

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

Author Miss Varinda Khemphila

Degree Master of Science (Chemistry)

Thesis Advisory Committee

Assistant Professor Dr. Teraboon Pojanagaroon Chairperson

Associate Professor Dr. Saisunee Liawruangrath Member

ABSTRACT

A flow injection analysis (FIA) system with spectrophotometric detection was developed for copper(II) determination. It was determined based on the formation of chromogen between copper(II) and Alizarin Red S (ARS) in a 0.1 mol L⁻¹ acetate

buffer (pH 5.0) solution, yielding an intense red complex product (Cu(II)-ARS) with a maximum absorption at 510 nm. The optimum values of chemical and FIA variables

for determination of copper(II) were investigated by univariate method. The method

involved injection of 100 µL of standard or sample solution containing copper(II) into a flowing carrier stream of 0.1 mol L⁻¹ acetate buffer (pH 5.0) solution. Then it

was merged with the reagent stream 3.0×10⁻⁴ mol L⁻¹ ARS solution and the of Cu(II)-

ARS complex was formed in the reaction coil. Consequently, the increase in

absorbance as peak height arising from the complex was monitored at 510 nm. Using the FIA procedure under optimum conditions, calibration curve according to Beer's Law was established over the concentration range of 0.01 - 4.0 mg L⁻¹ with the regression equation of $Y = 0.1894x + 0.0028$, with a correlation coefficient of 0.9992. A detection limit (3σ) was 0.0084 mg L⁻¹ of copper(II). The method was very reproducible with the relative standard deviation for replicate injection of 0.93% (n=11) for 0.5 mg L⁻¹ of copper (II) standard solution and rapid with a sampling rate of 60 h⁻¹. The proposed method was applied to the determination of copper(II) in water samples. The concentration of copper (II) was found to be in the range 0.018-0.022 mg L⁻¹ 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 was developed for copper(II) determination. The method was based on the formation of chromogen between copper(II), and Alizarin Red S(ARS) in a 0.1 mol L⁻¹ acetate buffer (pH 5.0) solution, yielding an intense red complex product (Cu(II)-ARS) with a maximum absorption at 510 nm as described earlier for FIA. The SIA parameters that influence the signal response were optimized in order to obtain the best sensitivity and minimum reagent consumption. The results showed that the concentrations of acetate buffer (pH 5.0) and ARS solutions were 0.1 and 0.4×10^{-4} mol L⁻¹, respectively. The aspirated volumes of acetate buffer, ARS and sample were 100, 125, and 125 μ L, respectively. The flow rate was set at 125 μ L s⁻¹. A linear relationship between the

relative peak heights and concentrations was obtained in the concentration range of 0.01-1.0 mg L⁻¹ with a correlation coefficient of 0.9990. The limit of detection (LOD, defined as 3σ) was 0.0050 mg L⁻¹. The relative standard deviations (n=11) were 0.186, 0.798, 0.178 and 0.109 % for 0.05, 0.10, 0.50 and 1.00 mg L⁻¹ of copper(II), respectively. The proposed method was applied to the determination of copper(II) in water samples with a sampling rate 38 h⁻¹. 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	การพัฒนาวิธีโพลีอินเจกชันและซีควนเซียอินเจกชันสำหรับการหาปริมาณไอออนทองแดงในตัวอย่งน้ำ	
ผู้เขียน	นางสาว วรณดา เข้มพิลา	
ปริญญา	วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (เคมี)	
คณะกรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ธีรบุญ พจนการุณ	ประธานกรรมการ
	รองศาสตราจารย์ ดร.สายสุนีย์ เหลี้ยวเรืองรัตน์	กรรมการ

บทคัดย่อ

ระบบโพลีอินเจกชันที่มีการตรวจวัดด้วยสเปกโตรโฟโตเมตรีถูกพัฒนาขึ้นเพื่อหาปริมาณทองแดง(II) โดยอาศัยการทำปฏิกิริยาระหว่างทองแดง และอะลิซาริน เรด เอส (เออาร์เอส) ในสารละลายอะซิเตตบัฟเฟอร์ พีเอช 5.0 เข้มข้น 0.1 โมลต่อลิตร เกิดเป็นเชิงซ้อนสีแดงเข้ม ซึ่งดูดกลืนแสงสูงสุดที่ความยาวคลื่น 510 นาโนเมตร ได้ทำการศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมของตัวแปรทางเคมีและทางเอฟไอเอสสำหรับหาปริมาณทองแดงด้วยวิธียูนิแวนิเอท โดยวิธีนี้สามารถสรุปขั้นตอนได้ว่าสารละลายมาตรฐานทองแดงหรือสารละลายตัวอย่างที่มีองค์ประกอบของทองแดง จะถูกฉีดเข้าสู่กระแสตัวพาของสารละลายอะซิเตตบัฟเฟอร์ พีเอช 5.0 ที่ความเข้มข้น 0.1 โมลต่อลิตร หลังจากนั้นจะไปผสมกับสารละลายเออาร์เอสที่ความเข้มข้น 3.0×10^{-4} โมลต่อลิตร เพื่อเกิดสารประกอบเชิงซ้อนขึ้นในรีแอกชันคอลล และวัดค่าการดูดกลืนแสงโดยแปลสัญญาณเป็นค่า

