การตรวจวัดโลหะหนักโดยขั้วไฟฟ้าบิสมัท-ท่อนาโนคาร์บอนดัดแปร

นางสาวนันทนา พิเคราะห์

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาเคมี ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2552

การตรวจวัดโลหะหนักโดยขั้วไฟฟ้าบิสมัท–ท่อนาโนคาร์บอนดัดแปร

นางสาว นันทนา พิเคราะห์

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาเคมี ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2552

DETERMINATION OF HEAVY METALS BY BISMUTH–CARBON NANOTUBE MODIFIED ELECTRODES

Miss Nantana Pikroh

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science Program in Chemistry
Department of Chemistry
Faculty of Science
Chulalongkorn University
Academic Year 2009

Thesis Title	DETERMINATION OF HEAVY METALS BY BISMUTH–CARBON NANOTUBE MODIFIED ELECTRODES
By	Miss Nantana Pikroh
Field of Study	Chemistry
Thesis Advisor	Parichatr Vanalabhpatana, Ph.D.

Accepted by the Faculty of Science, Chulalongkorn University in Partial Fulfillment of the Requirements for the Master's Degree

S. Hannongbua ....Dean of the Faculty of Science

(Professor Supot Hannongbua, Dr. rer. nat.)

THESIS COMMITTEE

Warinthorn Chavasiri .... Chairman

(Assistant Professor Warinthorn Chavasiri, Ph.D.)

Parichatr Vanalabhp .... Thesis Advisor

(Parichatr Vanalabhpatana, Ph.D.)

Orawon Chail .... Examiner

(Associate Professor Orawon Chailapakul, Ph.D.)

Supakorn Boonyuen .... External Examiner

(Assistant Professor Supakorn Boonyuen, Ph.D.)

นันทนา พิเคราะห์ : การตรวจวัดโลหะหนักโดยขั้วไฟฟ้าบิสมัท–ท่อนาโนคาร์บอนดัดแปร (DETERMINATION OF HEAVY METALS BY BISMUTH–CARBON NANOTUBE MODIFIED ELECTRODES) อ. ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก : อ.ดร. ปาริฉัตร วนลาภพัฒนา , 80 หน้า.

งานวิจัยนี้ ได้สังเคราะห์บิสมัท–ท่อนาโนคาร์บอนคอมพอสิตด้วยกระบวนการพอลิออล เพื่อพัฒนาเป็นขั้วไฟฟ้าใช้งานสำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณของแคดเมียมและตะกั่วด้วยเทคนิคสแควร์เวฟแอโนดิกสทริปปิงโวลแทมเมตรี ได้ศึกษาลักษณะทางโครงสร้างของบิสมัท–ท่อนาโนคาร์บอนคอมพอสิตที่เตรียมขึ้นด้วยเทคนิคเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน ทรานสมิชชันอิเล็กตรอน-ไมโครสโคปี และเอเนอร์จีดิสเพอร์ซีฟเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนต์สเปกโทรสโกปี ขั้วไฟฟ้ากลาสซีคาร์บอนที่ดัดแปรด้วยบิสมัท–ท่อนาโนคาร์บอนคอมพอสิตแสดงสัญญาณสทริปปิงที่ชัดเจนและแยกออกจากกันได้สำหรับไอออนของโลหะแคดเมียมและตะกั่ว อีกทั้งค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์สำหรับไอออนของแคดเมียมและตะกั่วเท่ากับ 2.44 และ 3.19 เปอร์เซ็นต์ (ทำซ้ำ 8 ครั้ง) ตามลำดับ สำหรับสารละลาย 25 ไมโครกรัมต่อลิตรของไอออนโลหะทั้งสอง นอกจากนี้ขั้วไฟฟ้าดัดแปรให้ช่วงความเป็นเส้นตรงสองช่วงความเข้มข้น คือ 5 ถึง 150 $\mu g \cdot L^{-1}$ และ 150 to 240 $\mu g \cdot L^{-1}$ ที่ช่วงความเข้มข้นต่ำ ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์เป็น 0.9986 สำหรับไอออนแคดเมียมและ 0.9990 สำหรับไอออนของตะกั่ว ส่วนกราฟมาตรฐานที่ความเข้มข้นของไอออนโลหะ 150–240 ไมโครกรัมต่อลิตร ให้ค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์เป็น 0.9983 และ 0.9970 สำหรับไอออนของโลหะแคดเมียมและตะกั่ว ตามลำดับ ภายใต้ภาวะการทดลองที่เหมาะสมที่สุดพบว่าขั้วไฟฟ้ากลาสซี-คาร์บอนที่ดัดแปรด้วยบิสมัท–ท่อนาโนคาร์บอนคอมพอสิตให้สัญญาณการตอบสนองที่ดีกว่าขั้วไฟฟ้าฟิล์มบิสมัทแบบ *in situ* บนขั้วท่อนาโนคาร์บอนดัดแปรบนกลาสซีคาร์บอน สุดท้ายได้นำขั้วบิสมัท–ท่อนาโนคาร์บอนดัดแปรบนกลาสซีคาร์บอนไปใช้สำหรับวิเคราะห์หาปริมาณไอออนของโลหะแคดเมียมและตะกั่วในตัวอย่างน้ำประปาและน้ำทิ้งจากโรงงานอุตสาหกรรมพบว่าผลการทดลองที่ได้เป็นที่น่าพอใจ

สาขาวิชา..................เคมี..........................ลายมือชื่อนิสิต..

สาขาวิชา...............เคมี..........................ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก..................

ปีการศึกษา............2552.....................

5072322323: MAJOR CHEMISTRY
KEYWORDS: BISMUTH ELECTRODE / ANODIC STRIPPING VOLTAMMETRY / HEAVY METAL / CARBON NANOTUBE (CNT)

NANTANA PIKROH : DETERMINATION OF HEAVY METALS BY BISMUTH-CARBON NANOTUBE MODIFIED ELECTRODES. THESIS ADVISOR : PARICHATR VANALABHPATANA, Ph.D., 80 pp.

In this research, the bismuth–carbon nanotube (Bi–CNT) composites were synthesized by polyol process and have been developed as working electrodes for the determination of cadmium (II) and lead (II) ions by means of square wave anodic stripping voltammetry. Prepared Bi–CNT composites were characterized by X-ray diffraction (XRD) technique, transmission electron microscopy (TEM), and energy dispersive X-ray fluorescence (EDXRF) spectroscopy. Bi–CNT/GC electrode exhibited well-defined and sharp stripping signals for both metal ions and a reproducibility of 2.44% and 3.19% (n = 8) for 25 $\mu g \cdot L^{-1}$ cadmium (II) and lead (II) ions, respectively. In addition, the modified electrode displayed excellent linear behavior in two concentration ranges: 5 to 150 $\mu g \cdot L^{-1}$ and 150 to 240 $\mu g \cdot L^{-1}$. At the lower concentration range, the correlation coefficients (R^2) were 0.9986 for cadmium (II) ion and 0.9990 for lead (II) ion. For the calibration curve from 150 to 240 $\mu g \cdot L^{-1}$, the R^2 of 0.9983 and 0.9970 was obtained for cadmium (II) and lead (II) ions. Under optimal conditions, the Bi–CNT/GC electrode displayed more attractive voltammetric responses than *in situ* bismuth film on CNT modified glassy carbon (*in situ* BiF/CNT/GC) electrode. Finally, the developed electrode was applied to tap water and waste water samples for the analysis of cadmium (II) and lead (II) ions with satisfactory results.

Department :...............Chemistry............Student's Signature.Nantana Pikroh..................
Field of Study :.........Chemistry................Advisor's Signature..Parichatr Vanalabhpatana..............
Academic Year : ....2009....................

ACKNOWLEDGEMENTS

First of all, I would like to express my gratitude to my advisor, Dr. Parichatr Vanalabhpatana, for continuously providing important guidance and encouragement throughout the course of this research. I also would like to thank my thesis examination committee members, Assist. Prof. Dr. Warinthorn Chavasiri, Assoc. Prof. Dr. Orawon Chailapakul, and Assist. Prof. Dr. Supakorn Boonyuen, who gave their valuable comments and advice in this thesis and I special thank to Assist. Prof. Dr. Natchanan Leepipatpiboon, for valuable suggestions.

I especially want to thank all members of the Electrochemical Research Group for wonderful friendship, suggestion, and encouragement.

I am grateful to the financial supports from Asia Research Center (ARC) and Center for Petroleum, Petrochemicals, and Advanced Materials, Chulalongkorn University.

Finally, I am affectionatly thankful to my Pikroh Family and my friends for their unlimited support, belief, and encouragement throughout my education.

CONTENTS

PAGE

PAGE

PAGE

LIST OF TABLES

LIST OF FIGURES

FIGURE **PAGE**

FIGURE **PAGE**

FIGURE **PAGE**

LIST OF ABBREVIATIONS

A	Ampere
ASV	Anodic Stripping Voltammetry
AAS	Atomic Absorption Spectroscopy
Bi	Bismuth
BiF	Bismuth Film
BiFE	Bismuth Film Electrode
Bi_2O_3	Bismuth Oxide
Cd	Cadmium
CNT	Carbon Nanotube
CE	Counter Electrode
Co	Cobalt
Cl	Chloride
CPE	Carbon Paste Electrode
CPmE	Carbon Paste mini-Electrode
°C	Degree Celsius
O_2	Dioxygen
DME	Dropping Mercury Electrode
XRF-EDX	Energy Dispersive X-ray Fluorescence Spectroscopy
FTIR	Fourier Transform Infrared
FAAS	Flame Atomic Absorption Spectroscopy
GC	Glassy Carbon
GCE	Glassy Carbon Electrode
GFAAS	Graphite Furnace Atomic Absorption Spectroscopy
Au	Gold
HMDE	Hanging Mercury Drop Electrode
IUPAC	International Union for Pure and Applied Chemistry
ICP-OES	Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectroscopy
ICP-MS	Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry
Pb	Lead

LGC	Levitational Gas Condensation
Li	Lithium
Hg	Mercury
MFE	Mercury Film Electrode
M	Metal
MT	Methallothionein
Mo	Molybdenum
MWCNT	Multi-Walled Carbon Nanotube
MCA	Multichannel Analyzer
nm	Nanometer
NCBFE	Nafion Coated Bismuth Film Electrode
NEAs	Nanoelectrode Arrays
Ni	Nickel
Pd	Palladium
Pt	Platinum
ppb	Part Per Billion
ppm	Part Per Million
E	Potential
RE	Reference Electrode
$NaBH_4$	Sodium Borohydride
Si	Silicon
SPCE	Screen-Printed Carbon Electrode
SPGCE	Screen-Printed Glassy Carbon Electrode
Ag/AgCl	Silver/Silver Chloride
SWCNT	Single-Walled Carbon Nanotube
Ag	Silver
SWASV	Square-Wave Anodic Stripping Analysis
SIA	Sequential-Injection Analysis
TEM	Transmission Electron Microscopy
V	Volt
WE	Working Electrode
XRD	X-ray Diffraction
ZDCPE	Zeolite Doped Carbon Paste Electrode