การพัฒนาวิธีการทางเคมีวิเคราะห์สำหรับหาธาตุที่มีปริมาณน้อยในน้ำจืด โดยวิธีทางนิวตรอนแอคติเวชั่น

นางสาว สิรินาฏ ม่วงน้อยเจริญ

005451

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
แผนกวิชาเคมี
บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณมหาวิทยาลัย
พ.ศ. 2519

117921326

Accepted by Graduate School, Chulalongkorn University in partial fulfilment of the requirements for Degree of Master of Science

Kirid Pochanabanda
.....
Dean of the Graduate School

Thesis Committe

T. Donavanik .....Chairman

S. Dhabhasadana
.....

T. Piyakarnchana
.....

Thesis Supervisor : Dr. Kantika Sirisena

DEVELOPMENT OF AN ANALYTICAL TECHNIQUE FOR THE ASSAY OF TRACE ELEMENTS IN FRESH WATER BY NEUTRON ACTIVATION ANALYSIS

Miss Sirinart Muangnoicharoen

A Thesis Submitted in Partial Fulfilment of the Requirements

for the Degree of Master of Science

Department of Chemistry

Graduate School

Chulalongkorn University

1976

หัวข้อวิทยานิพนธ์ การพัฒนาวิธีทางเคมีวิเคราะห์สำหรับธาตุที่มีปริมาณน้อยในน้ำจืด โดยวิธีทางนิวตรอนแอคติเวชั่น

ชื่อ นางสาว สิรินาฏ ม่วงน้อยเจริญ

แผนกวิชา เคมี

ปีการศึกษา 2518

บทคัดย่อ

ได้พัฒนาวิธีวิเคราะห์ปริมาณของ ปรอท, ทองแดง, สารหนู, เซเลเนียม และ พลวง ในน้ำจืด โดยวิธีทางนิวตรอนแอคติเวชั่น แยกธาตุดังกล่าวออกจากตัวอย่าง ภายหลังจากการอาบรังสีนิวตรอน โดยให้ปรอทและทองแดงถูกดูดซับในคอลัมของโวลตาเลฟที่ถูกฉาบด้วยไดไทโซน จากสารละลายเป็นกรดเจือจาง แล้วล้างการดูดซับของธาตุทั้งสองจากคอลัมด้วยกรดเกลือเข้มข้น 9 โมลต่อลิตร หลังจากทำให้เจือจางเป็นกรดเกลือ 2 โมลต่อลิตร แล้วผ่านลงในแอนอิออนเอกซ์เชนจ์คอลัม ปรอทจะถูกดูดซับเอาไว้ในคอลัม ส่วนทองแดงจะผ่านออกมา หลังจากนั้นได้ทำการแยกสารหนู, เซเลเนียม และพลวง ออกจากตัวอย่าง โดยการกลั่นออกมาในรูปของสารประกอบไฮดรายด์ โดยเติมสังกะสี และกรดเกลือ เซเลเนียมไฮดรายด์จะละลายในสารละลายของโซเดียมไฮดรอกไซด์ ส่วนไฮดรายด์ของสารหนูและพลวงจะละลายในกรดเกลือ 9 โมลต่อลิตร, นำธาตุแต่ละตัวที่แยกแล้วไปวัดรังสีแกมม่า ได้ทำการวิเคราะห์ปริมาณธาตุทั้ง 5 ในตัวอย่างจากแม่น้ำเจ้าพระยาตอนล่างที่เก็บในระหว่างเดือน เมษายน ถึง มิถุนายน 2517 รวมทั้งสิ้น 16 ตัวอย่าง

Thesis Title Development of an Analytical Technique for the Assay of Trace Elements in Fresh Water by Neutron Activation Analysis

Name Miss Sirinart Muangnoicharoen

Department Chemistry

Academic Year 1975

ABSTRACT

A scheme has been developed for the quantitative analysis of Hg, Cu, As, Se and Sb in surface water after irradiation of reactor neutrons. The irradiated samples were made to pH 1 $\pm$ 0.5 and passed through a dithizone coated voltalef column. Hg and Cu retained on the column and were eluted by 9 mol/l HCl. After dilution to 2 mol/l HCl, the solution was allowed to pass through a column of anion exchangers. Hg was adsorbed and thus separated from Cu. As, Se and Sb which were not adsorbed on the dithizone coated voltelef column were separated from other elements by distillation in the form of hydride using Zn and HCl. SeH_2 was first trapped in a dilute NaOH solution while SbH_3 and AsH_3 were dissolved in 9 mol/l HCl. The purity of the separated elements were checked by measuring the gamma spectra with a Ge(Li) detector.

The results of the analysis of 16 samples collected from the Lower Chao Phya River during April to June 1974 were reported.

ACKNOWLEDGEMENTS

This work was supported by the Office of Atomic Energy for Peace and was performed during April, 1974 to July, 1975.

The author is extremely grateful to Dr. Kantika Sirisena for her valuable advice, supervision and encouragement throughout this work. She would also like to express her appreciation to the National Reaserch Council for granting a part of the financial support and to her colleaques at the Office of Atomic Energy for Peace who have shown interest and given assistance in this work.

CONTENTS

PAGE

ABSTRACT (IN THAI) IV

ABSTRACT V

ACKNOWLEDGEMENTS VI

LIST OF TABLES VIII

LIST OF FIGURES X

CHAPTER

I. INTRODUCTION 1

II. THEORY 3

2.1 Neutron activation analysis 3

2.2 Chromatography 6

III. EXPERIMENTS 8

3.1 Materials 8

3.2 Apparatus 13

3.3 Distillation of hydride 14

3.4 Sample processing 51

3.5 Data processing 54

3.6 Limit of quantitative determination 56

IV. RESULTS 61

4.1 Purity of the fraction 61

4.2 Chemical yield 69

4.3 Results of sample analysis 69

V. DISCUSSION 74

REFERENCES 76

BIOGRAPHY 78

LIST OF TABLES

TABLE		PAGE
3-1	Isotopes used in tracer experiments	9
3-2	Effect of the amount of zinc on the distillation of SbH_3	20
3-3	Effect of acid concentration on the distillation of SbH_3	20
3-4	Effect of carrier on the distillation of SbH_3 ...	23
3-5	Effect of temperature on the distillation of SbH_3	23
3-6	Effect of additional reducing agent on the distillation of SeH_2	27
3-7	Effect of the amount of zinc on the distillation of SeH_2	27
3-8	Effect of reaction time on the distillation of SeH_2	30
3-9	Effect of temperature on the distillation of SeH_2	31
3-10	Effect of carrier on the distillation of SeH_2 ...	31
3-11	Effect of additional reducing agent on the distillation of AsH_3	35
3-12	Effect of carrier on the distillation of AsH_3 ...	35
3-13	Extraction of Sb(V) on HDEHP-voltalef layer	37
3-14	Elution of Hg with 6 mol/l HCl	40

TABLE PAGE

3-15 Elution of Ag with 2 % and 4 % NH_4SCN 41

3-16 Elution of Cu with 6 mol/l and 9 mol/l HCl 45

3-17 Separation of Cu and Hg from dithizone-voltalef columns with different ratios of treated to untreated material 47

3-18 Minimum determinable concentrations of Hg, Cu, Sb, Se, and As as measured by Ge(Li) detector 57

4-1 Chemical yields of the separation process 69

4-2 Trace element concentration of sample group I ... 70

4-3 Trace element concentration of sample group II .. 71

4-4 Trace element concentration of sample group III.. 72

4-5 Trace element concentration of sample group IV... 73

5-1 The concentration range of trace element in the Lower Chao Phya River and permissible concentration for potable water 75

LIST OF FIGURES

FIGURE		PAGE
3-1	Locations for sampling along the Chao Phya River	10
3-2	The 128 channels analyzer and the printer	15
3-3	The NaI(Tl) detector with shielding	15
3-4	The multichannels analyzer and the printer	16
3-5	The Ge(Li) detector with shielding and cooling system	16
3-6	Calibration curve Ge(Li) detector-1024 channels analyzer	17
3-7	Distilling apparatus	18
3-8	Effect of the amount of zinc on the distillation of SbH_3	21
3-9	Effect of concentration of acid on the distillation of SbH_3	21
3-10	Effect of carrier on the distillation of SbH_3	24
3-11	Effect of temperature on the distillation of SbH_3	24
3-12	Effect of amount of zinc on the distillation of SeH_2 (I)	28
3-13	Effect of amount of zinc on the distillation of SeH_2 (II)	28
3-14	Effect of reaction time on the distillation of SeH_2	32
3-15	Effect of temperature on the distillation of SeH_2	32

FIGURE PAGE

3-16 Effect of carrier on the distillation of SeH_2.... 33

3-17 Effect of carrier on the distillation of AsH_3.... 33

3-18 Elution of Hg with 6 mol/l HCl 44

3-19 Elution of Ag with 2 % NH_4SCN 42

3-20 Elution of Ag with 4 % NH_4SCN 43

3-21 Elution of Cu with 6 mol/l HCl 46

3-22 Elution of Cu with 9 mol/l HCl 46

3-23 Elution Hg & Cu with 6 mol/l HCl column 2:2 48

3-24 Elution of Hg & Cu with 6 mol/l HCl column 3:1 .. 48

3-25 Separation scheme for the quantitative analysis of Hg, Cu, Sb, Se and As in surface water 50

3-26 Gamma ray pulse height distribution curve 55

3-27 The relation between the concentration and the activity of Hg 58

3-28 The relation between the concentration and the activity of Cu 58

3-28 The relation between the concentration and the activity of Sb 59

3-30 The relation between the concentration and the activity of Se 59

3-31 The relation between concentration and the activity of As 60

4-1 Spectrum of a river water sample irradiation 12 hours, cooling 6 days 62

4-2 Spectrum of a river water sample irradiation 12 hours, cooling 1 month 63

FIGURE PAGE

4-3 Spectrum of the Hg fraction 64

4-4 Spectrum of the Cu fraction 65

4-5 Spectrum of the Sb fraction 66

4-6 Spectrum of the As fraction 67

4-7 Spectrum of the Se fraction 68