

Thesis Title	Performance Improvement of Anodic Stripping Voltammetric Technique Using Bismuth Film Working Electrode in Flow System for Determination of Cadmium and Lead
Author	Miss Wanita Powsakul
Degree	Master of Science (Chemistry)
Thesis Advisor	Assoc. Prof. Dr. Jaroon Jakmune

ABSTRACT

Heavy metals such as cadmium and lead are found naturally in small quantities in air, water and soil. They are well known metals seriously affecting on health. Therefore, quantitative determination of cadmium and lead is the great importance for quality of environmental and also health assessment.

In this work, an in-line preparation of in situ plated bismuth film on glassy carbon electrode was developed for anodic stripping voltammetric determination of cadmium and lead. This electrode is more environmentally friendly than the commonly used mercury working electrode. Bismuth film electrode should be conveniently used in flow system, thus improving analytical performance of metal analysis by voltammetry. In the developed system, standard or sample solution was mixed on-line with Bi(III) plating solution before entering a voltammetric cell. Then, the deposition of the metals was carried out by applying a constant potential of -1.50 V versus Ag/AgCl to the working electrode. Next, a square wave waveform was scanned from -1.50 to 0.60 V and a voltammogram was recorded. Finally, the peak

currents obtained were plotted against metal concentrations yielding a linear calibration graph.

Under the optimum condition, the linear ranges were 2 – 40 $\mu\text{g/L}$ for both cadmium and lead. Relative standard deviations were in the ranges of 0.76-1.57% for 11-replicate injections of 5, 20 and 40 $\mu\text{g/L}$ of both Cd(II) and Pb(II). The method had percentage recoveries for the determination of those metals in ranges of 104.9 –115.3 for Cd(II) and 106.0 –119.5 for Pb(II). A sample throughput was 13 h^{-1} and detection limits were 0.89 and 0.59 $\mu\text{g/L}$ for Cd and Pb, respectively. This system was validated by ICP-OES method and successfully applied for the determination of cadmium and lead in real water samples. The proposed method provided high sensitivity and convenient operation for the determination of cadmium and lead at trace level.

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์	การเพิ่มสมรรถภาพของเทคนิคแอนโอดิกสทริปปิงโวลแทมเมตรีที่ใช้ขั้วไฟฟ้าทำงานชนิดฟิล์มบิสมัทในระบบการไหลสำหรับการหาปริมาณของแคดเมียมและตะกั่ว
ผู้เขียน	นางสาววนิดา ปาวสกุล
ปริญญา	วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (เคมี)
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์	รองศาสตราจารย์ ดร.จรรยา จักรมูณี

บทคัดย่อ

โลหะหนัก เช่น แคดเมียมและตะกั่วจะพบตามธรรมชาติในปริมาณน้อยในอากาศน้ำและดิน โลหะหนักดังกล่าวเป็นที่รู้จักกันว่าส่งผลกระทบต่อสุขภาพอย่างร้ายแรง ดังนั้นการหาปริมาณของแคดเมียมและตะกั่ว จึงมีความสำคัญอย่างยิ่งสำหรับการควบคุมคุณภาพสิ่งแวดล้อมและการตรวจประเมินด้านสุขภาพ

ในงานวิจัยนี้ได้พัฒนาวิธีการเตรียมขั้วบิสมัทในท่อแบบ อิน- ลิทู บนขั้วแคลสซิคาร์บอนเพื่อใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณแคดเมียมและตะกั่วด้วยเทคนิคแอนโอดิก สทริปปิงโวลแทมเมตรี ขั้วนี้มีความเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมมากกว่าขั้วปรอทที่นิยมใช้กัน ขั้วฟิล์มบิสมัทใช้งานได้สะดวกในระบบการไหลซึ่งช่วยเพิ่มประสิทธิภาพการวิเคราะห์โลหะโดยโวลแทมเมตรี ในระบบที่พัฒนาขึ้น สารละลายมาตรฐานหรือสารละลายตัวอย่างถูกผสมในท่อกับสารละลายบิสมัทก่อนเข้าโวลแทมเมตริกเซลล์ หลังจากนั้นการสะสมของโลหะถูกดำเนินโดยการให้ศักย์ไฟฟ้าคงที่ที่ -1.50 โวลต์ เทียบกับขั้ว Ag/AgCl แก่ขั้วทำงาน จากนั้นทำการสแกนศักย์แบบ สแควร์เวฟ จาก -1.50 ถึง 0.60 โวลต์ พร้อมทำการบันทึกโวลแทมโมแกรม ในที่สุดจะทำการพล็อตกระแสของฟลักซ์ที่เกิดขึ้นเทียบกับความเข้มข้นของโลหะได้เป็นกราฟมาตรฐานที่เป็นเส้นตรง

ภายใต้สภาวะที่เหมาะสมที่ได้จากการทดลองได้กราฟที่เป็นเส้นตรงในช่วง 2 ถึง 40 ไมโครกรัมต่อลิตรสำหรับทั้งแคดเมียมและตะกั่ว ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์อยู่ในช่วง 0.76 ถึง

1.57 เปอร์เซ็นต์สำหรับการฉีดซ้ำ 11 ครั้งของ 5, 20 และ 40 ไมโครกรัมต่อลิตรทั้งแคดเมียมและตะกั่ว วิธีนี้ให้ค่าร้อยละการกลับคืนของการวิเคราะห์โลหะที่ช่วง 104.9 ถึง 115.3 สำหรับแคดเมียมและ 106.0 ถึง 119.5 สำหรับตะกั่ว สามารถวิเคราะห์สารตัวอย่างได้ 13 ครั้งต่อชั่วโมง ซึ่ดจำกัดการตรวจวัดได้ที่ 0.89 และ 0.59 ไมโครกรัมต่อลิตรสำหรับแคดเมียมและตะกั่วตามลำดับ ความถูกต้องของระบบนี้มีการตรวจสอบด้วยเทคนิคอินดักทีฟลิปเปิลพลาสมาออฟติคอลอิมิสชันสเปกโทรเมตรี และประสบความสำเร็จสำหรับการหาปริมาณแคดเมียมและตะกั่วในตัวอย่างน้ำ วิธีที่พัฒนาขึ้นนี้ให้ความไวในการตรวจวัดและมีความสะดวกในการวิเคราะห์หาปริมาณแคดเมียมและตะกั่วในระดับต่ำมาก

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved