

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์	การพัฒนาวิธีโฟลอินเจคชันอะนาลิซิสสำหรับวิเคราะห์หาปริมาณแคดเมียมและโคบอลต์ปริมาณน้อย		
ชื่อผู้เขียน	นางสาวสายสวาท สีลอ		
วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต	สาขาวิชาเคมี		
คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ :	ผศ.ดร. สายสุนีย์ เหลี้ยวเรืองรัตน์	ประธานกรรมการ	
	ผศ.ดร. มงคล ราชะนาคร	กรรมการ	
	รศ.ดร. วิจิตร รัตนพานี	กรรมการ	

#### บทคัดย่อ

ได้สร้างระบบโฟลอินเจคชันอะนาลิซิส(เอฟไอเอ)สองระบบ จากวัสดุอุปกรณ์ที่มีอยู่แล้ว สำหรับการวิเคราะห์แคดเมียมและโคบอลต์ โดยพัฒนาวิธีทางสเปกโทรโฟโตเมตรี 2 วิธี มาใช้กับระบบเอฟไอเอ เพื่อปรับปรุงให้มีประสิทธิภาพดียิ่งขึ้น แคดเมียมวิเคราะห์โดยวิธีเอฟไอเอ-คัลเลอริเมตรี ซึ่งอาศัยปฏิกิริยาระหว่างไอออนบวกของแคดเมียมกับโรดามีน บี เกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนสีม่วงที่มีความเข้มสูง จากนั้นวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ 605 นาโนเมตร วิธีนี้ทำได้โดยฉีดสารละลายมาตรฐานแคดเมียม(II) และ/หรือสารละลายตัวอย่างปริมาตร 100 ไมโครลิตร เข้าไปยังกระแสน้ำของตัวพาที่ประกอบด้วย สารละลายคัลเลอริเมตริกิริเอเจนต์ที่มีความเข้มข้น  $4.00 \times 10^{-5}$  โมลาร์ โฟลอสเซียมไอโอดีด 0.17 โมลาร์ และสารละลายโพสิโวนิลแอลกอฮอล์  $1.10 \times 10^{-4}$  โมลาร์ ได้ตรวจสอบหาภาวะที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์หาแคดเมียม(II)ปริมาณน้อย ๆ ได้กราฟมาตรฐานเป็นเส้นตรงในช่วงความเข้มข้น 0.60 - 1.60 และ 1.60 - 2.00 พีพีเอ็ม พบว่าเทคนิคที่พัฒนาขึ้นนี้ให้ความแม่นยำ ความเที่ยงและมีความไว ให้ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เมื่อทำการวิเคราะห์แคดเมียมในสารละลายมาตรฐานแคดเมียม(II)เข้มข้น 1.00 พีพีเอ็ม หลาย ๆ ครั้ง มีค่าเท่ากับร้อยละ 0.84 วิธีนี้สามารถวิเคราะห์แคดเมียม(II)ได้ต่ำถึง 0.50 พีพีเอ็ม และได้ค่าร้อยละของการคืนกลับของแคดเมียม(II)ที่เติมลงไปนสารละลายตัวอย่างเท่ากับร้อยละ 101.63 ได้นำวิธีที่พัฒนาขึ้นมาใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณแคดเมียม(II)ในตัวอย่างกากถลุงและตัวอย่างดิน จากกรมทรัพยากรธรณี พบว่ามีแคดเมียม(II)อยู่ในช่วง 1.04 - 7.30 พีพีเอ็ม ได้พัฒนาวิธีเอฟไอเอ-สเปกโทรโฟโตเมตรี สำหรับวิเคราะห์หาปริมาณโคบอลต์(II) โดยอาศัยการเกิดปฏิกิริยาระหว่างโคบอลต์(II)กับเกลือไนโตรโซ-อาร์ ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีสีแดง วัดการดูดกลืนแสงสูงสุดที่

510 นาโนเมตร วิธีนี้ทำได้โดยฉีดสารละลายตัวอย่างโคบอลต์(II) 200 ไมโครลิตร เข้าไปในกระแสดของตัวพาที่ประกอบด้วยสารละลาย  $5.00 \times 10^{-3}$  โมลาร์ ของเกลือไนโตรโซ-อาร์และสารละลายบัฟเฟอร์อะซีเทต ได้ทดลองหาภาวะที่เหมาะสมสำหรับวิธีนี้ และได้กราฟมาตรฐานเป็นเส้นตรงในช่วง 0.20 - 1.40 และ 1.40 - 3.00 พีพีเอ็ม พบว่าวิธีนี้ให้ความแม่นยำ ความเที่ยงและมีความไวให้ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เมื่อทำการวิเคราะห์ในสารละลายมาตรฐานโคบอลต์(II) เข้มข้น 1.00 พีพีเอ็ม หลาย ๆ ครั้ง มีค่าเท่ากับร้อยละ 0.70 วิธีนี้สามารถวิเคราะห์โคบอลต์ได้ต่ำถึง 0.01 พีพีเอ็ม และได้ค่าร้อยละของการคืนกลับของโคบอลต์(II) ที่เติมลงไปในสารละลายตัวอย่างเท่ากับร้อยละ 99.18 ได้นำวิธีที่พัฒนาขึ้นมาใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณโคบอลต์(II) ในตัวอย่างหินที่ได้จาก อำเภอแม่พริก จังหวัดลำปาง พบว่ามีโคบอลต์อยู่ในช่วง 0.41-1.38 พีพีเอ็ม ได้วิเคราะห์หาปริมาณแคดเมียม(II) และโคบอลต์(II) ในตัวอย่างกากถลุง ตัวอย่างดินและหิน โดยวิธีอะตอมมิก แอ็บซอร์พชันสเปกโทรโฟโตเมตรีเพื่อเป็นการเปรียบเทียบ พบว่าผลที่ได้จากการวิเคราะห์โดยใช้ทั้งสองวิธีมีผลใกล้เคียงกัน

Thesis Title	Development of Flow Injection Analysis for Trace Cadmium and Cobalt Determination		
Author	Ms. Saisawat Silor		
M.S.	Chemistry		
Examining Committee :	Assistant Prof. Dr. Saisunee Liawruangrath	Chairman	
	Assistant Prof. Dr. Mongkon Rayanakorn	Member	
	Associate Prof. Dr. Vichitr Rattanaphani	Member	

### Abstract

Flow injection analysis( FIA ) systems were constructed from available materials for cadmium and cobalt determinations. Two different spectrophotometric procedures were modified for FIA to improve the efficiencies of the methods. Cadmium was determined by FIA-colorimetry based on the reaction between cadmium(II) and rhodamine B, yielding an intense violet-colored complex with a maximum absorption at 605 nm. The method involved injection of a 100  $\mu$ l volume of standard and/or sample solution into a carrier stream containing 4.00  $\times 10^{-5}$  M rhodamine B, 1.10  $\times 10^{-4}$  M polyvinyl alcohol and 0.17 M potassium iodide. The optimum conditions for determining small amounts of cadmium(II) were determined. Linear calibration curve over the concentration range 0.60 - 1.60 ppm and 1.60 - 2.00 ppm were obtained. The technique was found to be accurate, reproducible and sensitive. The relative standard deviation for replicate injections was found to be 0.84 % for 1.00 ppm of cadmium(II) standard solution. A detection limit of 0.50 ppm and a percentage recovery of the added cadmium(II) of 101.63 were obtained. The method was applied to the determination of cadmium(II) in slag and soil samples obtained from the Department of Mineral Resources

; the amounts of which were found to be in the range 1.04-7.30 ppm. A FIA-spectrophotometric procedure for cobalt(II) determination was also developed. It was based on the reaction between cobalt(II) and Nitroso-R Salt as a carrier stream. The red-coloured product was measured at the maximum absorption of 510 nm after the injection of 200  $\mu$ l of cobalt(II) into a carrier stream containing  $5.00 \times 10^{-3}$  M Nitroso-R salt/acetate buffer. The optimum conditions for this method were determined and linear calibration curves over the concentration ranges 0.20 -1.40 and 1.40 - 3.00 ppm of cobalt(II) were established. This method was also found to be accurate, reproducible and sensitive. A relative standard deviation for replicate injections was found to be 0.70 % for 1.00 ppm of cobalt(II) standard solution. A detection limit of 0.01 ppm and a percentage recovery of the added cobalt(II) of 99.18 were obtained. The method was applied to the determination of cobalt(II) in rock samples from Amphur Mae Prig in Lampang Province; the amounts of which were found to be in the range 0.41 -1.38 ppm . Determinations of cadmium(II) and cobalt(II) in the slag, soil and rock samples by atomic absorption spectrophotometry were also carried out for comparison. It was found that the results obtained from both methods were in good agreement.