

Thesis Title	Effects of Common Chromatographic Variables on the Separation of Some Anions by Ion Interaction Reversed-Phase Liquid Chromatography	
Author	Miss Aujchara Imkum	
M.S.	Chemistry	
Examining Committee	Associate Professor Dr. Surasak Watanesk	Chairman
	Associate Professor Dr. Ruangsri Watanesk	Member
	Dr. Sunanta Wangkarn	Member

ABSTRACT

Separation of some singly negatively charged inorganic anions (IO_3^- , BrO_3^- , NO_3^- , I^- and SCN^-) by ion interaction chromatography was attempted. Variables affecting the separation were adjusted which included types and concentrations of ion interaction reagent (phosphates of hexylamine, heptylamine and octylamine), concentrations of an organic modifier (methanol), pH and the flow rate of the mobile phase. In addition, the appropriate wavelength for detection was also considered. It was found from the experiment that the heptylamine phosphate was the most suitable ion interaction reagent considered from the retention times and the resolutions of the chromatographic peaks. The effect of concentration of ion interaction reagent on the anion separation occurred in the trend that the increase of the concentration caused the anions to be retained longer in the column. Whereas, the increase in the concentration of methanol and the pH of the mobile phase

resulted in the faster elution of the anions. Such chromatographic behavior has brought to the conclusion of the optimum condition for the above anions separation as follows: mobile phase 5.0 mM heptylamine-phosphate at pH 6.4 ± 0.3 modified with 5% v/v methanol at a flow rate of 0.5 mL/min, detection at 200 nm. The linearity ranges and the detection limits obtained from the experimental condition for each anion were found to be between 0.04-100 ppm and 0.022-0.031 ppm, respectively. Whereas the relative standard deviation (% R.S.D.) of the retention times, peak areas and percentage recoveries of this method for each anion were found to be between 0.029-0.365 (n=5), 0.626-3.198 (n=5) and 96.8–99.8, respectively. This optimum condition is applicable to the analysis of anions in drinking and tap water samples. It was found that iodate, bromate, iodide and thiocyanate were not present in the sample, except the nitrate which existed in the range of 0.41-2.73 ppm.

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์	ผลของตัวแปรทั่วไปทางโครมาโทกราฟีที่มีผลต่อการแยกแอนไอออนบางตัวโดย ไอออนอินเตอร์แอคชันรีเวอร์สเฟสลิควิดโครมาโทกราฟี	
ชื่อผู้เขียน	นางสาวอัจฉรา อิมคำ	
วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต	สาขาวิชาเคมี	
คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์	รองศาสตราจารย์ ดร. สุรศักดิ์ วัฒนศักดิ์	ประธานกรรมการ
	รองศาสตราจารย์ ดร. เรืองศรี วัฒนศักดิ์	กรรมการ
	ดร. สุนันทา ว่างานต์	กรรมการ

บทคัดย่อ

ได้ทำการแยกแอนไอออนอนินทรีย์ที่มีประจุลบหนึ่งบางชนิด (ไอโอเดต, โบรเมต, ไนเตรต, ไอโอไดด์ และ ไรโอไซยานต) ด้วยเทคนิคไอออนอินเตอร์แอคชันโครมาโทกราฟี โดยมีการปรับตัวแปรที่จะมีผลต่อการแยก ซึ่งได้แก่ ชนิดและความเข้มข้นของไอออนอินเตอร์แอคชันรีเอเจนต์ (สารประกอบฟอสเฟตของเฮกซิลามีน, เฮปทิลามีนและออกทิลามีน) ความเข้มข้นของตัวปรับสภาพอินทรีย์ (เมทานอล), พีเอชและอัตราการใช้ของเฟสเคลื่อนที่ นอกจากนั้นยังได้พิจารณาหาความยาวคลื่นที่เหมาะสมต่อการตรวจวัด จากผลการทดลองพบว่า เฮปทิลามีนฟอสเฟตเป็นไอออนอินเตอร์แอคชันรีเอเจนต์ที่เหมาะสมที่สุด โดยพิจารณาจากค่ารีเทนชันและค่ารีโซลูชัน ผลของความเข้มข้นของไอออนอินเตอร์แอคชันรีเอเจนต์ที่มีต่อการแยกแอนไอออนนั้นเกิดขึ้นในลักษณะที่หากมีการเพิ่มความเข้มข้นจะทำให้แอนไอออนถูกรีเทนในคอลัมน์นานขึ้น ในขณะที่การ

เพิ่มความเข้มข้นของเมทานอลและค่าพีเอชในเฟสเคลื่อนที่จะทำให้แอนไอออนถูกอีลูทจากคอลัมน์เร็วขึ้น จากพฤติกรรมทางโครมาโทกราฟีดังกล่าวจะสามารถสรุปสถานะที่เหมาะสมในการแยกแอนไอออนกลุ่มนี้ได้ดังนี้คือ เฟสเคลื่อนที่ 5.0 มิลลิ โมลาร์ เฮปทิลามีนฟอสเฟต ที่พีเอช 6.4 ± 0.3 ปรับสภาพด้วย 5 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตรของเมทานอล ที่อัตราการไหล 0.5 มิลลิลิตรต่อนาที ตรวจวัดที่ 200 นาโนเมตร ช่วงความเป็นเส้นตรงและขีดจำกัดการตรวจวัดอยู่ในช่วง 0.04-100 พีพีเอ็ม และ 0.022-0.031 พีพีเอ็ม ตามลำดับ ในขณะที่ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (เปอร์เซ็นต์อาร์เอสดี) ของเวลาริเทนชัน พื้นที่พีค และเปอร์เซ็นต์การกลับคืนอยู่ในช่วง 0.029-0.365 (5 ครั้ง), 0.626-3.198 (5 ครั้ง) และ 96.8-99.8 ตามลำดับ สถานะที่เหมาะสมข้างต้นนี้สามารถนำไปประยุกต์ในการวิเคราะห์แอนไอออนในน้ำตัวอย่าง เช่น น้ำดื่ม และน้ำประปา พบว่าไม่พบแอนไอออนประเภท ไอโอเดต โบรเมต ไอโอไดด์ และ โซโอไซยานต ส่วนใหญ่พบแต่ไนเตรตในช่วงความเข้มข้น 0.41-2.73 พีพีเอ็ม