MATRIX REMOVAL AND ANALYTE PRECONCENTRATION BEFORE INDUCTIVELY COUPLED PLASMA SPECTROMETRIC DETECTION: DEVELOPMENT AND USE OF A LABORATORY MADE HOLLOW FIBER FLOW FILTRATION UNIT

THANYARAT SAWATSUK

A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENTS FOR
THE DEGREE OF MASTER OF SCIENCE
(APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY)
FACULTY OF GRADUATE STUDIES
MAHIDOL UNIVERSITY
2006

COPYRIGHT OF MAHIDOL UNIVERSITY

การกำจัดตัวรบกวนและเพิ่มความเข้มข้นของสารตัวอย่างก่อนการตรวจวัดด้วย อินดัคทิฟลี คัพเปิลพลาสมา สเปกโทรเมตรี: การพัฒนาหน่วยกรองแบบไหลโดยใช้เยื่อเลือกผ่านชนิดท่อกลมกลวงที่ประดิษฐ์ขึ้นเองและประยุกต์ใช้ (MATRIX REMOVAL AND ANALYTE PRECONCENTRATION BEFORE INDUCTIVELY COUPLED PLASMA SPECTROMETRIC DETECTION: DEVELOPMENT AND USE OF A LABORATORY MADE HOLLOW FIBER FLOW FILTRATION UNIT)

ธัญญารัตน์ สวัสดิ์สุข 4736439 SCAI/M
วท.ม. (เคมีวิเคราะห์และเคมีอินทรีย์ประยุกต์)

คณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์; อทิตยา ศิริภิญญานนท์, Ph.D. (Analytical Chemistry), ยุวดี เชี่ยววัฒนา, Ph.D. (Analytical Chemistry) ดวงใจ นาคะปรีชา, Ph.D. (Analytical Chemistry)

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ พัฒนาหน่วยกรองแบบไหลด้วยเยื่อเลือกผ่านชนิดท่อกลมกลวง สำหรับการกำจัดตัวรบกวนและเพิ่มความเข้มข้นของสารที่ต้องการวิเคราะห์ก่อนการตรวจวัดด้วย inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES) การทดลองใช้หลักการของการเกิดสารเชิงซ้อนและการแยกขนาดด้วยการกรองโดยอาศัยการไหล โดยใช้ Poly(ethylene imine) หรือ PEI ซึ่งมีมวลโมเลกุล 750,000 ดาลตัน ทำให้เกิดสารเชิงซ้อนกับธาตุที่ต้องการวิเคราะห์ คือ เงิน แคดเมียม โคบอลต์ ทองแดง ปรอท นิเกิล ตะกั่ว และ สังกะสี แต่จะไม่ทำปฏิกิริยากับธาตุที่เป็นตัวรบกวน เช่น แคลเซียม โพแทสเซียม แมกนีเซียม และ โซเดียม โดยสารตัวอย่างถูกนำเข้าสู่ภายในท่อกลวงซึ่งทำหน้าที่เป็นเยื่อเลือกผ่านโดยอาศัยการไหลของของเหลวสองทิศทางตรงข้ามกันในแบบของวิธี opposed flow method (OFM) เยื่อเลือกผ่านชนิดท่อกลมกลวงที่ใช้มีความยาว 31 ซม. ทำจาก poly(sulfone) มีขนาดของรูพรุน 30,000 ดาลตันซึ่งธาตุที่เป็นตัวรบกวนจะถูกกำจัดออกจากท่อทางรูพรุนของเยื่อเลือกผ่าน ในขณะที่สารเชิงซ้อนของ PEI กับธาตุที่ต้องการวิเคราะห์ ยังคงอยู่ในท่อกลวงและถูกนำเข้าสู่ส่วนตรวจวัดต่อไป ได้ศึกษาตัวแปรหลายหลายตัวแปรเพื่อให้ได้ผลที่น่าพอใจในการกำจัดตัวรบกวนและเพิ่มความเข้มข้นของสารที่ต้องการวิเคราะห์ โดยตัวแปรเหล่านี้ได้แก่ ความเข้มข้นของ PEI เวลาที่ใช้ในการโฟกัส และตำแหน่งโฟกัส ซึ่งสภาวะที่เหมาะสมคือ ความเข้มข้นของ PEI 200 มิลลิกรัมต่อลิตร เวลาที่ใช้ในการโฟกัส 25 นาที และตำแหน่งที่โฟกัสที่ใกล้หน่วยตรวจวัดมากที่สุด คือ 28 เซนติเมตร จากทางเข้าของสาร ผลการศึกษาที่สภาวะที่เหมาะสม ค่าความเข้มสัญญาณของตัวรบกวนลดไปเกือบ 100% ในขณะที่สารที่ต้องการวิเคราะห์มีความเข้มข้นเพิ่มขึ้นไปด้วย โดยใช้การกรองด้วยเยื่อเลือกผ่านชนิดท่อกลมกลวงควบคู่กับวิธีการให้ของเหลวไหลในสองทิศทางที่ตรงข้ามกัน (HF-FF/OFM)

