

Thesis Title Development of a Microcolumn System for Enhancing Performance in Flow Injection Spectrophotometric Determination of Copper

Author Mrs. Boonlom Purachat

Ph.D. Chemistry

Examining Committee

Asst. Prof. Dr. Saisunee Liawruangrath	Chairman
Assoc. Prof. Dr. Saowanee Rattanaphani	Member
Assoc. Prof. Dr. Duang Buddhasukh	Member
Dr. Ponlayuth Sooksamiti	Member
Assoc. Prof. Dr. Boonsom Liawruangrath	Member
Assoc. Prof. Dr. Vichitr Rattanaphani	Member

ABSTRACT

A low-cost colorimetric flow injection system consisting of a home-made injection valve for the determination of copper(II) based on its complexation reaction with nitroso-R salts has been developed. The chemical and FIA variables were established by using the univariate procedure, while the simplex method was used to confirm the optimum conditions obtained by the univariate procedure. A small volume of copper(II) solution was injected and mixed with the merged streams of the nitroso-R salt and acetate buffer solutions. The absorbance of the complex was continuously monitored at 492 nm. The proposed method has been applied to the determination of copper(II) in copper ores and wastewater samples. The results obtained by the recommended method are in excellent agreement with those determined by FAAS using both conventional and standard addition methods.

The copper(II) adsorptions on Lopburi perlite and synthetic zeolites from perlite were investigated in order to develop a natural packing material for on-line preconcentration and to enhance performance in the flow injection spectrophotometric determination of copper(II). The simple zeolitization of natural and expanded perlite was carried out. The treatments on perlites and synthetic zeolites from perlites have been perfected in order to obtain easily the sorbents ready for use. The effects of pH, shaking time and temperature on the adsorption of copper(II) have also been studied. The uptake of copper(II) was determined from changes in the copper(II) concentration in the solution after treatment with the sorbents measured by AAS. The results showed rapid uptake of copper(II) by both perlites and synthetic zeolites from perlites. For the removal of copper(II) by all sorbents, the application of the Langmuir isotherm model was more appropriate than the Freundlich model. However, both synthetic zeolites from natural and expanded perlite should be suitable for the preconcentration, separation and determination of copper(II) in environmental samples.

The preliminary FIA system was modified for the preconcentration and separation of trace copper(II) by using an on-line microcolumn packed with synthetic zeolite from natural perlite. Copper(II) ions loaded onto the column were then eluted with NaNO_3 and mixed with a stream of a mixture consisting of acetate buffer and nitroso-R salt solutions. After passing through a mixing coil, the colored complex was continuously monitored at 492 nm. The proposed method was applied to the determination of trace copper(II) in drinking water and mining discharge water samples. The comparative determination of copper(II) in drinking water and mining discharge water samples was carried out by the standard addition and ICP-OES methods respectively. The results obtained by all of the methods were in excellent agreement with those obtained by the proposed FIA method.

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์ การพัฒนาระบบไมโครคอนโทรลสำหรับเพิ่มสมรรถนะในการหาปริมาณทองแดงด้วยวิธีโพลินเจกชันสเปกโทรโฟโตเมตรี

ชื่อผู้เขียน นางบุญล้อม ประชาติ

วิทยาศาสตร์ดุสิตบัณฑิต สาขาวิชาเคมี

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

ผศ. ดร. สายสุนีย์ เหลี้ยวเรืองรัตน์	ประธานกรรมการ
รศ. ดร. เสาวณีย์ รัตนพานิ	กรรมการ
รศ. ดร. คิ้วง พุทธศุภร์	กรรมการ
ดร. พลยุทธ สุขสมิติ	กรรมการ
รศ. ดร. บุญสม เหลี้ยวเรืองรัตน์	กรรมการ
รศ. ดร. วิจิตร รัตนพานิ	กรรมการ

บทคัดย่อ

ได้พัฒนาระบบคัลเลอริเมตริกโพลินเจกชันราคาถูก ซึ่งประกอบด้วยอินเจกชันวาล์วที่ทำขึ้นเอง สำหรับวิเคราะห์หาปริมาณคอปเปอร์(II) โดยอาศัยพื้นฐานการเกิดปฏิกิริยากับเกลือไนโตรโซฮาร์ได้สารประกอบเชิงซ้อน ได้ใช้วิธียูนิแวร์เอดในการหาค่าที่เหมาะสมของตัวแปรต่างๆในระบบเอฟไอเอ และใช้วิธีซิมเพล็กซ์สำหรับยืนยันสถานะที่เหมาะสมที่ได้จากวิธียูนิแวร์เอด สารละลายคอปเปอร์(II) ปริมาณน้อยๆจะผสมกับกระแสผสมของสารละลายเกลือไนโตรโซฮาร์และสารละลายแอสซีเตตบัฟเฟอร์ วัดค่าการดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อนที่เกิดขึ้นอย่างต่อเนื่องที่ความยาวคลื่น 492 นาโนเมตร ได้ประยุกต์ใช้วิธีที่พัฒนาขึ้นมาวิเคราะห์หาปริมาณคอปเปอร์(II) ในตัวอย่างแร่คอปเปอร์และน้ำทิ้ง ผลการวิเคราะห์ที่ได้จากวิธีนี้เทียบกับวิธีเฟลมอะตอมมิคแอบซอร์ปชันสเปกโตรสโกปีอย่างดี

เพื่อพัฒนาวัสดุที่เป็นสารดูดซับจากธรรมชาติใช้สำหรับเพิ่มความเข้มข้นแบบต่อเนื่อง และเพิ่มสมรรถนะในการวิเคราะห์หาปริมาณคอปเปอร์(II) ด้วยเทคนิคโพลินเจกชันสเปกโทรโฟโตเมตรี จึงได้ศึกษาการดูดซับคอปเปอร์(II) บนแร่เพอร์ไลต์จากจังหวัดลพบุรี และซีโอไลต์สังเคราะห์จากเพอร์ไลต์ การสังเคราะห์เพอร์ไลต์ทั้งเพอร์ไลต์ธรรมชาติและเอ็กซ์แปนด์เพอร์ไลต์

ทำได้โดยวิธีการง่ายๆ โดยในการเตรียมเพอร์ไลต์และซีโอไลต์สังเคราะห์ให้พร้อมที่จะใช้งานก็ทำได้ง่ายเช่นกัน โดยได้มีการศึกษาถึงผลของค่าพีเอช เวลาในการเขย่า และอุณหภูมิที่มีต่อการดูดซับของคอปเปอร์(II) ปริมาณคอปเปอร์(II)ที่ถูกดูดซับหาได้จากความเข้มข้นในสารละลายที่เปลี่ยนแปลงไปโดยวัดด้วยเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชัน ผลที่ได้พบว่าการดูดซับคอปเปอร์(II) โดยเพอร์ไลต์และซีโอไลต์สังเคราะห์จะเกิดขึ้นอย่างรวดเร็ว การประยุกต์ใช้ไอโซเทอร์มแบบแลงเมียร์ต่อสารดูดซับทั้งหมดเหมาะสมมากกว่าแบบฟรอยด์ลิก แต่อย่างไรก็ตามซีโอไลต์สังเคราะห์จากเพอร์ไลต์ธรรมชาติและเอ็กซ์เปินเพอร์ไลต์น่าจะนำไปใช้ประโยชน์ในการเพิ่มความเข้มข้นคอปเปอร์(II)ในตัวอย่างทางสิ่งแวดล้อมต่างๆ ไปได้ดี

ได้ปรับปรุงระบบเอฟไอเอ เพื่อใช้เพิ่มความเข้มข้นและแยกคอปเปอร์(II)ปริมาณน้อยๆ อย่างต่อเนื่อง โดยใช้ไมโครคอลัมน์ที่บรรจุด้วยซีโอไลต์สังเคราะห์จากเพอร์ไลต์ธรรมชาติ คอปเปอร์(II)ที่จับอยู่ในคอลัมน์จะถูกชะออกมาด้วยโซเดียมไนเตรต แล้วผสมกับกระแสของสารผสมที่ประกอบด้วยสารละลายเอซีเตตบัฟเฟอร์และสารละลายเกลือไนโตรโซอาร์ หลังจากที่สารประกอบเชิงซ้อนที่มีสีผ่านออกมาจะถูกตรวจวัดอย่างต่อเนื่องที่ความยาวคลื่น 492 นาโนเมตร ได้ประยุกต์ใช้วิธีที่พัฒนาขึ้นมาสำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณคอปเปอร์(II)ปริมาณน้อยๆ ในตัวอย่างน้ำดื่มและตัวอย่างน้ำทิ้งจากเหมืองแร่ ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างน้ำดื่มเปรียบเทียบกับวิธีสแตนดาร์ดแอดดิชัน และตัวอย่างน้ำทิ้งจากเหมืองแร่เปรียบเทียบกับเทคนิคอินคักทีฟลิคัฟเฟิลลาสมาออฟติคอลมีสชันสเปกโทรเมตรี ปรากฏว่าได้ผลสอดคล้องกันอย่างดี