

ดิฟเฟอเรนซ์ซีลพัลส์แอนโอดิกสตริปปิงโวลแทมเมตรีสำหรับการวิเคราะห์ตะกั่ว
แคดเมียมและสังกะสีบนขั้วไฟฟ้าไส้ดินสอดำ
Differential pulse anodic stripping voltammetry for Lead(II) Cadmium(II)
and Zinc(II) analysis on a low cost pencil carbon electrode

อัญชญา ปรีชาวรพันธ์^{1,*}, ประกรณ์ เลิศสุวรรณไพศาล¹ และธานีรินทร์ แต่งกวารัมย์²
Anchana Preechaworapun^{1,*}, Pragorn Lertsuwunpisa¹ and Tanin Tangkuaram²

¹โปรแกรมวิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยราชภัฏพิบูลสงคราม

²โปรแกรมวิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้

¹Chemistry Program, Faculty of Science and Technology, Pibulsongkram Rajabhat University

²Chemistry Program, Faculty of Science, Maejo University

บทคัดย่อ

การตรวจวัดไอออนโลหะหนักของตะกั่ว แคดเมียมและสังกะสีพร้อมกันบนขั้วไฟฟ้าแกลสคาร์บอนเทียบกับขั้วไฟฟ้าไส้ดินสอดำโดยใช้เทคนิคดิฟเฟอเรนซ์ซีลพัลส์แอนโอดิกสตริปปิงโวลแทมเมตรี โดยหาสภาวะที่เหมาะสมจากการเลือกชนิดและ pH ของอิเล็กโทรไลต์ที่เหมาะสม และเปรียบเทียบระหว่างการให้ศักย์ไฟฟ้าและไม่ให้ศักย์ไฟฟ้าเพื่อเพิ่มความเข้มข้นของไอออนโลหะหนักก่อนการตรวจวัดด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนซ์ซีลพัลส์โวลแทมเมตรี ผลการทดลองแสดงให้เห็นอย่างชัดเจนว่าขั้วไฟฟ้าไส้ดินสอดำให้สัญญาณกระแสออกซิเดชันในการวิเคราะห์ไอออนโลหะหนักทั้ง 3 ที่สูงโดยจะปรากฏที่ศักย์ไฟฟ้าออกซิเดชันที่ต่างกันคือ -0.50 -0.73 และ -1.05 โวลต์ตามลำดับ ช่วงของความเข้มข้นที่เป็นเส้นตรงอยู่ที่ 320 ถึง 6,580 ppb สำหรับไอออนตะกั่ว 320 ถึง 5,590 ppb สำหรับไอออนแคดเมียม และ 2,000 ถึง 6,200 ppb สำหรับไอออนสังกะสี

คำสำคัญ: ไอออนแคดเมียม, ไอออนตะกั่ว, ไอออนสังกะสี, ดิฟเฟอเรนซ์ซีลพัลส์แอนโอดิกสตริปปิงโวลแทมเมตรี, ขั้วไฟฟ้าคาร์บอนไส้ดินสอดำ

Abstract

The simultaneous detection of the heavy metals lead (Pb^{2+}), cadmium (Cd^{2+}), and zinc (Zn^{2+}) via differential pulse anodic stripping voltammetry (DPASV) on glassy carbon compared to pencil carbon electrode. The influences of the type and pH value of the electrolyte, and comparison of deposition and undeposition potential for pre-concentration heavy metals for the response of the DPASV detection were optimized. The results clearly show that pencil carbon electrode provided reliable analysis for Pb^{2+} , Cd^{2+} , and Zn^{2+} highly oxidation current by the difference oxidation potential occurs at -0.50, -0.73 and -1.05 V, respectively. The linear ranges were for 320 - 6,580 ppb Pb^{2+} , 320 - 5,590 ppb for Cd^{2+} , and 2,000-6,200 ppb for Zn^{2+} .

Keywords: Cadmium(II), Lead(II), Zinc(II), differential pulse anodic stripping voltammetry, pencil carbon Electrode

Article history: Received 4 April 2016, Accepted 2 August 2016

*Corresponding author; e-mail: anchanaaph@yahoo.com

1. บทนำ

เป็นที่ทราบกันดีว่าโลหะหนักเป็นพิษต่อมนุษย์และสิ่งแวดล้อมการปนเปื้อนของโลหะหนักในสิ่งแวดล้อมจัดได้ว่าเป็นสิ่งที่ใกล้ตัวเรามาก สาเหตุของการปนเปื้อนของโลหะหนักในอาหารมาจากธรรมชาติ จากของเสียทางอุตสาหกรรม โลหะที่ออกสู่สิ่งแวดล้อมจะมีทั้งเป็นก๊าซ ของเหลว และของแข็งโลหะบางชนิดเป็นโลหะที่ร่างกายต้องการเพื่อการเจริญเติบโต อย่างไรก็ตามหากได้รับมากเกินไปทำให้เกิดพิษได้ บางชนิดสะสมอยู่ในร่างกายได้นาน บางชนิดร่างกายจะขับถ่ายได้เร็วทำให้ยากที่จะแบ่งประเภทโลหะทุกชนิดได้อย่างชัดเจนว่าเป็นสารปนเปื้อนอาหารหรือไม่ โลหะหนักที่สนใจกันทั่วไปและนักวิชาการหลายประเทศกำลังศึกษาด้านพิษวิทยา ได้แก่ ตะกั่วปรอท แคดเมียม ดีบุก สารหนู สังกะสี และเหล็กดังนั้นการตรวจวัดและวิเคราะห์โลหะหนักที่ระดับความเข้มข้นต่ำ แม่นยำ และต้นทุนในการวิเคราะห์ถูก จึงเป็นหัวใจต่อการวิเคราะห์เชิงปริมาณ เพื่อเฝ้าระวังปัญหาจากการปนเปื้อนของโลหะหนักที่จะมีผลกระทบต่อมนุษย์และสิ่งแวดล้อม

จากการสืบค้นข้อมูลพบว่า การวิเคราะห์โลหะหนักเป็นที่สนใจกับนักวิจัยมาก โดยเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโกปี (atomic absorption spectrometry; AAS) [1], อินดักทีฟพลาสมา-อะตอมมิกอิมิซชันสเปกโทรเมตรี (inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry; ICP-AES) [2, 3], อินดักทีฟพลาสมา-ออปติคัลอิมิซชันสเปกโทรเมตรี (inductively coupled plasma-optical emission spectrometry; ICP-OES) [3] ซึ่งเป็นวิธีการวิเคราะห์การดูดกลืนแสง และการปล่อยแสงของอะตอมโลหะอิสระตามลำดับอีกแนวทางหนึ่งของการวิเคราะห์โลหะหนักคือการใช้เทคนิคทางเคมีไฟฟ้าซึ่งเป็นเทคนิคที่ต้นทุนในการวิเคราะห์ต่ำ เนื่องจากไม่ต้องมีการเตรียมสารก่อนการวิเคราะห์ หรือมีขั้นตอนที่ไม่ยุ่งยากและซับซ้อน และมีความไวในการตรวจวัดสูง [4 - 8] เทคนิคทางเคมีไฟฟ้าที่พบในการวิเคราะห์โลหะหนักส่วนใหญ่จะเป็นแอนดิกสตรippingทางเคมีไฟฟ้า (electrochemical anodic stripping analysis) เป็นเทคนิคที่ให้ศักย์ไฟฟ้าคงที่ที่เหมาะสมสำหรับให้โลหะหนักเกิดปฏิกิริยารีดักชันติดที่บริเวณผิวหน้าขั้วไฟฟ้าเพื่อเพิ่มความเข้มข้นของโลหะหนักก่อนการวิเคราะห์ จากนั้นจะใช้เทคนิคทางเคมีไฟฟ้าในการตรวจวัดปฏิกิริยาออกซิเดชัน ซึ่งได้แก่ เทคนิคสแควเวฟ โวลแทมเมตรี และเฟอร์เรนท์ซีเกลพัลส์โวลแทมเมตรี เป็นต้น เมื่อรวมทั้งสองเทคนิคในการวิเคราะห์คือ แอนดิกสตรipping และเทคนิคการตรวจวัดสามารถเรียกได้เป็นเทคนิคสแควเวฟแอนดิกสตรippingโวลแทมเมตรี [4, 8 - 10] และเฟอร์เรนท์ซีเกลพัลส์แอนดิก

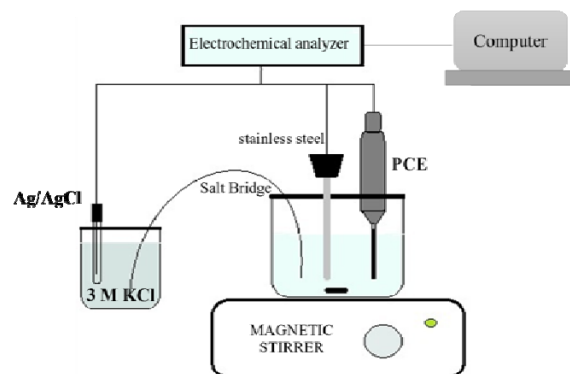
สตรippingโวลแทมเมตรี [11, 12] เป็นต้น จากการสืบค้นข้อมูลนักวิจัยได้วิเคราะห์โลหะหลายตัวพร้อมกันโดยการตัดแปรขั้วไฟฟ้าซึ่งมีขั้นตอนเพิ่มขึ้นก่อนการตรวจวัดโลหะหนัก ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงพัฒนาเทคนิคในการวิเคราะห์ที่ง่ายต่อการวิเคราะห์โลหะหนักตะกั่ว แคดเมียม และสังกะสีในการตรวจวัดเพียงครั้งเดียวโดยใช้ขั้วไฟฟ้าไส้ดินสอดที่ประยุกต์ขึ้น ซึ่งจัดได้ว่าเป็นขั้วไฟฟ้าที่หาซื้อได้ง่ายและมีต้นทุนในการผลิตต่ำ

2. วัตถุประสงค์ของการวิจัย

เพื่อสร้างเซนเซอร์สำหรับตรวจวัดไอออนของโลหะหนักตะกั่ว แคดเมียม และสังกะสีที่สามารถวิเคราะห์เพียงครั้งเดียวได้พร้อมกันบนขั้วไฟฟ้าไส้ดินสอด

