

Thesis Title A Study of Ion Exchange Process Involving Defluoridation by Bone Char Using Flow Injection Technique

Author Mr. Romran Chusie

Degree Doctor of Philosophy (Chemistry)

Thesis Advisory Committee

Assoc. Prof. Dr. Surasak Watanesk Chairperson

Assoc. Prof. Dr. Ruangsri Watanesk Member

Dr. Bundit Leelasart Member

ABSTRACT

The extent of fluoride ion in correlation with hydroxide ion during defluoridation process by bone char using a flow injection technique has been studied. In order to investigate the relationship between the amounts of fluoride and hydroxide during fluoride removal in a packed column of bone char, the spectrophotometric flow injection methods for fluoride and hydroxide determinations have been developed.

The development of a spectrophotometric flow injection method for determination of fluoride has been accomplished using ternary complex of aluminium with eriochrome cyanine R and cationic surfactant. The method is based on the decrease in absorbance of the ternary complex of aluminium with eriochrome cyanine R and cetyltrimethyl ammonium bromide at 590 nm. Chemical conditions for bleaching of the ternary

complex by fluoride and flow injection parameters were optimized and a study of interfering ions was also carried out. A linear calibration graph was obtained from 0.050 to 1.00 mg L⁻¹ for fluoride ion. The precision was very good (0.88 % relative standard deviation) and the 3 σ detection limit was satisfactory (0.02 mg L⁻¹). The method has been successfully applied to the determination of fluoride in ground water.

Furthermore, a method for spectrophotometric flow injection determination of hydroxide has been proposed using *m*-cresol purple. Optimization of variates as well as analytical characteristics were conducted. The calibration curve was linear from pH 7.14 to 9.06 and 9.06 to 10.06. The precision expressed as relative standard deviation was 2.5% at pH 8.36 and 2.0% at pH 9.81. Limit of detection was found to be pH 6.87. The proposed method has been successfully applied to the pH detection of supernatant from the removal of fluoride by bone char.

Defluoridation process in a fixed bed column containing bone char has been investigated by flow injection technique in which fluoride and hydroxide were determined simultaneously. The effluent from bone char column was monitored for both ions in order to study the relationship between the amounts of fluoride and hydroxide during fluoride removal processes. Based on the previously proposed ion exchange process, it can be expected that while fluoride was removed by charred bone, hydroxide was replaced simultaneously. However, fluoride was consumed more than the release of hydroxide, bringing about the deviation of mole ratio of fluoride to hydroxide from 1 : 1, which had been derived from stoichiometric chemical equation.

Another flow injection system in which the bone char column being placed after an injection valve was carried out to detect the change in any signal of two ions, after different fluoride concentrations were introduced to the system. At low fluoride concentration, no signal change due to hydroxide liberated from the column was detected while the signal due to fluoride was significantly remarkable. Higher dose of fluoride injection resulted in an increase in signal of the two ions. Defluoridation process at low level of fluoride may therefore be proposed as adsorption on bone char followed by ion exchange at higher fluoride content.



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์	การศึกษากระบวนการแลกเปลี่ยนไอออนที่เกี่ยวข้องในการ ขจัดฟลูออไรด์ด้วยถ่านกระดูกโดยใช้เทคนิค โพลินเจกชัน	
ผู้เขียน	นายโรมรัน ชูศรี	
ปริญญา	วิทยาศาสตรดุษฎีบัณฑิต (เคมี)	
คณะกรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์	รองศาสตราจารย์ ดร. สุรศักดิ์ วัฒนศัพท์	ประธานกรรมการ
	รองศาสตราจารย์ ดร. เรืองศรี วัฒนศัพท์	กรรมการ
	อาจารย์ ดร. บัณฑิต ถิละศาสตร์	กรรมการ

บทคัดย่อ

ได้ศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณฟลูออไรด์และไฮดรอกไซด์ระหว่างการขจัดฟลูออไรด์ด้วยถ่านกระดูกโดยใช้เทคนิค โพลินเจกชัน เพื่อที่จะศึกษาความสัมพันธ์ของปริมาณฟลูออไรด์และไฮดรอกไซด์ระหว่างการขจัดฟลูออไรด์ในคอลัมน์ที่บรรจุด้วยถ่านกระดูก จึงได้พัฒนาวิธีโพลินเจกชันสำหรับการวิเคราะห์ฟลูออไรด์และไฮดรอกไซด์

การพัฒนาวิธีสเปกโทรโฟโตเมตริกโพลินเจกชันสำหรับการวิเคราะห์ฟลูออไรด์ทำได้โดยการใช้สารประกอบเชิงซ้อนชนิดเทอร์นารีของอะลูมิเนียม อิริโอโครม ไซยานิน อาร์ และสารลดแรงตึงผิวชนิดประจุบวก การวิเคราะห์อาศัยการลดลงของค่าการดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อนชนิดเทอร์นารีของอะลูมิเนียม อิริโอโครม ไซยานิน อาร์ และซีดีลไทรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ที่ 590 นาโนเมตร มีการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมของปฏิกิริยาการพอกงาสีของสารเชิงซ้อนอะลูมิเนียมด้วยฟลูออไรด์และระบบโพลินเจกชัน นอกจากนี้ยังได้ศึกษาไอออนที่รบกวนการวิเคราะห์อีกด้วย กราฟมาตรฐานมีความเป็นเส้นตรงในช่วง 0.050 ถึง 1.00 มิลลิกรัมต่อลิตร ความแม่นยำและขีดจำกัดของการตรวจวัดอยู่ในเกณฑ์ดี (0.88% และ 0.02 มิลลิกรัมต่อลิตรตามลำดับ) วิธีนี้สามารถนำไปประยุกต์หาปริมาณฟลูออไรด์ในน้ำได้ดินได้เป็นอย่างดี

นอกจากนี้ยังได้เสนอวิธีสเปกโทรโฟโตเมตริกโพลินเจกชันสำหรับการวิเคราะห์ไฮดรอกไซด์โดยใช้เมตาครโซลเฟอร์เฟิล ได้ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมและคุณลักษณะในการ

วิเคราะห์ กราฟมาตรฐานมีความเป็นเส้นตรงในช่วงพีเอช 7.14 ถึง 9.06 และ 9.06 ถึง 10.06 ความแม่นยำเท่ากับ 2.5% และ 2.0% ที่พีเอช 8.36 และ 9.81 ตามลำดับ ขีดจำกัดของการตรวจวัดอยู่ที่ค่าพีเอช 6.87 วิธีนี้สามารถนำไปประยุกต์ในการตรวจวัดพีเอชของสารละลายที่ได้จากการขจัดฟลูออไรด์ได้เป็นอย่างดี

ได้ศึกษากระบวนการขจัดฟลูออไรด์ในพีชเบดคอลลัมน์ที่บรรจุด้วยถ่านกระดูกโดยเทคนิคโพลินเจกชันที่มีการหาปริมาณฟลูออไรด์และไฮดรอกไซด์พร้อมกัน ทำการตรวจวัดไอออนทั้งสองในสารละลายที่ออกจากคอลลัมน์ของถ่านกระดูกเพื่อที่จะหาความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณฟลูออไรด์และไฮดรอกไซด์ระหว่างกระบวนการขจัดฟลูออไรด์ โดยหลักการแลกเปลี่ยนไอออนคาดคะเนได้ว่าในระหว่างที่ฟลูออไรด์ถูกขจัดด้วยถ่านกระดูกจะเกิดการแทนที่ฟลูออไรด์ด้วยไฮดรอกไซด์ แต่จากการทดลองปริมาณฟลูออไรด์ที่ถูกใช้ไปมีมากกว่าปริมาณไฮดรอกไซด์ที่ถูกปล่อยออกมา ทำให้อัตราส่วนโดยโมลของฟลูออไรด์ต่อไฮดรอกไซด์เบี่ยงเบนไปจาก 1 : 1 ซึ่งเป็นค่าที่ได้จากสมการเคมีการแลกเปลี่ยนไอออน นอกจากนี้ได้ศึกษาระบบโพลินเจกชันที่วางคอลลัมน์ถ่านกระดูกหลังอินเจกชันวาล์วเพื่อตรวจวัดสัญญาณของไอออนทั้งสองหลังจากที่ผ่านสารละลายฟลูออไรด์ความเข้มข้นต่าง ๆ เข้าไปในระบบ ที่ความเข้มข้นต่ำของฟลูออไรด์พบว่าไม่มีสัญญาณของไฮดรอกไซด์ที่ออกจากคอลลัมน์ ในขณะที่ตรวจวัดสัญญาณของฟลูออไรด์ได้สูงมากที่ความเข้มข้นของฟลูออไรด์สูง ๆ สัญญาณของไอออนทั้งสองมีค่าเพิ่มขึ้น กระบวนการขจัดฟลูออไรด์เมื่อความเข้มข้นของฟลูออไรด์มีค่าต่ำอาจเป็นการดูดซับบนถ่านกระดูก ตามด้วยการแลกเปลี่ยนไอออนเมื่อความเข้มข้นของฟลูออไรด์สูงขึ้น