

Thesis Title Development of Flow Injection and Sequential Injection Methods for Determination of Iron in Water Samples

Author Miss On-Anong Wechjan

Degree Master of Science (Chemistry)

Thesis Advisory Committee

Assistant Professor Dr. Teraboon Pojanagaroon Chairperson

Associate Professor Dr. Saisunee Liawruangrath Member

ABSTRACT

A flow injection analysis (FIA) system with spectrophotometric detection was developed for iron (III) determination. Iron was determined based on the formation of chromogen between iron (III), Eriochrome Cyanine R (ECR) and Cetyltrimethylammonium bromide (CTMAB) in 0.1 mol L⁻¹ acetate buffer (pH 4.5) solution, yielding a ternary blue colored complex product (Fe-ECR-CTMAB) with a maximum absorption at 610 nm. The optimum values of chemical and FIA variables for determination of iron (III) were investigated by univariate method. The method involved injection of 250 µL of standard or sample solution containing iron (III) into a flowing carrier stream of 1.0×10⁻³ mol L⁻¹ CTMAB solution. Then it was merged with 3.0×10⁻⁴ mol L⁻¹ ECR solution and formed the product of Fe-ECR-CTMAB in the reaction coil. Consequently, the increase in absorbance as peak height was monitored

at 610 nm. Using the FIA procedure under optimum conditions, the two calibration curves according to Beer's Law were established over the concentration ranges of 0.01-0.35 mg L⁻¹ and 0.50–0.80 mg L⁻¹ with the regression equation of $Y = 0.5385x + 0.0056$, a correlation coefficient of 0.9994 and $Y = 0.403x + 0.0759$, a correlation coefficient of 0.9986, respectively. A detection limit (3σ) was 0.005 mg L⁻¹ of iron (III). The method was very reproducible with the relative standard deviation for replicate injection of 1.19 % (n=11) for 0.1 mg L⁻¹ of iron (III) standard solution and very rapid with a sampling rate of 144 h⁻¹. The proposed method was applied to the determination of iron (III) in drinking water. The concentration of iron (III) were found to be in the range 0.006-0.016 mg L⁻¹ which were in good agreement with the results obtained from an ICP-MS method at the 95 % confidence level.

A sequential injection analysis (SIA) spectrophotometric method has been developed for the determination of iron (III). The detection method for iron was based on the reaction of iron (III), Eriochrome Cyanine R (ECR) and Cetyltrimethylammonium bromide (CTMAB), yielding a ternary blue colored complex product (Fe-ECR-CTMAB) at pH 5.5 with absorption maximum at 610 nm.

The SIA parameters that influence the signal response have been optimized in order to obtain the best sensitivity and minimum reagent consumption. The results showed that the concentration of acetate buffer pH 5.5, ECR and CTMAB solution were 0.1, 3.5×10^{-4} and 2.5×10^{-4} mol L⁻¹, respectively. The aspirated volumes of acetate buffer, ECR, CTMAB and sample were 50, 125, 175, and 75 μ L, respectively. The flow rate was set at 100 μ L s⁻¹. A linear relationship between the relative peak height and

concentrations were obtained in the concentration range of 0.02-0.45 mg L⁻¹ with a correlation coefficient of 0.9995 and the concentration range 0.45-1.0 mg L⁻¹ with a correlation coefficient of 0.9948. The limit of detection (LOD, defined as 3σ) was 0.012 mg L⁻¹. The relative standard deviations (n=11) were 2.17%, 2.25%, 0.85% and 1.13 % for 0.04, 0.1, 0.5 and 1.25 mg L⁻¹ of iron, respectively. The proposed method was applied to the determination of iron in bottled-drinking water samples with a sampling rate 39 h⁻¹. The results were found to be in good agreement with those obtained by ICP-MS method at the 95% confidence level.

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์	การพัฒนาวิธีโพล์อินเจกชันและวิธีซีเควนเชียลอินเจกชันสำหรับการหาปริมาณเหล็กในตัวอย่างน้ำ	
ผู้เขียน	นางสาว อรอนงค์ เวชจันทร์	
ปริญญา	วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (เคมี)	
คณะกรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ธีรบุญ พจนการุณ	ประธานกรรมการ
	รองศาสตราจารย์ ดร.สายสุนีย์ เหลี้ยวเรืองรัตน์	กรรมการ

บทคัดย่อ

ระบบโพล์อินเจกชันที่มีการตรวจวัดด้วยสเปกโตรโฟโตเมตรีถูกพัฒนาขึ้นเพื่อหาปริมาณ

เหล็ก (III) โดยอาศัยการทำปฏิกิริยาระหว่างเหล็ก อิริโอโครมไซยานินอาร์ (อีซีอาร์) และ ซิติไทร

เมธิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (ซิติเอ็มเอบี) ในสารละลายอะซิเตตบัฟเฟอร์ พีเอช 4.5 เกิดเป็นไตรภาค

เชิงซ้อนสีน้ำเงิน ซึ่งดูดกลืนแสงสูงสุดที่ความยาวคลื่น 610 นาโนเมตร ได้ทำการศึกษาหาสภาวะที่

เหมาะสมของตัวแปรทางเคมีและทางเอฟไอเอสำหรับหาปริมาณเหล็กด้วยวิธียูนิแวร์เอท โดยวิธีนี้

สามารถสรุปขั้นตอนได้ว่าสารละลายมาตรฐานเหล็กหรือสารละลายตัวอย่างที่มีองค์ประกอบของ

เหล็ก จะถูกฉีดเข้าสู่กระแสตัวพาของสารละลายซิติเอ็มเอบีที่ความเข้มข้น 1.0×10^{-3} โมลต่อลิตร

หลังจากนั้นจะไปผสมกับสารละลายอีซีอาร์ที่ความเข้มข้น 3.0×10^{-4} โมลต่อลิตร เพื่อเกิด

สารประกอบเชิงซ้อนขึ้นในรีแอกชันคอปป์ และวัดค่าการดูดกลืนแสงโดยแปลสัญญาณเป็นค่าความสูงพีคที่ความยาวคลื่น 610 นาโนเมตร จากการหาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับหาปริมาณเหล็ก ได้กราฟมาตรฐานเป็นไปตามกฎของเบียร์สองช่วงความเข้มข้น คือช่วงความเข้มข้น 0.01-0.35 มิลลิกรัมต่อลิตรของเหล็ก และ 0.50-0.80 มิลลิกรัมต่อลิตรของเหล็ก โดยมีสมการถดถอยเชิงเส้นเท่ากับ $Y = 0.5385x + 0.0056$ ด้วยค่าอาร์สแควร์เท่ากับ 0.9994 และ $Y = 0.403x + 0.0759$ ด้วยค่าอาร์สแควร์เท่ากับ 0.9986 ตามลำดับ วิธีนี้มีขีดจำกัดต่ำสุดในการตรวจวัดเหล็กที่มีความเข้มข้น 0.005 มิลลิกรัมต่อลิตร มีค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เท่ากับ 1.19 เปอร์เซ็นต์ สำหรับเหล็กที่มีความเข้มข้น 0.10 มิลลิกรัมต่อลิตร (ทำการทดลองซ้ำ 11 ครั้ง) และมีอัตราเร็วของการวิเคราะห์ 144 ตัวอย่างต่อชั่วโมง ได้นำวิธีที่พัฒนาขึ้นมาประยุกต์สำหรับหาปริมาณเหล็กปริมาณน้อยในตัวอย่างน้ำดื่ม ความเข้มข้นของเหล็กที่พบอยู่ในช่วง 0.006-0.016 มิลลิกรัมต่อลิตร ซึ่งผลการวิเคราะห์เป็นที่ยอมรับที่ระดับความเชื่อมั่น 95 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเทียบกับวิธีมาตรฐานของไอซีพี-เอ็มเอส

ได้พัฒนาวิธีที่ควานเชิลอินเจกชันอะนาลิซิส (เอสไอเอ) ที่มีเครื่องตรวจวัดด้วยสเปกโตรโฟโตเมตรีสำหรับหาปริมาณเหล็ก (III) การตรวจวัดด้วยวิธีนี้อาศัยการเกิดปฏิกิริยาระหว่างเหล็กอิริโอโครมไซยานินอาร์ (อีซีอาร์) และ ซิทิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (ซีทีเอ็มเอบี) เกิดผลิตภัณฑ์ไตรภาคเชิงซ้อนสีน้ำเงินที่พีเอช 5.5 ให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดที่ 610 นาโนเมตร ได้ทำการหาสภาวะที่เหมาะสมของตัวแปรทางเอสไอเอที่มีผลต่อสัญญาณการตรวจวัด เพื่อให้ได้สภาพไวที่ดีที่สุดและลดการใช้รีเอเจนต์ ซึ่งพบว่าความเข้มข้นของอะซีเตตบัฟเฟอร์ พีเอช 5.5,

อีซีอาร์ และ ซีทีเอ็มเอบีคือ 0.1 , 3.5×10^{-4} และ 2.5×10^{-4} โมลต่อลิตร ตามลำดับ ปริมาตรของสารละลาย อะซีเตตบัฟเฟอร์ที่พีเอช 5.5, อีซีอาร์, ซีทีเอ็มเอบี และ สารละลายตัวอย่าง คือ 50, 125, 175, และ 75 ไมโครลิตร ตามลำดับ อัตราการไหล 100 ไมโครลิตรต่อวินาที จากความสัมพันธ์เชิงเส้นระหว่างความสูงพีกกับความเข้มข้น ให้ช่วงความเป็นเส้นตรงในช่วงความเข้มข้น 0.02-0.45 มิลลิกรัมต่อลิตร ด้วยค่าอาร์สแควร์ 0.9995 และ ช่วงความเข้มข้น 0.45-1.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ด้วยค่าอาร์สแควร์ 0.9948 วิธีนี้มีขีดจำกัดต่ำสุดในการตรวจวัด (3 ซิกมา) เท่ากับ 0.012 มิลลิกรัมต่อลิตร มีค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เท่ากับ 2.17, 2.25, 0.85 และ 1.13 เปอร์เซ็นต์ สำหรับความเข้มข้นหลักที่ 0.04, 0.1, 0.5 และ 1.25 มิลลิกรัมต่อลิตร (ทำการทดลองซ้ำ 11 ครั้ง) และมีอัตราเร็วของการวิเคราะห์ 39 ตัวอย่างต่อชั่วโมง ได้ประยุกต์วิธีที่พัฒนาขึ้นสำหรับหาปริมาณหลักปริมาณน้อยในตัวอย่างน้ำดื่ม ซึ่งผลการวิเคราะห์เป็นที่ยอมรับที่ระดับความเชื่อมั่น 95 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเทียบกับวิธีมาตรฐานของ ไอซีพี-เอ็มเอส



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved