

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

Author Miss Yanisa Thepchuay

Degree Master of Science (Chemistry)

Thesis Advisory Committee

Associate Professor Dr. Saisunee Liawruangrath Chairperson

Assistant Professor Dr. Teraboon Pojanagaroon Member

ABSTRACT

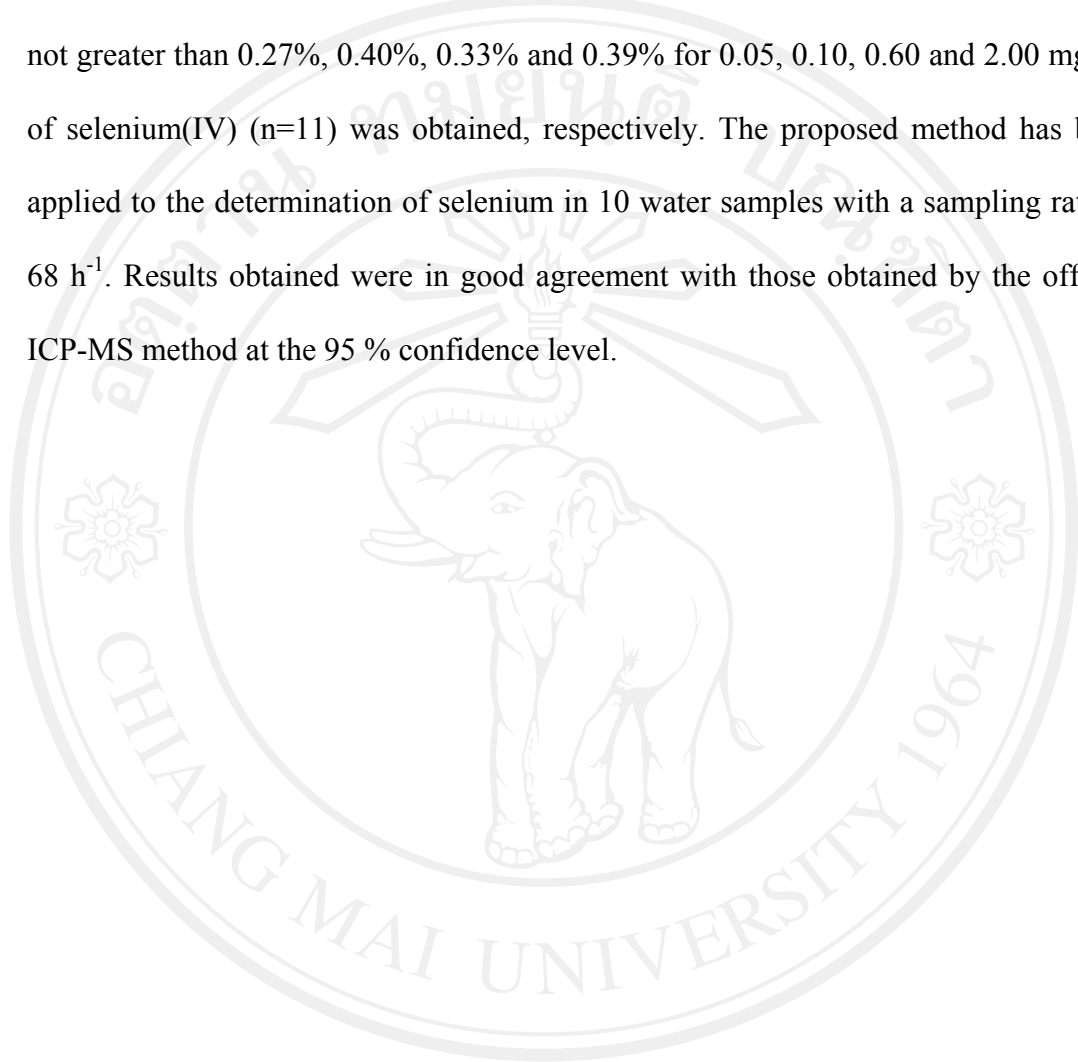
A flow-injection analysis (FIA) spectrophotometric procedure has been developed for determination of selenium(IV). This method is based on an oxidation of iodide with selenium(IV) producing iodine(I₂) which formed purple complex with Variamine Blue and absorbance of complex was measured at 546 nm. Optimum conditions for determining selenium(IV) were investigated by univariation method.

This method was based on reaction between selenium(IV) in 0.2 mol L⁻¹ hydrochloric acid solution and 3.0% (w/v) potassium iodide solution. Se(IV) ion was reduced by iodide ion to Se⁰ and iodine, which was passed through the reaction coil (I). Then, the liberated iodine oxidized 10 mg L⁻¹ Variamine Blue selectively in the presence of 0.4 mol L⁻¹ sodium acetate and passed through the reaction coil (II) to form violet-colored complex product and the maximum absorbance as peak height was monitored at 546

nm. Linear calibration curve according to Beer's law was established over the concentration range of 0.05 – 2.50 mg L⁻¹ with a correlation coefficient of 0.9993 the detection limit (3σ) and the limit of quantitation (10σ) were 0.008 mg L⁻¹ and 0.0253 mg L⁻¹ respectively. The intra-day and inter-day precision expressed as relative standard deviation for 0.20 of selenium(IV) (n=11) were found to be not greater than 0.31% was obtained. The proposed method has been applied to the determination of selenium(IV) in 10 water samples with a sampling rate of 52 h⁻¹. Results obtained were in good agreement with those obtained by the official ICP-MS method at the 95 % confidence level.

A sequential injection analysis (SIA) spectrophotometric procedure has been developed for determination of selenium(IV). This method is based on an oxidation of iodide with selenium(IV) producing iodine(I₂) which formed purple complex with Variamine Blue and the absorbance of the colored complex was measured at 546 nm. The optimum conditions were studied for determining selenium(IV). The optimized conditions were concentrations, aspirated volumes and flow rates of solutions concerned. It was found that the concentrations of 2.0 %(w/v) potassium iodide, 0.4 mol L⁻¹ hydrochloric acid, 100 mg L⁻¹ Variamine Blue and 0.2 mol L⁻¹ sodium acetate. The aspirated volumes of potassium iodide, hydrochloric acid, Variamine Blue and sample (selenium) were 125, 125, 100 and 100 μL, respectively. The flow rate was 125 μL s⁻¹. Linear calibration curve according to Beer's law were established over the concentration ranges of 0.01 – 2.50 mg L⁻¹ with a correlation coefficient of 0.9990. The detection limit (3σ) of 0.0005 mg L⁻¹ and the limit of quantitation (10σ) of

0.015 mg L⁻¹ were obtained. The intra-day and inter-day precision were found to be not greater than 0.27%, 0.40%, 0.33% and 0.39% for 0.05, 0.10, 0.60 and 2.00 mg L⁻¹ of selenium(IV) (n=11) was obtained, respectively. The proposed method has been applied to the determination of selenium in 10 water samples with a sampling rate of 68 h⁻¹. Results obtained were in good agreement with those obtained by the official ICP-MS method at the 95 % confidence level.



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์	การพัฒนาวิธีโพลีอิมิเนชันและวิธีซีเควนเซียลอิเมชันสำหรับการหาปริมาณซีลีเนียมในตัวอย่างน้ำ	
ผู้เขียน	นางสาว ญานิศา เทพช่วย	
ปริญญา	วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (เคมี)	
คณะกรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์	รองศาสตราจารย์ ดร.สายสุนีย์ เหล็กวเรืองรัตน์	ประธานกรรมการ
	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ธีรบุญ พจนการุณ	กรรมการ

บทคัดย่อ

ได้ทำการพัฒนาวิธีโพลีอิมิเนชันอะนาลิซิสเพื่อการหาปริมาณซีลีเนียมโดยอาศัย

หลักการพื้นฐานของการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของไอโอดีนด้วยซีลีเนียม(IV) ได้ผลิตภัณฑ์ไอโอดีนไดด์ ซึ่งเกิดสารประกอบเชิงซ้อนสีม่วงกับวาเลอีนามีนบลูและวัดค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดของสารประกอบเชิงซ้อนที่ความยาวคลื่น 546 นาโนเมตร ได้ทำการศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับหาปริมาณซีลีเนียมด้วยวิธียูนิแวลริเอท โดยวิธีนี้อาศัยหลักการพื้นฐานการตรวจวัดปฏิกิริยา

ซีลีเนียมที่ละลายใน 0.2 มิลลิลิตร ไซโตรคลอริกกับ 3.0 เปอร์เซ็นต์มวลต่อปริมาตร

โพแทสเซียมไอโอดีนไดด์ โดยซีลีเนียม(IV) ถูกรีดิวซ์ด้วยไอโอดีนไดด์เกิดเป็นธาตุซีลีเนียมและ

ไอโอดีนปฏิกิริยาดังกล่าวเกิดขึ้นที่รีแอกชันคอยล์ 1 หลังจากนั้นไอโอดีนจะเข้าไปออกซิไดซ์ 10 มิลลิกรัมต่อลิตร วารีเอมีนบลูซึ่งละลายใน 0.4 โมลต่อลิตร สารละลายโซเดียมอะซิเตต และผ่านเข้าสู่รีแอกชันคอยล์ 2 เกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนสีม่วงและวัดค่าการดูดกลืนแสงโดยแปลสัญญาณเป็นค่าความสูงของพีคที่ความยาวคลื่น 546 นาโนเมตร ได้กราฟมาตรฐานเป็นไปตามกฎของเบียร์ในช่วงความเข้มข้น 0.05–2.50 มิลลิกรัมต่อลิตร ด้วยค่าอาร์สแควร์เท่ากับ 0.9993 มีขีดจำกัดต่ำสุดในการวิเคราะห์ (3 ซิกมา) เท่ากับ 0.008 มิลลิกรัมต่อลิตร มีค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เท่ากับ 0.31 เปอร์เซ็นต์ สำหรับความเข้มข้นซีลีเนียมที่ 0.20 มิลลิกรัมต่อลิตร (ทำการทดลอง 11 ครั้ง) นำวิธีที่พัฒนาขึ้นนี้มาประยุกต์ใช้สำหรับหาปริมาณซีลีเนียมในตัวอย่างน้ำ 10 ตัวอย่าง ด้วยอัตราเร็ว 52 ตัวอย่างต่อชั่วโมง ซึ่งผลการวิเคราะห์เป็นที่ยอมรับที่ระดับความเชื่อมั่น 95 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเทียบกับวิธีมาตรฐานของไอซีพี-เอ็มเอส

การพัฒนาวิธีซีเควนเชียลอินเจกชันอะนาลิซิส (เอสไอเอ) สเปกโทรโฟโตเมตรีสำหรับหาปริมาณซีลีเนียมวิธีนี้อาศัยการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของไอโอดีนด้วยซีลีเนียม(IV) ได้ผลิตภัณฑ์

ไอโอไดด์ ซึ่งเกิดสารประกอบเชิงซ้อนสีม่วงกับวาลีเอมีนบลูและวัดค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดของสารประกอบเชิงซ้อนที่ความยาวคลื่น 546 นาโนเมตร ได้ทำการศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการหาปริมาณซีลีเนียมต่างๆ เช่น ความเข้มข้น, ปริมาตร และอัตราการไหลของสารละลายในระบบ เป็นต้น พบว่าสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการทดลองนี้คือ 2.0 เปอร์เซ็นต์มวลต่อปริมาตร

โพแทสเซียมไอโอไดด์, 100 มิลลิกรัมต่อลิตร วารีเอมีนบลู และ 0.4 และ 0.2 โมลต่อลิตร ของกรด

ไฮโดรคลอริกและ โซเดียมอะซิเตต ตามลำดับ ปริมาตรของสารละลายโพแทสเซียมไอโอไดด์,

กรดไฮโดรคลอริก, วารีเอมีนบลู และ สารตัวอย่าง (ซีลีเนียม) คือ 125, 125, 100 และ 100 ไมโครลิตร ตามลำดับ ด้วยอัตราการไหล 125 ไมโครลิตรต่อวินาที ได้กราฟมาตรฐานเป็นไปตามกฎของเบียร์ในช่วงความเข้มข้น 0.01–2.50 มิลลิกรัมต่อลิตร ด้วยค่าอาร์สแควร์เท่ากับ 0.9990 มีขีดจำกัดต่ำสุดในการวิเคราะห์ (3 ซิกมา) เท่ากับ 0.0005 มิลลิกรัมต่อลิตร มีค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เท่ากับ 0.27, 0.40, 0.33 และ 0.39 เปอร์เซ็นต์ สำหรับความเข้มข้นซีลีเนียมที่ 0.05, 0.10, 0.60 และ 2.00 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ (ทำการทดลอง 11 ครั้ง) นำวิธีที่พัฒนาขึ้นนี้มาประยุกต์ใช้สำหรับหาปริมาณซีลีเนียมในตัวอย่างน้ำ 10 ตัวอย่าง ด้วยอัตราเร็ว 68 ตัวอย่างต่อชั่วโมง ซึ่งผลการวิเคราะห์เป็นที่ยอมรับที่ระดับความเชื่อมั่น 95 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเทียบกับวิธีมาตรฐานของ ไอซีพี-เอ็มเอส