

**ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์** การพัฒนาวิธี โฟลอิ้น เจคชั่นอะนาลิซิสสำหรับหาปริมาณทองแดง  
เหล็ก และสังกะสีในน้ำ

**ชื่อผู้เขียน** นายวินัย อวองพินัง

**วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมี**

**คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ :**

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สายสนีย์	เปลี่ยวเรืองรัตน์	ประธานกรรมการ
รองศาสตราจารย์ ดร. เกต	กรุดพันธ์	กรรมการ
รองศาสตราจารย์ ดร. อนุสม	เปลี่ยวเรืองรัตน์	กรรมการ

**บทคัดย่อ**

วัตถุประสงค์หลักของงานวิจัยนี้คือ การพัฒนาวิธีการในการวิเคราะห์และ  
การสร้างระบบ โฟลอิ้น เจคชั่นอะนาลิซิส (เอฟไอเอ) จากวัสดุ และอุปกรณ์ที่มีอยู่แล้ว  
สำหรับการวิเคราะห์ทองแดง เหล็ก และสังกะสี ได้ทำการดัดแปลงวิธีทางสเปกโทร-  
โฟโตเมตรี 3 วิธีที่แตกต่างกันสำหรับการวิเคราะห์แต่ละตัว วิธีแรกได้พัฒนาเทคนิค  
เอฟไอเอ-คัลเลอริเมตรี ซึ่งอาศัยปฏิกิริยาระหว่าง ไอออนบวกของทองแดงและคัลเลอริ-  
เมตริกิริเอเจนต์ที่มีชื่อว่า 4-(2-pyridylazo)resorcinol (PAR) ซึ่งใช้เป็นกระแสร  
ริเอเจนต์ในสารละลาย tri-sodium citrate ที่ปรับใหม่เพเอชเท่ากับสอง ผลิตภัณฑ์ที่  
ได้หลังจากเจือจางละลายทองแดงมาตรฐานปริมาณ 100 ไมโครลิตรนั้น จะเป็นสาร  
เชิงซ้อนสีแดงซึ่งทำการวัดการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 512 นาโนเมตร ได้ทำการ  
ตรวจสอบหาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์ทองแดงปริมาณน้อย ๆ และได้กราฟ  
เทียบมาตรฐานเป็นเส้นตรงในช่วงความเข้มข้น 0.50-15.00 พีพีเอ็ม พบว่าเทคนิคที่  
พัฒนาขึ้นนี้ให้ความแม่นยำ ความถูกต้อง และมีควมไว ให้ค่าการเบี่ยงเบนมาตรฐาน  
สัมพัทธ์เมื่อทำการเจือจางละลายทองแดงมาตรฐานเข้มข้น 3 และ 7 พีพีเอ็ม หลาย ๆ

ครั้งมีค่าเท่ากับ 0.85 % และ 0.76 % ตามลำดับ มีขีดจำกัดของการวิเคราะห์ เท่ากับ 0.01 ฟีเอ็ม และ 0.01 ฟีเอ็ม และ 0.01 ฟีเอ็ม และ 0.01 ฟีเอ็ม ได้นำวิธีการนำมาใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณทองแดง ในน้ำตัวอย่างพบว่าทองแดงอยู่ในช่วง N.D.-0.017 ฟีเอ็ม วิธีการที่สองนั้น ได้พัฒนาวิธีเอฟไอเอ-สเปกโทรโฟโตเมตริกสำหรับการวิเคราะห์เหล็ก (III) ซึ่งวิธีการอาศัยการดูดกลืนแสงของเหล็ก (III) ในกระแสตัวพา คาร์บอนเตทราไฮไดรไรด์ที่ 350 นาโนเมตร ได้ทำการหาสภาวะของพารามิเตอร์ที่เกี่ยวข้องในการทดลองที่เหมาะสมเพื่อปรับระบบเอฟไอเอพัฒนาขึ้น ซึ่งมีช่วงการเป็นเส้นตรงในช่วงความเข้มข้น 0.50-15.00 ฟีเอ็ม ของเหล็ก (III) เมื่อทำการจัดสารตัวอย่างในปริมาตร 300 ไมโครลิตร ได้ทำการเปรียบเทียบมาตรฐานสัมพัทธ์เมื่อจัดสารละลายเหล็ก (III) มาตรฐานที่ความเข้มข้นเท่ากับ 4 และ 8 ฟีเอ็ม หลาย ๆ ครั้งมีค่าเท่ากับ 0.98 % และ 0.97 % ตามลำดับ และมีขีดจำกัดของการวิเคราะห์เท่ากับ 0.10 ฟีเอ็ม วิธีการสุดท้ายได้ประยุกต์ใช้วิธีเอฟไอเอ-เทอร์บิตเมตริก สำหรับการวิเคราะห์สังกะสี โดยที่สังกะสีจะเกิดตะกอนขึ้นขาวของ  $(C_{24}H_{26}N_4O)_2 \cdot H_2[Zn(SCN)_4]$  กับ diantipyryl-methylmethane chloride ในสารละลายกรดที่มีไอออนไฮโดรเจนเนตอยู่ด้วย จากนั้นทำการวัดค่าการส่งผ่านของแสงของตะกอนขึ้นขาวที่เกิดขึ้นที่ 370 นาโนเมตร ได้ทำการศึกษาหาสภาวะของพารามิเตอร์ต่าง ๆ ในการทดลองที่เหมาะสม วิธีการพัฒนาขึ้นให้ดูลักษณะทางการวิเคราะห์ที่คมชัดช่วงการเป็นเส้นตรงของกราฟเทียบมาตรฐานในช่วงไอออนของสังกะสีที่ความเข้มข้น 0.2-1.0 ฟีเอ็ม ได้ทำการเปรียบเทียบมาตรฐานสัมพัทธ์จากค่าเฉลี่ยมีค่าเท่ากับ 3.76, 0.95 และ 0.24 % สำหรับการวิเคราะห์สังกะสีเข้มข้น 0.2, 0.5 และ 0.8 ฟีเอ็ม ตามลำดับ และมีขีดจำกัดของการวิเคราะห์สังกะสีเท่ากับ 0.1 ฟีเอ็ม ได้นำวิธีการพัฒนาขึ้นไปประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์สังกะสีในน้ำตัวอย่างและพบว่าอยู่ในช่วงความเข้มข้น 9.0-115.3 ฟีเอ็ม

Thesis Title                      Development of Flow Injection Analysis  
 Procedures for Determining Copper Iron  
 and Zinc in Water

Author                                Mr. Winai Oungpipat

M.S.                                    Chemistry

Examining Committee :

Assist. Prof. Dr. Saisunee Liawruangrath                      Chairman

Assoc. Prof. Dr. Kate Grudpan                                      Member

Assoc. Prof. Dr. Boonsom Liawruangrath                      Member

### ABSTRACT

The main objectives of this research work were the development of analytical procedures and the construction of low cost FIA systems from readily available materials and instruments for the determinations of copper, iron and zinc. Three different spectrophotometric procedures adaptable for FIA were subsequently modified. Firstly, the FIA-colorimetry technique based on the reaction between copper cation and a colorimetric reagent, namely : 4-(2-pyridylazo) resorcinol (PAR) as carrier reagent in tri-sodium citrate adjusted to pH 2, was developed for the determination of copper. The product obtained after a 100  $\mu$ L injection of copper(II) standard solution was a red complex for

which the absorption was measured at 512 nm. Optimal experimental conditions for determining small amounts of copper (II) were investigated and a linear calibration curve established linear over the range of 0.50-15.00 ppm. The technique was found to be reproducible, accurate and sensitive. The relative standard deviations for replicate injections were found to be 0.85 % and 0.76 % for 3 and 7 ppm of copper standard solution respectively. A detection limit of 0.01 ppm and percentage recovery of 99.81 were obtained. The recommended procedure was applied to the determination of copper(II) in water samples and was found to be in the range of N.D.-0.017 ppm. Secondly, an FIA-spectrophotometric procedure for the determination of iron(III) was developed. The method was based on the absorption at 350 nm of Fe(III) in a carbonate buffer carrier stream. Optimization of the parameters involved in the experiments was carried out for calibration of the FIA system, which showed linearity for iron(III) in the range of 0.50-15.00 ppm for 300  $\mu$ L sample injection. Relative standard deviations of 0.98 % and 0.97 % for replicate injections of 4 and 8 ppm respectively of iron(III) standard solution were obtained and a detection limit of 0.10 ppm was achieved. Finally, FIA- turbidimetry was applied to zinc determination in which the zinc forms a white precipitate of  $(C_{24}H_{26}N_4O_2)_2H_2[Zn(SCN)_4]$  with diantipyrylmethylmethane chloride in the presence of thiocyanate ion in acid solution.

Subsequently, the light transmission of the turbidity produced at 370 nm was measured. Optimization of experimental parameters was again investigated. The method exhibited good analytical characteristics. A linear calibration curve over the range 0.2-1.0 ppm of zinc ion could be achieved. The relative standard deviations from the means were 3.76, 0.95 and 0.24 % for determining 0.2, 0.5 and 0.8 ppm of Zn(II) respectively with a detection limit of 0.1 ppm of zinc. The recommended method was applied to the determination of zinc in water samples and found to be in the range 9.0-115.2 ppb.

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

Copyright© by Chiang Mai University

All rights reserved