ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์

การพัฒนาวิธีโฟลอินเจคชันอะนาลิซีสสำหรับการหา

ปริมาณเหล็กและแมงกานีสในน้ำ

ชื่อผู้เขียน

นางสาวจินตนา เอมเอี่ยม

วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาเคมี

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์:

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สายสุนีย์ เหลี่ยวเรื่องรัตน์

ประธานกรรมการ

รองศาสตราจารย์ ดร. เกตุ กรุดพันธ์

กรรมการ

รองศาสตราจารย์ ดร.บุญสม เหลี่ยวเรื่องรัตน์

กรรมการ

บทคัดย่อ

ได้สร้างระบบโฟลอินเจคขันอะนาลิซีส (เอฟไอเอ) สองระบบ จากวัสดุและอุปกรณ์ ที่มีอยู่แล้วสำหรับการวิเคราะห์เหล็กและแมงกานีส โดยทำการพัฒนาวิธีการทางสเปคโทร โฟโตเมตรี 2 วิธีที่แตกต่างกันมาใช้กับระบบเอฟไอเอเพื่อปรับปรุงให้มีประสิทธิภาพดียิ่งขึ้น เหล็กวิเคราะห์โดยวิธีแบบรี่เวิสเอฟไอเอ-คัลเลอริเมตรี ซึ่งอาศัยปฏิกิริยาระหว่างไอออนบวก ของเหล็ก (II) กับ พิริดีน-2-ไฮดราไซด์(พีเอช) ที่เตรียมขึ้น เกิดสารประกอบเชิงซ้อนสีชมพูที่มี ความเข้มสูงที่สามารถดูดกลื่นแสงสูงสุดที่ 510 นาโนเมตร วิธีนี้ทำได้โดยการฉีดสาร เปอร์เซนต์โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ละลายคัลเลอริเมตริกรี่เอเจนต์ที่มีความเข้มข้น 0.30 ปริมาตร 100 ไมโครลิตร เข้าไปยังกระแสตัวพาที่ประกอบด้วยสารละลายมาตรฐานเหล็ก(II) และ/หรือสารละลายตัวอย่าง และสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.20 โมลาร์ ได้ทำการตรวจ สอบหาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์เหล็กปริมาณน้อย ๆ ได้กราฟเทียบมาตรฐาน เป็นเส้นตรงในช่วงความเข้มข้น 0.10-2.00 พีพีเอ็ม พบว่าเทคนิคที่พัฒนาขึ้นนี้ให้ความแม่นยำ ความถูกต้องและมีความไว ให้ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เมื่อทำการวิเคราะห์เหล็กในสาร ละลายมาตรฐานเหล็กเข้มข้น 1.00 พีพี่เอ็มหลาย ๆ ครั้งมีค่าเท่ากับ 1.17 เปอร์เซนต์ วิธีนี้ สามารถวิเคราะห์เหล็กได้ต่ำถึง 0.005 พีพีเอ็ม และได้ร้อยละของการกลับคืนของเหล็กที่เติม ลงไปในน้ำตัวอย่างเท่ากับ 99.00 เปอร์เซนต์ ได้นำวิธีที่พัฒนาขึ้นมาใช้ในการวิเคราะห์หา

ปริมาณเหล็กในน้ำตัวอย่างที่เก็บจากแม่น้ำปังพบว่า มีเหล็กอยู่ในช่วง 0.03-0.64 พีพีเอ็ม ได้ พัฒนาวิธีเอฟไอเอ-สเปกโทรโฟโตเมตรีสำหรับวิเคราะห์แมงกานีส(II) ซึ่งอาศัยปฏิกิริยา ออกซิเดชันระหว่างแมงกานีส(II) กับ ออโธ-โทลิดีน ที่ใช้เป็นกระแสตัวพาให้ผลิตภัณฑ์ที่มีสี เหลือง ทำการวัดค่าการดูดกลื่นแสงสูงสุดที่ 435 นาในเมตร หลังจากฉีดสารละลาย แมงกานีส(||) ที่อยู่ในสารละลายแอมโมเนียอัตราส่วนโดยปริมาตรเท่ากับ 1 ต่อ 4 ปริมาตร เข้าสู่กระแสตัวพาที่ประกอบด้วยออโธ-โทลิดีนเข้มข้น 0.050 เปอร์เซนต์ น้ำหนักต่อปริมาตร ได้ทำการศึกษาสภาวะของการทดลองที่เหมาะสมสำหรับวิธีนี้และได้กราฟ เทียบมาตรฐานเป็นเส้นตรงในช่วงความเข้มข้น 0.10-1.00 พีพีเอ็ม พบว่าวิธีนี้ให้ความแม่นยำ ความถูกต้องและมีความไว ให้ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เมื่อฉีดสารละลายมาตรฐาน แมงกานีส(II) เข้มข้น 0.60 พีพีเอ็มหลาย ๆ ครั้งมีค่าเท่ากับ 3.22 เปอร์เซนต์ มีขีดจำกัดของ การวิเคราะห์เท่ากับ 0.30 พีพีเอ็ม และได้ร้อยละของการกลับคืนเท่ากับ 98.82 เปอร์เซนต์ ได้ นำวิธีการนี้ไปประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์แมงกานีสในน้ำตัวอย่างที่เก็บจากแม่น้ำปิงเมื่อเดือน ชันวาคม 2536 และ เดือนเมษายน 2537 แล้วพบว่ามีแมงกานีสอยู่ในช่วง ตรวจไม่พบ-0.18 และ ตรวจไม่พบ-0.13 พีพีเอ็ม ตามลำดับ หลังจากได้เพิ่มความเข้มข้นโดยวิธีการต้มระเหย ขณะที่ทำการย่อยสลาย

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ Copyright[©] by Chiang Mai University All rights reserved Thesis Title

Development of Flow Injection Analysis Methods for Iron and

Manganese Determinations in Water

Author

Miss Jintana Eameaim

M.S.

Chemistry

Examining Committee:

Assist. Prof. Dr. Saisunee Liawruangrath

Chairman

Assoc. Prof. Dr. Kate Grudpun

Member

Assoc. Prof. Dr. Boonsom Liawruangrath

Member

ABSTRACT

Flow injection analysis (FIA) systems were constructed from easily available materials and instruments for iron and manganese determinations. Two different spectrophotometric procedures were modified for FIA to improve the efficiencies of the methods. Iron was determined by reverse FIA-colorimetry based on the reaction between iron(II) with the synthezied reagent: pyridine-2-hydrazide (PH), yielding an intense pinkcoloured complex with a maximum absorption at 510 nm. The method involved injection of a 100 µl of 0.30 % w/v colorimetric reagent solution into a carrier stream containing iron(II) standard and/or sample solution and 0.20 M sodium hydroxide. The optimum conditions for determinating small amounts of iron(II) were determined. A linear calibration curve over the concentration range 0.10-2.00 ppm of iron(II) was established. The technique was found to reproducible, accurate and sensitive. The relative standard deviation for replicate injections was found to be 1.17 % for 1.00 ppm of iron(II) standard solution. A detection limit of 0.005 ppm iron(II) and a percentage recovery of the added iron(II) of 99.00 % were obtained. The method was applied to the determination of iron(II) in water samples collected from the Mae Ping River, the amounts of which were found to be in the range 0.03-0.64 ppm. A FIA-spectrophotometric procedure for manganese(II) determination was

also developed. It was based on the oxidation reaction between manganese(II) and otolidine as the carrier stream. The yellow-coloured product obtained was measured at the maximum absorption of 435 nm after 200 µI of manganese(II) in 1:4 v/v ammonia solution were injected into a carrier stream of 0.050 % w/v o-tolidine. The optimum conditions for this method were determined and a linear calibration curve over the concentration range 0.10-1.00 ppm of manganese(II) was established. This method was also found to be reproducible, accurate and sensitive. A relative standard deviation of 3.22 % for replicate injections of 0.60 ppm of manganese(III) standard solution was obtained with a detection limit of 0.30 ppm and a percent recovery of 98.82%. The recommended procedure was applied to the determination of manganese(III) in water samples collected from the Mae Ping River in December 1993 and April 1994, the amounts of which were found to be in the ranges N.D.-0.18 and N.D.-0.13 ppm respectively after preconcentration by evaporation during digestion.

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ Copyright[©] by Chiang Mai University All rights reserved