

Thesis Title	Development of Electroanalysis Incorporating Flow Systems for Determinations of Arsenic Phosphorus and Nitrogen Species and Chloride Cadmium Copper Lead and Zinc Ions	
Author	Mr. Jaron Junsomboon	
Degree	Doctor of Philosophy (Chemistry)	
Thesis Advisory Committee		
	Assoc. Prof. Dr. Jaron Jakmune	Chairperson
	Prof. Dr. Kate Grudpan	Member
	Assoc. Prof. Dr. Prasak Thavornytikarn	Member
	Asst. Prof. Dr. Somchai Lapanantnoppakhun	Member
	Dr. Ponlayuth Sooksamiti	Member

ABSTRACT

Electroanalytical procedures with some incorporating flow systems have been developed for determination of arsenic, phosphorus and nitrogen species, and chloride, cadmium, copper, lead and zinc ions. The developed methods provide better analytical performance such as good sensitivity and precision, low cost of instrumentation and operation, fast and convenient analyses and high degrees of automation.

A square wave cathodic stripping voltammetric procedure has been developed for determination of As(III) and As(V). It is based on electro-deposition of As(III) on a hanging mercury drop electrode (HMDE) as a copper-arsenic intermetallic compound, which is further reduced to arsine at a more negative potential in the stripping step. Deposition was performed in a solution of 1 M HCl with 10 mgL⁻¹ Cu(II), by applying a constant potential of -0.40 V vs Ag/AgCl to the HMDE for 60 s.

Stripping was carried out by applying a square wave waveform in the potential range -0.40 to -1.00 V. A voltammogram was obtained with peak potential at -0.78 V giving peak current linearly proportional to As(III) concentration up to $50 \mu\text{gL}^{-1}$ with a detection limit (DL) of $0.3 \mu\text{gL}^{-1}$ As(III) and 3.6% relative standard deviation (RSD) ($5 \mu\text{gL}^{-1}$ As(III), $n = 11$). As(V) was determined after reduction to As(III) by thiosulfate. It was applied to water, soil, ores leachate and ores digest samples. It was validated by HG-AAS and soil certified reference material (CRM). Recoveries (83-108%) were obtained for water samples. The method is simple, convenient and low reagent consumption.

Amperometric detection (Amp) incorporating flow injection (FI) for determination of orthophosphate has been developed by in-line formation of 12-molybdophosphate subsequently reduced electrochemically at a glassy carbon electrode. Standard/sample is injected into a stream of 0.1 M potassium chloride and then merged with a stream of 0.5 % w/v acidic molybdate solution. The electrical current due to the electrochemical reduction is proportional to concentration of phosphate continuously recorded as FI peak. Linear calibration graphs were obtained in ranges of $10\text{-}100 \mu\text{gL}^{-1}$, $0.1\text{-}1.0$, and $1.0\text{-}10.0 \text{mgL}^{-1}$ P- PO_4 with a DL of $3 \mu\text{gL}^{-1}$ P- PO_4 . 0.8% RSD was for both 0.5mgL^{-1} and 5mgL^{-1} P- PO_4 ($n=11$). A sample throughput of 60h^{-1} could be achieved. Validation was made with soil and water CRMs. It was successfully applied to soil and water samples. FI-Amp is superior to spectrophotometric one, in not suffering from interferences such as particulates and colored substances, and Schlieren's effect. It could tolerate to silicate up to 1000mgL^{-1} .

FI-Amp has been applied to a new extraction procedure, proposed for extracting of available phosphorus from soils, based on an off-line extraction column.

The column was fabricated from a 10 mL plastic syringe fitted at the bottom with a cotton wool and a piece of filter paper to support soil sample. An aliquot (50 mL) of extracting solution (0.05 M HCl + 0.0125 M H₂SO₄) was fed through the sample by gravity and the eluate was then analyzed for phosphorus by the FI-Amp. The results obtained were correlated well with those obtained by the conventional steady state standard extraction, but with slightly higher in extraction efficiency.

