

Thesis Title Determination of Anions and Cations in Drinking Water by Ion Chromatography

Author Miss Tanaporn Na-Chiangmai

M.S. Chemistry

Examining Committee :

Dr. Mongkon Rayanakorn

Chairman

Assist. Prof. Dr. Yuthsak Vaneesorn

Member

Assoc. Prof. Dr. Prasak Thavornyutikarn

Member

Abstract

Three types of ion chromatography were employed to determine ions in drinking water in this study. The first type was ion chromatography in the auto-suppression mode using 1.80 mM NaHCO₃/1.70 mM Na₂CO₃ as eluent at the flow rate 2.0 ml/min. An IonPac AS 4 A column of 4x250 mm dimension and a conductivity detector were used for the determination of seven anions, namely, fluoride, chloride, nitrite, bromide, nitrate, phosphate and sulphate. The second type was based on the chemical suppression mode with 20 mM methane sulfonic acid as eluent at the flow rate 1.0 ml/min and 25 mM tetrabutylammonium hydroxide as regenerant at the flow rate 6.0 ml/min. The separating column, an IonPac CS 12 column of 4x250 mm dimension, was used with a conductivity detector for the analysis of three cations, namely, magnesium, calcium and strontium. The third type was the post-column derivatization with 50 mM oxalic acid pH 5.3 as eluent at the flow rate 1.0 ml/min and 4x10⁻⁴ M 4-(2-pyridylazo) resorcinol (PAR) in 3.0 M NH₄OH/

1.0 M CH₃COOH as the post-column reagent at the flow rate 0.5 ml/min. The separating column employed was an IonPac CS 5 column of 4x250 mm dimension with the uv-vis spectrophotometer set in the visible region at 510 nm for the analysis of lead(II), copper(II), manganese(II), zinc(II) and nickel(II). The linearity ranges obtained from the optimum ion chromatographic conditions for fluoride, chloride, nitrite, bromide, nitrate, phosphate and sulphate were found to be 0.2-200, 0.2-400, 0.2-200, 0.2-100, 0.2-100, 0.2-100 and 0.2-100 ng/μl, respectively, and the detection limits of these anions were found to be 0.26, 0.17, 0.57, 0.58, 0.88, 0.75 and 0.20 ng, respectively, with the recovery in the range 96.90-98.42 %. The amounts of anions in drinking water by the ion chromatographic technique were found to be significantly different from those obtained from the spectroanalytical techniques. The linearity ranges obtained from the optimum ion chromatographic conditions for manganese, calcium, strontium, lead(II), copper(II), manganese(II), zinc(II) and nickel(II) were found to be 0.2-100, 0.2-200, 0.2-100, 0.2-10, 0.2-100, 0.2-80, 0.2-80 and 0.2-80 ng/μl, respectively, and the detection limits of these cations were found to be 0.18, 0.08, 4.75, 0.32, 0.08, 0.15, 0.16 and 0.84 ng, respectively, with the recovery in the range 95.48-99.68 %. The amounts of cations in drinking water by the ion chromatographic technique and those by the atomic absorption spectrophotometry, were not significantly different when the t-test was employed. From 20 drinking water samples, the anions found were fluoride, chloride, nitrate, phosphate and sulphate in the following concentration ranges : 0.79-1.31, 0.78-173.38, 0.10-19.80, 0.12-5.79 and 0.19-64.71 ng/μl, respectively. As for the cations analysed, only magnesium, calcium, strontium, lead(II), manganese(II), zinc(II) and nickel(II) were found in the following concentration ranges : 0.02-15.42, 0.10-58.64, 0.17-0.21, 0.03-0.05, 0.02-0.198, 0.006-0.029 and 0.008-0.034 ng/μl, respectively.

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์	การหาปริมาณแอน ไออ่อนและแคตไออ่อนในน้ำคีมโดยวิธี ไออ่อนโคม่าโทกราฟี		
ชื่อผู้เขียน	นางสาว ธนากรณ ณ เชียงใหม่		
วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต	สาขาวิชาเคมี		
คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ :			
	ดร. มงคล ราษฎรากุล	ประธานกรรมการ	
	ผศ. ดร.ยุทธศักดิ์ วนิชสกุล	กรรมการ	
	รศ. ดร.ประศักดิ์ ดาวยุติการต์	กรรมการ	

