

การพัฒนาวิธีการทางเคมีวิเคราะห์สำหรับการหาธาตุปรอทที่มีปริมาณน้อย
โดยวิธีขับสทอยคีโอเมตริก ไอโซโทป ไคลลูชั่น



นางสาวมาละที จริงจิตร

002380

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาคตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

แผนกวิชาเคมี

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

พ.ศ. 2520

i 17031175

THE DEVELOPMENT OF AN ANALYTICAL TECHNIQUE FOR THE DETERMI-
NATION OF TRACES OF MERCURY
BY SUBSTOICHIOMETRIC ISOTOPE DILUTION METHOD

MISS MALATEE JINGJIT

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science

Department of Chemistry

Graduate School

Chulalongkorn University

1977

Thesis Title : The Development of an Analytical Technique
for the Determination of Traces of Mercury
by Substoichiometric Isotope Dilution
Method.

By : Miss Malatee Jingjit

Department : Chemistry

Thesis Advisor : Mr. Suchat Mongkolphantha

Accepted by the Graduate School, Chulalongkorn Uni-
versity in partial fulfillment of the requirements for the
Master's degree.

Visid Prachuabmoh
.....Dean of Graduate School
(Professor Dr. Visid Prachuabmoh)

Thesis Committee

Pirawan Bhanthumnavin
.....Chairman
(Assistant Professor Dr. Pirawan Bhanthumnavin)

S. Mongkolphantha
.....Member
(Mr. Suchat Mongkolphantha)

K. Sirisena
.....Member
(Dr. Kantika Sirisena)

M. Amarasithi
.....Member
(Associate Professor Maen Amarasithi)

- หัวข้อวิทยานิพนธ์ : การพัฒนาวิธีการทางเคมีวิเคราะห์สำหรับการหาธาตุ
ปรอทที่มีปริมาณน้อย โดยวิธีขับสทอยคิโอเมตริก
ไอโซโทป ไกลูชัน
- ข้อนิสิต : นางสาวมาสะที จริงจิตร
- อาจารย์ที่ปรึกษา : อาจารย์ สุชาติ มงคลพันธุ์
- แผนกวิชา : เคมี
- ปีการศึกษา : 2520



บทคัดย่อ

การศึกษาเพื่อพัฒนาวิธีวิเคราะห์ปรอทปริมาณน้อยในสารตัวอย่างทางชีววิทยา กระทำโดยการเผาทำลายสารตัวอย่างในบรรยากาศของออกซิเจน และนำมาวิเคราะห์ปริมาณปรอทด้วยวิธีขับสทอยคิโอเมตริก ไอโซโทป ไกลูชัน โดยอาศัยเทคนิคของการสกัด ได้ตรวจสอบความเชื่อถือได้ของเทคนิคการวิเคราะห์นี้โดยใช้ปรอท-203 เป็นสารติดตาม (tracer) ความแน่นอนของเทคนิคการวิเคราะห์ทดสอบได้จากการวิเคราะห์ปริมาณปรอทในสารตัวอย่างมาตรฐาน Kale ของ Dr. Bowen แห่งสหราชอาณาจักร และสารมาตรฐาน Orchard Leaves และ Bovine Liver ของ The National Bureau of Standards สหรัฐอเมริกา ซึ่งจำกัดค่าสูงสุดของวิธีวิเคราะห์นี้มีค่า 0.005 ส่วนในล้านส่วน

เทคนิคการวิเคราะห์ที่พัฒนาแล้วนี้เป็นวิธีที่ง่าย รวดเร็ว และสิ้นเปลืองค่าใช้จ่ายน้อย จึงเหมาะสมอย่างยิ่งที่จะนำมาใช้ในงานวิเคราะห์ปรอทปริมาณน้อยที่ต้องกระทำเป็นประจำ

Thesis Title : The Development of an Analytical Technique
for the Determination of Traces of Mercury
by Substoichiometric Isotope Dilution Method.

Name : Miss Malatee Jingjit

Thesis Advisor: Mr. Suchat Mongkolphantha

Department : Chemistry

Academic Year: 1977

ABSTRACT

A procedure has been developed for the quantitative determination of traces of mercury in biological samples. The radiochemical separation method involves the combustion of the samples in an oxygen flask, follow by a substoichiometric isotope dilution method utilizing solvent extraction technique. The method was primarily tested using radio-tracer experiments and then by analyzing two already certified Standard Reference Materials and a Bowen Standard Kale Sample. The limit of detection is 0.005 ppm. The developed technique is comparatively simple, inexpensive, fast and suitable for routine work.



ACKNOWLEDGEMENTS

The author is especially indebted to Mr. Krivuthi Sukijbumrung, Director of the Office of Atomic Energy for Peace, whose generous consideration allowed her to enjoy the privilege of completing her research work at this office.

The author is extremely grateful to Mr. Suchat Mongkolphantha for his valuable advice, supervision and encouragement throughout this work. She would also like to express her sincere appreciation to the University Development Commission for granting a fellowship and to her colleagues at the Office of Atomic Energy for Peace especially Mr. Pathom Yamkate who has shown interest and given assistance from the beginning till the end of this work.

CONTENTS

	PAGE
ABSTRACT (IN THAI)	iv
ABSTRACT	v
ACKNOWLEDGEMENTS	vi
LIST OF TABLES	ix
LIST OF FIGURES	x
CHAPTER	
I. INTRODUCTION	1
II. THEORY	7
2.1 Isotope Dilution Technique	7
2.2 Sensitivity, Limitation, Accuracy and Precision	11
2.3 Solvent Extraction with Dithizone	13
III. EXPERIMENTAL	18
3.1 Materials	18
3.2 Apparatus	21
3.3 Procedure	24
3.4 Radiomercury Measurement	27
3.5 Mercury Determination	27
3.6 Analytical Scheme	30
IV. RESULTS	31
4.1 Determination of the effect of pH.	31
4.2 Determination of the effect of zinc dithizonate chelating on mercury.	31



	PAGE
4.3 Determination of the effect of time for reaching equilibrium	31
4.4 Determination of the selectivity of substoichiometric extraction of mercury	32
4.5 Determination of the effect of masking agent on substoichiometric extraction of mercury	32
4.6 Determination of experimental reproducibility of substoichiometric extraction of mercury	32
4.7 Determination of the reliability of substoichiometric extraction of mercury	32
4.8 Determination of the effect of amount of hydroxylamine hydrochloride on substoichiometric extraction of mercury	33
4.9 Determination of the reproducibility of the developed technique	33
4.10 Determination of the reliability of the developed technique	33
V. DISCUSSION	46
VI. CONCLUSION AND RECOMMENDATION	48
6.1 Conclusion	48
6.2 Recommendation	49
BIBLIOGRAPHY	50
VITA	61

LIST OF TABLES

TABLE		PAGE
2-1	Masking agents in dithizone reactions	16
4-1	Effect of pH on the extraction of mercury with zinc dithizonate	34
4-2	Effect of zinc dithizonate chelating on 0.6466 microgram of mercury	34
4-3	Effect of time for reaching equilibrium on the extraction of mercury	37
4-4	Selectivity of substoichiometric extraction of mercury in the presence of micro-amount of different foreign metals	39
4-5	Selectivity of substoichiometric extraction of mercury in the presence of macro-amount of different foreign metals	40
4-6	Effect of EDTA on selectivity of substoichiometric extraction of mercury	41
4-7	The experimental reproducibility of substoichiometric extraction of mercury	42
4-8	The reliability of substoichiometric extraction of mercury	42
4-9	Effect of hydroxylamine hydrochloride on the substoichiometric extraction of combustion product of mercury	43
4-10	The experimental reproducibility of the developed technique	44
4-11	The reliability of the developed technique	45

LIST OF FIGURES

FIGURE	PAGE
3-1 Single Channel Analyzer	22
3-2 Mechanical Shaker	22
3-3 Combustion Flask with Platinum Holder	23
3-4 Analytical Scheme	30
4-1 Effect of pH on the extraction of mercury with zinc dithizonate	35
4-2 Effect of zinc dithizonate chelating on 0.6466 microgram of mercury	36
4-3 Effect of time for reaching equilibrium on the extraction of mercury	38

.