Another application of the FI-Amp involved the study on sequential leaching of phosphorus from soil with a newly developed -fully automated flow through micro-column fractionation system, with a three step extraction scheme using extractants of 1.0 M NH₄Cl, 0.1 M NaOH and 0.5 M HCl and another with a two step extraction scheme using extractants of 1.0 M NaOH and 1.0 M HCl, according to the scheme for fractionation of phosphorus associated with different geological phases. The developed system was successfully applied for fractionation of phosphorus in soil samples, validating by the analysis of CRM.

For incorporating with FI-Amp, development of in-line UV digestion system was made by converting dissolved organic phosphorus (DOP) to dissolved reactive phosphorus (DRP). This provides the possibility to determine DRP and DOP in natural waters.

Conductometric detection incorporating FI (FIC) with gas diffusion unit was developed for determination of ammonium. Different designs of conductometric flow cell and signal amplification unit were investigated in order to improve sensitivity of the system. A standard/sample solution is injected into the 2.0 M sodium hydroxide donor stream, which will convert ammonium to ammonia . The gas diffused through a teflon membrane to dissolve into an acceptor stream (water) leading to increase in

conductance of the solution as recorded as a FI peak. With a system operating at a room temperature, a linear calibration graph plotting between peak height vs ammonium concentration was obtained in a range up to $1.2 \text{ mgL}^{-1} \text{ N-NH}_4$ with DL of $0.05 \text{ mgL}^{-1} \text{ N-NH}_4$, 5.2 % RSD ($0.5 \text{ mgL}^{-1} \text{ N-NH}_4$, $n=11$) and a sample throughput of 60 h^{-1} . The proposed method was successfully applied to soil extract and surface water samples with validating by spectrophotometric standard method. The FIC consumes only small amounts of cheap chemicals. There was no interference from particulates and colored species. FIC was also applied to a new extraction procedure for available ammonium from soil employing plastic syringe as a column, based on an off-line extraction column. Extracting solution (2 M KCl) was fed through the sample by gravity and the eluate was analyzed for ammonium. The proposed extraction procedure used simple apparatus, and provided better extraction efficiency than the standard extraction procedure.

The FIC system was further developed for the determination of Kjeldahl nitrogen (or proteins). By digesting the sample employing to the Kjeldahl standard method and the digest is diluted and directly injected into a 4 M NaOH donor stream.

Linear calibration graphs were obtained for 10–100 and 1.0-10.0 $\text{mgL}^{-1} \text{ N-NH}_4$, with DLs of 1.0 and $0.2 \text{ mgL}^{-1} \text{ N-NH}_4$, and RSDs of 0.3 % and 1.7% ($n=11$, 50 and 5 $\text{mgL}^{-1} \text{ N-NH}_4$) respectively. It was applied to real samples of milk, chicken meat and rubber. Validation was made with the standard Kjeldahl distillation/titration methods.

Advantages include high sample throughput (35 h^{-1}) and much less amounts of chemicals consumption comparing to the standard method (275 mg vs 17.5 g of NaOH per analysis for milk and chicken meat and 275 mg vs 24 g of NaOH per analysis for rubber).

A simple home-made chloride ion selective electrode based on Ag/AgCl wire as a sensor, incorporating FI using three 3-way solenoid valves as an electric control injection device was developed for determination of water soluble chloride in admixtures and aggregates for cement. A sample solution or an extract is injected into a water carrier stream merging with 0.1 M KNO₃ stream and passes through a flow cell where the solution will be in contact with the sensor, producing a potential change recorded as a peak. A calibration graph was linear for 10–100 mgL⁻¹ with DL of 2 mgL⁻¹ and 1.0, 1.2 and 0.6% RSDs (n = 7; 20, 60 and 90 mgL⁻¹ chloride, respectively). Sample throughput of 60 h⁻¹ was achieved with the consumption of 1 mL each of electrolyte solution and water carrier. The developed method was validated by the British Standard methods.

