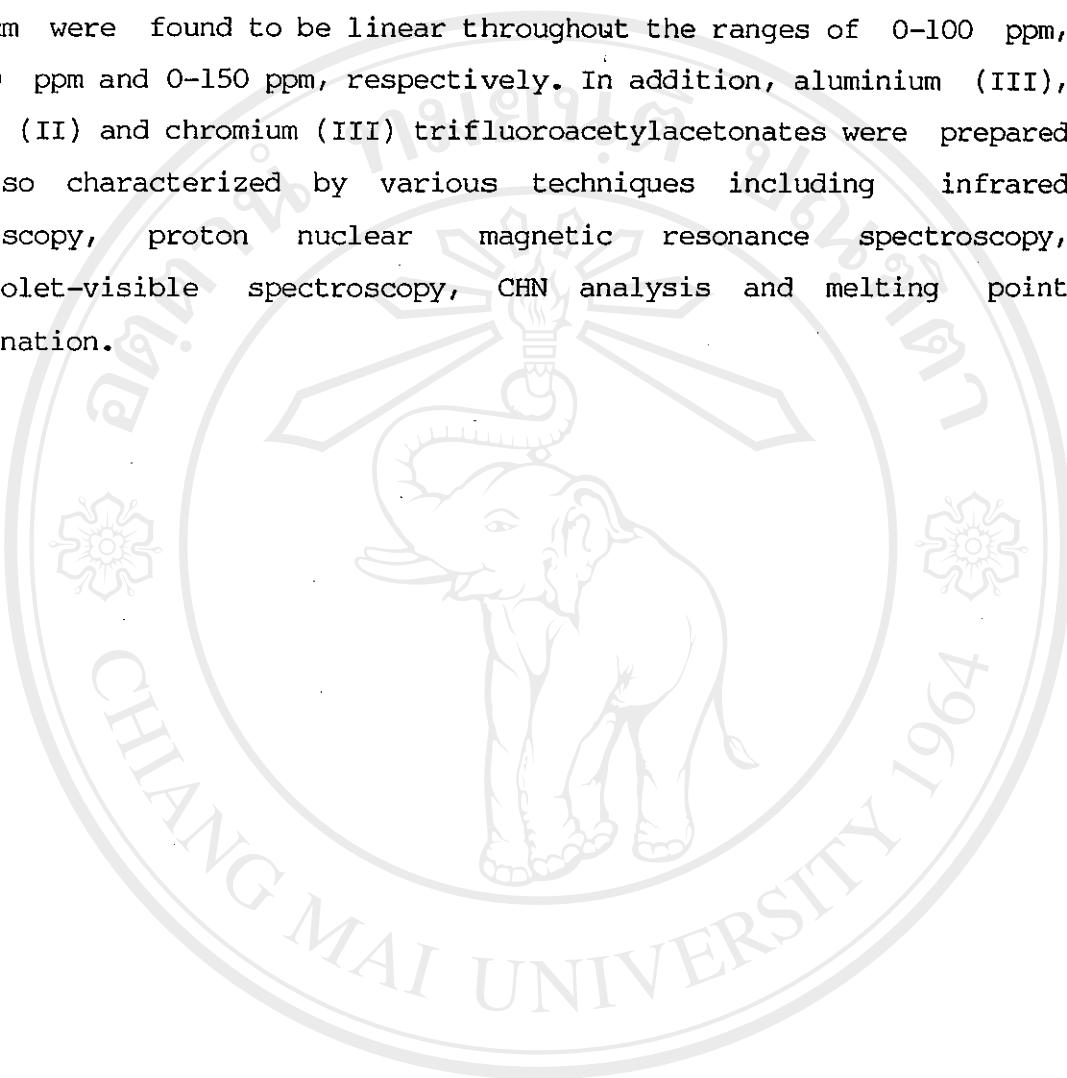


Thesis Title A Study of the Analysis of Some Metals by Gas Chromatography
Author Mr. Manop Sittidech
M.S. Chemistry
Examining Committee: Lecturer Dr. Mongkon Rayanakorn Chairman
 Assist. Prof. Dr. Yuthsak Vaneeson Member
 Lecturer Dr. Surasak Watanesk Member

ABSTRACT

The feasibility for employing the gas chromatographic technique in metal analysis has been investigated. The method described here involves conversion of metal ions into metal chelates with sufficient volatility and thermal stability, solvent extraction, and subsequent separation of the metal chelates and determination by gas chromatography. Preliminary investigation on gas chromatographic behaviour of aluminium acetylacetone (Al-AA) and chromium acetylacetone (Cr-AA) indicated that both Al-AA and Cr-AA could be separated by an OV-25 column (1 m x 3 mm o.d stainless steel tubing packed with 5% OV-25 on Chromosorb W AW of 80-100 mesh size) operated at column temperature between 160-240 °C. The method of simultaneous determination of aluminium, copper and chromium as metal trifluoroacetylacetone by gas chromatography using a flame ionization detector was successfully developed in this research work. The effect of pH and shaking time on extraction was examined. It was found that the optimum pH for extraction of chromium, aluminium and copper was around pH 5.20-5.65, 4.88-5.90 and 5.00-6.40 with the optimum shaking time of 2 hrs, 1 hr and 10 minutes, respectively. Various gas chromatographic operating parameters such as column temperature, column selection, carrier gas flow rate and hydrogen and air flow rates were optimized. Under the optimum extraction and gas chromatographic conditions established, calibration curves with both the external standard method and internal standard method (using

n-heptadecane as an internal standard) for aluminium, copper and chromium were found to be linear throughout the ranges of 0-100 ppm, 150-400 ppm and 0-150 ppm, respectively. In addition, aluminium (III), copper (II) and chromium (III) trifluoroacetylacetonates were prepared and also characterized by various techniques including infrared spectroscopy, proton nuclear magnetic resonance spectroscopy, ultraviolet-visible spectroscopy, CHN analysis and melting point determination.



ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์

การศึกษาการวิเคราะห์โลหะบางชนิด โดยวิธี
โปรแกรม Toxicophysics

ชื่อผู้เขียน

นายมาฒ พิทักษิเดช

วิทยาศาสตร์มหบัณฑิต

สาขาวิชาเคมี

คณะกรรมการตรวจสอบวิทยานิพนธ์ :

อ.ดร. มงคล ราษฎร์	ประธานกรรมการ
พก.ดร. ยุทธศักดิ์ วนิสอน	กรรมการ
อ.ดร. สุรศักดิ์ วัฒเนศักดิ์	กรรมการ

บทคัดย่อ

ได้ศึกษาถึงความเป็นไปได้ ในการนำเอาเทคนิคโปรแกรม Toxicophysics มา
วิเคราะห์โลหะ ในวิธีนี้ได้อ้างอิงการเปลี่ยนโลหะ ไอออนเป็นโลหะคิเลตที่สามารถ
กลایยเป็นไอโอดีไซรท์ทางความร้อนได้พอประมาณ การสกัดด้วยตัวทำละลาย,
และการแยกโลหะคิเลตและวิเคราะห์โดยโปรแกรม Toxicophysics การศึกษาใน
เบื้องต้นเกี่ยวกับพฤติกรรมทางโปรแกรม Toxicophysics ของอะลูมิเนียมอะซีติโลอะซีโตเนต
(Al-AA) และโครเมียมอะซีติโลอะซีโตเนต (Cr-AA) ซึ่งให้เห็นว่าทั้ง Al-AA และ
Cr-AA สามารถแยกได้โดยคลอลัมน์ไอวี-25(1 เมตร φ 3 มิลลิเมตรที่บรรจุด้วย
5% ไอวี-25 บนโกร์โนซอร์นดับเบลยู ขนาดเมช 80-100) ณ อุณหภูมิของคลอลัมน์
ระหว่าง 160-240 °ซ. ในงานวิจัยได้ประสบความสำเร็จในการพัฒนาวิธีการ
วิเคราะห์โลหะอะลูมิเนียม, ทองแดง และโครเมียม พร้อม ๆ กันในรูปของ
โลหะไครฟลูออโรอะซีติโลอะซีโตเนต โดยโปรแกรม Toxicophysics ที่มีเครื่องตรวจวัด
เป็นแบบเฟลม ไอออน ในเซชัน ได้ศึกษาผลของพิเอชและเวลาที่ใช้ในการเขย่าที่มีต่อ
การสกัดอะลูมิเนียม, ทองแดง และ โครเมียมด้วยไครฟลูออโรอะซีติโลอะซีโตเนต
- คลอโรฟอร์ม ซึ่งพบว่าช่วงพิเอชที่เหมาะสมสำหรับการสกัด โครเมียม, อะลูมิเนียม

และทองแดง อุณหภูมิระหว่างพีอีช 5.20-5.65, 4.88-5.90 และ 5.00-6.50 ตามลำดับด้วยระยะเวลาที่เหมาะสมของการเขย่าเป็น 2 ชั่วโมง, 1 ชั่วโมง และ 10 นาที ตามลำดับ ได้ทำการปรับพารามิเตอร์ทางโคมไฟกราฟิก้าช ได้แก่ อุณหภูมิของก้อนน้ำ, การเลือกก้อนน้ำ, อัตราการไหหลังก้านนำพา และอัตราการไหหลัง ไซโตรเจนและอากาศ ภายใต้สภาวะที่เหมาะสมของการสกัด และโคมไฟกราฟิก้าพบว่าการฟอกมาตรฐานด้วยวิธีน้ำตราชานภัยออก และวิธีน้ำตราชานภัยในสำหรับอะลูมิเนียม, ทองแดง, โครเมียม เป็นส่วนต่อไปของช่วงความเข้มข้น 0-100, 150-400 และ 0-150 พีพีเอ็ม ตามลำดับ นอกจากนี้ ได้เตรียมและกำหนดโครงสร้างของอะลูมิเนียม(III), ทองแดง(II), และ โครเมียม(II) ในรูปของไตรฟลูออโรอะซิติโลอะซิโตเนต โดยเทคนิคต่างๆ ได้แก่ อินฟราเรดสเปกโตรสโคปี, โปรดอนนิวเคลียร์แมกนีติกเรโซแนนซ์สเปกโตรสโคปี, อุลตร้าไวโอลেต-วิสิเบิลสเปกโตรสโคปี, การวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์ของธาตุ ไซโตรเจน คาร์บอน และไนโตรเจน, และ การหาจุดหลอมเหลว

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright[©] by Chiang Mai University
All rights reserved