

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

Author Miss Arunee Suratpipit

Degree Master of Science (Chemistry)

Thesis Advisory Committee

Assistant Professor Dr. Teraboon Pojanagaroon Chairperson

Associate Professor Dr. Saisunee Liawruangrath Member

ABSTRACT

A Reverse flow-injection colorimetric procedure for determining aluminum was proposed. It was based on the reaction of aluminum (III) with bromopyrogallol red (BPR) in 10% v/v ethanol solution and Cetyltrimethylammonium bromide (CTAB) in 0.20 mol L⁻¹ acetate buffer (pH 5.0) solution resulting in the decrease in absorbance at 580 nm of the colored reagent. Optimum conditions for determining aluminum (III) were investigated by univariation method. The method involved injection of 75 μL of 1.6x10⁻⁴ mol L⁻¹ BPR solution into a carrier stream of sample solution containing aluminum (III), which was passed through the reaction coil (I). Then, it was merged with 5x10⁻³ mol L⁻¹ CTAB solution and passed through the reaction coil (II). Subsequently, the decrease in absorbance as peak height was monitored at 580 nm. The method has been applied to the determination of

aluminium (III) in water samples. Linear calibration curves according to Beer's Law were established over the concentration range of 0.05–0.11 mg L⁻¹, a correlation coefficient of 0.9992 with a detection limit (3σ) of 0.002 mg L⁻¹ and the concentration range of 0.15–0.40 mg L⁻¹, a correlation coefficient of 0.9986 with a detection limit (3σ) of 0.013 mg L⁻¹. The relative standard deviation were found to be 0.33% for 0.10 of aluminum (III) (n=11) was obtained. The proposed method has been applied to the determination of aluminum (III) in 11 water samples with a sampling rate of 43 h⁻¹. Results obtained were in good agreement with those obtained by the official ICP-OES method at the 95 % confidence level.

A sequential injection analysis (SIA) spectrophotometric procedure has been developed for determination of aluminum (III). This method was based on the reaction of aluminum (III), bromopyrogallol red (BPR) and cetyltrimethylammonium bromide (CTAB) solution, resulting in a purple-bluish compound with an absorption maximum at 580 nm. The optimum conditions were studied for determining aluminum (III). The optimized conditions were pH, concentrations, aspirated volumes and flow rates of solutions concerned. It was found that the pH of acetate buffer was 5.5. The concentrations of acetate buffer pH 5.5, BPR and CTAB solution were 0.25, 1.4 x 10⁻⁴ and 5 x 10⁻³ mol L⁻¹, respectively. The aspirated volumes of acetate buffer, BPR, CTAB and sample (aluminum) were 150, 75, 100 and 150 μL, respectively. The flow rate was 0.15 μL s⁻¹. Linear calibration curves according to Beer's Law were established over

the concentration ranges of 0.02–0.30 mg L⁻¹, a correlation coefficient of 0.9997 with a detection limit (3σ) of 0.007 mg L⁻¹ and the concentration range of 0.30–1.00 mg L⁻¹, a correlation coefficient of 0.9997 with a detection limit (3σ) of 0.209 mg L⁻¹. The relative standard deviation were found to be 0.83%, 0.56%, 0.59% and 0.88% for 0.08, 0.20, 0.40 and 1.00 mg L⁻¹ of aluminum (III) (n=11) was obtained, respectively. The proposed method has been applied to the determination of aluminum in 11 water samples with a sampling rate of 31 h⁻¹. Results obtained were in good agreement with those obtained by the official ICP-OES method at the 95 % confidence level.

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์	การพัฒนาวิธีโพลีอินเจกชันและวิธีซีเควนเซียลอินเจกชันสำหรับการหาปริมาณอะลูมิเนียมในตัวอย่างน้ำ	
ผู้เขียน	นางสาว อรุณี สุรัตน์พิพิธ	
ปริญญา	วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (เคมี)	
คณะกรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ธีรบุญ พจนการุณ	ประธานกรรมการ
	รองศาสตราจารย์ ดร.สายสุนีย์ เหลี้ยวเรืองรัตน์	กรรมการ
	บทคัดย่อ	

ได้วิเคราะห์อะลูมิเนียมโดยใช้วิธีการเกิดสีของรีเวิร์สโพลีอินเจกชันอะนาลิซิส โดยอาศัย

พื้นฐานการเกิดปฏิกิริยาของอะลูมิเนียมกับโบรโมไฟโรกลอลลดเรด (บีฟิอาร์) ในสารละลายเอทานอล 10 เปอร์เซ็นต์ และเซทิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (ซีทีเอบี) ในสารละลายอะซีเตตบัฟเฟอร์ พีเอช 5.0 ความเข้มข้น 0.20 โมลต่อลิตร โดยวัดการลดลงของค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 580 นาโนเมตร ได้ทำการศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับหาปริมาณ

อะลูมิเนียมด้วยวิธียูนิแวนีเอท โดยวิธีนี้สามารถสรุปขั้นตอนได้ว่าสารละลายบีฟิอาร์ความเข้มข้น

1.6×10^{-4} โมลต่อลิตร จะถูกฉีดเข้าสู่กระแสตัวพาของสารละลายตัวอย่างที่มีอะลูมิเนียมและไหลเข้าสู่

รีแอกชันคอยล์ 1 หลังจากนั้นจะไปผสมกับสารละลายซีทีเอบีที่ความเข้มข้น 5×10^{-3} โมลต่อลิตร และผ่านเข้าสู่รีแอกชันคอยล์ 2 และวัดค่าการดูดกลืนแสงโดยแปลสัญญาณเป็นค่าความสูงของพีคที่ความยาวคลื่น 580 นาโนเมตร ได้กราฟมาตรฐานเป็นไปตามกฎของเบียร์ในช่วงความเข้มข้น 0.05–0.11 มิลลิกรัมต่อลิตร ด้วยค่าอาร์สแควร์เท่ากับ 0.9992 มีขีดจำกัดต่ำสุดในการวิเคราะห์ (3 ซิกมา) เท่ากับ 0.002 มิลลิกรัมต่อลิตร และ ช่วงความเข้มข้น 0.15–0.40 มิลลิกรัมต่อลิตร ด้วยค่าอาร์สแควร์เท่ากับ 0.9986 ซึ่งมีขีดจำกัดต่ำสุดในการวิเคราะห์ (3 ซิกมา) เท่ากับ 0.013 มิลลิกรัมต่อลิตร มีค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เท่ากับ 0.33 เปอร์เซ็นต์ สำหรับความเข้มข้นอะลูมิเนียมที่ 0.10 มิลลิกรัมต่อลิตร (ทำการทดลอง 11 ครั้ง) นำวิธีที่พัฒนาขึ้นนี้มาประยุกต์ใช้สำหรับหาปริมาณอะลูมิเนียมในตัวอย่างน้ำ 11 ตัวอย่าง ด้วยอัตราเร็ว 43 ตัวอย่างต่อชั่วโมง ซึ่งผลการวิเคราะห์เป็นที่ยอมรับที่ระดับความเชื่อมั่น 95 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเทียบกับวิธีมาตรฐานของไอซีพี-ไออีเอส

การพัฒนาวิธีซีเควนเชียลอินเจกชันอะนาลิซิส (เอสไอเอ) สเปกโทรโฟโตเมตรีสำหรับหา

ปริมาณอะลูมิเนียม วิธีนี้อาศัยการเกิดปฏิกิริยาของอะลูมิเนียม, โบรโมไฟโลเกลลอลเรด และเซทิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ เกิดเป็นผลิตภัณฑ์สีม่วง-น้ำเงิน ตรวจวัดที่ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุด 580 นาโนเมตร ได้ทำการศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับหาปริมาณอะลูมิเนียม โดยสภาวะที่ศึกษามีดังนี้ พีเอช, ความเข้มข้น, ปริมาตร และ อัตราการไหลของสารละลาย ซึ่งพบว่าความเข้มข้นของอะซีเตตบัฟเฟอร์ พีเอช 5.5, บีพีอาร์ และ ซีทีเอบี คือ 0.25, 1.4×10^{-4} และ 5×10^{-3} โมลต่อลิตร ตามลำดับ ปริมาตรของสารละลายอะซีเตตบัฟเฟอร์ที่พีเอช 5.5, บีพีอาร์, ซีทีเอบี และ

ตัวอย่าง (อะลูมิเนียม) คือ 150, 75, 100 และ 150 ไมโครลิตร ตามลำดับ ด้วยอัตราการไหล 125 ไมโครลิตรต่อวินาที ได้กราฟมาตรฐานเป็นไปตามกฎของเบียร์ในช่วงความเข้มข้น 0.02–0.30 มิลลิกรัมต่อลิตร ด้วยค่าอาร์สแควร์เท่ากับ 0.9997 มีขีดจำกัดต่ำสุดในการวิเคราะห์ (3 ซิกมา) เท่ากับ 0.007 มิลลิกรัมต่อลิตร และ ช่วงความเข้มข้น 0.30-1.00 มิลลิกรัมต่อลิตร ด้วยค่าอาร์สแควร์ เท่ากับ 0.9997 มีขีดจำกัดต่ำสุดในการวิเคราะห์ (3 ซิกมา) เท่ากับ 0.209 มิลลิกรัมต่อลิตร มีค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เท่ากับ 0.83, 0.56, 0.59 และ 0.88 เปอร์เซ็นต์ สำหรับความเข้มข้นอะลูมิเนียมที่ 0.08, 0.20, 0.40 และ 1.00 มิลลิกรัมต่อลิตร ตามลำดับ (ทำการทดลอง 11 ครั้ง) นำวิธีที่พัฒนาขึ้นนี้มาประยุกต์ใช้สำหรับหาปริมาณอะลูมิเนียมในตัวอย่างน้ำ 11 ตัวอย่าง ด้วยอัตราเร็ว 31 ตัวอย่างต่อชั่วโมง ซึ่งผลการวิเคราะห์เป็นที่ยอมรับที่ระดับความเชื่อมั่น 95 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเทียบกับวิธีมาตรฐานของ ไอซีพี-ไออีเอส