An anodic stripping voltammetric method has been developed for determination of cadmium, lead, copper and zinc ions in acetic acid extract of glazed ceramic surfaces. An aliquot of 4% (v/v) acetic acid solution was kept in a ceramic ware for 24 h in the dark, then 10.00 mL of the extracted solution was placed in a voltammetric cell. The solution was purged with oxygen free nitrogen gas for 3 min before deposition of the metals was carried out by applying a constant potential of -1.20 V versus Ag/AgCl to the HMDE for 45 s. A square wave waveform was scanned from -1.20 to 0.15 V and a voltammogram was recorded. DLs of 0.25, 0.07, 2.7 and 0.5 µgL⁻¹ for cadmium, lead, copper and zinc, respectively, were obtained with RSDs of 2.8–3.6%. (n=11, 100 µgL⁻¹ each of all the metals) and with recoveries of 105–113%. The method was successfully applied to ceramic wares produced in Lampang province of Thailand. The proposed procedure is simpler, more convenient and more sensitive than the FAAS standard methods.

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์ การพัฒนาการวิเคราะห์ทางไฟฟ้าร่วมกับระบบการไหลสำหรับหาปริมาณ

สปีชีส์ของสารหนู ฟอสฟอรัส และไนโตรเจน และ ไอออนของคลอไรด์

แคดเมียม ทองแดง ตะกั่ว และสังกะสี

ผู้เขียน

นายจรูญ จันทร์สมบูรณ์

ปริญญา

วิทยาศาสตรดุษฎีบัณฑิต (เคมี)

คณะกรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์

รองศาสตราจารย์ ดร. จรูญ จักร์มณี

ประธานกรรมการ

ศาสตราจารย์ ดร. เกตุ กรุดพันธ์

กรรมการ

รองศาสตราจารย์ ดร. ประศักดิ์ ถาวรยุคิการต์

กรรมการ

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. สมชัย ลาภอนันต์นพคุณ

กรรมการ

ดร.พลยุทธ สุขสมิติ

กรรมการ

บทคัดย่อ

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

ได้พัฒนาวิธีการทางเคมีไฟฟ้าร่วมกับระบบการไหลสำหรับหาปริมาณสปีชีส์ของสารหนู

ฟอสฟอรัส และ ไนโตรเจน และ ไอออนของคลอไรด์ แคดเมียม ทองแดง ตะกั่ว และ สังกะสี วิธี

All rights reserved

ที่ได้พัฒนาขึ้นให้ประสิทธิภาพการวิเคราะห์ดีกว่าวิธีการวิเคราะห์แบบเดิม เช่น มีความไวและ

แม่นยำสูง ราคาเครื่องมือและค่าใช้จ่ายในการใช้งานต่ำ มีความรวดเร็วและสะดวกต่อการวิเคราะห์

และมีความเป็นอัตโนมัติสูง

ได้พัฒนาวิธีสแควร์เวฟแคโทดิกสตริปปีงโวลแทมเมตรี สำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณ อาร์ซีนีท์ และอาร์ซีนีท โดยอาศัยการรีดักชันของอาร์ซีนีท์และเกิดสารประกอบอินเตอร์เมทัล ลิกระหว่างทองแดงกับสารหนูบนขั้วปรอทแขวน ซึ่งจะถูกรีดิวซ์ต่อไปเป็นอาร์ซีนีในชั้นสตริปปีง โดยขั้นการเกาะติดจะทำในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ 1 โมลาร์ กรดไฮโดรคลอริก กับสารละลาย คอปเปอร์(II) เข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยให้ศักย์ไฟฟ้าคงที่ -0.40 โวลต์ที่ขั้วปรอทแขวน เมื่อ เทียบกับขั้วไฟฟ้าอ้างอิงซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์ เป็นเวลา 60 วินาที ในชั้นสตริปปีงให้ศักย์แบบ สแควร์เวฟในช่วง -0.40 ถึง -1.00 โวลต์ โดยโวลแทมโมแกรมเกิดพีคที่ศักย์ไฟฟ้า -0.78 โวลต์ ซึ่ง ให้กระแสสัมพันธ์เชิงเส้นตรงกับความเข้มข้นของอาร์ซีนิกถึง 50 ไมโครกรัมต่อลิตร โดยมี จิตจำกัดต่ำสุดในการตรวจวัดอาร์ซีนิก 0.3 ไมโครกรัมต่อลิตร และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ 3.6 เปอร์เซ็นต์ (ความเข้มข้นอาร์ซีนิก 5 ไมโครกรัมต่อลิตร, $n = 11$) การวิเคราะห์อาร์ซีนีท จะทำ โดยรีดิวซ์ให้เป็นอาร์ซีนีท์โดยใช้สารละลายไทโอซัลเฟต ได้ประยุกต์วิธีที่พัฒนาขึ้นนี้กับการ วิเคราะห์ตัวอย่าง น้ำ ดิน ตัวอย่างแร่ที่ถูกชะ และตัวอย่างแร่ที่ผ่านการย่อยสลาย โดยสอบเทียบ ความถูกต้องของผลการวิเคราะห์กับวิธีไฮโดรเจนเนอร์เรชันอะตอมมิกแอบซอร์ปชันสเปกโทร โฟโตเมตรี และการวิเคราะห์ดินมาตรฐานอ้างอิง โดยให้เปอร์เซ็นต์การคืนกลับเท่ากับ 83 - 108

สำหรับตัวอย่างน้ำ ซึ่งวิธีนี้ง่าย สะดวก และประหยัดสารเคมี

ได้พัฒนาวิธีแอมเพอโรเมตรีร่วมกับระบบโพลีอินเจคชัน สำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณ ออโรฟอสเฟต โดยอาศัยการเกิดปฏิกิริยาของ 12-โมลิบโดฟอสเฟตที่จะถูกรีดิวซ์ทางเคมีไฟฟ้าที่ขั้ว แกลสซีคาร์บอน โดยที่สารละลายมาตรฐานหรือตัวอย่างจะถูกฉีดเข้าไปในระบบที่มี 0.1 โมลาร์

โพแทสเซียมคลอไรด์เป็นกระแสตัวพาและจะถูกผสมกับสารละลาย 0.5 เปอร์เซ็นต์โมลิบเดทใน สภาวะกรด ซึ่งจะได้กระแสไฟฟ้าจากการเกิดปฏิกิริยารีดักชันแปรผันตามความเข้มข้นของ

ฟอสเฟตที่ฉีดเข้าไปและถูกบันทึกออกมาเป็นฟีด โดยให้กราฟมาตรฐานเป็นเส้นตรงอยู่ในช่วง 10-100 ไมโครกรัมต่อลิตร 0.1- 1.0 และ 1-10 มิลลิกรัมต่อลิตร มีขีดจำกัดต่ำสุดในการตรวจวัด 3 ไมโครกรัมต่อลิตร ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เท่ากับ 0.8 เปอร์เซ็นต์ (0.5 และ 5 มิลลิกรัมต่อลิตรฟอสเฟต, $n=11$) สามารถวิเคราะห์ได้ 60 ตัวอย่างต่อชั่วโมง ได้ทำการตรวจสอบความถูกต้อง โดยทำการวิเคราะห์สารมาตรฐานอ้างอิงของน้ำและดิน รวมทั้งนำไปประยุกต์ใช้วิเคราะห์ตัวอย่างดินและน้ำ ซึ่งการตรวจวัดด้วยวิธีแอมเพอโรเมตรีดีกว่าการตรวจวัดโดยวิธีสเปกโทรโฟโตเมตรี โดยที่จะไม่ถูกรบกวนจากความขุ่น และสีของสารละลายตัวอย่าง รวมทั้งผลของดัชนีหักเหของแสง (ซิลิเกตแอฟเฟค) และสามารถทนซิลิเกตได้ถึง 1000 มิลลิกรัมต่อลิตร

ได้ประยุกต์ใช้เทคนิคโพลีอิเล็กชันแอมเพอโรเมตรีร่วมกับวิธีใหม่ในการสกัดหาปริมาณฟอสฟอรัสที่เป็นประโยชน์ในตัวอย่างดิน โดยอาศัยการสกัดผ่านคอลัมน์ที่ใช้หลอดฉีดยาพลาสติกขนาด 10 มิลลิลิตรที่ใส่สำลีและกระดาษกรองก่อนบรรจุดินตัวอย่างลงไป โดยทำการผ่านสารสกัด (0.05 โมลาร์ กรดไฮโดรคลอริกผสมกับ 0.0125 โมลาร์กรดซัลฟูริก) ปริมาตร 50 มิลลิลิตรโดยอาศัยการไหลตามแรงโน้มถ่วงของโลก สารที่ถูกชะจะถูกนำไปวิเคราะห์หาปริมาณฟอสฟอรัสด้วยระบบโพลีอิเล็กชันแอมเพอโรเมตรี จากผลวิเคราะห์พบว่าวิธีการสกัดด้วยคอลัมน์ให้ผลดีและ

สอดคล้องกับการสกัดด้วยวิธีมาตรฐานแบบเดิม แต่ให้ประสิทธิภาพการสกัดที่สูงกว่า

ได้ประยุกต์ระบบโพลีอิเล็กชันแอมเพอโรเมตรีสำหรับศึกษาการชะของฟอสฟอรัสจากดิน ร่วมกับระบบอัตโนมัติที่พัฒนาขึ้นใหม่ที่อาศัยการไหลผ่านไมโครคอลัมน์ที่บรรจุดินไว้ โดยใช้สารสกัด 3 ชนิด คือ 1.0 โมลาร์ แอมโมเนียมคลอไรด์ 0.1 โมลาร์ โซเดียมไฮดรอกไซด์ และ 0.5

โมลาร์ กรดไฮโดรคลอริก หรือใช้สารสกัด 2 ชนิด คือ 1.0 โมลาร์ โซเดียมไฮดรอกไซด์ และ 1.0

โมลาร์ กรดไฮโดรคลอริก ซึ่งจะให้ปริมาณฟอสฟอรัสที่ถูกชะออกมาในลำดับต่าง ๆ ที่สัมพันธ์กับ

องค์ประกอบทางธรณีวิทยาของตัวอย่างดิน สามารถนำระบบที่พัฒนาขึ้นไปใช้หาปริมาณ
ฟอสฟอรัสที่เกี่ยวข้องในแต่ละส่วนของตัวอย่างดินได้ โดยสอบเทียบความถูกต้องโดยใช้ดิน
มาตรฐานอ้างอิง

ได้พัฒนาระบบการย่อยตัวอย่างด้วยแสงอัลตราไวโอเลตร่วมกับระบบโพลินเจกชัน
แอมเพอโรเมตรี สำหรับเปลี่ยนฟอสฟอรัสที่ละลายได้ในรูปสารอินทรีย์เป็นฟอสฟอรัสในรูป
สารอนินทรีย์ โดยสามารถนำไปหาปริมาณฟอสฟอรัสละลายในรูปสารอินทรีย์ และฟอสฟอรัส
ละลายในรูปสารอนินทรีย์ ในตัวอย่างน้ำธรรมชาติได้

ได้พัฒนาระบบโพลินเจกชันที่อาศัยการตรวจวัดความนำไฟฟ้าร่วมกับหน่วยแพร่ผ่าน
แก๊ส สำหรับการหาปริมาณแอมโมเนียม โดยได้ออกแบบโพลเซลล์สำหรับวัดความนำไฟฟ้าและ
ระบบวงจรขยายสัญญาณเพื่อเพิ่มความไวในการตรวจวัด โดยสารละลายมาตรฐาน หรือ สาร
ตัวอย่าง ถูกฉีดเข้าไปในสารละลายตัวให้ 2 โมลาร์ โซเดียมไฮดรอกไซด์ซึ่งจะเปลี่ยนแอมโมเนียม
ไปเป็นแก๊สแอมโมเนีย โดยหน่วยแพร่ผ่านแก๊สจะช่วยแยกแก๊สแอมโมเนียออกจากสารละลาย
ตัวให้แพร่ผ่านเยื่อเทปลอนและละลายลงมาในสารละลายตัวรับ (น้ำ) ทำให้ค่าความนำไฟฟ้าของ
สารละลายตัวรับเพิ่มขึ้นซึ่งจะถูกบันทึกออกมาเป็นพีค โดยใช้ระบบการวิเคราะห์ที่อุณหภูมิห้อง จะ

ได้กราฟมาตรฐานที่เขียนระหว่างความสูงพีคกับความเข้มข้นแอมโมเนียมเป็นช่วงเส้นตรงจนถึง
1.2 มิลลิกรัมต่อลิตร ในโตรเจน-แอมโมเนียม โดยมีขีดจำกัดต่ำสุดในการตรวจวัด 0.05 มิลลิกรัม
ต่อลิตร ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เท่ากับ 5.2 เปอร์เซ็นต์ (0.5 มิลลิกรัมต่อลิตร ในโตรเจน-
แอมโมเนียม, n=11) และสามารถวิเคราะห์ตัวอย่างได้ 60 ตัวอย่างต่อชั่วโมง วิธีที่พัฒนาขึ้น

สามารถนำไปประยุกต์ในการวิเคราะห์สารละลายจากการสกัดตัวอย่างดิน และน้ำผิวดิน โดยเทียบ
กับวิธีมาตรฐานสเปกโทรโฟโตเมตรี โดยระบบนี้ประหยัดสารเคมี และไม่มีการรบกวนจากสาร

แวนลอย และสีของตัวอย่าง รวมทั้งได้ประยุกต์ใช้ระบบโพลีอินเจกชันคอนดักโตเมตรีดังกล่าวนี้ ร่วมกับวิธีใหม่ในการสกัดหาปริมาณแอมโมเนียมที่เป็นประโยชน์ในตัวอย่างดินโดยใช้การสกัดผ่านคอลัมน์ที่ทำจากหลอดฉีดพลาสติก โดยทำการผ่านสารสำหรับสกัด (2 โมลาร์ โพแทสเซียมคลอไรด์) ให้ไหลผ่านดินตามแรงโน้มถ่วงของโลก จากนั้นนำสารละลายที่ถูกสกัดออกไปวิเคราะห์หาปริมาณแอมโมเนียม วิธีการสกัดนี้ใช้เครื่องมือที่ง่ายและให้ประสิทธิภาพในการสกัดที่ดีกว่าวิธีการสกัดแบบมาตรฐาน

ได้พัฒนาระบบโพลีอินเจกชันคอนดักโตเมตรี สำหรับหาปริมาณเจ็ดธาตุไนโตรเจน (หรือโปรตีน) โดยทำการย่อยตัวอย่างตามวิธีมาตรฐานเจ็ดธาตุ และเจือจางตัวอย่าง ก่อนทำการฉีดสารละลายโดยตรงเข้าสู่ระบบสารละลายตัวให้ 4 โมลาร์ โซเดียมไฮดรอกไซด์ ได้ช่วงกราฟเป็นเส้นตรงในช่วง 10 -100 และ 1.0 – 10.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ในโตรเจน-แอมโมเนียม ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เท่ากับ 0.3 และ 1.7 เปอร์เซ็นต์ (50 และ 5 มิลลิกรัมต่อลิตร ในโตรเจน-แอมโมเนียม, n=11) ตามลำดับ ได้ใช้วิธีที่พัฒนาขึ้นเทียบกับวิธีมาตรฐานเจ็ดธาตุสำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณโปรตีนในตัวอย่าง นม เนื้อไก่ และยาง วิธีที่พัฒนาขึ้นสามารถวิเคราะห์ตัวอย่างได้ 35 ตัวอย่างต่อชั่วโมง และประหยัดสารเคมีกว่าวิธีมาตรฐาน (275 มิลลิกรัม ต่อ 17.5 กรัม

โซเดียมไฮดรอกไซด์ ต่อการวิเคราะห์ตัวอย่างนม และเนื้อไก่ 1 ตัวอย่าง และ 275 มิลลิกรัม ต่อ 24 กรัม โซเดียมไฮดรอกไซด์ ต่อการวิเคราะห์ตัวอย่างยาง 1 ตัวอย่าง)

ได้พัฒนาวิธีวิเคราะห์หาปริมาณคลอไรด์ในน้ำยาผสมและมวลรวมสำหรับซีเมนต์ โดยใช้ระบบโพลีอินเจกชันอย่างง่ายที่ใช้โซลินอยด์วาล์วสามทางที่ควบคุมด้วยไฟฟ้าเป็นส่วนใหญ่

