

Thesis Title A Study on a Lignite and Its Burning Products and Method Development of Flow Injection Analysis for Carbaryl and Ascorbic Acid

Author Somchai Lapanantnoppakhun

Ph.D. Chemistry

Examining Committee

Associate Professor Dr. Kate Grudpan	Chairman
Associate Professor Dr. Prasak Thavornyutikarn	Member
Dr. Ponlayuth Sooksamiti	Member
Associate Professor Dr. Udom Sriyotha	Member
Assistant Professor Dr. Yuthsak Vaneesorn	Member
Dr. Jaroon Jakmunee	Member
Dr. Duangjai Nacapricha	Member

ABSTRACT

Lignite and its combustion products were analyzed by using the modern instruments (XRD, WDXRF, ICP-MS and SEM-EDXRF). XRD results showed that the major components for lignite were kaolinite, illite, quartz, pyrite and calcite; diopside, mullite, quartz and anhydrite for fly ash; anorthite, albite, diopside, quartz and calcite for bottom ash; and calcium sulfate dihydrate (which is usually referred as synthetic gypsum), bassanite, calcite and calcium oxide for gypsum. ICP-MS results for fly ash indicated that volatile-element concentrations increased with particle size decreasing. SEM-EDXRF presented that arsenic in fly ash was sorbed on calcium sulfate particles. Toxic element concentrations in discharge water from a boiler were determined by ICP-MS and found to be below the Thai legislation maximum limits for wastewater. By mass balance study the lignite burning products accounted for most of the elements presented in lignite. The leaching of elements at different pH values, from fly ash and bottom ash were investigated using ICP-MS. The maximum concentrations of most of toxic elements in leachates (Al, Cr, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, and Cd) were found to be below the Thai legislation maximum permissible levels for wastewater.

Procedure for determination of carbaryl in vegetables using flow injection analysis (FIA) has been developed. It is based on the formation of an azo-dye compound formed by the diazonium salt of sulfanilamide with the analyte in a strong basic medium. The conditions for the determination of carbaryl using the flow injection system were investigated. Calibrations were found to be in the ranges of 0.2-3.0 and 3.0-10.0 $\mu\text{g/ml}$ of carbaryl with the detection limits (3σ) of 0.1 and 1.1 $\mu\text{g/ml}$, respectively. Percentage of relative standard deviation (RSD) of the procedure for a cabbage extract was 12% ($n=11$). Recovery of 103% ($n=9$, 4.0 $\mu\text{g/ml}$) was found. A sample throughput of 86 injections per hour can be achieved.

Another study concerned a flow injection analysis-dialysis system for the determination of ascorbic acid in pharmaceutical preparations. The determination is based on the redox reaction between ascorbic acid and potassium permanganate. The on-line dialysis was for on-line sample separation. The conditions for the determination of ascorbic acid were investigated. Calibration was obtained over the range of 100-2000 $\mu\text{g/ml}$ of ascorbic acid and detection limit (3σ) was found to be 97 $\mu\text{g/ml}$. The percentage of relative standard deviation (RSD) of the procedure of 6.8 % ($n=3$, for a syrup sample) was established. The FIA-dialysis system allowed a sample throughput of 30 injections per hour. The results obtained were not significantly different from those obtained by the standard titration method at 95% confidence level.

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์ การศึกษาลิกไนต์และผลิตภัณฑ์ถ่านลิกไนต์ และการพัฒนาวิธี โพลอินเจกชัน สำหรับวิเคราะห์คาร์บาริด และกรดแอสคอร์บิก

ชื่อผู้เขียน นายสมชัย ลาภอนันต์นพคุณ

วิทยาศาสตร์คณวิบัณฑิต สาขาวิชาเคมี

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

รองศาสตราจารย์ ดร. เกตุ กรุดพันธ์	ประธานกรรมการ
รองศาสตราจารย์ ดร. ประศักดิ์ ถาวรยุติการต์	กรรมการ
ดร. พลยุทธ สุขสมบัติ	กรรมการ
รองศาสตราจารย์ ดร. อุดม ศรีโยธา	กรรมการ
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ยุทธศักดิ์ วัฒนีสอน	กรรมการ
ดร. จริญญา จักรมูณี	กรรมการ
ดร. ดวงใจ นาคะปรีชา	กรรมการ

บทคัดย่อ

ได้วิเคราะห์ลิกไนต์และผลิตภัณฑ์จากการสันดาป โดยใช้เครื่องมือสมัยใหม่ (เอ็กซ์อาร์ดี คับเบิลยูดีเอ็กซ์อาร์เอฟ ไอซีพี-เอ็มเอส และ เอสอีเอ็ม-อีเอ็กซ์อาร์เอฟ) ผลการวิเคราะห์โดยเอ็กซ์อาร์ดี แสดงถึงแร่ที่เป็นองค์ประกอบหลักของลิกไนต์ว่าเป็น เคโอลิไนต์ ฮิลไลต์ ควอร์ตซ์ ไพไรต์ และ แคลไซต์ ในถ้ำเขาพบว่าเป็นแร่จำพวก ไดออปไซด์ มูไลต์ ควอร์ตซ์ และแอนไฮไดรต์ ส่วน ถ้ำนักพบว่ามีองค์ประกอบเป็นแร่ อะนอร์ไทต์ แอลไบต์ ไดออปไซด์ ควอร์ตซ์ และแคลไซต์ ส่วนยิปซัมพบว่าเป็น แคลเซียมซัลเฟตไดไฮเดรต (ซึ่งผลตรงกับยิปซัมสังเคราะห์) บาสสะไนต์ แคลไซต์ และแคลเซียมออกไซด์ ผลจากการวิเคราะห์ถ้ำเขาโดยใช้ไอซีพี-เอ็มเอส และพบว่าธาตุที่ ระบายได้มีความเข้มข้นสูงขึ้นเมื่อมีขนาดอนุภาคเล็กลง และผลเอสอีเอ็ม-อีเอ็กซ์อาร์เอฟ แสดงให้เห็นว่าอาร์ซีนิกในถ้ำเขาถูกจับอยู่บนอนุภาคของแคลเซียมซัลเฟต ส่วนผลไอซีพี-เอ็มเอสของ น้ำทิ้งจากเตาเผาถ่านหินบ่งชี้ว่าความเข้มข้นของธาตุพิษที่ละลายได้ในน้ำมีค่าต่ำกว่ามาตรฐาน น้ำทิ้งที่กำหนดในพระราชบัญญัติไทย การศึกษาสมมูลมวลของธาตุในถ่านหินและผลิตภัณฑ์จาก

การเผาไหม้พบว่ามีความแตกต่างกัน ตลอดจนได้ศึกษาการชะงักในเตาถ่านหินด้วยตัวชะที่มีระดับพีเอชต่างๆ พบว่าระดับความเข้มข้นของอะลูมิเนียม โครเมียม แมงกานีส เหล็ก นิกเกิล ทองแดง สังกะสี และแคดเมียม ในส่วนละลายจากการชะมีค่าต่ำกว่ามาตรฐานน้ำทิ้งที่กำหนดในพระราชบัญญัติไทย

ได้พัฒนาวิธีวิเคราะห์เพื่อหาปริมาณคาร์บาริลในผักด้วยโพลินเจนคชัน (เอฟไอเอ) โดยอาศัยการเกิดเป็นสารประกอบที่มีสีของเกลือไดอาร์โซเนียมของซัลฟานีลาไมด์กับคาร์บาริลในสารละลายเบสแก่ จากการศึกษาสภาวะของระบบเอฟไอเอ พบความเป็นเส้นตรงในช่วง 0.2-3.0 และ 3.0-10.0 ไมโครกรัม/มิลลิลิตรของคาร์บาริล และขีดการตรวจวัดต่ำสุด (3 σ) คือ 0.1 และ 1.1 ไมโครกรัม/มิลลิลิตร ตามลำดับ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ที่ศึกษาจากสารสกัดของกะหล่ำปลี เป็น 12% (11 ซ้ำ) ค่าร้อยละของการกลับคืนเป็น 103% (9 ซ้ำ ที่ 4.0 ไมโครกรัม/มิลลิลิตร) มีอัตราการฉีดสารตัวอย่างเท่ากับ 86 ครั้งต่อชั่วโมง

ตลอดจนได้ศึกษาระบบโพลินเจนคชัน-ไดอะไลซิส เพื่อใช้หาปริมาณกรดแอสคอร์บิกในยาเตรียม โดยอาศัยปฏิกิริยารีดอกซ์ระหว่างกรดแอสคอร์บิกกับโพแทสเซียมเปอร์แมงกานेट ซึ่งไดอะไลซิสจะทำหน้าที่แยกกรดแอสคอร์บิกออกจากสารละลายตัวอย่าง จากการศึกษาสภาวะของระบบ พบว่าช่วงความเป็นเส้นตรงคือ 100-2000 ไมโครกรัม/มิลลิลิตรของกรดแอสคอร์บิก และขีดการตรวจวัดต่ำสุด(3 σ) คือ 97 ไมโครกรัม/มิลลิลิตร ค่าการเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เท่ากับ 6.8% (3 ซ้ำ, ตัวอย่างยาน้ำเชื่อม) อัตราการฉีดสารตัวอย่างเท่ากับ 30 ครั้งต่อชั่วโมง ผลการทดลองที่ได้จากระบบที่พัฒนาขึ้นไม่มีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญที่ 95% เมื่อเปรียบเทียบกับวิธีมาตรฐานโดยการไทเทรต