

Thesis Title Simultaneous Determination of Some Metal Ions by Ion Chromatography

Author Miss Sirimat Boonyuit

M.S. Chemistry

Examining Committee:

Dr. Mongkon Rayanakom Chairman

Asst. Prof. Dr. Yuthsak Vaneesorn Member

Lecturer Sunanta Wangkarn Member

Abstract

Attempts were made to systematically employ two types of ion chromatography (IC), namely post-column derivatization and suppressed ion chromatography for simultaneous determinations of some metal ions of interest. In the post column derivatization system, mixtures of six transition metals, i.e., Pb(II), Cu(II), Cd(II), Co(II), Zn(II), and Ni(II) were separated on an IonPac CS5 column with 50 mM oxalic acid solution pH 5.3 as eluent and 4×10^{-4} M 4-(2-pyridylazo) resorcinol (PAR) in 3.0 M $\text{NH}_4\text{OH}/1.0$ M CH_3COOH as post-column reagent. The optimum conditions obtained included the flow rates of eluent and reagent at 1.0 and 0.5 ml/min, respectively, together with the UV/VIS detector wavelength at 510 nm. The linearity ranges obtained from the optimum conditions for Pb(II), Cu(II), Cd(II), Co(II), Zn(II) and Ni(II) were found to be 0.6-6, 0.2-60, 0.2-100, 0.2-100, 0.2-100 and 0.4-80 ng/ μl , respectively. The detection limits of these metal ions were found to be 0.18, 0.02, 0.14, 0.01, 0.005 and 0.01 ng, respectively. A superconductor material sample was chosen to test the IC optimum conditions obtained. The superconductor material was dissolved with the minimum volume of concentrated hydrochloric acid, diluted with deionized water, and the solution obtained was analysed for Cu(II) and other metal ions under the optimum

conditions. The amount of Cu(II) found in the tested superconductor material was 29.32 %w/w in comparison to 29.47 %w/w by the atomic absorption spectrophotometric (AAS) technique and these results were statistically found to be no significantly different.

In the suppressed ion chromatography system, mixtures of three alkali metals, four alkaline earth metals and ammonium ion, were separated and determined for the ions present employing an IonPac CS12 column with 20 mM methanesulfonic acid (MSA) as eluent at the eluent flow rate 1.0 ml/min with conductivity detector. The linearity ranges obtained from the optimum conditions for Li^+ , Na^+ , NH_4^+ , K^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+} and Ba^{2+} were found to be 0.2-250, 0.2-250, 0.2-20, 0.2-500, 0.2-100, 0.4-250, 0.2-250 and 4-500 ng/ μl , respectively. The detection limits of these ions were found to be 0.10, 0.08, 1.39, 1.34, 0.68, 0.65, 3.89 and 10.50 ng, respectively. The Ba^{2+} content in the superconductor material solutions was determined under the slightly modified optimum conditions, using 25 mM MSA instead of 20 mM MSA as eluent, to shorten the analysis time and the Ba^{2+} content in the superconductor material was found to be 42.17 %w/w. In addition, water was also chosen to verify applicability of the IC technique. Water samples were filtered through a 0.45 μm membrane and analysed for ions under the optimum conditions. The concentrations of the ions found in the water samples were found to be in the following ranges : 0.003-0.007 ng/ μl for Li^+ , 3.94-14.34 ng/ μl for Na^+ , 0.03-0.10 ng/ μl for NH_4^+ , 1.60-2.25 ng/ μl for K^+ , 1.40-5.20 ng/ μl for Mg^{2+} , and 9.08-29.33 ng/ μl for Ca^{2+} ; Sr^{2+} and Ba^{2+} were not detected under the conditions employed. The results obtained were compared with those obtained by the AAS technique. From the t-test and F-test employed, there were no significant differences in the results of Na^+ and Mg^{2+} analyses between the two techniques whereas the results of Li^+ , K^+ , and Ca^{2+} analyses between both techniques were significantly different.

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์	การวิเคราะห์ปริมาณ ไอออนของโลหะบางชนิดพร้อมกัน โดยวิธี ไอออนโครมาโทกราฟี	
ชื่อผู้เขียน	นางสาว ศิริมาศ บุญยี่ด	
วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต	สาขาวิชาเคมี	
คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์	อาจารย์ ดร. มงคล ราชนะนคร	ประธานกรรมการ
	ผศ. ดร. อุทิศศักดิ์ วัฒนีสอน	กรรมการ
	อาจารย์ สุนันทา วังกานต์	กรรมการ

บทคัดย่อ

ในงานวิจัยนี้ได้นำไอออนโครมาโทกราฟี (ไอซี) 2 รูปแบบ คือ แบบที่ทำให้เกิดอนุพันธ์ใหม่ ภายหลังจากออกจากคอลัมน์ และแบบจับเพรสต์ไอออนโครมาโทกราฟี มาใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณของ โลหะที่สนใจบางชนิดพร้อมกันอย่างเป็นระบบในระบบที่ทำให้เกิดอนุพันธ์ใหม่ภายหลังจาก คอลัมน์ สารผสมของโลหะทรานซิชัน 6 ชนิด คือ ตะกั่ว(II), ทองแดง(II), แคดเมียม(II), โคบอลต์(II), สังกะสี(II), และนิกเกิล(II) ถูกแยกโดยคอลัมน์ไอออนแพค ซีเอส5 ที่มีสารละลายกรดออกซาลิก เข้มข้น 50 มิลลิโมลาร์ ทีเอช 5.3 เป็นอีลูเอนต์ และมีสารละลาย 4-(2-พริทิลเอโซ)รีเซอร์ซินอล (พาร์) เข้มข้น 4×10^{-4} โมลาร์ในสารละลายแอมโมเนีย เข้มข้น 3.0 โมลาร์และสารละลายกรดอะซิติกเข้มข้น 1.0 โมลาร์ เป็นสารละลายโพสต์คอลัมน์ ภาวะที่เหมาะสม ประกอบด้วย อัตราเร็วของอีลูเอนต์และ อัตราเร็วของรีเอเจนต์เป็น 1.0 และ 0.5 มิลลิลิตร/นาที ตามลำดับ และใช้ความยาวคลื่นของเครื่องตรวจ วัดชนิดยูวี/วิสิเบิล เป็น 510 นาโนเมตร ภายใต้อาการวิเคราะห์ที่เหมาะสม พบว่าช่วงความเป็นเส้น ตรงของตะกั่ว (II), ทองแดง (II), แคดเมียม (II), โคบอลต์ (II), สังกะสี (II) และนิกเกิล (II) อยู่ ระหว่าง 0.6-6, 0.2-60, 0.2-100, 0.2-100, 10-100 และ 0.4-80 นาโนกรัม/ไมโครลิตร ตามลำดับ จีค่า สุดที่จะวิเคราะห์โลหะไอออนเหล่านี้ได้ เป็น 0.18, 0.02, 0.14, 0.01, 0.005 และ 0.01 นาโนกรัม ตามลำดับ ได้ทำการเลือกตัวอย่างของสารตัวนำวคยี่ง สำหรับทดสอบภาวะที่เหมาะสมของไอซีที่ได้ สารตัวนำวคยี่งถูกละลายด้วยกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น โดยใช้ปริมาตรให้น้อยที่สุด แล้วเจือจางด้วย น้ำที่ปราศจากไอออน ทำการวิเคราะห์ทองแดง(II) และไอออนของโลหะอื่นๆในสารละลายที่ได้ ภายใต้อาการที่เหมาะสม พบปริมาณทองแดง ในสารตัวนำวคยี่งที่ทดสอบ ร้อยละ 29.32 โดยน้ำหนัก

เมื่อเปรียบเทียบกับ ร้อยละ 29.47 โดยน้ำหนัก ที่วิเคราะห์ได้จากเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรโฟโตเมตรี (เอเอเอส) พบว่าผลที่ได้ ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ

ในระบบขับเพรสดีไอออนโครมาโทกราฟี สารผสมของโลหะอัลคาไล 3 ชนิด, อัลคาไลน์เอิร์ธ 4 ชนิด และแอมโมเนียมไอออน ได้ถูกแยกและวิเคราะห์หาปริมาณโดยคอลัมน์ไอออนแพค ซีเอส12 ที่มีสารละลายกรดมีเทนซัลโฟนิก (เอ็มเอสเอ) เป็นอีลูเอนต์ ที่อัตราการไหลของอีลูเอนต์ 1.0 มิลลิลิตร/นาที และใช้เครื่องตรวจวัดชนิดนำไฟฟ้า ภายใต้ภาวะการวิเคราะห์ที่เหมาะสมพบว่า ช่วงความเป็นเส้นตรงของ ลิเทียม, โซเดียม, แอมโมเนียม, โพแทสเซียม, แมกนีเซียม, แคลเซียม, สตรอนเซียม และแบเรียม อยู่ระหว่าง 0.2-250, 0.2-250, 0.2-20, 0.2-500, 0.2-100, 0.4-250, 0.2-250 และ 4-500 นาโนกรัม/ไมโครลิตร ตามลำดับ ขีดต่ำสุดที่จะวิเคราะห์โลหะเหล่านี้ได้เป็น 0.10, 0.08, 1.39, 1.34, 0.68, 0.65, 3.89 และ 10.50 นาโนกรัม ตามลำดับ ทำการวิเคราะห์ปริมาณแบเรียมในสารตัวนำยวดยิ่ง ภายใต้ภาวะการวิเคราะห์ที่เหมาะสม ที่ถูกปรับเล็กน้อย โดยใช้สารละลายเอ็มเอสเอเข้มข้น 25 มิลลิโมลาร์ เป็นอีลูเอนต์ แทนสารละลายเอ็มเอสเอเข้มข้น 20 มิลลิโมลาร์ เพื่อลดระยะเวลาการวิเคราะห์ พบปริมาณแบเรียมในสารตัวนำยวดยิ่งร้อยละ 42.17 โดยน้ำหนัก

นอกจากนี้ได้ทำการเลือกน้ำ เพื่อทำการทดสอบความสามารถที่จะนำเทคนิคไอซีมาประยุกต์ทำการกรองน้ำผ่านเมมเบรนขนาด 0.45 ไมครอน และวิเคราะห์ปริมาณไอออนต่างๆ ภายใต้ภาวะการวิเคราะห์ที่เหมาะสม ความเข้มข้นของไอออนต่างๆ ในตัวอย่างน้ำ พบอยู่ในช่วง 0.003-0.007 นาโนกรัม/ไมโครลิตร สำหรับลิเทียม, 3.94-14.34 นาโนกรัม/ไมโครลิตร สำหรับโซเดียม, 0.03-0.10 นาโนกรัม/ไมโครลิตร สำหรับแอมโมเนียม, 1.60-2.25 นาโนกรัม/ไมโครลิตรสำหรับโพแทสเซียม, 1.40-5.20 นาโนกรัม/ไมโครลิตรสำหรับแมกนีเซียม, และ 9.08-29.33 นาโนกรัม/ไมโครลิตรสำหรับแคลเซียม สำหรับสตรอนเซียมและแบเรียมไม่ถูกตรวจวัดภายใต้ภาวะที่ใช้ ปริมาณที่ได้นำมาเปรียบเทียบกับผลการวิเคราะห์โดยเทคนิคเอเอเอส โดยใช้เอฟเทสต์และทีเทสต์ พบว่าผลการวิเคราะห์ปริมาณโซเดียมและแมกนีเซียม ระหว่างเทคนิคทั้งสอง แตกต่างกันอย่างไม่มีนัยสำคัญ ขณะที่ผลการวิเคราะห์ปริมาณลิเทียม, โพแทสเซียมและแคลเซียม ระหว่างเทคนิคทั้งสอง แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