บทคัดย่อ

ในการศึกษานี้ ได้นำไออ่อนโคม่าโทกราฟีสามรูปแบบมาหาปริมาณไออ่อนในน้ำคีม รูปแบบแรกคือ ไออ่อนโคม่าโทกราฟี ในวิธีซัพเพรสชันอัตโนมัติ ที่มี 1.80 มิลลิโมลาร์ โดยเดี่ยมไบ卡ร์บอเนต/1.70 มิลลิโมลาร์ โดยเดี่ยมคาร์บอเนตเป็นอีกสูญญากาศ อัตราการไหลเป็น 2.0 มิลลิลิตร/นาที ใช้คลัมป์ไออ่อนแพค เอเอส 4 เอ ขนาด 4x250 มิลลิเมตร และใช้เครื่องตรวจวัดแบบวัดค่าการนำไฟฟ้า สำหรับหาปริมาณแอน ไออ่อนเจ็คนิคคือ พลูออยไรค์ คลอร์ไรค์ ในไทรต์ ไบรไมค์ ในเกรต พอยส์เพต และชัลเพต รูปแบบที่สองอาเสียบวิธีซัพเพรสชันทางเคมีที่มี 20 มิลลิโมลาร์กรรมมิเทน-ชัล โฟนิกเป็นอีกสูญญากาศ อัตราการไหล 1.0 มิลลิลิตร/นาที และ 25 มิลลิโมลาร์เตตรามิวทิล-แอมโมเนียม ไอกรองกิไซด์เป็นรีเจนแนร์ที่มีอัตราการไหล 6.0 มิลลิโมลาร์/นาที คลัมป์ที่ใช้แยกคือ ชีเอส 12 ขนาด 4x250 มิลลิเมตร และใช้เครื่องตรวจวัดแบบวัดค่าการนำไฟฟ้า สำหรับหาปริมาณแคตไออ่อน ก็คือ แมกนีเซียม แคลเซียม และสตรอนเซียม รูปแบบที่สามเป็นแบบที่ทำให้เกิดอนุพันธ์ใหม่ภายหลังออกมาจากคลัมป์แยกที่มี 50 มิลลิโมลาร์สารละลายกรดออกชาลิก พีเอช 5.3 เป็นอีกสูญญากาศ อัตราการไหล 1.0 มิลลิลิตร/นาที และ 4×10^{-4} โมลาร์ 4-(2-พิริดิล-เอโซ) ริชอร์-ชีนอล (พาร์) เป็นสารละลายโพสต์คลัมป์ที่มีอัตราการไหล 0.5 มิลลิลิตร/นาที คลัมป์ที่ใช้เป็นไออ่อนแพค ชีเอส 5 ขนาด 4x250 มิลลิเมตร และใช้เครื่องตรวจวัดชนิดชูวี-วิสเซิล ที่ความยาวคลื่น 510 นาโนเมตร สำหรับหาปริมาณของ ตะกั่ว(II) ทองแดง(II) แมงกานีส(III) สังกะสี(II) และนิกเกิล(II) ตามลำดับ ภายใต้สภาวะ ไออ่อนโคม่าโทกราฟีที่เหมาะสม พบว่าช่วง

ความยาวเป็นสีน้ำเงินของ พลูออิร์ค คลอิร์ค ในไทรต์ ไบร์ไมค์ ในเกรต ฟอสเฟต และซัลเฟต อุ่ร่วงว่าง 0.2-200, 0.2-400, 0.2-200, 0.2-100, 0.2-100 และ 0.2-100 นาโนกรัม/ในโครลิต ตามลำดับ จีดต่าสุดที่วิเคราะห์ได้เป็น 0.26, 0.17, 0.57, 0.58, 0.88, 0.75 และ 0.20 นาโนกรัม ตามลำดับ โดยมีร้อยละของการกลับคืนของการวิเคราะห์อยู่ในช่วง 96.90 - 98.42 พบว่า ปริมาณของแอนไซอ่อนในน้ำคือนโดยเทคนิค ไออ่อน โครมาโทกราฟและเทคนิคสเปกโตร-แอกโนลิทิกแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ ส่วนแคตไออ่อน แมgnีเซียม แคลเซียม สารอนเซียม อะก้า(II) ทองแดง(II) แมgnานีส(II) สังกะสี(II) และนิกเกิล(II) พบว่าช่วงความเป็นสีน้ำเงินอยู่ในช่วง 0.2-100, 0.2-200, 0.2-100, 0.2-10, 0.2-100, 0.2-80, 0.2-80 และ 0.2-80 นาโนกรัม/ในโครลิต ตามลำดับ จีดต่าสุดของการวิเคราะห์ได้เป็น 0.18, 0.08, 4.75, 0.32, 0.08, 0.15, 0.16 และ 0.84 นาโนกรัม โดยมีร้อยละของการกลับคืนของการวิเคราะห์อยู่ในช่วง 95.48-99.68 พบว่าปริมาณของ แคตไออ่อนในน้ำคือนโดยเทคนิค ไออ่อน โครมาโทกราฟและอะตอนมิกแอนซอร์พชันสเปกโตรไฟ-ไฟเมตريไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ เมื่อทดสอบโดย ที-เทสต์ จากตัวอย่างน้ำคืนจำนวน 20 ตัวอย่าง แอนไซอ่อนที่ตรวจพบคือ พลูออิร์ค คลอิร์ค ในเกรต ฟอสเฟต และซัลเฟต ในช่วง ปริมาณความเข้มข้น 0.79-1.31, 0.78-173.38, 0.10-19.88, 0.12-5.79 และ 0.19-64.71 นาโนกรัม/ในโครลิต ตามลำดับ สำหรับแคตไออ่อนที่วิเคราะห์ พบแมgnีเซียม แคลเซียม สารอนเซียม อะก้า(II) แมgnานีส(II) สังกะสี(II) และนิกเกิล(II) ในช่วงปริมาณความเข้มข้น 0.02-15.42, 0.10-58.64, 0.17-0.21, 0.03-0.05, 0.02-0.198, 0.006-0.029 และ 0.008-0.034 นาโนกรัม/ในโครลิต ตามลำดับ