

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์ การพัฒนาวิธีโพลอินเจคชันอะนาลิซิสสำหรับการวิเคราะห์
ปริมาณเหล็กและนิกเกิล

ชื่อผู้เขียน นายธีรบุญ พจนการุณ

วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมี

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ :

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สายสุนีย์	เหลียวเรืองรัตน์	ประธานกรรมการ
รองศาสตราจารย์ ดร.บุญสม	เหลียวเรืองรัตน์	กรรมการ
รองศาสตราจารย์ ดร.พิมล	เรียนวัฒนา	กรรมการ

บทคัดย่อ

ได้สร้างระบบโพลอินเจคชันอะนาลิซิส (เอฟไอเอ) สองระบบ จากวัสดุและอุปกรณ์ที่มีอยู่แล้วสำหรับการวิเคราะห์เหล็กและนิกเกิล โดยทำการพัฒนาวิธีทางสเปคโตรโฟโตเมตรี 2 วิธีที่แตกต่างกันมาใช้กับระบบเอฟไอเอเพื่อปรับปรุงให้มีประสิทธิภาพดียิ่งขึ้น เหล็กวิเคราะห์โดยวิธีแบบรีเวิสเอฟไอเอ-คัลเลอร์ิเมตรี ซึ่งอาศัยปฏิกิริยาระหว่างไอออนบวกของเหล็ก(III) กับ Norfloxacin (NRF) เกิดสารประกอบเชิงซ้อนสีเหลืองที่มีความเข้มข้นสูง ทำการวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ 435 นาโนเมตร วิธีนี้ทำได้โดยการฉีดสารละลายคัลเลอร์ิเมตริกรีเอเจนต์ที่มีความเข้มข้น 0.04 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ปริมาตร 150 ไมโครลิตร เข้าไปยังกระแสตัวพาที่ประกอบด้วยสารละลายมาตรฐานเหล็ก(III) และ/หรือสารละลายตัวอย่าง และสารละลายแอมโมเนียมซัลเฟต 0.07 โมลาร์ ซึ่งได้ปรับพีเอชของสารละลายผสมให้เท่ากับ 3.5 ได้ทำการตรวจสอบหาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์เหล็กปริมาณน้อย ๆ ได้กราฟเทียบมาตรฐานเป็นเส้นตรงในช่วงความเข้มข้น 0.20-1.20 พีพีเอ็ม พบว่าเทคนิคที่พัฒนาขึ้นนี้ให้ความแม่นยำ ความถูกต้องและมีความไว ให้ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เมื่อทำการวิเคราะห์เหล็กในสารละลายมาตรฐานเหล็กเข้มข้น 1.00 พีพีเอ็มหลาย ๆ ครั้ง มีค่าเท่ากับ 0.15 เปอร์เซ็นต์ วิธีนี้สามารถวิเคราะห์เหล็กได้ต่ำถึง 0.01 พีพีเอ็ม และได้ร้อยละของการกลับคืนของเหล็กที่เติมลงไปใต้น้ำตัวอย่างเท่ากับ 96.17 เปอร์เซ็นต์ ได้นำวิธีที่พัฒนาขึ้นมาใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณเหล็กในน้ำตัวอย่างที่เก็บจากน้ำแม่กวพบว่ามีเหล็กอยู่ในช่วง 0.2831-0.9881 พีพีเอ็ม ได้พัฒนาวิธีเอฟไอเอ-สเปคโตรโฟโตเมตรีสำหรับวิเคราะห์นิกเกิล(II) โดยอาศัยการเกิดปฏิกิริยาระหว่างนิกเกิล(II) กับ 4-(2-pyridylazo)resorcinol (PAR) ซึ่งได้ผลผลิตภัณฑ์ที่มีสีแดง ทำการวัดค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดที่ 495 นาโนเมตร และได้ทำการดัดแปลงวิธีวิเคราะห์นิกเกิล

ให้เหมาะสม โดยใช้สารละลายนิกเกิลปริมาตร 200 ไมโครลิตร นี๊ดเข้าสู่กระแสตัวพาที่ประกอบด้วย PAR 3×10^{-4} โมลาร์ ไตรโซเดียมซิเตรต 10^{-3} โมลาร์ อีดีทีเอ 10^{-3} โมลาร์ เตตราโซเดียมโพโรฟอสเฟต 10^{-2} โมลาร์ โซเดียมฟลูออไรด์ 5×10^{-3} โมลาร์ และสารละลายบัฟเฟอร์ของโพแทสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต-โซเดียมไฮดรอกไซด์ ซึ่งได้ปรับพีเอชของสารละลายผสมให้เป็น 8.5 ได้ทำการศึกษาหาสภาวะของการทดลองที่เหมาะสมสำหรับวิธีนี้ และได้กราฟเทียบมาตรฐานเป็นเส้นตรงในช่วง 0.20-4.00 พีพีเอ็ม พบว่าวิธีนี้ให้ความแม่นยำ ความถูกต้องและมีความไว ให้ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เมื่อนี๊ดสารละลายมาตรฐานนิกเกิล(II) เข้มข้น 0.40 พีพีเอ็มหลาย ๆ ครั้งมีค่าเท่ากับ 2.68 เปอร์เซ็นต์ มีขีดจำกัดของการวิเคราะห์เท่ากับ 0.01 พีพีเอ็ม และได้ร้อยละของการกลับคืนเท่ากับ 100.12 เปอร์เซ็นต์ ได้นำวิธีการนี้ไปประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์นิกเกิลในใบชาตัวอย่าง พบว่ามีนิกเกิลอยู่ในช่วง 3.834-9.689 พีพีเอ็ม

The logo of Chiang Mai University is a circular emblem. In the center is a detailed illustration of an elephant standing and facing left. The elephant is surrounded by a circular border containing the text 'CHIANG MAI UNIVERSITY 1964'. On either side of the elephant, there is a decorative floral or sun-like symbol.

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

Thesis Title Development of a Flow Injection Analysis Procedure for Determination of Iron and Nickel

Author Mr. Teraboon Pojanagaroon

M.S. Chemistry

Examining Committee :

Assist. Prof. Dr. Saisunee	Liawruangrath	Chairman
Assoc. Prof. Dr. Boonsom	Liawruangrath	Member
Assoc. Prof. Dr. Pimol	Rienvatana	Member

ABSTRACT

Flow injection analysis (FIA) systems were constructed from easily available materials and instruments for iron and nickel 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(III) with the reagent Norfloxacin (NRF), yielding an intense yellow colored complex with a suitable absorption band at 435 nm. The method involved injection of a 150 μl of a 0.04% w/v colorimetric reagent solution into a carrier stream containing iron(III) standard and/or sample solution and 0.07 M ammonium sulphate; the pH was adjusted to 3.5. The optimum conditions for determining small amounts of iron(III) were established. A linear calibration graph over the concentration range 0.20–1.20 ppm of iron(III) was established. The technique was found to be reproducible, accurate and sensitive. The relative standard deviation for replicate injections was found to be 0.15% for 1.00 ppm of iron(III) standard solution. A detection limit of 0.01 ppm iron(III) and a percentage recovery of the added iron(III) of 96.17% were obtained. The method was applied to the determination of iron(III) in water samples collected from the Nam Mae Kuang, the amounts of which were found to be in the range 0.28–0.99 ppm. A FIA-spectrophotometric procedure for nickel(II) determination was also developed. It was based on the reaction between Ni(II) and 4-(2-pyridylazo)resorcinol (PAR), resulting in a red solution. Maximum absorption measurements were made at 495

nm. Similarly, the above colorimetric procedure was adapted for determining nickel(II) in which 200 μl of a nickel(II) solution were injected into a carrier stream containing 3×10^{-4} M PAR, 10^{-3} M tri-sodium citrate, 10^{-3} M EDTA, 10^{-2} M tetra-sodium pyrophosphate, 5×10^{-3} M sodium fluoride and a buffer solution containing potassium dihydrogen phosphate-sodium hydroxide. The pH was adjusted to 8.5. The optimum conditions for this method were determined and a linear calibration graph over the concentration range 0.20-4.00 ppm of nickel(II) was established. This method was also found to be reproducible, accurate and sensitive. A relative standard deviation of 2.68 % for replicate injections of 0.40 ppm of nickel(II) standard solution was obtained with a detection limit of 0.01 ppm and a percent recovery of 100.12%. The recommended procedure was applied to the determination of nickel(II) in tea samples, the amounts of which were found to be in the ranges 3.894-9.689 ppm.



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved