

**Thesis Title** Development of Flow Injection and Sequential Injection Methods for Determination of Aluminium Ions in Water Samples

**Author** Miss Poachanee Norfun

**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 analysis (rFIA) system with spectrophotometric detection was developed for aluminium (III) determination. Aluminium was determined based on the formation of chromogen between aluminium (III), Quercetin and Cetyltrimethylammonium bromide (CTAB) in 0.1 mol L<sup>-1</sup> acetate buffer (pH 5.5) solution, yielding a yellow colored complex product with a maximum absorption at 428 nm. The optimum values of chemical and rFIA variables for determination of aluminium (III) were investigated by univariate method. The method involved injection of 125 µL of 300 mgL<sup>-1</sup> quercetin reagent solution into a flowing stream of sample solution containing aluminium (III), which was passed through the reaction coil(I), Then, it was merged with 4.5×10<sup>-3</sup> mol L<sup>-1</sup> CTAB solution and passed through the reaction coil (II). Consequently, the increase in absorbance as peak height was

monitored at 428 nm. Using the rFIA procedure under optimum conditions, the calibration curve according to Beer's Law was established over the concentration range of 0.02-0.50 mg L<sup>-1</sup> with the regression equation of  $y = 61.363x - 0.0246$  and a correlation coefficient of 0.9998. A detection limit ( $3\sigma$ ) was 0.007 mg L<sup>-1</sup> of aluminium (III). The method was very reproducible with the relative standard deviation for replicate injection of 1.10 % (n=11) for 0.2 mg L<sup>-1</sup> of aluminium (III) standard solution and very rapid with a sampling rate of 60 h<sup>-1</sup>. The proposed method was applied to the determination of aluminium (III) in tap water samples. The concentration of aluminium (III) were found to be in the range 0.050-0.270 mg L<sup>-1</sup> which were in good agreement with the results obtained from an ICP-MS method at the 95 % confidence level.

A sequential injection analysis (SIA) spectrophotometric method has been developed for the determination of aluminium (III). The detection method for aluminium was based on the reaction of aluminium (III), Quercetin and Cetyltrimethylammonium bromide (CTAB), yielding a yellow colored complex product at pH 5.5 with absorption maximum at 428 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 concentration of acetate buffer pH 5.5, Quercetin and CTAB solution were 350 mgL<sup>-1</sup> and  $4.5 \times 10^{-4}$  mol L<sup>-1</sup>, respectively. The aspirated volumes of acetate buffer, Quercetin, CTAB and sample were 125, 125, 100, and 175  $\mu$ L, respectively. The flow rate was set at 125  $\mu$ L s<sup>-1</sup>. A linear relationship between the relative peak height and

concentrations were obtained in the concentration range of 0.02-0.60 mg L<sup>-1</sup> with a correlation coefficient of 0.9996. The limit of detection (LOD, defined as 3σ) was 0.013 mg L<sup>-1</sup>. The relative standard deviations (n=11) were 1.23%, 1.14%, 0.67% and 0.76 % for 0.05, 0.1, 0.4 and 0.6 mg L<sup>-1</sup> of aluminium (III), respectively. The proposed method was applied to the determination of aluminium (III) in tap water samples with a sampling rate 40 h<sup>-1</sup>. The results were found to be in good agreement with those obtained by ICP-MS method at the 95% confidence level.



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่  
Copyright© by Chiang Mai University  
All rights reserved

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์	การพัฒนาวิธีโพลีอินเจกชันและวิธีซีเควนเซียลอินเจกชันสำหรับการหาปริมาณไอออนอะลูมิเนียมในตัวอย่างน้ำ	
ผู้เขียน	นางสาว พงนีย์ หน่อฝั้น	
ปริญญา	วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (เคมี)	
คณะกรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ธีรบุญ พจนการุณ	ประธานกรรมการ
	รองศาสตราจารย์ ดร.สายสุนีย์ เหลี้ยวเรืองรัตน์	กรรมการ
	บทคัดย่อ	

ระบบรีเวิร์สโพลีอินเจกชันที่มีการตรวจวัดด้วยสเปกโตรโฟโตเมตริกพัฒนาขึ้นเพื่อหา

ปริมาณอะลูมิเนียม (III) โดยอาศัยการทำปฏิกิริยาระหว่างอะลูมิเนียม เคอร์เซดิน และ ซิทิลไตรเม

ซิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (ซีทีเอบี) ในสารละลายอะซิเตตบัฟเฟอร์ พีเอช 5.5 โดยวัดการเพิ่มขึ้นของ

ค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 428 นาโนเมตร ได้ทำการศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมของตัว

แปรทางเคมีและทางอาร์เอฟไอเอสำหรับหาปริมาณอะลูมิเนียมด้วยวิธียูนิแวร์เอท โดยวิธีนี้สามารถ

สรุปขั้นตอนได้ว่าสารละลายเคอร์เซดินความเข้มข้น 300 มิลลิกรัมต่อลิตร จะถูกฉีดเข้าสู่กระแสตัว

พาของสารละลายตัวอย่างที่มีอะลูมิเนียมและไหลเข้าสู่รีแอคชันคอลลัมน์ 1 หลังจากนั้นจะไปผสมกับ

สารละลายซีทีเอบีที่ความเข้มข้น  $3.5 \times 10^{-4}$  โมลต่อลิตร และผ่านเข้าสู่รีแอคชันคอลลัมน์ 2 และวัดค่า

การดูดกลืนแสงโดยแปลสัญญาณเป็นค่าความสูงพีคที่ความยาวคลื่น 428 นาโนเมตร จากการหาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับหาปริมาณอะลูมิเนียม ได้กราฟมาตรฐานเป็นไปตามกฎของเบียร์ในช่วงความเข้มข้น 0.02-0.50 มิลลิกรัมต่อลิตร โดยมีสมการถดถอยเชิงเส้นเท่ากับ  $y = 61.363x - 0.0246$  ด้วยค่าอาร์สแควร์เท่ากับ 0.9998 วิธีนี้มีขีดจำกัดต่ำสุดในการตรวจวัดอะลูมิเนียมที่มีความเข้มข้น 0.007 มิลลิกรัมต่อลิตร มีค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เท่ากับ 1.10 เปอร์เซ็นต์ สำหรับอะลูมิเนียมที่มีความเข้มข้น 0.20 มิลลิกรัมต่อลิตร (ทำการทดลองซ้ำ 11 ครั้ง) และมีอัตราเร็วของการวิเคราะห์ 60 ตัวอย่างต่อชั่วโมง ได้นำวิธีที่พัฒนาขึ้นมาประยุกต์สำหรับหาปริมาณอะลูมิเนียมในตัวอย่างน้ำปะปา ความเข้มข้นของอะลูมิเนียมที่พบอยู่ในช่วง 0.050-0.270 มิลลิกรัมต่อลิตร ซึ่งผลการวิเคราะห์เป็นที่ยอมรับที่ระดับความเชื่อมั่น 95 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเทียบกับวิธีมาตรฐานของไอซีพี-เอ็มเอส

ได้พัฒนาวิธีซีเควนเชียลอินเจกชันอะนาลิซิส (เอสไอเอ) ที่มีเครื่องตรวจวัดด้วยสเปกโตรโฟโตเมตรีสำหรับหาปริมาณอะลูมิเนียม (III) การตรวจวัดด้วยวิธีนี้อาศัยการเกิดปฏิกิริยาระหว่างอะลูมิเนียม, เคอร์เซดินและ ซีทิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (ซีทีเอบี) เกิดผลิตภัณฑ์สีเหลืองที่พีเอช 5.5 ให้ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดที่ 428 นาโนเมตร ได้ทำการหาสภาวะที่เหมาะสมของตัวแปรทางเอสไอเอที่มีผลต่อสัญญาณการตรวจวัด เพื่อให้ได้สภาพไวที่ดีที่สุดและลดการใช้รีเอเจนต์ ซึ่งพบว่าความเข้มข้นของอะซีเตตบัฟเฟอร์ พีเอช 5.5, เคอร์เซดิน และ ซีทีเอบีคือ 0.1, 350 มิลลิกรัมต่อลิตร และ  $4.5 \times 10^{-4}$  โมลต่อลิตร ตามลำดับ ปริมาตรของสารละลาย อะซีเตตบัฟเฟอร์ที่พีเอช 5.5, เคอร์เซดิน, ซีทีเอบี และ สารละลายตัวอย่าง คือ 125, 125, 100, และ 175 ไมโครลิตร

ตามลำดับ อัตราการไหล 125 ไมโครลิตรต่อวินาที จากความสัมพันธ์เชิงเส้นระหว่างความสูงพืดกับความเข้มข้น ให้ช่วงความเป็นเส้นตรงในช่วงความเข้มข้น 0.02-0.60 มิลลิกรัมต่อลิตร ด้วยค่าอาร์สแควร์ 0.9996 วิธีนี้มีขีดจำกัดต่ำสุดในการตรวจวัด (3 ซิกมา) เท่ากับ 0.013 มิลลิกรัมต่อลิตร มีค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เท่ากับ 1.23, 1.14, 0.67 และ 0.76 เปอร์เซ็นต์ สำหรับความเข้มข้นอะลูมิเนียมที่ 0.05, 0.1, 0.4 และ 0.6 มิลลิกรัมต่อลิตร (ทำการทดลองซ้ำ 11 ครั้ง) และมีอัตราเร็วของการวิเคราะห์ 40 ตัวอย่างต่อชั่วโมง ได้ประยุกต์วิธีที่พัฒนาขึ้นสำหรับหาปริมาณอะลูมิเนียมในตัวอย่างน้ำปะปา ซึ่งผลการวิเคราะห์เป็นที่ยอมรับที่ระดับความเชื่อมั่น 95 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเทียบกับวิธีมาตรฐานของไอซีพี-เอ็มเอส

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่  
Copyright© by Chiang Mai University  
All rights reserved