

Thesis Title	A Comparative Study of Spectrophotometric Fluoride Determination Methods for Fabricating a Simple Fluoride Test Kit
Author	Miss Patcharapa Jaruwat
Degree	Master of Science (Chemistry)
Thesis Advisor	Associate Professor Dr. Surasak Watanesk

ABSTRACT

The fabrication of a fluoride test kit was studied by using Alizarin red S method. This method is based on the reaction between zirconyl ion and Alizarin red S, in acid solution, to form a brilliant reddish-violet lake. This lake is destroyed by fluoride ions. Varying concentrations of fluoride produce a range of colors from red to yellow. The research also examined the effect of different factors such as the concentrations of Alizarin red S, zirconyl ion, hydrochloric and sulfuric acids. It was found that the Alizarin red S method was not appropriate for fabricating fluoride test kit due to its difficulty to see the change of the color shade and the intensity of the color solution was very low.

Two spectrophotometric methods for determination of fluoride, i.e. Eriochrome cyanine R and SPADNS methods were studied to find out their optimum conditions. In Eriochrome cyanine R method, the method is based on the bleaching action of fluoride ion on the red zirconium-Eriochrome cyanine R complex. As the concentration of fluoride increases, the color produced becomes progressively lighter. Various factors such as the concentrations of Eriochrome cyanine R, zirconyl ion and the volume of hydrochloric acid were optimized. The optimum composition of the reagents for fluoride determination was found as follows: 3.4×10^{-3} mol/l of Eriochrome cyanine R, 8.0×10^{-4} mol/l of zirconyl ion and 700 ml of hydrochloric acid. Under this condition, a linear calibration curve was obtained from 0.00-1.20 mg/l for fluoride ion. The precision of the method was 2.2 % of its relative standard

deviation (RSD) for 0.60 mg/l of fluoride and the limit of detection was satisfactory (0.02 mg/l). The method can be used to determine the fluoride concentration in water samples. The results were checked by the ISE method and found that the level of fluoride in water was nearly the same.

For the SPADNS method, this method is based on the same principle as the Eriochrome cyanine R by which the same factors such as the concentrations of SPADNS, zirconyl ion and the volume of hydrochloric acid were again included. It was found that the optimum condition for fluoride analysis was 1.3×10^{-2} mol/l of SPADNS, 8.3×10^{-4} mol/l of zirconyl ion and 600 ml of hydrochloric acid. A linear calibration curve was obtained with the fluoride concentrations in the range of 0.00-1.40 mg/l. The precision and limit of detection was 3.8% relative standard deviation for 0.60 mg/l of fluoride and 0.04 mg/l, respectively. Like the Eriochrome cyanine R method, this method was used to determine the concentration of fluoride in water samples. It was found that the results were agreeable to the ISE measurements as well.

A study of interfering ions in the Eriochrome cyanine R and SPADNS methods was also carried out. It was found that nitrate, sulfate and phosphate interfered both Eriochrome cyanine R and SPADNS methods while calcium, magnesium, copper and chloride did not influence fluoride determination. When both Eriochrome cyanine R and SPADNS methods were compared with respect to the linearity, limit of detection, sensitivity and precision, it was found that the Eriochrome cyanine R method was more suitable than the SPADNS method for fluoride determination because it offered better limit of detection and precision.

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์	การศึกษาเปรียบเทียบวิธีทางสเปกโทรโฟโตเมตรีสำหรับการหาปริมาณฟลูออไรด์เพื่อการสร้างชุดตรวจสอบปริมาณฟลูออไรด์อย่างง่าย
ผู้เขียน	นางสาวพัชราภา จารุวัฒน์
ปริญญา	วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (เคมี)
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์	รองศาสตราจารย์ ดร. สุรศักดิ์ วัฒนเสถียร

บทคัดย่อ

ได้ทำการศึกษาการสร้างชุดตรวจสอบปริมาณฟลูออไรด์โดยใช้วิธีอะลิซาริน เรด เอส วิธีนี้อาศัยพื้นฐานของปฏิกิริยาระหว่างเซอร์โคเนีย ไอออน กับ อะลิซาริน เรด เอส ทำให้เกิดสีม่วงแดงในสารละลายกรด ซึ่งสีนี้จะถูกทำลายได้โดยฟลูออไรด์ไอออน เมื่อมีการเปลี่ยนความเข้มข้นของฟลูออไรด์ช่วงสีของสารละลายจะเปลี่ยนจากแดงเป็นเหลือง งานวิจัยนี้ได้ศึกษาผลของตัวแปรต่างๆ ได้แก่ ความเข้มข้นของอะลิซาริน เรด เอส, เซอร์โคเนีย ไอออน กรดไฮโดรคลอริกและกรดซัลฟิวริก ซึ่งพบว่าวิธีอะลิซาริน เรด เอส ไม่เหมาะสมในการนำมาสร้างชุดตรวจสอบปริมาณฟลูออไรด์เนื่องจากช่วงสีที่เปลี่ยนแปลงยากต่อการสังเกตและความเข้มของสีของสารละลายจางมาก

ได้ศึกษาวิธีสเปกโทรโฟโตเมตริกอีกสองวิธีที่ใช้วิเคราะห์ฟลูออไรด์ ได้แก่ วิธีอิริโอโครมไซยานิน อาร์ และวิธี SPADNS เพื่อหาภาวะที่เหมาะสม ในวิธีอิริโอโครมไซยานิน อาร์ วิธีนี้อยู่บนพื้นฐานของปฏิกิริยาระหว่างฟลูออไรด์ไอออนบนสารเชิงซ้อนสีแดงของเซอร์โคเนียม อิริโอโครมไซยานิน อาร์ เมื่อความเข้มข้นของฟลูออไรด์เพิ่มขึ้น ความเข้มของสีจะจางลง มีการศึกษาปัจจัยต่างๆ ได้แก่ ความเข้มข้นของอิริโอโครมไซยานิน อาร์, ความเข้มข้นของเซอร์โคเนีย ไอออน และปริมาณของกรดไฮโดรคลอริก ซึ่งสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ฟลูออไรด์ ได้แก่ ความเข้มข้นของอิริโอโครมไซยานิน อาร์ เท่ากับ 3.4×10^{-3} โมลต่อลิตร, ความเข้มข้นของเซอร์โคเนีย ไอออนเท่ากับ 8.0×10^{-4} โมลต่อลิตร และปริมาณของกรดไฮโดรคลอริกเท่ากับ 700 มิลลิลิตร ภายใต้ภาวะดังกล่าว กราฟมาตรฐานมีความเป็นเส้นตรงในช่วง 0.00 ถึง 1.20 มิลลิกรัมต่อลิตร ความแม่นยำและขีดจำกัดของการตรวจวัดอยู่ในเกณฑ์ดี (2.2% RSD สำหรับ 0.60 mg/l F⁻ และ 0.02 mg/l

ตามลำดับ) ได้ใช้วิธีนี้ในการหาปริมาณฟลูออไรด์ในน้ำตัวอย่าง และได้ทำการตรวจสอบโดยวิธีไอออนซีเล็กทีฟอิเล็กโทรดพบว่าค่าที่ได้มีความใกล้เคียงกัน

สำหรับวิธี SPADNS นั้นมีพื้นฐานการวิเคราะห์เช่นเดียวกับวิธีอริโอโครม ไชยานินอาร์ โดยมีปัจจัยของความเข้มข้นของ SPADNS และเซอร์โคนิล ไอออน รวมทั้งปริมาตรของกรดไฮโดรคลอริกเช่นเดิม ซึ่งพบว่าสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ฟลูออไรด์ ได้แก่ ความเข้มข้นของ SPADNS เท่ากับ 1.3×10^{-2} โมลต่อลิตร, ความเข้มข้นของเซอร์โคนิล ไอออนเท่ากับ 8.3×10^{-4} โมลต่อลิตรและปริมาตรของกรดไฮโดรคลอริกเท่ากับ 600 มิลลิลิตร กราฟมาตรฐานเป็นเส้นตรงในช่วง 0.00 ถึง 1.40 มิลลิกรัมต่อลิตร ความแม่นยำและขีดจำกัดการตรวจวัดเท่ากับ 3.8% และ 0.04 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ เช่นเดียวกับวิธีอริโอโครม ไชยานินอาร์ ได้นำวิธีนี้ไปวิเคราะห์ปริมาณฟลูออไรด์ในน้ำตัวอย่าง พบว่าผลที่ได้มีความใกล้เคียงกับวิธีไอออนซีเล็กทีฟอิเล็กโทรด

เมื่อศึกษาไอออนที่รบกวนการวิเคราะห์ในวิธีอริโอโครม ไชยานินอาร์ และวิธี SPADNS พบว่า ในเตรต ซัลเฟต และฟอสเฟตส่งผลต่อการวิเคราะห์ทั้งในวิธีอริโอโครม ไชยานินอาร์ และวิธี SPADNS ส่วนแคลเซียม แมกนีเซียม คอปเปอร์ และคลอไรด์ไม่ส่งผลต่อการวิเคราะห์หาปริมาณฟลูออไรด์ เมื่อเปรียบเทียบวิธีอริโอโครม ไชยานินอาร์และวิธี SPADNS ในแง่ของความแม่นยำ, ขีดจำกัดการตรวจวัด, ความว่องไวในการวัดและความแม่นยำ พบว่าวิธีอริโอโครม ไชยานินอาร์ เหมาะสมในการหาปริมาณฟลูออไรด์มากกว่าวิธี SPADNS เนื่องจากให้ค่าความแม่นยำและขีดจำกัดการตรวจวัดที่ดีกว่า