

Thesis Title Development of Flow Injection and Sequential Injection Spectrophotometric Methods for Determination of Zinc Ions

Author Mr. Athikom Prathumsuk

Degree Master of Science (Chemistry)

Thesis Advisory Committee

Dr. Urai Tengjaroenkul	Advisor
Associate Professor Dr. Saisunee Liawruangrath	Co-advisor

ABSTRACT

A flow injection analysis (FIA) system with spectrophotometric detection was developed for zinc (II) determination. It is based on the complex formation between zinc (II), xylenol orange and cetylpyridium chloride (CPC) in 1.0 mol L⁻¹ acetate buffer (pH 5.6) solution, yielding a violet colored complex product with a maximum absorption at 570 nm. The optimum values of chemical and FIA variables for determination of zinc (II) were investigated by univariate method. The method involved injection of 300 µL sample solution containing zinc (II) into a flowing stream of 3x 10⁻⁴ mol L⁻¹ xylenol orange solution and 5x10⁻⁴ mol L⁻¹ CPC solution which was passed through the reaction coil. Consequently, the increase in absorbance as peak height was monitored at 570 nm. Using the FIA procedure under optimum

conditions, the calibration curve according to Beer's Law was established over the concentration range of 0.5- 50 mg L⁻¹ with the regression equation of $y = 3.4187x - 1.2421$ and a correlation coefficient of 0.9995. A detection limit (3σ) was 1.50 mg L⁻¹ and the limit of quantitation (10σ) was 5.0 mg L⁻¹ of zinc (II). The method was very reproducible with the relative standard deviation for replicate injection of 0.48 % (n=11) for 10 mg L⁻¹ of zinc (II) standard solution and very rapid with a sampling rate of 60 h⁻¹. The proposed method was applied to the determination of zinc (II) in commercial dietary supplement samples. The concentrations of zinc (II) were found to be in the range 6.69-14.95 mg L⁻¹ which were in good agreement with the results obtained from an atomic absorption spectrometry (AAS) method at the 95% confidence level.

A sequential injection analysis (SIA) spectrophotometric method has been developed for the determination of zinc (II). The detection method for zinc (II) was based on the reaction of zinc (II), xylenol orange and cetylpyridium chloride (CPC), yielding a violet colored complex product at pH 5.6 with absorption maximum at 570 nm. The SIA parameters that influence the signal response have been optimized in order to obtain the best sensitivity and minimum reagent consumption. The results showed that the concentrations of xylenol orange and CPC solution were 7×10^{-4} mol L⁻¹ and 3×10^{-4} mol L⁻¹ in acetate buffer pH 5.6, respectively. The aspirated volumes of acetate buffer, xylenol orange, CPC and sample were 50, 150, 100, and 125 μ L, respectively. The flow rate was set at 125 μ L s⁻¹. A linear relationship between the

relative peak height and concentrations were obtained in the concentration range of 0.1-1.0 mg L⁻¹ with a correlation coefficient of 0.9995. The limit of detection (LOD) was 0.017 mg L⁻¹ and the limit of quantitation (10σ) was 0.057 mg L⁻¹. The relative standard deviations (n=11) were 0.10% and 0.09% of zinc (II) 0.7 and 1.0 mg L⁻¹, respectively. The proposed method was applied to the determination of zinc (II) in commercial dietary supplement samples with a sampling rate 40 h⁻¹. The results were found to be in good agreement with those obtained by AAS method at the 95% confidence level.

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์	การพัฒนาวิธี โฟลวอินเจกชันและซีควนเซียลอินเจกชันสเปกโทรโฟโตเมตรี สำหรับการหาปริมาณไอออนสังกะสี	
ผู้เขียน	นายอริคม ประทุมสุข	
ปริญญา	วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (เคมี)	
คณะกรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์	ดร.อุไร เต็งเจริญกุล	อาจารย์ที่ปรึกษาหลัก
	รองศาสตราจารย์ ดร.สายสุนีย์ เหลี้ยวเรืองรัตน์	อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

บทคัดย่อ

ระบบโฟลวอินเจกชันที่มีการตรวจวัดด้วยสเปกโทรโฟโตเมตรีถูกพัฒนาขึ้นเพื่อหาปริมาณสังกะสี (II) โดยอาศัยการทำปฏิกิริยาระหว่างสังกะสี ไฮลีนอล ออเรนจ์ และ เซทิลไพริเดียม คลอไรด์ (ซีพีซี) ในสารละลายอะซิเตตบัฟเฟอร์ พีเอช 5.6 โดยวัดการเพิ่มขึ้นของค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 570 นาโนเมตร ได้ทำการศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมของตัวแปรทางเคมีและทางเอฟไอเอสสำหรับหาปริมาณสังกะสีด้วยวิธียูนิแวนิเอท โดยวิธีนี้สามารถสรุปขั้นตอนได้ว่าตัวอย่างสังกะสีจะถูกฉีดเข้าสู่กระแสตัวพาของสารละลายไฮลีนอล ออเรนจ์และเซทิลไพริเดียม คลอไรด์ (ซีพีซี) และไหลเข้าสู่รีแอคชันคอยล์ และวัดค่าการดูดกลืนแสงโดยแปลสัญญาณเป็นค่าความสูงพีคที่ความยาวคลื่น 570 นาโนเมตร จากการหาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับหาปริมาณสังกะสี ได้กราฟมาตรฐานเป็นไปตามกฎของเบียร์ในช่วงความเข้มข้น 0.5-50 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยมีสมการถดถอยเชิงเส้นเท่ากับ $y = 3.4187x - 1.2421$ ด้วยค่าสัมประสิทธิ์เชิงเส้นตรงเท่ากับ 0.9995 วิธีนี้มีขีดจำกัดต่ำสุดในการตรวจวัดสังกะสีที่มีความเข้มข้น 1.50 มิลลิกรัมต่อลิตร มีค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เท่ากับ 0.48 เปอร์เซ็นต์ สำหรับสังกะสีที่มีความเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร (ทำการทดลองซ้ำ 11 ครั้ง) และมีอัตราเร็วของการวิเคราะห์ 60 ตัวอย่างต่อชั่วโมง ได้นำวิธีที่พัฒนาขึ้นมาประยุกต์สำหรับหาปริมาณสังกะสีในตัวอย่างอาหารเสริมที่ขายตามท้องตลาด ความเข้มข้นของสังกะสีที่พบอยู่ในช่วง 6.69-14.95 มิลลิกรัมต่อลิตร ซึ่งผลการวิเคราะห์เป็นที่ยอมรับที่ระดับความ

เชื่อมั่น 95 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเทียบกับวิธีมาตรฐานของอะตอมมิกแอปซอพซันสเปกโตรสโคปี(เอเอส)

ได้พัฒนาวิธีซีเควนเชียลอินเจกชันอะนาลิซิส (เอสไอเอ) ที่มีเครื่องตรวจวัดด้วยสเปกโตรโฟโตเมตรีสำหรับหาปริมาณสังกะสี (II) การตรวจวัดด้วยวิธีนี้อาศัยการเกิดปฏิกิริยาระหว่างสังกะสี, ไซลีนอล ออเรนจ์และเซทิลไพรเดียม คลอไรด์ (ซีพีซี) เกิดผลิตภัณฑ์สีม่วงที่พีเอช 5.6 ให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดที่ 570 นาโนเมตร ได้ทำการหาสภาวะที่เหมาะสมของตัวแปรทางเอสไอเอ ที่มีผลต่อสัญญาณการตรวจวัด เพื่อให้ได้สภาพไวที่ดีที่สุดและลดการใช้รีเอเจนต์ ซึ่งพบว่าความเข้มข้นของอะซีเตตบัฟเฟอร์ พีเอช 5.6 ไซลีนอล ออเรนจ์และเซทิลไพรเดียม คลอไรด์ (ซีพีซี) คือ $1.0, 7 \times 10^{-4}$ และ 3×10^{-4} โมลต่อลิตร ตามลำดับ ปริมาตรของสารละลาย อะซีเตตบัฟเฟอร์ที่พีเอช 5.6 ไซลีนอล ออเรนจ์ เซทิลไพรเดียม คลอไรด์ (ซีพีซี) และสารละลายตัวอย่าง คือ 50 150 100 และ 125 ไมโครลิตร ตามลำดับ อัตราการไหล 125 ไมโครลิตรต่อวินาที จากความสัมพันธ์เชิงเส้นระหว่างความสูงพีคกับความเข้มข้น ให้ช่วงความเป็นเส้นตรงในช่วงความเข้มข้น 0.1-1.0 มิลลิกรัมต่อลิตร ด้วยค่าอาร์สแควร์ 0.9995 วิธีนี้มีขีดจำกัดต่ำสุดในการตรวจวัดเท่ากับ 0.017 มิลลิกรัมต่อลิตร มีค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เท่ากับ 0.10 และ 0.09 เปอร์เซ็นต์ สำหรับความเข้มข้นสังกะสีที่ 0.7 และ 1.0 มิลลิกรัมต่อลิตร (ทำการทดลองซ้ำ 11 ครั้ง) และมีอัตราเร็วของการวิเคราะห์ 40 ตัวอย่างต่อชั่วโมง ได้ประยุกต์วิธีที่พัฒนาขึ้นสำหรับหาปริมาณสังกะสีในตัวอย่างอาหารเสริมตามท้องตลาด ซึ่งผลการวิเคราะห์เป็นที่ยอมรับที่ระดับความเชื่อมั่น 95 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเทียบกับวิธีมาตรฐานของเอเอส