ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์

การวิเคราะห์โลหะหนักบางตัวในตัวอย่างเกลือธรรมชาติ

โดยเทคนิคอินคักที่ฟลี่คัพเพิลพลาสมา อะตอมมิกอีมิสชัน

สเปกโทรโฟโตเมตรี

ชื่อผู้เขียน

นางสาวพรพิมล พีราวัชร

วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาเคมี

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์:

ผศ.คร.สายสุนีย์ เหลี่ยวเรื่องรัตน์

ประธานกรรมการ

รศ.คร.เกตุ กรุคพันธ์

กรรมการ

รศ.คร.บุญสม เหลี่ยวเรื่องรัตน์

กรรมการ

บทคัดยอ

ได้พัฒนาเทคนิคอินดักทีฟลีลัพเพิลพลาสมา อะตอมมิกอีมิสชันสเปกโทรโฟโตเมตรี (ไอซี พื-เออีเอส) สำหรับวิเคราะห์ชาตุโลหะอัลคาไลบางตัว โลหะอัลคาไลน์เอิร์ชบางตัว (โซเดียม แคลเซียม แมกนีเซียม โพแทสเซียม แบเรียม และสทรอนเชียม) และอลูมิเนียม รวมถึงโลหะ หนักบางตัว (ตะกั่ว เหล็ก ทองแดง แคดเมียม แมงกานีส และสังกะสี) ในตัวอย่างเกลือธรรม ชาติที่มีในประเทศไทยทั้งก่อนและภายหลังขั้นตอนการทำให้บริสุทธิ์ เหมาะสมของเทคนิกใอซีพี-เออีเอสนี้ พบว่าค่าวิวอิงไฮท์ที่เหมาะสมสำหรับโมโนโครมาเตอร์ A และ B คือ 12 ถึง 16 มิลลิเมตร อัตราการใหลในเนบูไลเซอร์ที่เหมาะสมคือ 0.6 ถึง 1.0 ลิตรต่อ นาที่ วัดความเข้มการเปล่งแสงสูงสุดสำหรับธาตุโซเดียม แกลเซียม แมกนีเซียม โพแทสเซียม แบเรียม สทรอนเชียม อลูมิเนียม ตะกั่ว เหล็ก ทองแดง แกคเมียม แมงกานีส และสังกะสี ที่ ความยาวคลื่น 588.995 393.366 280.270 766.490 455.403 407.771 396.152 220.353 259.940 324.754 226.502 257.610 และ 202.548 นาโนเมตร ตามลำดับ เทคนิคนี้มีความ แม่นยำ ถูกต้อง และมีสภาพไว พบว่า มีค่าเปอร์เซ็นต์สัมประสิทธิ์ของการกระจายอยู่ในช่วง 0.50 ถึง 0.62 ซึ่งสอดคล้องกับค่ามาตรฐานที่กำหนดไว้ของเทคนิคนี้ (ต่ำกว่า 1.0 %) ค่าขีด จำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์เท่ากับ 0.72 0.84 1.80 1.02 0.06 0.39 0.18 0.60 0.03 0.06 0.03 0.00 และ 0.06 มิลลิกรัมต่อสิตร ตามลำดับ ปริมาณด่ำสุดที่สามารถจะวิเคราะห์ได้เท่ากับ 2.40 2.80 6.00 3.40 0.20 1.30 0.60 2.00 0.10 0.20 0.10 0.00 และ 0.20 มิลลิกรัมต่อ ลิตร ตามลำคับ ส่วนร้อยละของการกลับคืนสำหรับการสกัดโดยใช้ PDCA-CHCL สำหรับธาตุ

ตะกั่ว เหล็ก ทองแดง แกดเมียม แมงกานีส และสังกะสี เท่ากับ 95.13 96.96 95.53 97.73 97.73 และ 93.87 ตามลำดับ ในการนำวิธีไอซีพีมาประยุกต์ใช้สำหรับวิเคราะห์หาโลหะหนัก ต่างๆในตัวอย่างเกลือธรรมชาติที่มีในประเทศไทยทั้งก่อนและภายหลังขั้นตอนการทำให้บริสุทธิ์ นั้นเพื่อที่จะทำการคัดเลือกหาตัวอย่างเกลือที่เหมาะสมสำหรับใช้ในงานด้านเภสัชกรรม ได้ วิเคราะห์โครเมียม อาร์เซนิก และปรอท ในตัวอย่างเกลือนี้อีกด้วย โครเมียมวิเคราะห์โดยใช้ เทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตเมตรีแบบใช้เปลวไฟ ส่วนอาร์เซนิกและปรอท วิเคราะห์โดยวิธีอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตเมตรีที่อาสัยเทคนิคของไฮไดรด์เจน เนอเรชันและโคลด์เวเพอร์ ตามลำดับ จากการวิเคราะห์หาปริมาณโลหะต่างๆ ในตัวอย่างเกลือ แกงทั้งก่อนและภายหลังขั้นตอนการทำให้บริสุทธิ์ พบว่า ตัวอย่างที่เหมาะสมคือ RS38 และ SS43 เนื่องจากมีสิ่งเจือปนอยู่น้อย และสิ่งเจือปนเหล่านี้สามารถทำให้ถคลงหรือขจัดออกได้โดย วิธีการทำเกลือแกงให้บริสุทธิ์ที่เหมาะสม

Thesis Title

Determination of Some Heavy Metals in Natural Salt Samples

by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission

Spectrophotometry

Author

Miss Pompimon Peerawat

M.S.

Chemistry

Examining Committee:

Assistant Prof. Dr.Saisunee Liawruangrath

Chairman

Associate Prof. Dr.Kate Grudpan

Member

Associate Prof. Dr.Boonsom Liawruangrath

Member

Abstract

An inductively coupled plasma atomic emission spectrophotometric (ICP-AES) procedure has been developed for determining some alkali, alkaline earth metals (Na, Ca, Mg, K, Ba and Sr) and aluminium, together with some heavy metals (Pb, Fe, Cu, Cd, Mn and Zn) in natural salt samples in Thailand both before and after purification. Optimum conditions for determining each of these metals were established. The optimum viewing heights for both monochromators A and B were 12 - 16 mm, while the optimum flow-rates in the nebulizer were 0.6 - 1.0 L/min. Maximum emission measurements for Na, Ca, Mg, K, Ba, Sr, Al, Pb, Fe, Cu, Cd, Mn and Zn were made at 588.995, 393.366, 280.270, 766.490, 455.403, 407.771, 396.152, 220.353, 259.940, 324.754, 226.502, 257.610 and 202.548 nm respectively. The technique was found to be reproducible, accurate and sensitive. The coefficients of variation for replicate measurements were found to be in the range of 0.50 to 0.62, which were in good agreement with the generally accepted specifications for this technique (i.e., less than 1.0%). The detection limits were found to be of the order of 0.72, 0.84, 1.80, 1.02, 0.06, 0.39, 0.18, 0.60, 0.03, 0.06, 0.03, 0.00 and 0.06 mg/L respectively, while the limits of determination were found to be of the order of 2.40, 2.80, 6.00, 3.40, 0.20, 1.30, 0.60, 2.00, 0.10, 0.20, 0.10, 0.00 and 0.20 mg/L respectively. Percentage recoveries for the PDCA-CHCl₁ extraction method for Pb, Fe, Cu,

Cd, Mn and Zn were found to be 95.13, 96.96, 95.53, 97.73, 97.73 and 93.87 respectively. This ICP method was applied to the determination of these metals in some natural salt samples available in Thailand both before and after purification in order to select salt samples suitable for pharmaceutical purposes. Cr, As and Hg were also determined in the salt samples. Cr was determined by flame atomic absorption spectrophotometry, while As and Hg were determined by atomic absorption spectrophotometry, these two methods being based on hydride generation and cold vapour techniques respectively. From the metal contents found in the salt samples both before and after purification, it was concluded that the most suitable salt samples were RS38 and SS43 since they showed relatively low levels of impurity which could be reduced or eliminated by means of the appropriate purification procedure.