



610886295

**DETERMINATION OF TRANSITION METALS BY  
HIGH PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHY**

**NITITHEP CHAICHUAY**

**With compliments**

of

*Faculty of Graduate Studies*

**MAHIDOL UNIVERSITY**

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

**1998**

**ISBN 974-661-229-8**

**COPYRIGHT OF MAHIDOL UNIVERSITY**

TH

N982d

1998

3836493 SCAI/M : MAJOR : APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY ; M.Sc. (APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY)

KEY WORD : TRANSITION METAL/SPECIATION/ION-INTERACTION CHROMATOGRAPHY

NITITHEP CHAICHUAY : DETERMINATION OF TRANSITION METALS BY HIGH PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHY. THESIS ADVISOR: PRAPIN WILAIRAT Ph.D., JUWADEE SHIOWATANA Ph.D. 93 p. ISBN 974-661-229-8

Ion-Interaction Chromatography employing tartaric acid and octane sulfonic acid was developed for the separation of seven transition metal ions  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$  and  $\text{Fe}^{3+}$  on reversed-phase C-18 column. 4-(2-pyridylazo)-resorcinol (PAR) was used as the post-column reagent with detection by UV-Visible absorbance at 520 nm. The results show that the seven metal ions can be separated in 20 minutes. The effect on the retention behavior of ion-interaction reagent (IIR) concentration, tartaric acid concentration, pH of the mobile phase, the addition of organic modifier and the solvent of metal ions were studied.

The system was applied to the determination of  $\text{Fe}^{3+}$  and  $\text{Fe}^{2+}$  in iron supplementary tablets. Total amount of iron by using ascorbic acid as a reducing agent, which converted  $\text{Fe}^{3+}$  to  $\text{Fe}^{2+}$ , was also measured and compared with the results for direct injection. The results show no significant differences between both methods. This method was also applied to analyse metal ions in river water.

3836493 SCAI/M : สาขาวิชา : เคมีวิเคราะห์และเคมีอนินทรีย์ประยุกต์ :

วท.ม. (เคมีวิเคราะห์และเคมีอนินทรีย์ประยุกต์)

นิติเทพ ไชยช่วย : การวิเคราะห์เชิงปริมาณของโลหะทรานสิชันโดยเทคนิคไฮเปอร์-ฟอร์แมนลิควิดโครมาโทกราฟี (Determination of Transition Metals by High Performance Liquid Chromatography ) คณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์: ประพิณ วิไลรัตน์ Ph.D., ยุกติ เชี่ยววัฒนา Ph.D. 93 หน้า. ISBN 974-661-229-8

งานวิจัยนี้ได้พัฒนาเทคนิคไอออน-อินเตอร์แอคชัน โครมาโทกราฟี ซึ่งประกอบด้วยกรดทาทริกและกรดออกเทนซัลโฟนิกสำหรับการแยกไอออนของโลหะทรานสิชัน 7 ตัว คือ ทองแดง(II), สังกะสี(II), นิกเกิล(II), โคบอลต์(II), แมงกานีส(II), เหล็ก(II) และเหล็ก(III) บนคอลัมน์รีเวอร์สเฟสชนิด ซี-18 โดยใช้ 4-(2-ไพริโดเอโซ)-รีโซซินอล (พาร์) เป็นสารโพสคอลลัมน์ โดยจะทำการตรวจวัดด้วยการดูดกลืนแสงยูวี-วิสิเบิลที่ความยาวคลื่น 520 นาโนเมตร ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าสามารถแยกไอออนของโลหะทั้ง 7 ตัวภายในเวลา 20 นาที นอกจากนี้ยังมีการศึกษาเกี่ยวกับผลกระทบที่มีต่อพฤติกรรมของการแยกอันเนื่องมาจาก ความเข้มข้นของสารไอออน-อินเตอร์แอคชัน, ความเข้มข้นของกรดทาทริก, ค่าพีเอชของเฟสเคลื่อนที่, การเติมสารออกานิกมอดดิฟายเออร์ และจากตัวทำละลายของไอออนของโลหะด้วย

งานวิจัยนี้ได้มาประยุกต์ใช้กับการวิธีวิเคราะห์เชิงปริมาณของไอออนเหล็ก(II)และไอออนเหล็ก(III)ในยาเม็ดเสริมเหล็กด้วย การวัดปริมาณรวมของเหล็กทำได้โดยใช้กรดแอสคอร์บิก ซึ่งเป็นสารรีดิวซ์เปลี่ยนไอออนเหล็ก(III)ให้กลายเป็นไอออนเหล็ก(II)และนำผลการทดลองที่ได้มาเปรียบเทียบกับวิธีคิดโดยตรง ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าไม่มีความแตกต่างที่เป็นนัยสำคัญระหว่างทั้งสองวิธีการทดลอง งานวิจัยนี้ยังได้มาไปประยุกต์กับการวิเคราะห์ปริมาณของไอออนโลหะในน้ำจากแม่น้ำด้วย