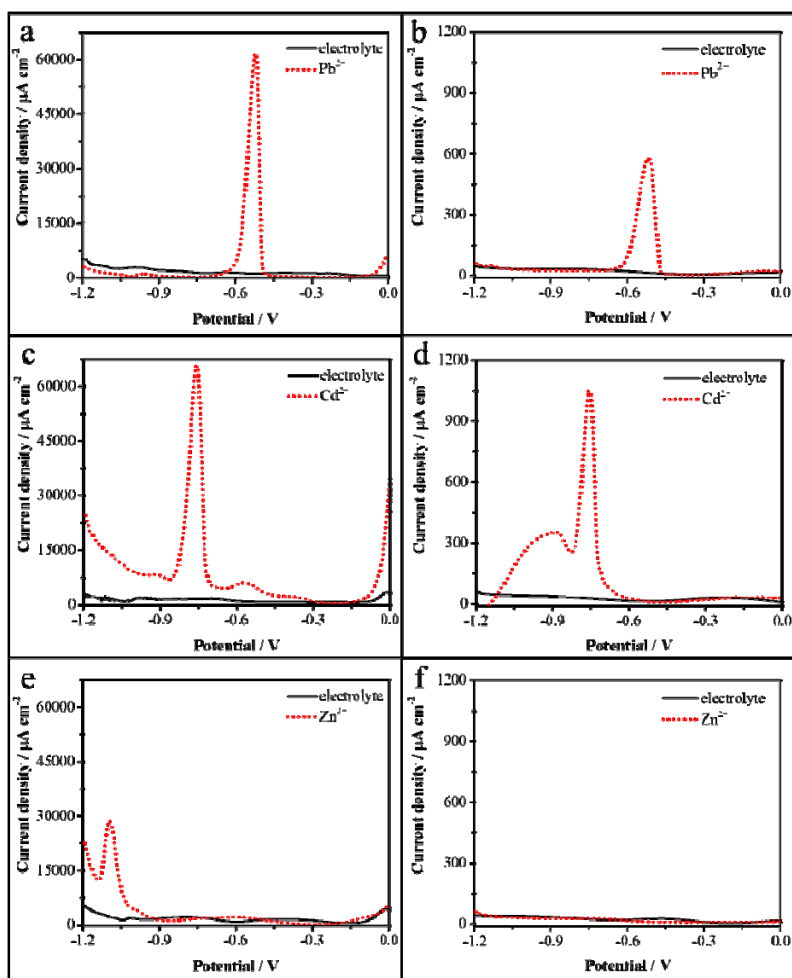
3. วิธีดำเนินการวิจัย

เครื่องมือและอุปกรณ์ เครื่องวิเคราะห์ด้วยเคมีไฟฟ้า (Electrochemical Analyzer): รุ่น CHI 1230A (CH Instruments, Inc.) และเครื่องกวนสารด้วยแม่เหล็กไฟฟ้า (magnetic stirrer) ขั้วไฟฟ้าทำงานแกลสสิคาร์บอน (เส้นผ่านศูนย์กลาง 3 mm; CH Instruments, Inc.) และขั้วไฟฟ้าไส้ดินสอด(เส้นผ่านศูนย์กลาง 0.5 mm สูง 6 mm ชนิด 2B) ขั้วไฟฟ้าอ้างอิงซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์ (3 M KCl) และขั้วไฟฟ้าช่วยเป็นสแตนเลสสตีล การติดตั้งเซลล์เคมีไฟฟ้าได้ดังรูปภาพที่ 1 ขั้วไฟฟ้าไส้ดินสอดเชื่อมต่อกับขั้วดินสอดกักที่ทำด้วยโลหะสามารถนำไฟฟ้าได้

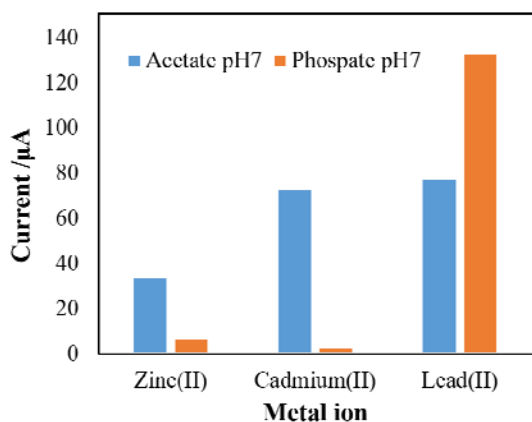


รูปภาพที่ 1 องค์ประกอบเซลล์เคมีไฟฟ้าสำหรับงานวิจัย

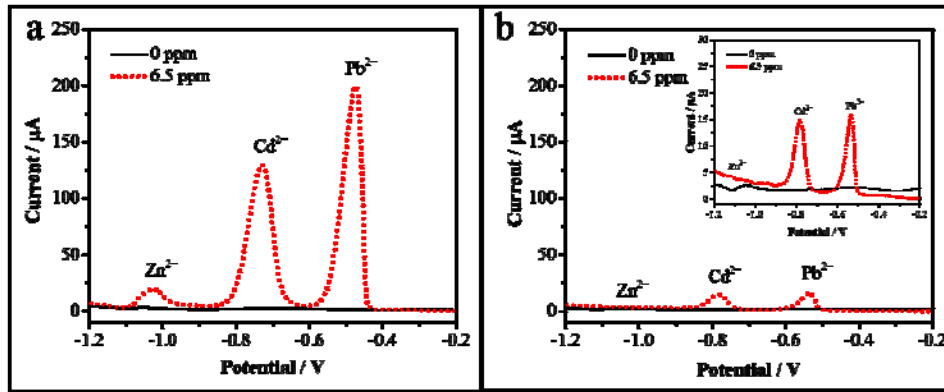
สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง น้ำปราศจากไอออน (DI water) ผลิตจากเครื่อง Milli-Q สารละลายมาตรฐานแคดเมียม ความเข้มข้น 1000 mg/L จากบริษัท Loba Chemie สารละลายมาตรฐานตะกั่วความเข้มข้น 1000 mg/L จากบริษัท Ajax Finechem และสารละลายมาตรฐานสังกะสีความเข้มข้น 1000 mg/L จากบริษัท Ajax Finechem



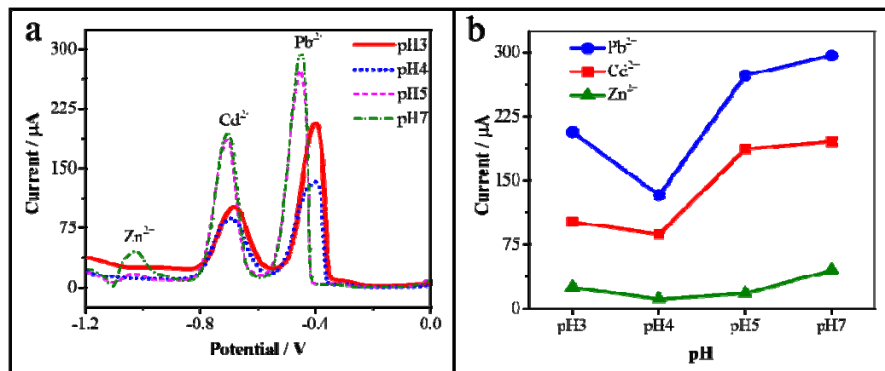
รูปภาพที่ 2 ดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โวลแทมโมแกรมการตรวจวัดความเข้มข้น 15 ppm ของ Pb^{2+} บนขั้วไฟฟ้าทำงาน a เป็นไส้ดินสอดและ b เป็นแกลสสิคาร์บอน การตรวจวัดความเข้มข้น 15 ppm ของ Cd^{2+} บนขั้วไฟฟ้าทำงาน c เป็นไส้ดินสอดและ d เป็นแกลสสิคาร์บอนและการตรวจวัดความเข้มข้น 15 ppm ของ Zn^{2+} บนขั้วไฟฟ้าทำงาน e เป็นไส้ดินสอดและ f เป็นแกลสสิคาร์บอนในสารละลายอิเล็กโทรไลต์อะซิเตตบัฟเฟอร์ (pH 7)



รูปภาพที่ 3 กราฟแท่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความสูงของกระแสออกซิเดชันในการตรวจวัดโลหะผสม Pb^{2+} Cd^{2+} และ Zn^{2+} ความเข้มข้น 15 ppm ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ต่างกันระหว่างอะซิเตตบัฟเฟอร์ (pH 7) และฟอสเฟตบัฟเฟอร์ (pH 7) บนขั้วไฟฟ้าไส้ดินสอดที่ตรวจวัดด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์โวลแทมโมแกรม



รูปภาพที่ 4 โวลแทมโมแกรมสารละลายไอออนโลหะหนักผสมความเข้มข้น 6.5 ppm ของ Pb^{2+} Cd^{2+} และ Zn^{2+} ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ 0.1 M อะซิเตตบัฟเฟอร์ที่ pH 7 ตรวจสอบด้วยขั้วไฟฟ้าคาร์บอนไส้ดินสอดด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี โดย (a) ให้ศักย์ไฟฟ้า และ (b) ไม่ให้ศักย์ไฟฟ้าสำหรับเพิ่มความเข้มข้นบนขั้วไฟฟ้าด้วยปฏิกิริยารีดักชันของโลหะหนักที่ศักย์ไฟฟ้า -1.2 V เป็นเวลา 60 s



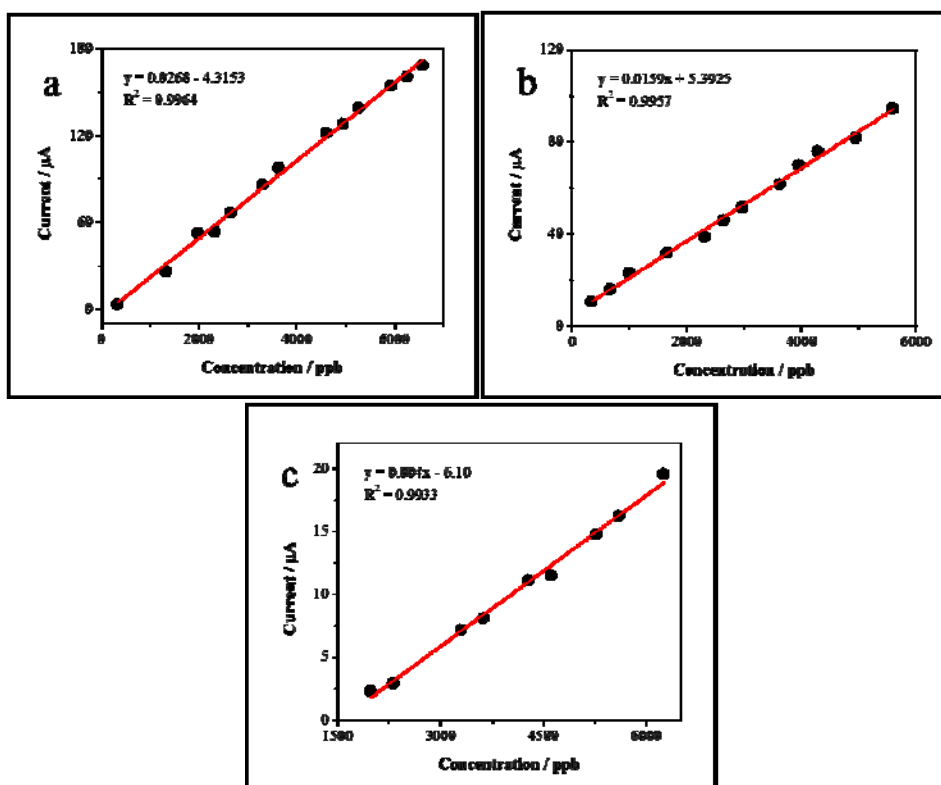
รูปภาพที่ 5 โวลแทมโมแกรมสารละลายไอออนโลหะหนักผสมความเข้มข้น 13 ppm ของ Pb^{2+} Cd^{2+} และ Zn^{2+} ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ 0.1 M อะซิเตตบัฟเฟอร์ที่ pH 3 4 5 และ 7 ตรวจสอบด้วยขั้วไฟฟ้าคาร์บอนไส้ดินสอดด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลสแควร์เวฟโวลแทมเมตรี โดยให้ศักย์ไฟฟ้า -1.2 V เป็นเวลา 60 s

การตรวจวัดทางเคมีไฟฟ้าด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลสแควร์เวฟโวลแทมเมตรีต่อเซลล์เคมีไฟฟ้าในระบบ 3 ขั้วดังรูปภาพที่ 1 ในสารละลายไอออนโลหะหนักโดยใช้สารละลายอิเล็กโทรไลต์ความเข้มข้น 0.1 M ปริมาตร 2 mL จากนั้นเชื่อมต่อกับเครื่อง Electrochemical Analyzer ทำการตั้งพารามิเตอร์ในการตรวจวัดด้วยเทคนิคDPV ดังนี้ Init E = -1.2 V Final E = 0.0 V Incr E = 0.004 V Amplitude = 0.05 V Pluse Width = 0.05 s Sample Width = 0.01667 s Pulse Period = 0.2 s และ Quiet Time (sec) = 10 s

4. ผลการวิจัย

งานวิจัยนี้เป็นการวิเคราะห์ไอออนโลหะหนัก 3 ชนิดด้วยเทคนิคทางเคมีไฟฟ้าซึ่งประกอบด้วย การตรวจวัดไอออนของตะกั่วแคดเมียมและสังกะสีในงานวิจัยเริ่มต้นด้วยการ

เลือกขั้วไฟฟ้าสำหรับเป็นขั้วไฟฟ้าทำงานระหว่างแกลสสิคาร์บอน (ขั้วไฟฟ้าสำเร็จรูป) เทียบกับขั้วไฟฟ้าไส้ดินสอด (ประยุกต์เพื่อเป็นขั้วไฟฟ้าใช้ในห้องปฏิบัติการ) เพื่อใช้สำหรับการตรวจวัดไอออนโลหะหนักตะกั่วแคดเมียมและสังกะสีที่ความเข้มข้น 15 ppm โดยใช้เทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลสแควร์เวฟโวลแทมเมตรีจากผลการวิจัยได้ผลดังรูปภาพที่ 2 ซึ่งพื้นที่ของขั้วไฟฟ้าทั้งสองไม่เท่ากันดังนั้นจึงรายงานเป็นความหนาแน่นของกระแส (current density) มาจากการนำสัญญาณของกระแสออกซิเดชันหารด้วยพื้นที่ขั้วไฟฟ้าพบว่าเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของไอออนตะกั่วและไอออนแคดเมียมที่ศักย์ไฟฟ้า -0.55 V และ -0.78 V ของทั้งสองขั้วไฟฟ้าโดยความหนาแน่นของกระแสออกซิเดชันบนขั้วไฟฟ้าไส้ดินสอดให้สัญญาณสูงกว่าแกลสสิคาร์บอนถึง 100 เท่าและ 64 เท่า และสำหรับการตรวจวัดสังกะสีที่ความเข้มข้น 15 ppm พบว่าไม่ให้สัญญาณของปฏิกิริยาออกซิเดชันบนขั้วไฟฟ้า



รูปภาพที่ 6 กราฟแสดงความสัมพันธ์เป็นเส้นตรงของความเข้มข้นสารละลาย (a) Pb^{2+} (b) Cd^{2+} และ (c) Zn^{2+} กับความสูงของกระแสออกซิเดชันในสารละลายอิเล็กโทรไลต์อะซิเตตบัฟเฟอร์ (pH 7) บนขั้วไฟฟ้าใส่ดินสอดำที่ตรวจวัดด้วยเทคนิคดีฟเฟอร์เรนซ์เซียลพลัสแอนดิกสตริปปีงโวลแทมเมตรี

แกลสสิคาร์บอนในช่วงของศักย์ไฟฟ้าที่ตรวจวัด -1.2 ถึง 0.0 V เมื่อเทียบกับขั้วไฟฟ้าใส่ดินสอดำพบว่าให้สัญญาณของปฏิกิริยาออกซิเดชันที่ศักย์ไฟฟ้า -1.1 V ดังนั้นในการเลือกขั้วไฟฟ้าระหว่างแกลสสิคาร์บอนกับใส่ดินสอดำคณะผู้วิจัยจึงเลือกขั้วไฟฟ้าใส่ดินสอดำประกอบกับต้นทุนของขั้วไฟฟ้าใส่ดินสอดำที่ต่ำกว่าและสามารถหาซื้อได้ตามท้องตลาดจึงเป็นที่น่าสนใจนำไปศึกษาต่อไป

จากนั้นได้หาชนิดของอิเล็กโทรไลต์ที่เหมาะสมโดยเปรียบเทียบระหว่างสารละลายอิเล็กโทรไลต์อะซิเตตบัฟเฟอร์และสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ (pH 7) ผลการทดลองดังรูปภาพที่ 3 พบว่าสัญญาณของกระแสไอออนโลหะหนัก ตะกั่ว และสังกะสีในสารละลายอิเล็กโทรไลต์อะซิเตตบัฟเฟอร์ให้กระแสในการตรวจวัดที่สูงกว่าฟอสเฟตบัฟเฟอร์ในส่วนของโลหะหนักตะกั่วพบว่าการตรวจวัดด้วยอิเล็กโทรไลต์ฟอสเฟตบัฟเฟอร์ให้กระแสออกซิเดชันที่สูงกว่าสาเหตุของกระแสในการตรวจวัดไอออนของโลหะหนักให้สัญญาณออกซิเดชันได้ไม่เท่ากันนั้นอาจเนื่องมาจากไอออนของโลหะหนักบางส่วนเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนกับไอออนของอิเล็กโทรไลต์ (CH_3COO^- , PO_4^{2-}) ส่งผลให้ไอออนอิสระที่เหลือในสารละลายเกิดปฏิกิริยา

รีดักชันและออกซิเดชันได้ไม่เท่ากันทั้งนี้ในงานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์ที่จะพัฒนาการตรวจวัดไอออนโลหะหนัก 3 ชนิด โดยทำการวิเคราะห์พร้อมกันในครั้งเดียวด้วยเทคนิคทางเคมีไฟฟ้าดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเลือกใช้อิเล็กโทรไลต์อะซิเตตบัฟเฟอร์เนื่องจากให้กระแสในการตรวจวัดที่สูงสำหรับวิเคราะห์ทั้งไอออนของสังกะสีและแคดเมียมในส่วนของไอออนตะกั่วถึงแม้กระแสออกซิเดชันในอะซิเตตบัฟเฟอร์จะต่ำกว่าฟอสเฟตบัฟเฟอร์แต่กระแสก็สูงและสามารถวิเคราะห์ได้เช่นเดียวกับสารละลายอิเล็กโทรไลต์ฟอสเฟตบัฟเฟอร์

จากรูปภาพที่ 3 สัญญาณของกระแสไฟฟ้ายังไม่สูงพอดังนั้นจึงทำการเปรียบเทียบการให้ศักย์ไฟฟ้ารีดักชันเพื่อให้ไอออนของโลหะหนักทั้ง 3 ตัว (Pb^{2+} , Cd^{2+} และ Zn^{2+}) ติดบนผิวหน้าขั้วไฟฟ้าหรือเรียกได้ว่าทำให้โลหะหนักทั้ง 3 ตัวมีความเข้มข้นสูง ๆ ที่บริเวณผิวหน้าขั้วไฟฟ้าทำงานเกิดเป็น (Pb^0 , Cd^0 และ Zn^0) เพื่อให้กระแสของการตรวจวัดในปฏิกิริยาออกซิเดชันสูงขึ้นโดยคณะผู้วิจัยให้ศักย์ไฟฟ้าคงที่ -1.2 V (เนื่องจากเป็นศักย์ไฟฟ้าที่โลหะทั้ง 3 ตัว สามารถเกิดปฏิกิริยารีดักชันได้ทั้งหมด) เป็นเวลา 60 s พร้อมทั้งคนด้วยแท่งแม่เหล็กขนาดเล็กในเซลล์ดังรูปภาพที่ 1 และเปิดเครื่องกววนสาร

ด้วยแม่เหล็กไฟฟ้าตลอดระยะเวลาของการให้ศักย์ไฟฟ้า จากนั้นหยุดเครื่องกวนสาร และปล่อยให้ระบบของสารละลายภายในเซลล์นิ่งเป็นเวลา 10 วินาที และทำการตรวจวัดโลหะทั้ง 3 ตัว ด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์ โดยการให้ศักย์ไฟฟ้าจาก -1.2 ถึง 0.0 V ได้ผลดังรูปภาพที่ 4 พบว่า สัญญาณของกระแสเพิ่มขึ้นที่ 12 8 และ 5 เท่า ของไอออนตะกั่ว แคดเมียม และสังกะสี ตามลำดับ ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเลือกให้ศักย์ไฟฟ้ารีดักชันที่ -1.2 V เป็นเวลา 60 s เพื่อช่วยเพิ่มสัญญาณกระแสการตรวจวัดของโลหะหนักทั้ง 3 ตัว รูปภาพที่ 5 (a) เป็นโวลแทมโมแกรมที่ได้จากการตรวจวัดในสารละลายของไอออนโลหะหนักผสมของตะกั่ว แคดเมียม และสังกะสีที่ความเข้มข้น 15 ppm ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ อะซิเตตบัฟเฟอร์ที่ pH ต่างกันคือ pH 3 pH 4 pH 5 และ pH 7 ตรวจวัดเริ่มต้นจากศักย์ไฟฟ้า -1.2 V ถึง 0.0 V เนื่องจากค่าของ pH มีผลต่อการแตกตัวของไอออนโลหะ จึงส่งผลให้กระแสในการตรวจวัดไม่เท่ากัน จากผลการทดลองพบว่า ที่ pH 3 และ 4 กระแสไม่ต่างกันมากนัก กระแสเริ่มสูงขึ้นอย่างชัดเจนที่ pH 5 และความสูงของกระแสเริ่มจะคงที่เมื่อ pH เพิ่มขึ้น ซึ่งผลของความสูงกระแสไม่ต่างกันมากนักระหว่าง pH 5 และ 7 ในไอออนของตะกั่วและแคดเมียม แต่ในขณะที่กระแสของสังกะสีมีความชันที่สุดที่ pH 5 ถึง pH 7 สามารถดูได้จากกราฟของกระแสกับ pH ในรูปภาพที่ 5 (b) ดังนั้นคณะผู้วิจัยจึงเลือกที่จะใช้อิเล็กโทรไลต์อะซิเตตบัฟเฟอร์ pH 7 ในการศึกษาต่อไป

เมื่อนำสภาวะที่เหมาะสมที่ได้มาทำการมาศึกษาประสิทธิภาพสำหรับการตรวจวัดไอออนของโลหะหนักทั้ง 3 ชนิด ได้ผลดังรูปภาพที่ 6 พบว่า ช่วงของความสัมพัทธ์ที่เป็นเส้นตรงที่สามารถวิเคราะห์ได้อยู่ที่ 320 ถึง 6,580 ppb สำหรับไอออนตะกั่ว 320 ถึง 5,590 ppb สำหรับไอออนแคดเมียม และ 2,000 ถึง 6,200 ppb สำหรับไอออนสังกะสี ขีดจำกัดในการตรวจวัดอยู่ที่ 100 ppb สำหรับไอออนของตะกั่วและแคดเมียม และ 1,000 ppb สำหรับไอออนสังกะสี

5. สรุปผลการวิจัย

จากผลการวิจัยสามารถพัฒนาการวิเคราะห์ไอออนของโลหะ 3 ตัว คือ ตะกั่ว แคดเมียม และสังกะสี ที่สามารถทำการวิเคราะห์พร้อมกันในการตรวจวัดเพียงครั้งเดียวบนขั้วไฟฟ้าสัณฐานที่ดัดแปลงอย่างมีประสิทธิภาพ โดยใช้สารละลายอิเล็กโทรไลต์เป็นอะซิเตตบัฟเฟอร์ pH7 ตรวจวัดด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลพัลส์แอนโอดิกสตริบิงโวลแทมเมตรี ศักย์ไฟฟ้าสำหรับการเกิดปฏิกิริยารีดักชันของโลหะหนักทั้งสามในขั้นตอนการทำให้โลหะเข้มข้นขึ้นอยู่ที่ 1.-2V ให้เวลา 60 s ทำให้ได้ช่วงของความสัมพัทธ์ที่เป็นเส้นตรงของโลหะ

ทั้งสามอยู่ที่ 320 ถึง 6,580 ppb 320 ถึง 5,590 ppb และ 2,000 ถึง 6,200 ppb สำหรับไอออนของตะกั่ว แคดเมียม และสังกะสี ตามลำดับ ขีดจำกัดในการตรวจวัดของตะกั่วและแคดเมียมเท่ากับ 100 ppb และสังกะสีเท่ากับ 1,000 ppb

6. อภิปรายผล

จากเทคนิคการวิเคราะห์โลหะหนักที่พัฒนาขึ้นจัดได้ว่าเป็นวิธีการที่ง่าย และต้นทุนในการวิเคราะห์ต่ำเนื่องจากใช้สัณฐานที่สามารถหาซื้อได้ตามท้องตลาดทำให้สะดวกและง่ายต่อนักวิจัยที่จะวิเคราะห์ซึ่งสามารถวิเคราะห์โลหะตะกั่ว แคดเมียม และสังกะสีได้พร้อมกันต่อการวิเคราะห์ครั้งเดียว โดยไม่ใช้สารที่เป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อม แต่เนื่องจากผลการวิจัยยังไม่ได้ขีดจำกัดของการตรวจวัดที่ต่ำมากเมื่อเปรียบเทียบกับกลุ่มนักวิจัยด้านเคมีไฟฟ้าของ Tarley *et al.* [13] ที่สามารถวิเคราะห์ตะกั่ว แคดเมียม และสังกะสีได้ในช่วงของความเข้มข้น 58.4 ถึง 646.2 ppb แต่จะเห็นได้ว่าการวิเคราะห์ของงานวิจัยที่พัฒนาขึ้นมีช่วงที่กว้างของขอบบนมากกว่าถึง 10 เท่า และเมื่อเปรียบเทียบกับเทคนิคโวลแทมเมตรีในกลุ่มวิจัยของ Christidis *et al.* [14] ที่ได้พัฒนาขึ้นพบว่า เมื่อเปรียบเทียบกับขีดจำกัดต่ำสุดในการตรวจวัดของโลหะทั้งสามในวิธีที่พัฒนาขึ้นสามารถวิเคราะห์ได้ต่ำกว่าถึง 5 และ 7.5 เท่าของตะกั่วและแคดเมียมตามลำดับ และพบว่าเทคนิคที่กลุ่มวิจัยของ Christidis ได้พัฒนาขึ้นยังไม่สามารถวิเคราะห์โลหะหนักได้พร้อมกัน

7. ข้อเสนอแนะ

7.1 ข้อเสนอแนะทั่วไปในงานวิจัยเป็นการวิเคราะห์โลหะหนัก 3 ชนิดพร้อมกันในครั้งเดียวด้วยขั้วไฟฟ้าสัณฐานที่ช่วยประหยัดเวลาในการวิเคราะห์ และเนื่องจากในงานวิจัยกำลังอยู่ช่วงพัฒนาเพื่อให้การตรวจวัดที่ให้ความไวในการตรวจวัดสูงขึ้น นอกจากนี้ยังไม่ได้นำไปประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์ในตัวอย่างจริง ดังนั้นจึงควรนำไปประยุกต์ใช้ในระบบการวิเคราะห์ตัวอย่างจริงต่อไป

7.2 ข้อเสนอแนะในการวิจัยครั้งต่อไปประยุกต์วิเคราะห์ในตัวอย่างจริง พร้อมทั้งควรพัฒนาให้สามารถวิเคราะห์ที่ความเข้มข้นต่ำลงไปจากในงานวิจัยนี้ เพื่อเป็นการเฝ้าระวังและสามารถรู้ปริมาณการปนเปื้อนของโลหะได้แม้ที่ความเข้มข้นต่ำ ๆ

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณสำนักงานคณะกรรมการการวิจัยแห่งชาติ ที่สนับสนุนทุนอุดหนุนการวิจัย ประจำปีงบประมาณ 2558 (รหัสโครงการ 2558A14202018) ผ่านทุนงบประมาณแผ่นดิน

สถาบันวิจัยและพัฒนา มหาวิทยาลัยราชภัฏพิบูลสงคราม ขอขอบคุณสาขาวิชาเคมี และคณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยราชภัฏพิบูลสงครามที่สนับสนุนอุปกรณ์และเครื่องมือในการทำวิจัย

เอกสารอ้างอิง

- [1] Álvarez MA, Carrillo G. Simultaneous determination of arsenic, cadmium, copper, chromium, nickel, lead and thallium in total digested sediment samples and available fractions by electrothermal atomization atomic absorption spectroscopy (ET AAS). *Talanta*. 2012; **97**: 505-12.
- [2] Zhao L, Zhong S, Fang K, Qian Z, Chen J. Determination of cadmium(II), cobalt(II), nickel(II), lead(II), zinc(II), and copper(II) in water samples using dual-cloud point extraction and inductively coupled plasma emission spectrometry. *Journal of Hazardous Materials*. 2012; **239-240**: 206-12.
- [3] Sereshti H, Entezari Heravi Y, Samadi S. Optimized ultrasound-assisted emulsification microextraction for simultaneous trace multielement determination of heavy metals in real water samples by ICP-OES. *Talanta*. 2012; **97**: 235-41.
- [4] Wei Y, Yang R, Chen X, Wang L, Liu JH, Huang XJ. A cation trap for anodic stripping voltammetry: NH_3 -plasma treated carbon nanotubes for adsorption and detection of metal ions. *Analytica Chimica Acta*. 2012; **755**: 54-61.
- [5] Aragay G, Merkoçi A. Nanomaterials application in electrochemical detection of heavy metals. *Electrochimica Acta*. 2012; **84**: 49-61.
- [6] Xu RX, Yu XY, Gao C, Jiang YJ, Han DD, Liu JH, Liu JH, Huang XJ. Non-conductive nanomaterial enhanced electrochemical response in stripping voltammetry: The use of nanostructured magnesium silicate hollow spheres for heavy metal ions detection. *Analytica Chimica Acta*. 2013; **790**: 31-8.
- [7] Bagheri H, Afkhami A, Khoshafar H, Rezaei M, Shirzadmehr A. Simultaneous electrochemical determination of heavy metals using a triphenylphosphine/MWCNTs composite carbon ionic liquid electrode. *Sensors and Actuators B: Chemical*. 2013; **186**: 451-60.
- [8] Afkhami A, Bagheri H, Khoshafar H, Saber-Tehrani M, Tabatabaee M, Shirzadmehr A. Simultaneous trace-levels determination of Hg(II) and Pb(II) ions in various samples using a modified carbon paste electrode based on multi-walled carbon nanotubes and a new synthesized Schiff base. *Analytica Chimica Acta*. 2012; **746**: 98-106.
- [9] Li H, Li J, Yang Z, Xu Q, Hou C, Peng J, Hu X. Simultaneous determination of ultratrace lead and cadmium by square wave stripping voltammetry with in situ depositing bismuth at Nafion-medical stone doped disposable electrode. *Journal of Hazardous Materials*. 2011; **191** (1-3): 26-31.
- [10] Ouyang R, Zhu Z, Tatum CE, Chambers JQ, Xue ZL. Simultaneous stripping detection of Zn(II), Cd(II) and Pb(II) using a bimetallic Hg-Bi/single-walled carbon nanotubes composite electrode. *Journal of Electroanalytical Chemistry*. 2011; **656** (1-2): 78-84.
- [11] Lee S, Bong S, Ha J, Kwak M, Park SK, Piao Y. Electrochemical deposition of bismuth on activated graphene-nafion composite for anodic stripping voltammetric determination of trace heavy metals. *Sensors and Actuators B-Chemical*. 2015; **215**: 62-9.
- [12] Philips MF, Gopalan AI, Lee KP. Development of a novel cyano group containing electrochemically deposited polymer film for ultrasensitive simultaneous detection of trace level cadmium and lead. *Journal of Hazardous Materials*. 2012; **237-238**: 46-54.
- [13] Tarley CRT, Santos VS, Baêta BEL, Pereira AC, Kubota LT. Simultaneous determination of zinc, cadmium and lead in environmental water samples by potentiometric stripping analysis (PSA) using multiwalled carbon nanotube electrode. *Journal of Hazardous Materials*. 2012; **169** (1-3): 256-62.
- [14] Christidis K, Robertson P, Gow K, Pollard P. Voltammetric in situ measurements of heavy metals in soil using a portable electrochemical instrument. *Measurement*. 2007; **40** (9-10): 960-7.