ร่วมกับข้อไฟฟ้าเลือกจำเพาะคลอไรด์ไอออนที่สามารถสร้างได้อย่างง่ายจากหลอดเงิน โดยสาร

ตัวอย่างที่เป็นของเหลวหรือสารละลายที่ได้จากการสกัดตัวอย่างของแข็งจะถูกฉีดเข้าสู่กระแสตัว

พาที่เป็นน้ำซึ่งจะไหลไปรวมกับสารละลาย 0.1 โมลาร์ โพแทสเซียมไนเตรต และไหลผ่านเข้าไปยัง ส่วนที่ตรวจวัด ซึ่งเมื่อสารละลายสัมผัสกับตัวเซ็นเซอร์จะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงศักย์ไฟฟ้าและ ถูกบันทึกออกมาเป็นพีค สามารถสร้างกราฟมาตรฐานในช่วง 10 - 100 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยมี จิตจำกัดต่ำสุดในการตรวจวัด 2 มิลลิกรัมต่อลิตร และค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เท่ากับ 1.0, 1.2 และ 0.6 เปอร์เซ็นต์ (20, 60 และ 90 มิลลิกรัมต่อลิตร กลอไรด์, $n=7$) ตามลำดับ สามารถวิเคราะห์ ได้ 60 ตัวอย่างต่อชั่วโมง โดยใช้สารละลายอิเล็กโทรไลต์และน้ำที่เป็นกระแสตัวพาอย่างละ 1 มิลลิลิตรต่อการวิเคราะห์ 1 ตัวอย่าง วิธีที่พัฒนาขึ้นมีความถูกต้องเทียบเท่ากับวิธีมาตรฐานอังกฤษ ได้พัฒนาวิธีแอนโอดิกสตริปปีงโวลแทมเมตรีสำหรับวิเคราะห์หาปริมาณ แคดเมียม ตะกั่ว ทองแดง สังกะสี ไอออน ในสารสกัดกรดอะซีติกของภาชนะเคลือบเซรามิก โดยทำการเติม สารละลายกรดอะซีติกเข้มข้น 4 เปอร์เซ็นต์ ปริมาณ 1 ใน 4 ส่วนของภาชนะเซรามิก เก็บไว้ในที่มีด เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำสารละลายที่สกัดได้ ปริมาณ 10 มิลลิลิตรใส่ในโวลแทมเมตริกเซลล์ ทำการไล่ออกซิเจนในสารละลายด้วยแก๊สไนโตรเจนเป็นเวลา 3 นาทีก่อนขึ้นตอนการเกาะติดด้วย ไฟฟ้าของโลหะ โดยการให้ศักย์ไฟฟ้าคงที่ -1.20 โวลต์ โดยเทียบกับขั้วไฟฟ้าอ้างอิง ซิลเวอร์/ซิล เวอร์คลอไรด์ ที่ขั้วปรอทแขวน เป็นเวลา 45 วินาที จากนั้นทำการสแกนแบบสแควร์เวฟจาก ศักย์ไฟฟ้า -1.20 ถึง 0.15 โวลต์ และบันทึกโวลแทมโมแกรม ให้จิตจำกัดต่ำสุดในการตรวจวัด 0.25, 0.07, 2.7 และ 0.5 ไมโครกรัมต่อลิตร สำหรับ แคดเมียม ตะกั่ว ทองแดง และ สังกะสี ตามลำดับ ค่า เบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์อยู่ในช่วง 2.8 - 3.6 เปอร์เซ็นต์ ($n=11$, ความเข้มข้นของโลหะแต่ละ ชนิด 100 ไมโครกรัมต่อลิตร) เปอร์เซ็นต์การคืนกลับอยู่ในช่วง 105 - 113 วิธีที่พัฒนาขึ้นสามารถ นำไปประยุกต์ใช้ในตัวอย่างผลิตภัณฑ์เซรามิกที่ผลิตในจังหวัดลำปาง ประเทศไทย โดยวิธีที่เสนอ

ขึ้นง่าย สะดวก และมีความไวในการวิเคราะห์มากกว่าวิธีมาตรฐานที่ใช้เทคนิคเฟลมอะตอมมิก

แอปซอพชั่น



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved