

**Thesis Title** Development of Novel Flow Injection Procedures for Enrichment Separation and Determination of Copper and Iron in Environmental Samples

**Author** Mr. Teraboon Pojanagaroon

**Ph.D.** Chemistry

**Examining Committee**

Asst.Prof.Dr.Saisunee Liawruangrath	Chairman
Assoc.Prof.Dr.Surasak Watanesk	Member
Assoc.Prof.Dr.Vichitr Rattanaphani	Member
Assoc.Prof.Dr.Saowanee Rattanaphani	Member
Assoc.Prof.Dr.Boonsom Liawruangrath	Member

**ABSTRACT**

Flow injection analysis (FIA) systems were constructed from easily available materials and instruments for copper and iron determinations. Four different spectrophotometric procedures were modified for FIA to improve the efficiencies of the methods. A simple flow injection system for the determination of Cu(II) based on a complexation reaction with 4-(2-pyridylazo)-resorcinol (PAR) is described. The optimum values of chemical and FIA variables were established 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 PAR and phosphate buffer solutions. The absorbance of the complex was continuously monitored at 530 nm. The proposed method has been applied to the the determination of Cu(II) in

underground tap water samples. The results obtained by the recommended method are in excellent agreement with those determined by FAAS.

A reversed flow injection colorimetric procedure for determining iron(III) at the  $\mu\text{g}$  level was proposed. It is based on the reaction between iron(III) with norfloxacin (NRF) in ammonium sulphate solution, resulting in an intense yellow complex with a suitable absorption at 435 nm. Optimum conditions for determining iron(III) were investigated by univariate method. The method involved injection of the NRF solution into a merged streams of iron(III) and ammonium sulphate solutions. The absorbance of the complex was continuously monitored at 435 nm. The method was used for determining total iron in natural water samples. The results obtained by the proposed method are compared favorably with those determined by FAAS.

A normal flow injection analysis (nFIA) procedure for Fe(III) determination based on complexation with NRF has been developed in which a small volume of sample was injected into the reagent stream and the complex was continuously monitored at 377 nm. The optimum values of chemical and FIA variables were as well established using the simplex procedure and the method has been applied to the determination of total iron in natural water samples. The results obtained by the proposed FI procedure are comparable to those obtained by FAAS.

The preliminary FIA system was modified for the preconcentration and separation of trace iron(III) by using an on-line microcolumn packed with Dowex50WX8 resin. Iron(III) ions loaded onto the column were then eluted with  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  and mixed with a stream of a solution mixture consisting of NRF and  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ . After passing through a knitted reactor, the complex was continuously monitored at 377 nm. The proposed method was applied to the determination of trace iron in drinking water samples. The results obtained by the developed FI method are almost similar to those determined by FAAS.

**ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์**      การพัฒนาวิธีวิเคราะห์แบบ โฟลอินเจกชันชนิดใหม่สำหรับการแยกที่มี  
การเพิ่มความเข้มข้นและการหาปริมาณทองแดงและเหล็กในตัวอย่างทาง  
สิ่งแวดล้อม

**ชื่อผู้เขียน**                      นายธีรบุญ พงนการุณ

**วิทยาศาสตร์ดุษฎีบัณฑิต สาขาวิชาเคมี**

**คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์**

ผศ.ดร. สายสุนีย์ เหลี้ยวเรืองรัตน์	ประธานกรรมการ
รศ.ดร. สุรศักดิ์ วัฒนเสถ์	กรรมการ
รศ.ดร. วิจิตร รัตนพานิ	กรรมการ
รศ.ดร. เสาวณีย์ รัตนพานิ	กรรมการ
รศ.ดร. บุญสม เหลี้ยวเรืองรัตน์	กรรมการ

#### บทคัดย่อ

ได้สร้างระบบโฟลอินเจกชันอะนาไลซิส (เอฟไอเอ) จากวัสดุและอุปกรณ์ที่มีอยู่แล้ว สำหรับการหาปริมาณทองแดงและเหล็ก ได้นำวิธีทางสเปกโทรโฟโตเมตรีสีวีธีมาเปลี่ยนเป็นระบบเอฟไอเอเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพของวิธี สำหรับระบบโฟลอินเจกชันอย่างง่ายเพื่อการหาปริมาณคอปเปอร์(II) อาศัยพื้นฐานปฏิกิริยาการเกิดสารเชิงซ้อนกับ 4-(2-pyridylazo)-resorcinol (PAR) ได้ใช้วิธียูนิแวนิเอดในการหาค่าที่เหมาะสมของตัวแปรต่าง ๆ ในระบบเอฟไอเอและทางเคมี และใช้วิธีซิมเพลกซ์สำหรับยืนยันสถานะที่เหมาะสมที่ได้จากวิธียูนิแวนิเอด สารละลายคอปเปอร์

