

**Thesis Title** Development of Flow Injection Procedures for the Determination of Calcium, Magnesium, Iron, Zinc and Ethanol

**Author** Ms. Kwuanjit Manee-on

**Degree** Doctor of Philosophy (Chemistry)

**Thesis Advisory Committee**

Assoc. Prof. Dr. Kate Grudpan	Chairperson
Asst. Prof. Dr. Yuthsak Vaneesorn	Member
Dr. Jaroon Jakmune	Member

**ABSTRACT**

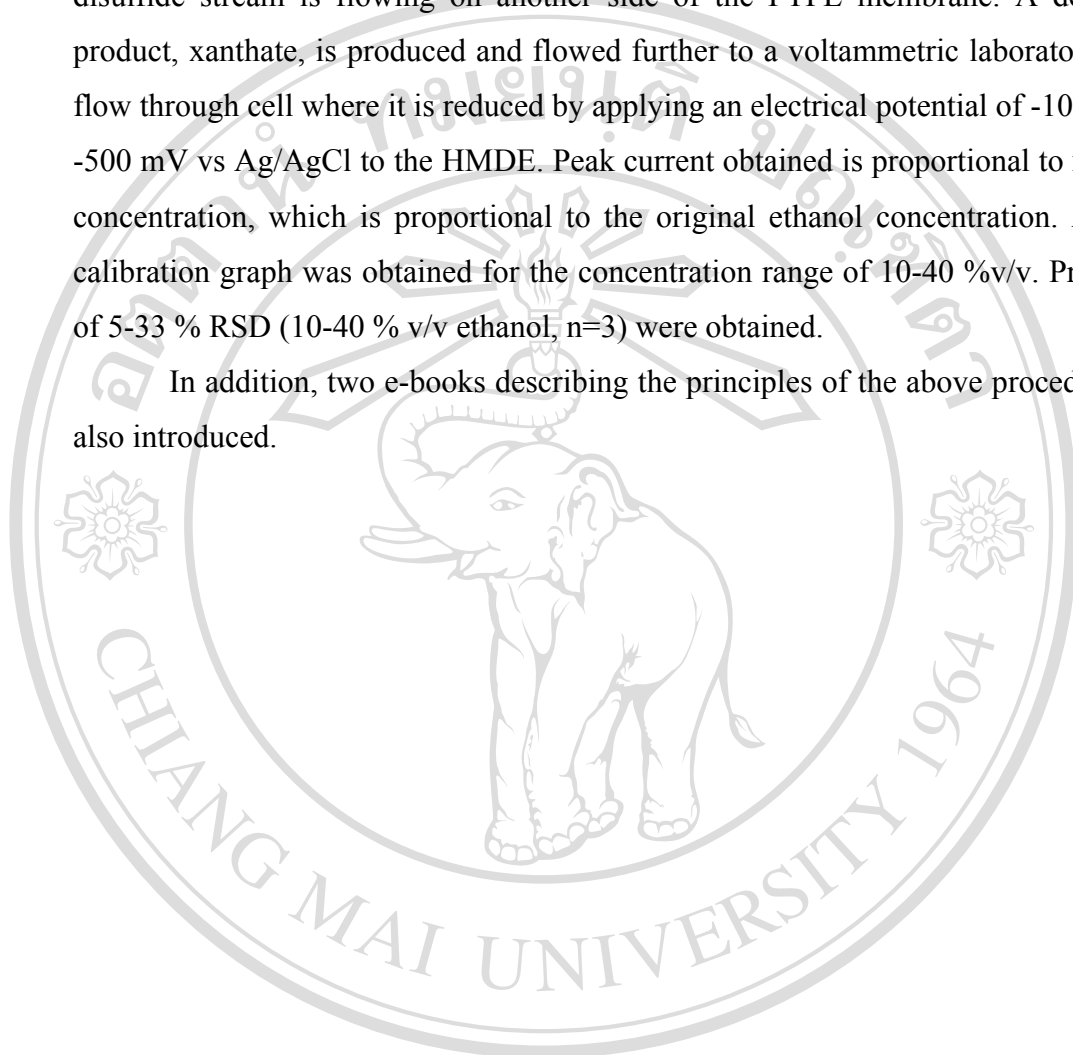
Flow-injection (FI) procedures have been investigated for the determination of calcium, magnesium, iron and zinc, and ethanol. The first group of FI procedures is based on the replacement of Mg(II) in Mg-EDTA complex by an analyte cation of interest. Colorimetric detection (at 530 nm) is made by following the absorbance of Mg(II)–Eriochrome Black T (EBT) complex. Standard/sample is injected into a Mg-EDTA stream before merging with EBT in ammonia/ammonium chloride buffer.

Linear calibration graphs were obtained for the concentration range of 2.0-6.0 mM for calcium, magnesium, and iron and 2.0-5.0 mM for zinc. The detection limits of calcium, magnesium, iron, and zinc were 0.6, 0.7, 0.4 and 0.5 mM, respectively. The precisions of overall procedures were 2.1, 1.9, 2.4 and 1.5 % RSD for the determination of calcium, magnesium, iron and zinc, respectively. The proposed procedures provided a sample throughput of up to 200 injections per hour. The method was successfully applied to determination of the analytes in drug and mineral supplement samples. The results agreed with those obtained by the titrimetric methods.

Another concerns FI procedure based on the on-line derivatization of ethanol to produce xanthate before voltammetric detection of the product at a hanging

mercury drop electrode (HMDE). Standard/sample containing ethanol is injected into a sodium hydroxide stream which flows through a gas diffusion unit where carbon disulfide stream is flowing on another side of the PTFE membrane. A derivative product, xanthate, is produced and flowed further to a voltammetric laboratory-made flow through cell where it is reduced by applying an electrical potential of -100 to -500 mV vs Ag/AgCl to the HMDE. Peak current obtained is proportional to xanthate concentration, which is proportional to the original ethanol concentration. A linear calibration graph was obtained for the concentration range of 10-40 %v/v. Precisions of 5-33 % RSD (10-40 % v/v ethanol, n=3) were obtained.

In addition, two e-books describing the principles of the above procedures are also introduced.



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่  
Copyright © by Chiang Mai University  
All rights reserved

**ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์** การพัฒนาวิธีโฟลอินเจกชันเพื่อการหาปริมาณ แคลเซียม แมกนีเซียม เหล็ก สังกะสี และเอทานอล

**ผู้เขียน** นางขวัญจิต มณีอ่อน

**ปริญญา** วิทยาศาสตรดุษฎีบัณฑิต (เคมี)

**คณะกรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์**

รองศาสตราจารย์ ดร. เกตุ กรุดพันธ์

ประธานกรรมการ

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ยุทธศักดิ์ วัฒนีสอน

กรรมการ

อาจารย์ ดร. จรูญ จักรมณี

กรรมการ

**บทคัดย่อ**

ได้พัฒนาวิธีโฟลอินเจกชัน (เอฟไอ) 2 วิธี สำหรับการหาปริมาณแคลเซียม แมกนีเซียม เหล็กและสังกะสี และหาปริมาณเอทานอล วิธีเอฟไอกลุ่มแรกอาศัยหลักการแทนที่ของแคทไอออนที่สนใจกับแมกนีเซียมในสารประกอบแมกนีเซียม-อีดีทีเอ ทำการตรวจวัดแบบคัลลอร์เมตรี (ที่ความยาวคลื่น 530 นาโนเมตร) ซึ่งติดตามสารประกอบแมกนีเซียม-เออร์โอโครมเบลคที (อีบีที) สารมาตรฐาน/ตัวอย่างที่จะวิเคราะห์ถูกฉีดเข้ากระแสน้ำของแมกนีเซียม-อีดีทีเอ แล้วจึงผสมกับอีบีที ในแอมโมเนีย/แอมโมเนียมคลอไรด์บัฟเฟอร์

ได้กราฟมาตรฐานเส้นตรงในช่วงความเข้มข้น 2.0-6.0 มิลลิโมลาร์ สำหรับ แคลเซียม แมกนีเซียม และเหล็ก และ 2.0-5.0 มิลลิโมลาร์ สำหรับสังกะสี ขีดจำกัดต่ำสุดที่สามารถวิเคราะห์ สำหรับแคลเซียม แมกนีเซียม เหล็ก และ สังกะสี เท่ากับ 0.6, 0.7, 0.4 และ 0.5 มิลลิโมลาร์ ตามลำดับ ความแม่นยำของการวิเคราะห์ทั้งระบบแสดงในรูปของร้อยละของความเบี่ยงเบนสัมพัทธ์มีค่าเป็น 2.1, 1.9, 2.4 และ 1.5 สำหรับการหาปริมาณแคลเซียม แมกนีเซียม เหล็ก และสังกะสี ตามลำดับ วิธีที่เสนอนี้จะวิเคราะห์โดยฉีดได้ถึง 200 ครั้งต่อชั่วโมง ได้นำวิธีนี้ไปประยุกต์ สำหรับการหาปริมาณสารที่จะวิเคราะห์ในตัวอย่างยาและแร่ธาตุเสริม ผลการวิเคราะห์สอดคล้องกับผลที่วิเคราะห์โดยวิธีไทเทรชัน

โฟลอินเจกชันวิธีการที่สองเกี่ยวข้องกับการทำอนุพันธ์แบบออนไลน์ของเอทานอล ได้ แชนเทคก่อนการตรวจวัดโดยวิธีโวลแทมเมตรีที่ขั้วปรอทแขวน (เอชเอ็มดีอี) สารมาตรฐาน/สาร

ตัวอย่างเอทานอลถูกฉีดเข้ากระแสโซเดียมไฮดรอกไซด์ ที่ไหลต่อไปยังส่วนของแก๊สดีฟิวชันที่มีคาร์บอนไดออกไซด์ไหลอยู่อีกด้านหนึ่งของเยื่อพีทีเอฟอี ทำให้เกิดแซนเทตขึ้น ซึ่งจะไหลไปที่โวลแทมเมตริกโพลีเมอร์เซลล์ที่ทำขึ้นเองในห้องปฏิบัติ การ เมื่อให้ศักย์ไฟฟ้าแก่ขั้วแอโนดใน ช่วง -100 ถึง -500 มิลลิโวลต์ เทียบกับขั้วซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์ แซนเทตจะถูกรีดิวซ์ พัลลอะไซด์ที่ได้จะเป็นสัดส่วนโดยตรงกับความเข้มข้นของแซนเทต ซึ่งเป็นสัดส่วนโดยตรงกับความเข้มข้นของเอทานอลเดิม กราฟมาตรฐานอยู่ในช่วง 10-40 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร ความแม่นยำที่ได้ในรูปของร้อยละของความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เท่ากับ 5-33 (10-40 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตรเอทานอล จากการวิเคราะห์ 3 ซ้ำ)

ได้เสนอหนังสืออิเล็กทรอนิกส์ (อี-บุ๊ก) 2 เรื่อง เป็นการอธิบายหลักการพื้นฐานของวิธีการหาปริมาณสารที่กล่าวมาข้างต้น

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่  
Copyright © by Chiang Mai University  
All rights reserved