

การวิเคราะห์ตะกั่วปริมาณน้อย ๆ  
โดยวิธีอินฟราเรด และอะโนดิกสตริพพิง



นางสาวรณมด วชิรปัทมา

001150

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

แผนกวิชาเคมี

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

พ.ศ. 2519

I15916820

TRACE ANALYSIS OF LEAD(II)  
BY INFRARED SPECTROPHOTOMETRIC AND ANODIC STRIPPING TECHNIQUES



MISS NARUMOL VACHIRAPATAMA

TRACE ANALYSIS OF LEAD(II)  
BY INFRARED SPECTROPHOTOMETRIC AND ANODIC STRIPPING TECHNIQUES

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements

for the Degree of Master of Science

Department of Chemistry

Graduate School

Chulalongkorn University

1976

MISS NARUMOL VACHIRAPATAMA

Accepted by the Graduate School, Chulalongkorn University  
in partial fulfillment of the requirements for the degree of  
Master of Chemistry.

*Visid Prachuabmoh*

.....  
(Professor Dr. Visid Prachuabmoh)  
Dean

Thesis Committee ..... *Salag Dhabanandana* ..... Chairman  
(Assistant Professor Dr. Salag Dhabanandana)  
..... *Proespun Kanatharana* ..... Advisor  
(Assistant Professor Dr. Proespun Kanatharana)  
..... *T. Donavanik* ..... Member  
(Professor Dr. Torbongs Donavanik)  
..... *Siri Varothai* ..... Member  
(Assistant Professor Dr. Siri Varothai)

Thesis Advisor: Dr. Proespun Kanatharana

Accepted by Copyright 1976, Chulalongkorn University  
in partial fulfillment of the requirements for the degree of  
The Graduate School  
Chulalongkorn University  
Master of Chemistry.

---

Thesis Title: Trace Analysis of Lead(II) by Infrared  
Spectrophotometric and Anodic Stripping  
Techniques

By : Miss Narumol Vachirapatama ..... Chair  
Thesis Committee (Assistant Professor Dr. Salag Dhabanandana)  
Department : Chemistry ..... Advisor  
(Assistant Professor Dr. Proespun Kanatharana)  
..... Member  
(Professor Dr. Torbongs Donavanik)

หัวข้อวิทยานิพนธ์ การวิเคราะห์ปริมาณน้อย ๆ ของตะกั่วโดยวิธีอินฟราเรดและ  
อะโนดิกสตริปพิง

ชื่อ นางสาวณมล วชิรปัทมา แผนกวิชาเคมี

ปีการศึกษา 2519



บทคัดย่อ

วิทยานิพนธ์นี้เป็นการศึกษาเกี่ยวกับการวิเคราะห์หาปริมาณน้อย ๆ ของตะกั่วโดยวิธีอินฟราเรดและอะโนดิกสตริปพิง

การศึกษาวินิจฉัยตะกั่วโดยวิธีอินฟราเรดทำได้โดยทำให้ตะกั่วอยู่ในรูปของสารประกอบตะกั่วเตตระเมทิลไดไทโอคาร์บาเมต ( $Pb(TMDTC)_2$ ) และอยู่ในแวนของโพตัสเซียมโบรไมด์ ( $KBr$ ) 225.00 มิลลิกรัม พบว่าในช่วงคลื่นที่ 693  $cm^{-1}$  มีแถบสมมาตร (symmetrical peak) ของคาร์บอน-กำมะถัน ซึ่งสามารถให้หาปริมาณของตะกั่วได้ตั้งแต่ 0.10 - 1.66 มิลลิกรัมของตะกั่วหรือตั้งแต่ 0.25 - 4.00 มิลลิกรัมของ  $Pb(TMDTC)_2$

การหาปริมาณของตะกั่วโดยวิธีอะโนดิกสตริปพิงนั้นใช้กลาสซีคาร์บอนอิเล็กโทรด (glassy carbon electrode) ที่มีปรอทเคลือบอยู่บนผิวอย่างสม่ำเสมอและทำในสารละลายของ 0.10 โมลาร์โพตัสเซียมไนเตรตเวลาที่ใช้สำหรับให้ตะกั่วเกาะบนผิวอิเล็กโทรดคือ 20 นาทีโดยทำที่ -0.80 โวลต์ (เมื่อวัดเปรียบเทียบกับ SCE) และใช้อัตราการเปลี่ยนโวลเทจ (scan rate) เป็น 0.8 โวลต์ต่อนาทีเพื่อละลายตะกั่วที่ผิวอิเล็กโทรดออกมาผลปรากฏว่ากระแสไฟฟ้าที่เกิดจากการละลายของตะกั่วออกจากผิวอิเล็กโทรด (anodic peak current) เป็นสัดส่วนโดยตรงกับความเข้มข้นของตะกั่วในช่วง  $1.50 \times 10^{-6}$  -  $2.00 \times 10^{-7}$  โมลาร์ของตะกั่ว

ทั้งสองวิธีที่กล่าวมาแล้วสามารถนำไปใช้หาปริมาณของตะกั่วที่มีอยู่ในยาเสพติดและพบว่าปริมาณตะกั่วในยาเสพติดมีตั้งแต่ 0 - 7.06 ไมโครกรัมในยาเสพติด 100 กรัม

Thesis Title Trace Analysis of Lead (II) by Infrared Spectrophotometric  
and Anodic Stripping Techniques

Name Miss Narumol Vachirapatama Department of Chemistry

Academic Year 1976



### ABSTRACT

Trace amounts of lead are studied by infrared spectrophotometric technique and anodic stripping analysis.

In IR spectrophotometric study, lead is investigated as lead tetramethylenedithiocarbamate,  $\text{Pb}(\text{TMDTC})_2$  in 225.0 mg KBr. The symmetrical peak of C-S vibration at  $693 \text{ cm}^{-1}$  illustrates a quantitative absorption of lead tetramethylenedithiocarbamate in the range of 0.25-4.00 mg  $\text{Pb}(\text{TMDTC})_2$ , or 0.10-1.66 mg Pb(II).

Using a glassy carbon electrode mercury plated in situ, 20 minute deposition at -0.80 V vs SCE, and scan rate of 0.8 V/minute, the anodic stripping analysis of lead (II) in 0.10 M  $\text{KNO}_3$  shows a direct proportion of anodic peak current to concentration of lead (II) in the range of  $1.50 \times 10^{-6}$  -  $2.00 \times 10^{-7}$  M Pb(II).

In addition, both techniques are used for determination of lead in tooth paste samples. Lead in tooth paste samples are found to be 0-7.06  $\mu\text{g}/100 \text{ g}$  of sample.

CONTENTS

	PAGE
Abstract (Thai) . . . . .	iv
Abstract (English) . . . . .	v
Acknowledgements . . . . .	vi
List of Tables . . . . .	viii
List of Figures . . . . .	ix
Chapter	
1 INTRODUCTION . . . . .	1
2 EXPERIMENTAL . . . . .	9
2.1 Chemicals . . . . .	9
2.2 Apparatus . . . . .	9
2.3 Procedure . . . . .	10
3 DETERMINATION OF LEAD (II) BY INFRARED SPECTROPHOTOMETRIC TECHNIQUE . . . . .	14
4 ANODIC STRIPPING ANALYSIS OF LEAD (II) . . . . .	24
5 DETERMINATION OF TRACE LEAD IN TOOTH PASTE . . . . .	31
6 CONCLUSION AND RECOMMENDATION . . . . .	37
BIBLIOGRAPHY . . . . .	40
VITA . . . . .	43

LIST OF TABLES

TABLE	PAGE
1	Composition study of the synthesized Pb(II)-TMDTC by ultraviolet spectrophotometric technique ... .. 18
2	Composition study of the synthesized Pb(II)-TMDTC by atomic absorption spectrophotometric technique ... .. 18
3	IR absorbance of various concentration of Pb(TMDTC) <sub>2</sub> ... 22
4	Summary of selected ASV application of lead (II) in samples ... .. 25
5	Cathodic voltammetric data of metal ions in 0.10 M KNO <sub>3</sub> ... .. 28
6	Anodic stripping voltammetric data of metal ions in 0.10 M KNO <sub>3</sub> ... .. 28
7	Comparison of anodic stripping voltammetric data of 1.50 X 10 <sup>-6</sup> M Pb(II) in 0.10 M KNO <sub>3</sub> and in 1.00 X 10 <sup>-5</sup> M Hg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> - 0.10 M KNO <sub>3</sub> ... .. 28
8	Condition for deposition of Pb(II) and data of stripping analyses of lead in 1.00 X 10 <sup>-5</sup> M Hg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> and 0.10 M in KNO <sub>3</sub> at pH 1.5 ... .. 29
9	Data of anodic stripping analysis for lead (II) in tooth paste samples ... .. 34

## LIST OF FIGURES

FIGURE	PAGE
1 Use of a base line in the determination of absorbance of an infrared peak . . . . .	5
2 Ultraviolet spectrum of $4.00 \times 10^{-5} \text{ M Na-TMDTC}$ . . . . .	17
3 Molar ratio plot for solutions containing $4.00 \times 10^{-5} \text{ M Na-TMDTC}$ and various concentrations of $\text{Pb(II)}$ ion in aqueous solution . . . . .	19
4 Molar ratio plot for solutions containing $40 \mu\text{g/cm}^3$ lead (II) and various concentrations of $\text{Na-TMDTC}$ . . . . .	19
5 IR spectra of $\text{Pb(TMDTC)}_2$ in 225.00 mg KBr . . . . .	21
6 Quantitative study of $\text{Pb(TMDTC)}_2$ at $693 \text{ cm}^{-1}$ , C-S stretching vibrational band . . . . .	23
7 The anodic voltammogram of $1.00 \times 10^{-5} \text{ M Pb(II)}$ and $8.00 \times 10^{-3} \text{ M Hg (II)}$ in $0.10 \text{ M KNO}_3$ . . . . .	27
8 Linear dependence of anodic peak current on concentration for anodic stripping analysis of $\text{Pb(II)}$ . . . . .	30
9 The anodic voltammograms of lead from 15 g DET sample as well as $4.00 \times 10^{-7} \text{ M Pb(II)}$ and lead from 15 g DET sample . . . . .	35