

ACKNOWLEDGEMENTS

The author expresses his profound gratitude and is greatly indebted to his advisor, Dr. Jaroon Jakmunee for his invaluable guidance, kind suggestion and encouragement throughout this work. The author is sincerely grateful to Assoc. Prof. Dr. Kate Grudpan, Dr. Supaporn Kradtap Dr. Somchai Lapanantnoppakhun, Department of Chemistry, Faculty of Science, Chiang Mai University, and Dr. Ponlayuth Sooksamiti, Office of Mineral Resources Region 3, Chiang Mai, for their valuable comments, guidance and discussion. The author also thanks Assoc. Prof. Somchai Ongprasert, Ms. Varaporn Poompipat, Ms. Nuchjaree Phromsopa and Ms. Bangorn Sankarn, Department of Soil Resource and Environment, Faculty of Agricultural Production, Maejo University for their valuable comments, providing of soil samples and comparative diagnosis results.

The author greatly acknowledges the Postgraduate Education and Research Program in Chemistry (PERCH) for granting his full scholarship throughout the study. The author thanks the Thailand Research Fund (TRF) and the Department of Chemistry, Faculty of Science, Chiang Mai University for their supports.

The author is profoundly grateful to his parents, sister and friends for their continuous hearty encouragement and generous concern. The sincere thanks extend to all his friends at the Flow Based Analysis Group for their suggestions and assistance.

Finally, the author also likes to express his extreme gratitude to God (Allah) for providing him with the intelligence and guidance to pursue this advance degree. He has learned some areas of life that he is powerless, and God is all powerful.

Sarawut Somnam

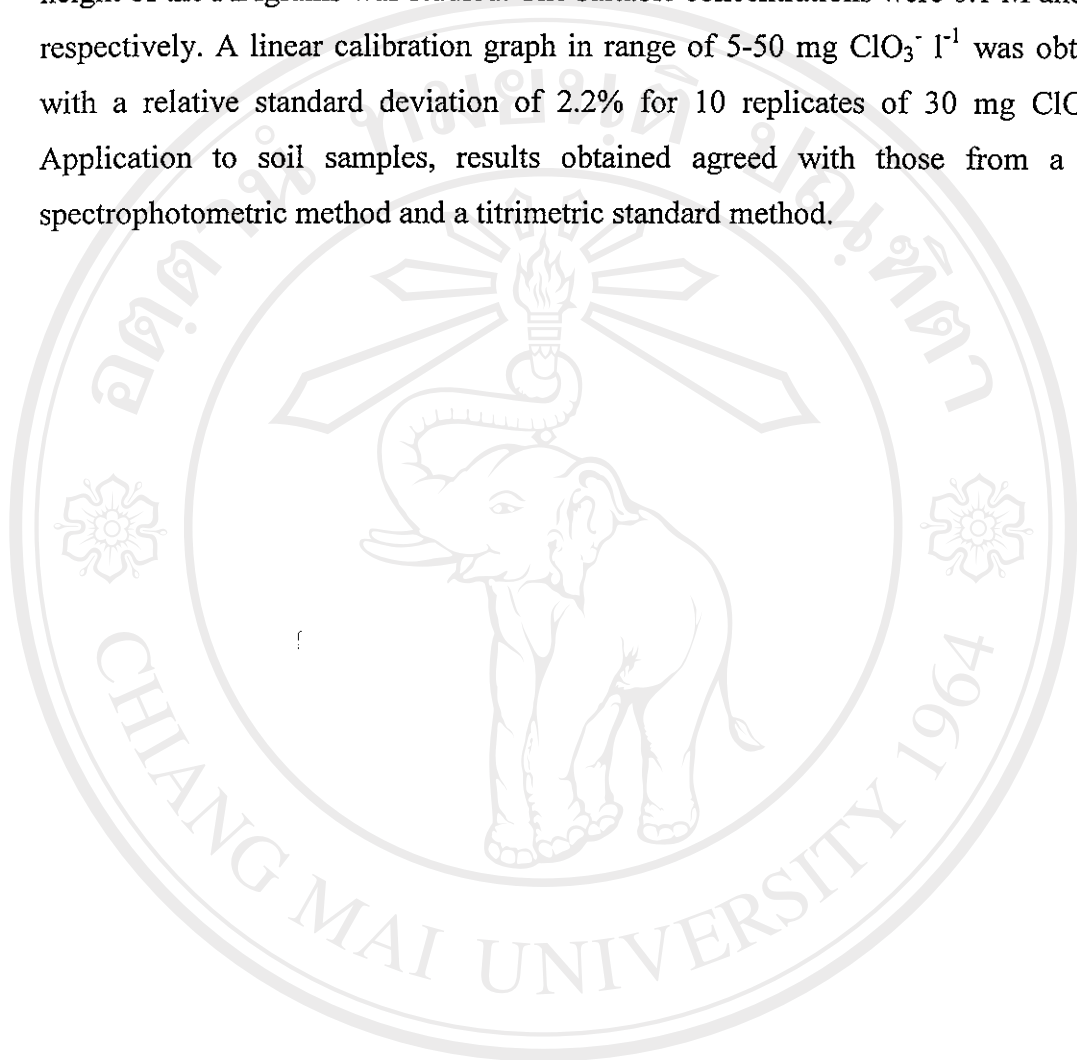
Thesis Title	Development of Stopped-Flow Injection Methods for Determination of Phosphate and Chlorate
Author	Mr. Sarawut Somnam
Degree	Master of Science (Chemistry)
Thesis Advisor	Dr. Jaroon Jakmunee

ABSTRACT

Stopped-flow injection systems for determination of phosphate and chlorate have been developed. The phosphate determination involved the phosphate-molybdate-ascorbic acid reactions, in the molybdenum blue method. The system was controlled by semi-automatic stopped-FI analyzer with a light emitting diode (LED)-colorimeter that monitored the color intensity change relating to a reaction product concentration during the period when the flow was stopped while a standard or sample zone was being in a flow cell. Slope of the FIagram obtained was linearly proportional to the reactions rate, which depended on phosphate concentration. Effects of concentrations of reagents: sodium molybdate, ascorbic acid and nitric acid, on the slope of the FIagram were studied. The suitable concentrations were 0.02 M, 0.25 %w/v and 0.15 M, respectively. A linear calibration graph in range of 0.3-6 mg P l⁻¹ was employed for determination of phosphate in soil samples. The results obtained agreed with those from a standard method.

A novel stopped-FIA procedure for determination of chlorate was proposed by using iodometric method. The flow was halted when an injected standard or sample zone was in a mixing coil. Then the flow was started to push the reaction product into a detector flow cell. The semi-automatic stopped-FI analyzer was employed to control the system with a spectrophotometer for monitoring the absorbance at 400 nm. Effect

of concentrations of reagents: potassium iodide and hydrochloric acid, on the peak height of the FIagrams was studied. The suitable concentrations were 0.1 M and 7 M, respectively. A linear calibration graph in range of 5-50 mg $\text{ClO}_3^- \text{ l}^{-1}$ was obtained, with a relative standard deviation of 2.2% for 10 replicates of 30 mg $\text{ClO}_3^- \text{ l}^{-1}$. Application to soil samples, results obtained agreed with those from a batch spectrophotometric method and a titrimetric standard method.



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์ การพัฒนาวิธีสต่อปโฟลอินเจกชันสำหรับการหาปริมาณฟอสเฟต
และคลอเรต

ผู้เขียน นาย สรวุฒิ สมนาม

ปริญญา วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (เคมี)

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ อาจารย์ ดร.จรูญ จักรมณี

บทคัดย่อ

ได้พัฒนาวิธีวิเคราะห์หาปริมาณฟอสเฟตและคลอเรตโดยระบบสต่อปโฟลอินเจกชัน ซึ่ง
การวิเคราะห์เกี่ยวข้องข้องกับปฏิกิริยาระหว่างฟอสเฟต-โมลิบเดต-กรดแอสคอร์บิก ตามวิธี
โมลิบดินัมบลู ระบบดังกล่าวจะถูกควบคุมโดยเครื่องมือระบบกึ่งอัตโนมัติซึ่งใช้แอลอีดีคัลเลอริ
มิเตอร์ติดตามการเปลี่ยนแปลงการความเข้มของสีของสารผลิตผลเทียบกับเวลาในขณะหยุดการ
ไหลโดยที่สารมาตรฐานหรือสารตัวอย่างอยู่ในโฟลเซลล์ ความชันของสัญญาณที่ได้จะแปรผันโดย
ตรงกับอัตราการเกิดปฏิกิริยาซึ่งขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของฟอสเฟต ได้ศึกษาผลของความเข้มข้น
ของรีเอเจนต์คือ โซเดียม โมลิบเดต, กรดแอสคอร์บิก และกรดไนตริกต่อความชันของสัญญาณ พบ
ว่าความเข้มข้นที่เหมาะสมคือ 0.02 โมลาร์, 0.25% น้ำหนักต่อปริมาตร และ 0.15 โมลาร์ ตามลำดับ
ช่วงเส้นตรงของกราฟมาตรฐานที่ความเข้มข้น 0.3-6 มิลลิกรัมฟอสฟอรัสต่อลิตรได้ถูกนำมาใช้ในการ
การหาปริมาณฟอสเฟตในตัวอย่างดิน ซึ่งพบว่าให้ผลสอดคล้องกับวิธีมาตรฐาน

ได้เสนอวิธีสต่อปเอฟไอเอแบบใหม่สำหรับการหาปริมาณคลอเรตที่อาศัยวิธีทางไอโอโด-
เมตรี การไหลจะถูกหยุดเมื่อสารมาตรฐานหรือสารตัวอย่างอยู่ในมิคซิงคอยล์ จากนั้นการไหลจะ
เริ่มขึ้นเพื่อผลักผลิตผลของปฏิกิริยาเข้าสู่เครื่องตรวจวัด เครื่องมือระบบกึ่งอัตโนมัติถูกนำมาใช้
ควบคุมระบบ โดยใช้เครื่องตรวจวัดเป็นเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์สำหรับติดตามการดูดกลืน
แสงของสารที่ 400 นาโนเมตร ได้ศึกษาผลของความเข้มข้นของรีเอเจนต์คือ โพแทสเซียมไอโอ

โด้และกรดไฮโดรคลอริกต่อความสูงของสัญญาณ พบว่าความเข้มข้นที่เหมาะสมคือ 0.1 โมลาร์ และ 7 โมลาร์ ตามลำดับได้กราฟมาตรฐานที่เป็นเส้นตรงในช่วง 5-50 มิลลิกรัมคลอเรตต่อลิตร โดยมีค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ 2.2 เปอร์เซ็นต์ สำหรับการฉีดสารมาตรฐาน 30 มิลลิกรัมคลอเรตต่อลิตร 10 ซ้ำสำหรับการประยุกต์ใช้ในตัวอย่างดิน พบว่าให้ผลสอดคล้องกับวิธีสเปกโตรโฟโตเมตริกแบบแบชท์และวิธีมาตรฐานแบบการไตเตรต



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved