

เทคนิคโฟลอินเจกชันอย่างง่ายสำหรับการตรวจวัดปริมาณตะกั่ว

วิรัช เรืองศรีตระกูล¹, Alberto Chisvert², สายสุนีย์ เหลี้ยวเรืองรัตน์³

¹ คณะเภสัชศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น ประเทศไทย

² Faculty of Sciences, University of Alicante, SPAIN

³ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ประเทศไทย

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณตะกั่ว (II) โดยเปรียบเทียบวิธีสเปกโตรโฟโตเมตริกซึ่งเป็นวิธีแบบดั้งเดิมกับวิธีที่ได้พัฒนาขึ้นคือ วิธีโฟลอินเจกชันอะนาไลซิส (Flow Injection Analysis; FIA) ซึ่งมีความไวต่อการวิเคราะห์ มีความถูกต้องและแม่นยำ มากกว่าวิธีแบบดั้งเดิม รวมทั้งมีการใช้ เครื่องมือที่มีราคาถูก และใช้สารตัวอย่างปริมาณน้อย สารละลายผสมระหว่างสารละลายไดโซโซน สารละลายโซเดียมไดดีซิลซัลเฟตและสารละลายกรดซัลฟูริก เมื่อทำปฏิกิริยากับสารละลายตะกั่ว จะให้สารละลายสีน้ำเงินซึ่งดูดกลืนคลื่นแสงที่มีความยาวคลื่นที่ 500 นาโนเมตร และถูกนำมาใช้ในการศึกษาเพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมรวมทั้งเปรียบเทียบกับวิธีวิเคราะห์มาตรฐาน

วิธีสเปกโตรโฟโตเมตริก จะได้กราฟมาตรฐานในช่วงความเข้มข้น 2.0–15.0 $\mu\text{g ml}^{-1}$ โดยมีค่าสัมประสิทธิ์ความเป็นเส้นตรงเท่ากับ 0.9985 ตัวทำละลายของสารละลายไดโซโซนที่เหมาะสมคือ สารละลาย 75 % เอทานอล อัตราส่วนที่เหมาะสมของสารละลายผสม Dithizone: SDS: H_2SO_4 คือ 1: 5: 3 และความเข้มข้นที่เหมาะสมของสารละลายทั้ง 3 ชนิด คือ 0.0025 % (w/v), 0.8 และ 0.75 โมลต่อลิตร ตามลำดับ ลำดับในการผสม คือ Dithizone, H_2SO_4 และ Sodium Dodecyl Sulfate ตามลำดับ ค่าความเข้มข้นของสารที่ต่ำสุดที่สามารถตรวจพบและสามารถตรวจวัดปริมาณได้ เท่ากับ 0.39 $\mu\text{g ml}^{-1}$ และ 1.30 $\mu\text{g ml}^{-1}$ ตามลำดับ ได้เปอร์เซ็นต์ร้อยละการวิเคราะห์แบบย้อนกลับของตะกั่วเท่ากับ 97.00 – 110.50 %

การวิเคราะห์โดยวิธีโฟลอินเจกชันอะนาไลซิส ใช้การวัดที่ความยาวคลื่น 500 นาโนเมตร จะได้กราฟมาตรฐานที่มีความเป็นเส้นตรงอยู่ในช่วง 1.0-12.0 $\mu\text{g ml}^{-1}$ โดยมีค่าสัมประสิทธิ์ความเป็นเส้นตรงเท่ากับ 0.9981 ความเข้มข้นที่เหมาะสมของสารละลาย H_2SO_4 , Sodium Dodecyl Sulfate และ Dithizone คือ 0.75, 0.4 โมลต่อลิตร และ 0.0025 % (w/v) ตามลำดับ ความยาวท่อที่ใช้ในการผสมสารมีด้วยกัน 2 ตัว คือ MC 1 และ MC 2 ค่าที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ คือ ความยาว 100 และ 150 cm ตามลำดับ อัตราการไหลของตัวทำละลายทั้ง 3 ตัวคือ H_2SO_4 , Sodium Dodecyl Sulfate และ Dithizone มีค่าที่เหมาะสมเท่ากับ 2.0, 2.0 และ 1.5 มิลลิเมตรต่อนาที ตามลำดับ และปริมาตรของสารตัวอย่างที่ใช้ คือ 150 μl ค่าความเข้มข้นของสารที่ต่ำสุดที่สามารถตรวจพบและสามารถตรวจวัดปริมาณได้ เท่ากับ 0.027 $\mu\text{g ml}^{-1}$ และ 0.090 $\mu\text{g ml}^{-1}$ ตามลำดับ ได้เปอร์เซ็นต์ร้อยละการวิเคราะห์แบบย้อนกลับของตะกั่ว เท่ากับ 97.25 – 106.00 % การศึกษาผลรบกวนพบว่าจากการเติมไอออนเข้าไปไม่มีผลรบกวนต่อการวิเคราะห์ ภายใต้สภาวะที่เหมาะสมการเปรียบเทียบการวิเคราะห์กับวิธีมาตรฐานให้ผลการวิเคราะห์ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ ที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % จากผลการศึกษาค้นคว้าครั้งนี้สรุปได้ว่า วิธีโฟลอินเจกชันอะนาไลซิสที่ถูกพัฒนาขึ้นนี้ เป็นวิธีการที่มีประสิทธิภาพในการนำมาวิเคราะห์หาปริมาณโลหะตะกั่วได้

กุญแจคำ : โฟลอินเจกชันอะนาไลซิส, ตะกั่ว, ไดโซโซน

SIMPLE FLOW INJECTION SPECTROPHOTOMETRIC FOR DETERMINATION OF LEAD

Wirat Ruengsitagoon¹, Alberto Chisvert², Saisunee Liawruangrath³

¹ Faculty of Pharmaceutical Sciences, Khon Kaen University, Khon Kaen, 40002 THAILAND

² Faculty of Sciences, University of Alicante, SPAIN

³ Faculty of Sciences, Chiang Mai University, Chiang Mai, 50200 THAILAND

ABSTRACT

The objective of this study is comparison of methodologies for lead (II) analysis by using conventional UV - Visible spectrophotometric and developed flow injection analysis (FIA) method. This FIA method has higher sensitivity, accuracy, precision than conventional method including uses an inexpensive instrument and less volume of sample. The mixture solution of diphenylthiocarbazone (dithizone), sodium dodecyl sulfate (SDS) and sulfuric acid (H₂SO₄) were reacted with Pb (II), resulting in an intense blue complex with suitable maximum absorption at wavelength 500 nm. The mixture was used to optimize and compare with a standard method.

The standard curve of UV - visible spectrophotometric method was done in the concentration range of 2.0 – 15.0 µg ml⁻¹ and the correlation coefficient was 0.9985. The suitable solvent for dithizone is 75 % ethanol. The appropriate ratio of mixture between Dithizone: SDS: H₂SO₄ was 1: 5: 3. The optimal concentration of each solutions in the mixture was 0.0025 % (w/v), 0.8 and 0.75 mol l⁻¹, respectively. The mixing order of these solutions were dithizone, sulfuric and sodium dodecyl sulfate, respectively. The detection limit and the quantification limit were 0.39 and 1.30 µg ml⁻¹, respectively. The percentage recovery of Pb (II) was found in the range of 97.00 – 110.50 %.

The flow injection analysis method, the measuring wavelength was 500 nm. The standard curve was done in concentration range of 1.0 – 12.0 µg ml⁻¹ and the correlation coefficient was 0.9981. The optimal concentration of sulfuric acid, sodium dodecyl sulfate and diphenylthiocarbazone were 0.75, 0.4 mol l⁻¹ and 0.0025 % (w/v), respectively. The optimal reaction coil length of MC 1 and MC 2 were 100 and 150 cm, respectively. The flow rate of sulfuric acid, sodium dodecyl sulfate and diphenylthiocarbazone were 2.0, 2.0 and 1.5 ml min⁻¹, respectively. The appropriate sample volume was 150 µl. The detection limit and the quantification limit were 0.027 and 0.090 µg ml⁻¹. The percentage recovery of Pb (II) was found in the range of 97.25 – 106.00 %. There was no interference effects from traditional ions. This methods was compared with the standard method for analysis of Pb (II) by using all optimal parameters. It had shown no significant difference at the 95% confidence. From the results, we could concluded that the developed FIA method has an efficiency method for Pb (II) analysis.

Keywords : Flow Injection Analysis, Lead, Dithizone