

การวิเคราะห์ธาตุบางตัวในหมู่ 3 เอ โดยวิธีอะโนดิกสตรัทพ์ิง



นางสาวกัณทิพย์ วิเศษหอม

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาคตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

แผนกวิชาเคมี

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

พ.ศ. 2520

000065

ANODIC STRIPPING ANALYSIS OF SOME OF GROUP III A ELEMENTS

MISS KUNTHIP VISESHOM

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements

for the Degree of Master of Science

Department of Chemistry

Graduate School

Chulalongkorn University

1977

Accepted by the Graduate School, Chulalongkorn University,
in Partial Fulfillment of the Requirements for the Degree of
Master of Science.

Visid Prachuabmoh
.....

(Professor Dr. Visid Prachuabmoh)

Dean

Thesis Committee *Salag Dhabanandana* Chairman
(Professor Dr. Salag Dhabanandana)

Proespun Kanatharana
..... Advisor
(Assistant Professor Dr. Proespun Kanatharana)



Siri Varothai
..... Member
(Assistant Professor Dr. Siri Varothai)

Songsak Sriamujata
..... Member
(Dr. Songsak Sriamujata)

Thesis Advisor: Assistant Professor Dr. Proespun Kanatharana

Copyright 1977

by

The Graduate School

Chulalongkorn University

Thesis Title: Anodic Stripping Analysis of Some of Group III A
Elements
By : Miss Kunthip Viseshom
Department : Chemistry

หัวข้อวิทยานิพนธ์ การวิเคราะห์ธาตุบางตัวในหมู่ 3 เอ โดยวิธีอะโนดิกสตรipping
ชื่อ นางสาวกัญทิพย์ วิเศษหอม แผนกวิชา เคมี
ปีการศึกษา 2519

บทคัดย่อ



วิทยานิพนธ์นี้เป็นการศึกษาเกี่ยวกับคุณสมบัติและการวิเคราะห์ทางปริมาณของธาตุ
แคลเซียม (I) อินเดียม (III) และแกลเลียม (III) โดยวิธีอะโนดิกสตรipping (anodic
stripping analysis) บนกลาสคาร์บอนอิเล็กโตรด ในสารละลายหลายชนิด สาร
ละลายที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์แคลเซียม (I) คือ สารละลายโปแตสเซียมไนเตรต
(potassium nitrate) เข้มข้น 0.1 โมลาร์ (molar) และสารละลายอะซีเตตบัฟเฟอร์
pH 5.0 (acetate buffer pH 5.0) โดยเทคนิคนี้แคลเซียม (I) ในสารละลายทั้งสอง
ที่กล่าวมา สามารถวิเคราะห์ได้ถึงความเข้มข้น 1.00×10^{-6} โมลาร์ โดยการอิเล็กโตร-
เคพโพสิต (electrodeposition) เป็นเวลา 10 นาทีที่ -1.0 โวลต์ (volt) เทียบกับ
แซททูเรตเตดคลอไรด์อิเล็กโตรด (SCE) การวิเคราะห์อินเดียมในสารละลายอะซีเตต
บัฟเฟอร์ pH 5.0 สามารถหาได้ถึง 1.00×10^{-6} โมลาร์ โดยการอิเล็กโตรเคพโพสิตที่
 -1.0 โวลต์ เทียบกับ SCE เป็นเวลา 10 นาที สำหรับแกลเลียม (III) สามารถวิเคราะห์
ได้โดยทำในสารละลายไซเคียมไทโอไซยาเนต (NaSCN) เข้มข้น 1.0 โมลาร์ ได้ถึงปริมาณ
 1.00×10^{-5} โมลาร์ โดยการอิเล็กโตรเคพโพสิตที่ -1.7 โวลต์ เทียบกับ SCE เป็นเวลา
5 นาที

การวิเคราะห์แคลเซียม (I) ในสารผสมระหว่างแคลเซียม (I) กับอินเดียม (III)
และแคลเซียม (I) กับแกลเลียม (III) สามารถทำได้ในสารละลายโปแตสเซียมไนเตรต
เข้มข้น 0.1 โมลาร์ ในสารผสมระหว่างแคลเซียม (I) กับอินเดียม (III) ธาตุทั้งสองนี้
สามารถวิเคราะห์หาปริมาณได้โดยวิธีอะโนดิกสตรipping ในสารละลายอะซีเตตบัฟเฟอร์ pH 5.0
เมื่อความเข้มข้นของธาตุที่จะวิเคราะห์มีปริมาณอย่างน้อยเป็นสองเท่าของอีกธาตุหนึ่ง และ
โดยอาศัยเทคนิคนี้ ได้ทดลองศึกษาหาปริมาณแคลเซียมในสารผสมระหว่างแคลเซียม (I) -

อินเกียม (III) และแกดเลียม (III) ในสารละลายโปแตสเซียมไนเตรตเข้มข้น 0.1 โมลาร์
พบว่าแกดเลียมไม่มีผลกระทบต่อการวิเคราะห์ทางปริมาณของเทลเลียม (I)

