

Thesis Title	Development of Flow Injection Analysis Systems for the Determination of Phosphate Nitrite Nitrate Chromium and Calcium	
Author	Ms. Orawan Tue-Ngeun	
M.S.	Chemistry	
Examining Committee :	Assoc. Prof.Dr.Kate Grudpan	Chairman
	Assist. Prof.Dr.Yuthsak Vaneesorn	Member
	Dr. Ponlayuth Sooksamiti	Member

Abstract

Flow injection analysis (FIA) systems for the determination of phosphate nitrite nitrate chromium and calcium were developed. For phosphate, the flow system concerns formation of molybdophosphate-Rhodamine B which leads to quenching of Rhodamine B fluorescence signal which is continuously monitored, at 580 nm using a spectrofluorometric detector. The system for nitrite determination is based on the diazotization of the nitrite with sulfanilamide and coupling with N-(1-naphthyl)-ethylenediamine. The color product is monitored at 535 nm. A cadmium reduction column is added into the FIA system for on-line reduction of nitrate to nitrite which can then be followed as above. Sequential determination of nitrite and nitrate was investigated. 1,5-diphenylcarbazide is used for chromium (VI). The complex formed can be retained on an in-valve C18 column for separation of some interferents. The complex is eluted by methanol and flows through a colorimeter where the complex is monitored at 540 nm. Additional stream of cerium (IV) for the oxidation of chromium (III) is included into the FIA system that so chromium (III) and chromium (VI) can be simultaneously determined. Investigation of FIA system for calcium using Murexide was made. So was a system using calmagite and ethylenediaminetetraacetic acid (EDTA). Conditions affecting the analytical results for each of the analytes were optimized such as reagent concentration, flow rate, sample volume and mixing device. Interferences for each system were also studied. Applications of the proposed procedures were demonstrated to water samples. Working ranges of the procedures were 0.005-0.1 mg/l for phosphate, 0.01-0.3 mg/l for nitrite, 0.05-0.3 mg/l for nitrate, 0.1-1 mg/l for both species of chromium in the simultaneous determination of chromium (VI) and chromium (III) and 10-120 mg/l for calcium. Relative standard deviations were found to be 1.3 % for 0.08 mg/l PO_4^{3-} (n=12), 1.2 % for 0.05 mg/l NO_2^- (n=15), 7.7 % for 0.07 mg/l NO_3^- (n=43), 6.0 % for 0.1 mg/l Cr(VI) (n=20), 4.2% for 0.4 mg/l Cr(III) (n=20) and 2.0 % for 100 mg/l Ca (n=12).

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์	การพัฒนาระบบโพลีอินเจคชันอะนาลิซิสสำหรับการหาปริมาณ ฟอสเฟต ไนโตรเจน ไนเตรต โครเมียม และ แคลเซียม	
ชื่อผู้เขียน	นางสาวอรรวรรณ ถือเงิน	
วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต	สาขาวิชาเคมี	
คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ :	รศ.ดร.เกตุ กรุดพันธ์ ผศ.ดร.ยุทธศักดิ์ วัฒนีสอน ดร.พลยุทธ สุขสมิติ	ประธานกรรมการ กรรมการ กรรมการ

บทคัดย่อ

ได้พัฒนาระบบโพลีอินเจคชันอะนาลิซิส(เอฟ ไอ เอ) สำหรับการหาปริมาณ ฟอสเฟต ไนโตรเจน ไนเตรต โครเมียม และ แคลเซียม สำหรับระบบฟอสเฟต เกี่ยวกับการเกิด โมลิบโดฟอสเฟต-โรดามีน บี ซึ่งทำให้เกิดการควENCHING ของสัญญาณฟลูออเรสเซนของโรดามีน บี ที่ถูกตรวจสอบอย่างต่อเนื่องที่ 580 นาโนเมตร ด้วยเครื่องตรวจวัดสเปกโตรฟลูออโรเมทรี ระบบ การหาปริมาณไนโตรเจนอาศัยการเกิดไดเอโซโทเซชันของไนโตรเจนกับซัลฟานิลลาไมด์ และการคัพปลิง ด้วย เอ็น-(1-แนฟทิล)-เอทีลีนไดเอมีน ติดตามสารผลิตภัณฑ์ที่มีสีที่ 535 นาโนเมตร เมื่อต่อคอลัมน์แคดเมียมในระบบ เอฟ ไอ เอ ข้างต้น เพื่อรีดิวซ์ไนเตรตให้เป็นไนโตรเจน ซึ่งสามารถ ติดตามได้เช่นเดียวกับข้างต้น และได้นำมาศึกษาการหาปริมาณตามลำดับของไนโตรเจน และ ไนเตรต สำหรับโครเมียม(VI) ใช้ 1,5-ไดฟีนิลคาร์บาไซด์ ในการทำปฏิกิริยา สารเชิงซ้อนที่เกิดขึ้น สามารถถูกจับไว้บนคอลัมน์ C18 ที่อยู่ในวาล์ว เพื่อแยกสารที่รบกวนบางตัวออกได้ สารเชิงซ้อน นั้นจะถูกชะออกมาด้วยเมทานอล และไหลผ่านคัลเลอร์มิเตอร์ ซึ่งตรวจวัดสารเชิงซ้อนนี้ที่ 540 นาโนเมตร เมื่อเพิ่มท่อกระแสสารละลายซีเรียม (VI) เพื่อออกซิไดซ์โครเมียม(III) เข้าไปในระบบ จะทำให้สามารถหาปริมาณโครเมียม(III) และ โครเมียม (VI) พร้อมเดียวกัน ได้ศึกษาระบบ เอฟ ไอ เอ สำหรับแคลเซียมโดยใช้เมอเรกไซด์ และได้ศึกษาระบบที่ใช้ คัลมาโกด์และเอทีลีนไดเอมีน เตตระอะซิติกแอซิด(EDTA) ด้วยเช่นกัน ได้ศึกษาหาสภาวะที่มีผลต่อผลการวิเคราะห์สำหรับแต่ละ สารที่ต้องการวิเคราะห์ เพื่อให้ได้สภาวะที่เหมาะสม เช่น ความเข้มข้นของรีเอเจนต์ อัตราการไหล ปริมาตรของตัวอย่าง และอุปกรณ์การผสม ได้ศึกษาการรบกวนในแต่ละระบบด้วย และได้ศึกษา การประยุกต์วิธีที่พัฒนาขึ้นกับน้ำตัวอย่าง วิธีดังกล่าวสามารถใช้ในช่วง 0.005-0.1 มิลลิกรัมต่อ

ลิตรสำหรับฟอสเฟต ช่วง 0.01-0.3 มิลลิกรัมต่อลิตรสำหรับไนโตรเจน ช่วง 0.05-0.3 มิลลิกรัมต่อลิตรสำหรับไนเตรต ช่วง 0.1-1 มิลลิกรัมต่อลิตรสำหรับโครเมียมทั้งสองชนิดในการหาปริมาณโครเมียม(VI) และ โครเมียม(III) พร้อมเดียวกัน และ ช่วง 10-120 มิลลิกรัมต่อลิตรสำหรับแคลเซียม ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานเป็น 1.3 % สำหรับ 0.08 มิลลิกรัมฟอสเฟตต่อลิตร (จากการฉีดสารตัวอย่าง 12 ซ้ำ) 1.2 % สำหรับ 0.05 มิลลิกรัมไนโตรเจนต่อลิตร (จากการฉีดสารตัวอย่าง 15 ซ้ำ) 7.7 % สำหรับ 0.07 มิลลิกรัมไนเตรตต่อลิตร (จากการฉีดสารตัวอย่าง 43 ซ้ำ) 6.0 % สำหรับ 0.1 มิลลิกรัมโครเมียม(VI) ต่อลิตร (จากการฉีดสารตัวอย่าง 20 ซ้ำ) 4.2 % สำหรับ 0.4 มิลลิกรัมโครเมียม(III) ต่อลิตร (จากการฉีดสารตัวอย่าง 20 ซ้ำ) และ 2.0 % สำหรับ 100 มิลลิกรัมแคลเซียมต่อลิตร (จากการฉีดสารตัวอย่าง 12 ซ้ำ)