่าการปนเปื้อนไว้ โดยค่าสูงสุดของการควบคุมปริมาณ สารหนู ตะกั่ว ต้องไม่เกิน 1 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม และ สังกะสี ทองแดง เหล็ก ต้องไม่เกิน 10 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม

ในงานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อพัฒนาวิธีสแควร์เวฟแอโนดิกสตีปปีงโวลแทมเมตรี สำหรับวิเคราะห์หาปริมาณ โลหะปริมาณน้อยในน้ำส้มสายชูที่มีอยู่ในตลาดประเทศไทย สารละลายมาตรฐานหรือสารละลายตัวอย่างถูกผสมกับสารละลายบิสมีทในโวลแทมเมตริกเซลล์ หลังจากนั้นจะเกิดการสะสมของโลหะโดยการให้ศักย์ไฟฟ้าคงที่แก่ขั้วไฟฟ้าทำงาน (เทียบกับขั้วไฟฟ้าซิลเวอร์ซิลเวอร์คลอไรด์) ที่ศักย์ไฟฟ้า -1.40 โวลต์ จากนั้นทำการสแกนศักย์แบบ สแควร์เวฟ จาก -1.40 ถึง 0.30 โวลต์ ซึ่งมีการบันทึกผลในรูปแบบโวลแทมโมแกรม จะทำการพล็อตกระแสของฟิสิกส์ที่เกิดขึ้น เทียบกับความเข้มข้นของโลหะ ได้เป็นกราฟมาตรฐานที่เป็นเส้นตรง

ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาการใช้เกลือลิเทียมเพื่อช่วยในการแยกฟิสิกส์ของทองแดงและบิสมีทและการแก้ปัญหาการเกิดสารประกอบอินเตอร์เมทัลลิกของสังกะสีและทองแดง จากสภาวะที่เหมาะสมพบว่า การใช้เกลือลิเทียมเข้มข้น 2 มิลลิกรัมต่อลิตร สามารถทำให้เกิดการแยกกันของฟิสิกส์บิสมีทกับทองแดง โดยศักย์ไฟฟ้าของบิสมีทกับทองแดงมีค่า -150 และ +50 มิลลิโวลต์ เมื่อเทียบกับขั้วซิลเวอร์ซิลเวอร์คลอไรด์ ตามลำดับ และเมื่อใช้เวลาในการเกาะติด 120 วินาที จะได้กราฟมาตรฐานเป็นเส้นตรงในช่วงความเข้มข้น 0.2 ถึง 1.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ของสังกะสี ตะกั่ว และทองแดง อย่างไรก็ดี ตามจากการวิเคราะห์สารมาตรฐานผสมที่ทราบความเข้มข้นพบว่าความเข้มข้นของสังกะสีที่คำนวณ

ได้มีค่าร้อยละการกลับคืนไม่เหมาะสมกับการวิเคราะห์เชิงปริมาณซึ่งเป็นผลมาจากการรบกวนของทองแดง ดังนั้นงานวิจัยนี้จะไม่นำเกลือเงินไปใช้เพื่อวิเคราะห์ปริมาณโลหะในน้ำส้มสายชู

วิธีสแควร์เวฟแอนโอดิกสตีปิงโวลแทมเมตรีในการวิเคราะห์ปริมาณ สังกะสี ตะกั่ว และ แคดเมียม ในน้ำส้มสายชู พบว่าภายใต้สภาวะที่เหมาะสมที่ได้จากกราฟมาตรฐานมีช่วงความเป็นเส้นตรงจาก 0.02 ถึง 0.1 มิลลิกรัมต่อลิตร สำหรับทั้งสังกะสี แคดเมียมและตะกั่ว มีค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์อยู่ในช่วง 0.85 ถึง 1.97 เปอร์เซ็นต์สำหรับการทำซ้ำ 11 ครั้งในระดับความเข้มข้น 0.02 และ 0.04 มิลลิกรัมต่อลิตร ของไอออนโลหะทั้ง 3 ชนิด น้ำส้มสายชูตัวอย่างจะถูกนำมาเจือจางและปรับ พีเอช ให้มีค่าเท่ากับ 4.5 ก่อนนำไปทำการวิเคราะห์ด้วยวิธีการเดิมสารมาตรฐาน มีค่าร้อยละการกลับคืนของการวิเคราะห์โลหะตัวอย่างที่เติมโลหะทั้ง 3 ชนิดในช่วง 99.5 ถึง 117 สำหรับ สังกะสี 99.0 ถึง 102.8 สำหรับแคดเมียม และ 99.5 ถึง 101.9 สำหรับตะกั่ว น้ำส้มสายชูมีขีดจำกัดการตรวจวัดเท่ากับ 50, 85 และ 86 ไมโครกรัมต่อลิตร สำหรับสังกะสี แคดเมียมและตะกั่วตามลำดับ การวิเคราะห์ปริมาณสังกะสี แคดเมียมและตะกั่ว ด้วยวิธีที่พัฒนาขึ้นเปรียบเทียบกับเทคนิคอินดักทีฟลิคัปเปิลพลาสมาออฟติคอลอิมิตชันสเปกโตรเมตรี พบว่าให้ผลสอดคล้องกัน ซึ่งพบปริมาณสังกะสีในทุกตัวอย่าง แต่ไม่พบปริมาณแคดเมียมและตะกั่ว

งานวิจัยนี้สามารถวิเคราะห์สังกะสี แคดเมียมและตะกั่ว โดยมีการเตรียมตัวอย่างน้อย สามารถวิเคราะห์ได้รวดเร็ว มีความไวในการวิเคราะห์เพียงพอกับระดับความเข้มข้นที่กฎหมายกำหนด

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

Thesis Title	Development of Square Wave Anodic Stripping Voltammetric Method for Determination of Some Trace Elements in Vinegar
Author	Miss Krittiya Promjun
Degree	Master of Science (Chemistry)
Advisor	Dr. Kritsana Jitmanee

ABSTACT

Vinegars has long been used as directly consumed or ingredient of food. Vinegar might be contaminated with metals from production process or from raw materials. The maximum allowance of some metals in vinegar are 1 mg/kg for arsenic and lead and 10 mg/kg for zinc, copper and iron which was set by The Ministry of Public Health, Thailand.

This study aims to develop a square wave anodic stripping voltammetric method with bismuth film electrode for determination trace metals in vinegars from Thailand supermarket. In the developed method, standard or sample solution was mixed with bismuth (III) plating solution in voltammetric cell. Then, the deposition of metals was carried out by applying a constant potential of -1.40 V (Vs. Ag/AgCl) to working electrode. Next, a square-wave waveform was scanned from -1.40 to 0.30 V and a voltammogram was recorded. Finally, the peak currents obtained were plotted against metal concentrations yielding a linear calibration graph.

In this research, Added of gallium to analytical solution was studied for solving the intermetallic compound of Zn-Cu and the overlapping of votammetric peak of bismuth and copper. Under optimum condition, addition of 2 mg/L gallium allowed the separation of stripping peaks of copper and bismuth. The peak potential showed at -150 and +50 mV versus Ag/AgCl of bismuth and copper, respectively. The calibration graphs of zinc lead and copper were found in the range of 0.2-1.0 mg/L for deposition

of 90 s. The analysis of known concentration of mixed-standard concentration showed non quantitative recovery of zinc which was interference from copper. In this study, gallium can only help on peak separation of copper and bismuth.

A square wave anodic stripping voltammetry without addition of gallium showed the linear ranges on 0.02 – 0.1 mg/L for zinc, cadmium, and lead. Relative standard deviations were in the ranges of 0.85-1.97% (n=11) analysis of 0.02 and 0.04 mg/L of zinc, cadmium, and lead. Vinegar sample were simply pretreated by 10-fold diluting and pH adjusting to 4.5. The method showed percentage recoveries for spiked recovery analysis in ranges of 99.5-117 for zinc, 99.0-102.8 for cadmium, and 99.5-101.9 for lead. The detection limits were 50 µg/L, 85 µg/L and 86 µg/L for zinc, cadmium, and lead, respectively. The analytical results obtained by proposed method agree well with those by ICP-OES. The results show that it could be found zinc in all samples analyzed but none of these show any detectable amount of lead and cadmium.

This proposed method can determine zinc, cadmium, and lead with less samples pretreatment and short analysis time. The method has a sensitive enough for analysis at legal limit concentration.