HF-FF/OFM สามารถนำไปประยุกต์ใช้สำหรับการกำจัดตัวรบกวนในตัวอย่างน้ำทะเลและสารสกัดของดินในสภาวะที่ใช้น้ำยาสกัด แมกนีเซียมไนเตรต 1 โมลาร์ ซึ่งให้ผลเป็นที่น่าพอใจ

MATRIX REMOVAL AND ANALYTE PRECONCENTRATION BEFORE INDUCTIVELY COUPLED PLASMA SPECTROMETRIC DETECTION: DEVELOPMENT AND USE OF A LABORATORY MADE HOLLOW FIBER FLOW FILTRATION UNIT

THANYARAT SAWATSUK 4736439 SCAI/M

M.Sc. (APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY)

THESIS ADVISORS: ATITAYA SIRIPINYANOND, Ph.D. (ANALYTICAL CHEMISTRY), JUWADEE SHIOWATANA, Ph.D. (ANALYTICAL CHEMISTRY), DUANGJAI NACAPRICHA, Ph.D. (ANALYTICAL CHEMISTRY)

ABSTRACT

A hollow fiber flow filtration (HF-FF) was developed for simultaneous matrix removal and analyte preconcentration before inductively coupled plasma optical emission spectrometric (ICP-OES) detection. The experiment was based on complexation and flow filtration method. Poly(ethylene imine), PEI, with a molecular weight of 750,000 Da, was used as polymeric complexing agent to chelate analyte elements (Ag, Cd, Co, Cu, Hg, Ni, Pb and Zn) but not the matrix elements (Ca, K, Mg and Na). Two flow streams were applied in opposing directions in an opposed flow method (OFM), to introduce a large sample volume into the hollow fiber membrane, made of poly(sulfone), having a pore size of 30,000 Da and 31 cm in length. Matrix elements were removed by filtering off through the membrane, whereas the PEI–analyte complexes remained in the HF channel and were subsequently eluted and detected. Various parameters were optimized to obtain a satisfactory matrix removal and preconcentration factor. These include PEI concentration, focusing time, and focusing point. With a PEI concentration of 200 mg L^{-1}, focusing time of 25 min and the focusing point nearest to the detector, 28 cm from the channel inlet were found to be the optimal conditions. With the HF-FF/OFM approach, the signal intensity of matrix elements were reduced to nearly 100% while those of analyte elements were preconcentrated.

The HF-FF/OFM was applied for matrix removal of alkali and alkali earth elements in sea water and in soil extract in 1 M $Mg(NO_3)_2$ medium with satisfactory results.

KEY WORDS: HOLLOW FIBER FLOW FILTRATION, OPPOSED FLOW METHOD, COMPLEXATION AND FLOW FILTRATION, INDUCTIVELY COUPLED PLASMA OPTICAL EMISSION SPECTROMETRY

73 P.