ความสูงพีคที่ความยาวคลื่น 510 นาโนเมตร จากการหาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับหาปริมาณทองแดง ได้กราฟมาตรฐานเป็นไปตามกฎของเบียร์สองช่วงความเข้มข้น คือช่วงความเข้มข้น 0.01-4.0 มิลลิกรัมต่อลิตรของทองแดง โดยมีสมการถดถอยเชิงเส้นเท่ากับ $Y = 0.1894X + 0.0028$ ด้วยค่าอาร์ตแควร์เท่ากับ 0.9992 วิธีนี้มีขีดจำกัดต่ำสุดในการตรวจวัดเหล็กที่มีความเข้มข้น 0.0084 มิลลิกรัมต่อลิตร มีค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เท่ากับ 0.93 เปอร์เซ็นต์ สำหรับทองแดงที่มีความเข้มข้น 0.50 มิลลิกรัมต่อลิตร (ทำการทดลองซ้ำ 11 ครั้ง) และมีอัตราเร็วของการวิเคราะห์ 60 ตัวอย่างต่อชั่วโมง ได้นำวิธีที่พัฒนาขึ้นมาประยุกต์สำหรับหาปริมาณทองแดงปริมาณน้อยในตัวอย่างน้ำ ความเข้มข้นของทองแดงที่พบอยู่ในช่วง 0.018 - 0.022 มิลลิกรัมต่อลิตร ซึ่งผลการวิเคราะห์เป็นที่ยอมรับที่ระดับความเชื่อมั่น 95 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเทียบกับวิธีมาตรฐานของไอซีพี-เอ็มเอส

วิธีซีแวนเซียลอินเจกชันอะนาลิซิส (เอสไอเอ) ที่มีการตรวจวัดด้วยสเปกโตรโฟโตเมตรีถูกพัฒนาขึ้นเพื่อหาปริมาณทองแดง(II) โดยอาศัยการทำปฏิกิริยาระหว่างทองแดง และอะลิซารีน เรด

เอส (เออาร์เอส) ในสารละลายอะซีเตตบัฟเฟอร์ พีเอช 5.0 เข้มข้น 0.1 โมลต่อลิตร เกิดเป็นเชิงซ้อนสีแดงเข้ม ซึ่งดูดกลืนแสงสูงสุดที่ความยาวคลื่น 510 นาโนเมตร ได้ทำการหาสภาวะที่เหมาะสมของตัวแปรทางเอสไอเอที่มีผลต่อสัญญาณการตรวจวัด เพื่อให้ได้สภาพไวที่ดีที่สุดและลดการใช้รีเอเจนต์ ซึ่งพบว่าความเข้มข้นของอะซีเตตบัฟเฟอร์ พีเอช 5.0, และ เออาร์เอส คือ 0.1, และ 4.0×10^{-4}

โมลต่อลิตร ตามลำดับ ปริมาตรของสารละลาย อะซีเตตบัฟเฟอร์ที่พีเอช 5.0, เออาร์เอส และ สารละลายตัวอย่าง คือ 100, 125 และ 125 ไมโครลิตร ตามลำดับ อัตราการไหล 125 ไมโครลิตรต่อ

วินาที จากความสัมพันธ์เชิงเส้นระหว่างความสูงพีคกับความเข้มข้น ในช่วงความเป็นเส้นตรง ในช่วงความเข้มข้น 0.01-1.00 มิลลิกรัมต่อลิตร ด้วยค่าอาร์สแควร์ 0.9990 วิธีนี้มีขีดจำกัดต่ำสุดในการตรวจวัด (3 ซิกมา) เท่ากับ 0.0050 มิลลิกรัมต่อลิตร มีค่าความเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เท่ากับ 0.186, 0.798, 0.178 และ 0.109 เปอร์เซ็นต์ สำหรับความเข้มข้นทองแดงที่ 0.05, 0.1, 0.5 และ 1.00 มิลลิกรัมต่อลิตร (ทำการทดลองซ้ำ 11 ครั้ง) และมีอัตราเร็วของการวิเคราะห์ 38 ตัวอย่างต่อชั่วโมง ได้ประยุกต์วิธีที่พัฒนาขึ้นสำหรับหาปริมาณทองแดงปริมาณน้อยในตัวอย่งน้ำ ซึ่งผลการวิเคราะห์เป็นที่ยอมรับที่ระดับความเชื่อมั่น 95 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเทียบกับวิธีมาตรฐานของ ไอซีพี-เอ็มเอส

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved