

Thesis Title	Development of Flow Injection Analysis Method for Trace Aluminium Determination	
Author	Mr. Sakchai Satienerakul	
M.S.	Chemistry	
Examining Committee:	Assistant Prof. Dr. Saisunee Liawruangrath	Chairman
	Associate Prof. Dr. Vichitr Rattanaphani	Member
	Associate Prof. Dr. Boonsom Liawruangrath	Member

Abstract

Flow injection analysis (FIA) systems were developed and constructed from easily available materials and instruments for trace aluminium determination. Two different spectrophotometric procedures were modified for FIA to improve the efficiencies of the methods. Both methods involved the determination of trace aluminium by reverse FIA – colorimetry based on the reaction between aluminium (III) with two different selective reagents, Pyridoxal Salicyloylhydrazone (PSH) and Chrome Azurol S. PSH reacts with aluminium (III) in an acid solution to produce a yellow complex with a suitable absorption at 415 nm. The method involved injection of 75 μl of 0.15 % w/v PSH reagent solution (PSH plus KNO_3) into a sample and/or standard solution streams with the flow rate of 2.1 ml/min and merged with a carrier stream of 0.05 M hydrochloric acid with the same flow rate. The optimum conditions for trace aluminium (III) determination were investigated. A linear calibration graph over the concentration range 0.0 – 0.8 ppm of aluminium (III) was established. The technique was found to be reproducible, accurate, sensitive and selective.

The relative standard deviation for replicate injections was found to be 1.83% for 0.4 ppm of aluminium (III) standard solution. Detection limits of 0.010 ppm aluminium (III) and percentage recovery of the added aluminium (III) of 97.4 % were obtained. An other FIA – colorimetric method was also developed for trace aluminium (III) determination. It was based on the reaction between aluminium (III) and Chrome Azurol S in an acetate buffer pH 4.6 solution, forming a water-soluble purple complex, with a maximum absorption at 567.5 nm. Again, the above colorimetric procedure was adapted for determining trace aluminium (III), 50 µl of 0.016% Chrome Azurol S were injected into carrier stream containing standard and/or sample solution in an acetate buffer pH 4.6. The optimum conditions for this method were determined and a linear calibration graph over the concentration 0 – 0.4 ppm of Al (III) was established. This method also found to be reproducible, accurate and sensitive. A relative standard deviation for replication injection was found to be 0.54% for 0.4 ppm of aluminium Al (III). A detection limit of 0.010 ppm aluminium (III) and the percentage recovery of add aluminium (III) of 96.1 % were obtained. Both recommended methods were applied to the determination of aluminium (III) in tap water samples collected from Chiang Mai University campus, the aluminium contents in the sample were found to be in the range 0.079 – 0.299 ppm.

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์	การพัฒนาวิธีโพลีอินเจคชันอะนาลิซิสสำหรับวิเคราะห์หาโลหะอะลูมิเนียมปริมาณน้อย	
ชื่อผู้เขียน	นายศักดิ์ชัย เสถียรพีระกุล	
วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต	สาขาวิชาเคมี	
คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ :	ผศ.ดร. สายสุนีย์ เหลี้ยวเรืองรัตน์	ประธานกรรมการ
	รศ.ดร. วิจิตร รัตนพานี	กรรมการ
	รศ.ดร. บุญสม เหลี้ยวเรืองรัตน์	กรรมการ

บทคัดย่อ

ได้พัฒนาและสร้างระบบโพลีอินเจคชันอะนาลิซิส (เอฟไอเอ) สองระบบ จากวัสดุและอุปกรณ์ที่มีอยู่แล้วสำหรับการวิเคราะห์อะลูมิเนียมปริมาณน้อย โดยทำการพัฒนาวิธีทางสเปกโทรโฟโตเมตรี 2 วิธีที่แตกต่างกันมาใช้กับระบบเอฟไอเอเพื่อปรับปรุงให้มีประสิทธิภาพดียิ่งขึ้น ทั้งสองเทคนิคใช้ในการวิเคราะห์อะลูมิเนียมโดยวิธีแบบรีจิสเอฟไอเอ - คัลเลอริเมตรี ซึ่งอาศัยปฏิกิริยาระหว่างไอออนอะลูมิเนียม กับ ไพริดอกซัล ซาลิไซโลอิลไฮดราโซน (พีเอสเอช) และ โครม อะซุรอล เอส เกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนที่มีสี วิธีแรกพีเอสเอชจะทำปฏิกิริยากับอะลูมิเนียม ในสารละลายที่มีสภาพเป็นกรดแล้วเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนที่มีสีเหลืองที่ดูดกลืนแสงได้ดีที่ 415 นาโนเมตร วิธีนี้ทำได้โดยการฉีดสารละลายพีเอสเอชเข้มข้น 0.15 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ปริมาตร 75 ไมโครลิตร ลงไปในกระแสดั้วพาที่เป็นสารละลายมาตรฐานและ/หรือสารละลายตัวอย่าง ซึ่งจะผสมกับสารละลายกรดเกลือเข้มข้น 0.05 โมลาร์ที่ไหลด้วยอัตราเร็ว 2.1 มิลลิลิตรต่อนาทีเท่ากัน ได้ทำการตรวจสอบหาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์อะลูมิเนียมปริมาณน้อย ได้กราฟมาตรฐานเป็นเส้นตรงในช่วงความเข้มข้น 0.0 – 0.8 พีพีเอ็ม พบว่าวิธีที่พัฒนาขึ้นมีความแม่นยำ ความถูกต้อง ความจำเพาะ และมีความไวสูง ให้ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานเมื่อทำการวิเคราะห์อะลูมิเนียมที่ความเข้มข้น 0.4 พีพีเอ็มหลายๆครั้งมีค่าเท่ากับ 1.83 เปอร์เซ็นต์ และได้ร้อยละของการกลับคืนของอะลูมิเนียมที่เติมลงไปให้น้ำเท่ากับ 97.4 เปอร์เซ็นต์ และอีกวิธีที่พัฒนาขึ้นอาศัยการเกิดปฏิกิริยาระหว่างโลหะอะลูมิเนียมกับโครมอะซุรอล เอส ในสารละลายบัฟเฟอร์ของอะซิเตดที่ปรับพีเอชให้เท่ากับ 4.6 แล้วเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนสีม่วงที่วัดการดูดกลืนแสงที่ 567.5 นาโนเมตร ซึ่งวิธีนี้ถูกดัดแปลงเพื่อหาปริมาณอะลูมิเนียม โดยทำการฉีดสารละลายโครมอะซุรอล เอส

เข้มข้น 0.016 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ปริมาตร 50 ไมโครลิตร ลงไปในกระแสดั้วพาที่เป็นสารละลายมาตรฐานและ/หรือสารละลายตัวอย่างที่ปรับพีเอชให้เท่ากับ 4.6 โดยสารละลายบัฟเฟอร์ของอะซีเทต ได้ทำการตรวจสอบหาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์อะลูมิเนียมปริมาณน้อย ได้กราฟมาตรฐานเป็นเส้นตรงในช่วงความเข้มข้น 0.0 – 0.4 พีพีเอ็ม พบว่าวิธีที่พัฒนาขึ้นมีความแม่นยำ ความถูกต้อง และมีความไวที่ดี ให้ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานเมื่อทำการวิเคราะห์อะลูมิเนียมที่ความเข้มข้น 0.4 พีพีเอ็มหลายครั้งมีค่าเท่ากับ 0.54 เปอร์เซ็นต์ และได้ร้อยละของการทับคืนของอะลูมิเนียมที่เติมลงไปในวันเท่ากับ 96.1 เปอร์เซ็นต์ ทั้งสองวิธีที่พัฒนาขึ้นได้นำมาประยุกต์ในการวิเคราะห์อะลูมิเนียมในน้ำประปาที่เก็บจากมหาวิทยาลัยเชียงใหม่พบว่า มีอะลูมิเนียมอยู่ในปริมาณระหว่าง 0.079 – 0.299 พีพีเอ็ม