Thesis Title Anodic Stripping Analysis of Some of Group III A Elements

Name Miss Kunthip Viseshom : Department of Chemistry

Academic Year 1976

ABSTRACT

In this study; the anodic stripping voltammetric behaviors of thallium (I), indium (III) and gallium (III) were studied on a glassy carbon electrode in many supporting electrolytes. The appropriate supporting electrolytes for the anodic stripping analysis of Tl (I) are 0.1 M KNO_3 and the acetate buffer pH 5.0. The sensitivity of this technique is 1.00×10^{-6} M Tl (I) in either 0.1 M KNO_3 or the acetate buffer pH 5.0 by a 10 minute electrodeposition at -1.0 V vs the saturated calomel electrode (SCE). The anodic stripping analysis of In (III) was appreciative in the acetate buffer pH 5.0 with the sensitivity of 1.00×10^{-6} M In (III) by a 10 minute electrodeposition at -1.0 V vs SCE. Ga (III) could be determined by anodic stripping voltammetric technique in 1.0 M NaSCN with the sensitivity of 1.00×10^{-5} M Ga (III), using a 5 minute electrodeposition at -1.7 V vs SCE.

The anodic stripping analyses of Tl (I) in the mixtures of Tl (I)-In (III) and Tl (I)-Ga (III) were successful in 0.1 M KNO_3 supporting electrolyte. The determinations of both Tl (I) and In (III) in the mixture of Tl (I) and In (III) were possible by anodic stripping voltammetric technique in the acetate buffer pH 5.0 when the concentration of the species determined was at least twice of the other. In addition,

the anodic stripping voltammetry of Tl (I) in the tertiary mixture of Tl (I), In (III) and Ga (III) was studied in 0.1 M KNO_3 and it was found that Ga (III) did not interfere.

ACKNOWLEDGEMENT

The author wishes to express her gratitude to Dr. Proespun Kanatharana for her continuous guidance and assistance in the laboratory work leading to as good the result as the actual writing of this thesis. The author wishes to thank deeply Dr. Salag Dhabanandana, Dr. Siri Varothai and Dr. Songsak Srianujata for reading this thesis and making helpful comments on its content. The author also wishes to express her appreciation to the University Development commission for granting a fellowship and supporting the research program.



CONTENTS

| | PAGE |
|---|------|
| Abstract (Thai) | iv |
| Abstract (English) | vi |
| Acknowledgement | viii |
| List of Tables | x |
| List of Figures | xii |
| Chapter | |
| 1 INTRODUCTION | 1 |
| 2 EXPERIMENTAL | 13 |
| 2.1 Chemicals | 13 |
| 2.2 Apparatus | 13 |
| 2.3 Procedure | 14 |
| 3 ANODIC STRIPPING ANALYSIS OF THALLIUM (I) | 17 |
| 4 ANODIC STRIPPING ANALYSIS OF INDIUM (III) | 43 |
| 5 ANODIC STRIPPING ANALYSIS OF GALLIUM (III) | 59 |
| 6 ANODIC STRIPPING ANALYSES OF THALLIUM, INDIUM, AND GALLIUM IN MIXTURES | 70 |
| 7 CONCLUSION AND RECOMMENDATION | 92 |
| BIBLIOGRAPHY | 95 |
| VITA | 108 |



LIST OF TABLES

| TABLE | | PAGE |
|-------|---|------|
| 1.1 | Physical properties of gallium, indium and thallium | 4 |
| 1.2 | Standard reduction potentials of gallium, indium and thallium vs standard hydrogen electrode (SHE) | 6 |
| 3.1 | The cathodic voltammetric behavior of $1.00 \times 10^{-3} \text{ M TlNO}_3$ in various supporting electrolytes | 22 |
| 3.2 | The ASV behavior of thallium in various concentrations of potassium nitrate | 23 |
| 3.3 | The effect of pH on the ASV of thallium in $0.1 \text{ M KNO}_3\text{-HNO}_3$ system | 24 |
| 3.4 | The ASV behavior of thallium in various concentrations of potassium chloride | 26 |
| 3.5 | The ASV behavior of thallium in various concentrations of acetic acid | 28 |
| 3.6 | The ASV behavior of Tl (I) in acetate buffer at various pH | 28 |
| 3.7 | A comparison of the ASV of $1.00 \times 10^{-4} \text{ M Tl (I)}$ in various supporting electrolytes | 32 |
| 3.8 | A comparison of data of anodic stripping analyses of Tl (I) in various electrolytes | 34 |
| 3.9 | Conditions for electrodeposition of Tl (I) and data of anodic stripping analysis of thallium in 0.1 M KNO_3 | 37 |
| 3.10 | Conditions for electrodeposition of Tl (I) and data of anodic stripping analysis of thallium in acetate buffer pH 5.0 | 38 |

LIST OF TABLES (continued)

| TABLE | | PAGE |
|-------|--|------|
| 4.1 | The cathodic voltammetric behavior of 1.00×10^{-3} M In (III) in various electrolytes | 48 |
| 4.2 | The ASV behavior of 1.00×10^{-4} M In (III) in various concentrations of KCl supporting electrolyte | 50 |
| 4.3 | The ASV data of 1.00×10^{-4} M In (III) in various concentrations of HCl supporting electrolyte | 52 |
| 4.4 | The ASV behavior of In (III) in acetate buffers | 53 |
| 4.5 | Conditions for electrodeposition of In (III) and data of anodic stripping analysis of indium in acetate buffer pH 5.0 | 56 |
| 5.1 | Comparison of the ASV data of 1.00×10^{-4} M Ga (III) in various electrolytes | 66 |
| 5.2 | The anodic stripping analysis of Ga (III) in 1.0 M NaSCN | 66 |
| 6.1 | Data of the ASV of mixtures of Tl (I) and In (III) in 0.1 M KNO_3 supporting electrolyte | 72 |
| 6.2 | Data of the ASV of mixtures of Tl (I) and Ga (III) in 0.1 M KNO_3 supporting electrolyte | 76 |
| 6.3 | The ASV data of mixtures of 1.00×10^{-5} M Tl (I) and various concentrations of In (III) in the acetate buffer pH 5.0 | 79 |

LIST OF TABLES (continued)

| TABLE | | PAGE |
|-------|---|------|
| 6.4 | The ASV data of mixtures of $1.00 \times 10^{-5} \text{ M}$ In (III) and various concentrations of Tl (I) in the acetate buffer pH 5.0. | 86 |
| 6.5 | The ASV data of Tl (I)-In (III)-Ga (III) mixtures in 0.1 M KNO_3 supporting electrolyte. | 89 |

LIST OF FIGURES

| FIGURE | PAGE |
|--|------|
| 3.1 Cathodic voltammograms of Tl (I) in various electrolytes | 21 |
| 3.2 Dependence of the anodic peak current of thallium on pH of acetate buffer | 29 |
| 3.3 Anodic voltammograms of $1.00 \times 10^{-5} \text{ M Tl (I)}$ in acetate buffer pH 4.6 and pH 5.0 | 31 |
| 3.4 Anodic voltammogram of $4.00 \times 10^{-5} \text{ M Tl (I)}$ compared in various electrolytes. | 33 |
| 3.5 Anodic voltammograms of thallium in 0.1 M KNO_3 | 36 |
| 3.6 The linear dependence of anodic peak current on concentration of Tl (I) in various electrolytes | 40 |
| 3.7 The linear dependence of anodic peak current on concentration of Tl (I) in 0.1 M KNO_3 | 41 |
| 3.8 The linear dependence of anodic peak current on concentration of Tl (I) in acetate buffer pH 5.0 | 42 |
| 4.1 Cathodic voltammograms of In (III) in various electrolytes | 49 |
| 4.2 Anodic voltammograms of In (III) in various electrolytes | 51 |
| 4.3 The effect of pH on the anodic peak current of In (III) | 54 |
| 4.4 Voltammograms of indium in acetate buffer pH 5.0. | 57 |
| 4.5 The linear dependence of anodic peak current on concentration of In (III) | 58 |
| 5.1 Cathodic voltammograms of Ga (III) in various electrolytes | 62 |
| 5.2 Anodic voltammograms of Ga (III) in various electrolytes | 64 |

LIST OF FIGURES (continued)

| FIGURE | PAGE |
|--|------|
| 5.3 Anodic voltammograms of Ga (III) in various concentrations of NaSCN | 65 |
| 5.4 Dependence of the anodic stripping peak current on concentration of Ga (III) in 1.0 M NaSCN | 67 |
| 5.5 Anodic stripping voltammograms of 1.0 M NaSCN and 1.00×10^{-5} M Ga (III) in 1.0 M NaSCN | 68 |
| 6.1 Plots of the anodic peak current of Tl (I) vs the concentration of In (III) in Tl (I)-In (III) mixture in 0.1 M KNO_3 | 73 |
| 6.2 The ASV of the binary mixture of 1.00×10^{-5} M Tl (I) and 8.00×10^{-5} M Ga (III) in 0.1 M KNO_3 | 75 |
| 6.3 The plot of the anodic stripping peak current of Tl (I) vs the log concentration of Ga (III) | 77 |
| 6.4 The ASV behaviors of Tl (I) - In (III) mixtures in the acetate buffer pH 5.0 | 80 |
| 6.5 The linear dependence of the anodic peak current at -0.67 V on the concentration of In (III) | 81 |
| 6.6 Anodic voltammogram of the binary mixtures of Tl (I) and In (III) at the molar ratio of 2:1 | 82 |
| 6.7 The plot of the anodic peak current at ca. -0.65 V vs the concentration of Tl (I) | 83 |
| 6.8 Anodic stripping voltammograms of binary mixture of 1.00×10^{-5} M Tl (I) and various concentrations of In (III) | 85 |
| 6.9 The plot of the anodic peak current of In (III) vs the concentration of Tl (I) | 87 |

LIST OF FIGURES (continued)

| FIGURE | PAGE |
|--|------|
| 6.10 Anodic voltammogram of the tertiary mixture of Tl-In-Ga in 0.1 M KNO_3 | 90 |
| 6.11 The effect of Ga (III) and In (III) on the anodic peak current of Tl (I) | 91 |