

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์	การเตรียมตัวอย่างโดยใช้คอลัมน์แบบอินวาล์วและแบบออนไลน์ในระบบโพลินเจกชันสำหรับการหาปริมาณ แคดเมียม ทองแดง ตะกั่ว สังกะสี เบนซีน โทลูอิน และไซลีน	
ผู้เขียน	นางสาวสุมาลี ธนิกกุล	
ปริญญา	วิทยาศาสตร์ดุสิตบัณฑิต (เคมี)	
คณะกรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์	รองศาสตราจารย์ ดร. เกตุ กรุดพันธ์	ประธานกรรมการ
	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. มงคล ราชนะนคร	กรรมการ
	ดร. จรูญ จักร์มณี	กรรมการ
	ศาสตราจารย์ ดร. แก้ว ดี. คริสเตียน	กรรมการ
	ศาสตราจารย์ ดร. โรเบิร์ต อี. ซินโนเวค	กรรมการ
	บทคัดย่อ	

ได้พัฒนาระบบโพลินเจกชัน (เอฟไอ) แบบอินวาล์วคอลัมน์ขนาดเล็ก-เฟลมอะตอมมิค แอบซอร์ปชันสเปกโทเมตรี (เอฟเอเอส) โดยคอลัมน์บรรจุด้วยเรซินคีเลกซ์-100 (ไฮโดรเจนไอออน ฟอรั่ม) ที่สามารถแยกไอออนบวกของ แคดเมียม ทองแดง ตะกั่ว และ สังกะสี จากไอออนอื่นๆ ได้ พร้อมทั้งเพิ่มความเข้มข้นแบบออนไลน์ก่อนทำการวิเคราะห์ ซึ่งคอลัมน์ขนาดเล็กนี้จะแทนที่ตำแหน่งลูบฉีดสารตัวอย่างของวาล์วฉีดสารตัวอย่างแบบ 6-พอร์ต สารละลายมาตรฐานผสม แคทไอออนจะถูกปรับพีเอชแบบออนไลน์ด้วยสารละลาย 1.0 โมลาร์ แอมโมเนียมอะซีเตทบัฟเฟอร์ พีเอช 5.4 ก่อนผ่านเข้าคอลัมน์แลกเปลี่ยนไอออน หลังจากนั้นจะใช้กรดไนตริก 2.0 โมลาร์ ไล่แคทไอออนที่ต้องการวิเคราะห์เข้าไปยังเครื่องเฟลมเอเอส ระบบดังกล่าวจะให้ประโยชน์ในการทำกราฟเส้นตรงด้วยความเข้มข้นเดียวได้ วิธีที่เสนอได้ประยุกต์กับตัวอย่างจริงที่เป็นน้ำประปา น้ำผิวดิน และน้ำทิ้งโรงงาน

ได้พัฒนาระบบการวิเคราะห์ที่รวมเอฟไอเข้ากับไอออนโครมาโทกราฟี (ไอซี) ได้เสนอเอฟไอด้วยคอลัมน์ขนาดเล็กแบบอินวาล์วบรรจุด้วยเรซินทีเลกซ์-100 สำหรับเตรียมตัวอย่างแบบออนไลน์ก่อนทำการหาปริมาณไอออนบวกบางชนิด (แคดเมียม ตะกั่ว และสังกะสี) โดยใช้เครื่องไอออนโครมาโทกราฟี สารละลายมาตรฐานผสมของไอออนบวกถูกผ่านไปยังคอลัมน์ขนาดเล็กแบบอินวาล์ว และตามด้วยขั้นตอนการไล่สารออกจากคอลัมน์ไปยังอินเจกชันวาล์วของไอซี และสารละลายถูกฉีดเข้าไปในเครื่องไอออนโครมาโทกราฟี ทำการหาสภาวะที่เหมาะสมในระบบสามารถสร้างกราฟมาตรฐานโดยใช้สารละลายมาตรฐานที่ความเข้มข้นเดียว ได้ค่าการกลับคืนมาของ แคดเมียม ตะกั่ว และสังกะสี เท่ากับ 95, 105 และ 99 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ วิธีที่ได้พัฒนานี้นำไปประยุกต์ในการวิเคราะห์ตัวอย่างแร่สังกะสีและผลการวิเคราะห์สอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ที่ได้จากวิธีไอซีพี-เออีเอส และเอเอเอส

ได้พัฒนารามานเซนเซอร์แบบใหม่ที่ใช้ลิควิดคอร์ออฟติคัลเวฟไกด์ด้วยท่อเฟลลอน-เอฟ 2400 ซึ่งบรรจุน้ำภายในท่อ สารละลายผสมของเบนซีน โทลูอิน และพารา-ไซลีนในน้ำถูกนำเข้าสู่ลิควิดคอร์เวฟไกด์ (เอล ซี ดับบีว) เซนเซอร์โดยใช้รูปฉีดสารตัวอย่างขนาด 1000 ไมโครลิตรและสารที่วิเคราะห์จะถูกเพิ่มความเข้มข้นบนผนังด้านในท่อเวฟไกด์ สารที่ต้องการวิเคราะห์จะถูกชะออกจากเวฟไกด์ด้วยการฉีดสารละลายผสมอะซีโตนในไตร์ในน้ำปริมาตร 30 ไมโครลิตร ด้วยรูปสำหรับฉีดตัวทำลาย จากการทดลองแฟกเตอร์การเพิ่มความเข้มข้นมีค่าเท่ากับ 14 เท่า และในทางทฤษฎีแฟกเตอร์การเพิ่มความเข้มข้นมีค่าเท่ากับ 33 ซึ่งคำนวณจากอัตราส่วนปริมาตรตัวอย่างและปริมาตรตัวชะที่ใช้ ในระหว่างขั้นตอนการชะจะได้ฟลักรามานของเบนซีน โทลูอิน และพารา-ไซลีน พบว่าสัญญาณรามานของเบนซีน โทลูอิน และพารา-ไซลีนที่เกิดขึ้นที่ 992, 1004 และ 1206 cm^{-1} ตามลำดับ ค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ของวิธีที่เสนอเท่ากับ 3 เปอร์เซ็นต์ (ทดลอง 3 ครั้ง) จึงจำกัดการตรวจวัดสำหรับเบนซีนเท่ากับ 730 ไมโครกรัมต่อลิตร ข้อมูลฟลักรามานของสารที่ต้องการวิเคราะห์ที่ได้นำไปใช้ประโยชน์ในทางคุณภาพวิเคราะห์และปริมาณวิเคราะห์

Thesis Title Sample Pretreatment Using In-valve and On-line Columns in Flow Injection Systems for the Determination of Cadmium, Copper, Lead, Zinc, Benzene, Toluene and Xylene

Author Ms. Sumalee Tanikkul

Degree Doctor of Philosophy (Chemistry)

Thesis Advisory Committee

Associate Professor Dr. Kate Grudpan Chairperson

Assistant Professor Dr. Mongkon Rayanakorn Member

Dr. Jaron Jakmunee Member

Professor Dr. Gary D. Christian Member

Professor Dr. Robert E. Synovec Member

ABSTRACT

A flow injection (FI) in-valve mini-column system coupled to flame atomic absorption spectrometry (FAAS) was studied. A mini-column replaced a sample loop of a 6-port injection valve and was packed with Chelex-100 resin (H^+ form) to separate some cations of interest, namely, cadmium, copper, lead and zinc from other ions involving and on-line preconcentration prior to analysis. A mixture of the cations was on-line pH adjusted with 1.0 M ammonium acetate buffer pH 5.4 before it flowed into the ion exchanger column. After that, 2.0 M HNO_3 was used to elute the analytes from the column to the FAAS. A single standard calibration can also be obtained benefit from such a system. The proposed procedure was applied to tap, surface and wastewater samples.

An analytical system combining FI with an ion chromatography (IC) was investigated. The FI in-valve mini-column packed with Chelex-100 resin was proposed for on-line sample pretreatment for some cations, namely, cadmium, lead and zinc, prior to simultaneous determination by using ion chromatography. A solution containing a mixture of the cations was first passed through the in-valve mini-column, followed by on-line elution. The eluate was then flowed further to the IC injection valve and was injected into an ion chromatograph. Conditions of the system were optimized. A single standard calibration was possible. The recoveries of Cd, Pb and Zn were 95%, 105% and 99%, respectively. The developed method was applied to zinc ore samples and results obtained agree with ICP-AES and AAS.

A novel Raman sensor using a liquid-core optical waveguide implementing a Teflon-AF 2400 tube filled with water was developed. An aqueous analyte mixture of benzene, toluene and *p*-xylene was introduced using a 1000 μl sample loop to the liquid-core waveguide (LCW) sensor and the analytes were preconcentrated onto the inside surface of the waveguide tubing. The analytes were then eluted from the waveguide using an acetonitrile-water solvent mixture injected via a 30 μl eluting solvent loop. The preconcentration factor was experimentally determined to be 14-fold, in reasonable agreement with the theoretical preconcentration factor of 33 based upon the sample volume to elution volume ratio. Raman spectra of benzene, toluene and *p*-xylene were obtained during elution. It was found that analytically useful Raman signals for benzene, toluene and *p*-xylene were obtained at 992, 1004 and 1206 cm^{-1} , respectively. The relative standard deviation of the method was 3% for triplicate measurements. The limit of detection (LOD) was determined to be 730 $\mu\text{g l}^{-1}$ for benzene. The Raman spectra of these test analytes were evaluated for qualitative and quantitative analysis utility.