(II) ปริมาณน้อย ๆ จะผสมกับกระแสของ PAR และฟอสเฟตบัพเฟอร์ วัดค่าการดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อนที่เกิดขึ้นอย่างต่อเนื่องที่ความยาวคลื่น 530 นาโนเมตร ได้ประยุกต์วิธีที่พัฒนาขึ้นมาเพื่อการหาปริมาณคอเปอร์(II) ในตัวอย่างน้ำประปาจากน้ำบาดาล ผลการวิเคราะห์ที่ได้จากวิธีนี้ให้ผลสอดคล้องกันเป็นอย่างดีเมื่อเทียบกับวิธีเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์ปชัน

ได้นำเสนอวิธีการแบบรีเวอร์สโฟลอินเจกชันคัลเลอริเมตรีเพื่อหาปริมาณไอร์ออน(III) ในระดับไมโครกรัม วิธีการนี้ตั้งบนพื้นฐานการเกิดปฏิกิริยาระหว่างไอร์ออน(III) กับนอร์ฟลอกซาซินในสารละลายแอมโมเนียมซัลเฟต ได้สารประกอบเชิงซ้อนสีเหลืองที่มีการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 435 นาโนเมตร การศึกษาสถานะที่เหมาะสมสำหรับการหาปริมาณไอร์ออน(III) ใช้วิธียูนิแวนีเอต วิธีนี้ได้ทำการฉีดสารละลายนอร์ฟลอกซาซินเข้าไปผสมกับกระแสของไอร์ออน(III) และสารละลายแอมโมเนียมซัลเฟต วัดค่าการดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อนที่เกิดขึ้นอย่างต่อเนื่องที่ความยาวคลื่น 435 นาโนเมตร ได้ใช้วิธีที่พัฒนาขึ้นมาเพื่อการหาปริมาณเหล็กทั้งหมดในตัวอย่างน้ำธรรมชาติ ผลการวิเคราะห์ที่ได้จากวิธีนี้สอดคล้องกันเป็นอย่างดีเมื่อเทียบกับวิธีเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์ปชัน

ได้พัฒนาวิธีการแบบเอฟไอเอปกติเพื่อการหาปริมาณไอร์ออน(III) โดยอาศัยพื้นฐานการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนกับนอร์ฟลอกซาซิน ซึ่งมีการฉีดสารตัวอย่างปริมาณน้อย ๆ เข้าไปในกระแสรีเอเจนต์ แล้วตรวจวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อนที่เกิดขึ้นอย่างต่อเนื่องที่ความยาวคลื่น 377 นาโนเมตร ได้มีการหาค่าที่เหมาะสมของตัวแปรทางเคมีและทางเอฟไอเอโดยวิธีชิมเพลกซ์ แล้วจึงประยุกต์วิธีนี้กับการหาปริมาณเหล็กทั้งหมดในตัวอย่างน้ำธรรมชาติ ผลลัพธ์ที่ได้จากวิธีการที่นำเสนอนี้ให้ผลที่เปรียบเทียบได้พอกันกับผลที่ได้จากวิธีเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์ปชัน

ได้ดัดแปลงระบบเอฟไอเอเบื้องต้น เพื่อใช้เพิ่มความเข้มข้นและแยกไอร์ออน(III) ปริมาณน้อย โดยใช้ไมโครคอลัมน์ที่บรรจุด้วยเรซิน Dowex50WX8 ที่มีอยู่ในระบบแบบออนไลน์ ไอร์ออน(III) ที่จับอยู่ในคอลัมน์จะถูกชะออกมาด้วยแอมโมเนียมซัลเฟต แล้วผสมกับกระแสของสารละลายผสมที่ประกอบด้วยนอร์ฟลอกซาซินและแอมโมเนียมซัลเฟต หลังจากไหลผ่านปฏิกิริยาแบบถักสารประกอบเชิงซ้อนจะถูกตรวจวัดอย่างต่อเนื่องที่ความยาวคลื่น 377 นาโนเมตร ได้ประยุกต์วิธีที่นำเสนอนี้เพื่อการหาปริมาณเหล็กปริมาณน้อยในตัวอย่างน้ำดื่ม ผลวิเคราะห์ที่ได้จากวิธีที่พัฒนาเหมือนกับผลที่ได้จากวิธีเฟลมอะตอมมิกแอบซอร์ปชัน