

Thesis Title Speciation of Ferrous and Ferric Ions in Rice Samples by
Solvent Extraction and Graphite Furnace Atomic
Absorption Spectrometry

Author Miss Eksuree Saksornchai

Degree Master of Science (Chemistry)

Thesis Advisory Committee Dr. Sukjit Kungwankunakorn

ABSTRACT

A method for speciation of Fe^{2+} and Fe^{3+} in rice samples was developed using solvent extraction and graphite furnace atomic absorption spectrometry (GFAAS). The extractable Fe in rice sample was used in speciation and determined for Fe^{2+} and Fe^{3+} ions. The suitable solvent for the extraction of Fe was water at the ratio of 1:100 g/ml of rice weight per volume of water. The optimum extraction time was 24 hours. The complexing reagent for Fe^{2+} was 1-(2-pyridylazo)-2-naphthol (PAN). The Fe^{2+} -PAN complex was extracted into chloroform phase while Fe^{3+} remained in water phase. The optimized separation conditions were defined as the conditions which yielded the maximum recovery for Fe^{2+} in chloroform phase and the maximum recovery for Fe^{3+} in aqueous phase were obtained. The optimum conditions were pH at 1, extraction time of 15 min, PAN amount of 0.1% in ethanol and chloroform

volume of 10 ml. The percentage recovery of this method for Fe^{2+} was found in the range of 76.3-115%. The detection limit for determination of iron by GFAAS was 0.29 ppb. The precision was 1.65%. The developed methods were applied to determination of Fe^{2+} and Fe^{3+} in rice bran samples that harvested from Tung Kula Ronghai, Thailand. The results showed that the concentration of Fe^{2+} and Fe^{3+} in rice bran was in the range of 31.6-83.4 ppb and 9.7-27.7 ppb, respectively. The extracted Fe was obtained in the range of 41.3-111 ppb. Inductively coupled plasma-mass spectrometry (ICP-MS) method, the results shown that the amount of the extracted Fe was obtained in the range of 50.76-90.53 ppb. So, the results from GFAAS technique were compared with those from ICP-MS technique, which can be concluded that both techniques were similarly reported in the amount of the extracted Fe.

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์

สเปซิเอชันของไอออนเฟอร์รัสและเฟอร์ริกในตัวอย่าง

ข้าว โดยการสกัดด้วยตัวทำละลายและแกรไฟต์เฟอร์เนซ

อะตอมมิกแอบซอร์ปชันสเปกโทรเมตรี

ผู้เขียน

นางสาวเอกสุรีย์ ศักดิ์ศรีชัย

ปริญญา

วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต (เคมี)

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์

ดร. สุขจิตต์ กังวานคุณากร

บทคัดย่อ

กระบวนการสำหรับการสเปซิเอชันของไอออนเฟอร์รัสและเฟอร์ริก ในตัวอย่างข้าวมีการพัฒนาขึ้น โดยการสกัดด้วยตัวทำละลายและแกรไฟต์เฟอร์เนซอะตอมมิกแอบซอร์ปชันสเปกโทรเมตรี (จีเอฟเอเอช) โดยเหล็กที่สกัดได้ในข้าวตัวอย่างจะถูกนำมาใช้ในการทำสเปซิเอชันและวิเคราะห์หาปริมาณไอออนเฟอร์รัสและเฟอร์ริก ซึ่งตัวทำละลายที่เหมาะสมสำหรับการสกัดเหล็กคือน้ำปราศจากไอออน เวลาในการสกัดที่เหมาะสมคือ 24 ชั่วโมงและอัตราส่วนของน้ำหนักข้าวต่อปริมาตรของน้ำปราศจากไอออนคือ 1:100 กรัมต่อมิลลิลิตร รีเอเจนต์ที่ทำให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อนสำหรับไอออนเฟอร์รัสคือ 1,2-ไพริคาโซ-แนปทอล (พีเอเอ็น) สารประกอบเชิงซ้อนของไอออนเฟอร์รัสและพีเอเอ็นจะถูกสกัดอยู่ในชั้นของคลอโรฟอร์ม ขณะที่ไอออนเฟอร์ริกยังคงอยู่ในชั้นของน้ำ สภาวะที่เหมาะสมที่ใช้ในการแยกสารนั้นเป็นสภาวะที่ได้ปริมาณการกลับคืนของไอออนเฟอร์รัสมากที่สุด ในชั้นของคลอโรฟอร์มและ ได้ปริมาณการกลับคืนมากที่สุดของไอออนเฟอร์ริกในชั้นของสารละลาย สภาวะที่เหมาะสมคือที่พีเอชเท่ากับ 1 เวลาที่ใช้ในการสกัด 15 นาที

ปริมาณของพีเอเอ็นคือ 0.1% ในเอทานอลและปริมาตรของคลอโรฟอร์มเท่ากับ 10 มิลลิลิตร เเปอร์เซ็นต์การกลับคืนของกระบวนการนี้สำหรับไอออนเฟอร์รัสอยู่ในช่วง 76.3-115% มีค่าขีดจำกัดต่ำสุดของการวิเคราะห์เหล็กด้วยเทคนิคจีเอฟเอเอสคือ 0.92 พีพีบี มีค่าความแม่นยำ 1.65% กระบวนการที่ถูกพัฒนาขึ้นนี้ ได้นำไปประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณของไอออนเฟอร์รัสและเฟอร์ริกในตัวอย่างรำข้าวที่ถูกเก็บเกี่ยวจากทุ่งกุลาร้องไห้ในประเทศไทย จากผลการวิเคราะห์พบว่าปริมาณของไอออนเฟอร์รัสวิเคราะห์ค่าได้ในช่วง 31.6-83.4 พีพีบี และไอออนเฟอร์ริกอยู่ในช่วง 9.68-27.7 พีพีบี และในตัวอย่างรำข้าว ปริมาณเหล็กที่สกัดได้อยู่ในช่วง 41.3-111 พีพีบี ส่วนผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคอินดักทีฟลิคคอร์ปเปอร์พลาสมา-แมสสเปกโตรเมตรี (ไอซีพี-เอ็มเอส) นั้นพบว่าเหล็กที่สกัดได้อยู่ในช่วง 50.76-90.53 พีพีบี ดังนั้นเมื่อเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์จากเทคนิคจีเอฟเอเอส และเทคนิคไอซีพี-เอ็มเอส จึงสามารถสรุปได้ว่าทั้งสองเทคนิคนี้ มีการรายงานการวิเคราะห์ของปริมาณเหล็กที่สกัดได้ใกล้เคียงกัน