Thesis Title Preconcentration and Determination of Uranium by Flow Injection Technique

Author Mr. Ponlayuth Sooksamiti

Ph.D. Chemistry

Examining Committee :

Asst. Prof. Dr. Saisunee Liawruangrath	Chairman
Assoc. Prof. Dr. Kate Grudpan	Member
Dr. Surasak Watanesk	Member
Assoc. Prof. Dr. Udom Sriyotha	Member
Dr. Pimol Rienvatana	Member

Abstract

A flow injection analysis (FIA) system was developed and constructed as a rapid means for the determination of uranium in geological samples. Initially, the spectral characteristics of U(VI) and its complexes with 4-(2-pyridylazo)resorcinol (PAR) were studied, following which a flow injection determination of uranium in tin tailings was investigated. A small volume of sample solution was injected into merged streams of triethanolamine buffer and PAR containing 1,2-cyclohexanedinitrilotetraacetic acid (CDTA)/sulfosalicylic acid solution. The absorbance of the colored product was continuously monitored at 530 nm. A calibration graph was established up to 16 mgU/l with a detection limit (3σ) of 0.28 mgU/l. A sampling rate of 180 injections/h and relative standard deviation (RSD) of 3.5% (at 5 mgU/l, n = 12) were obtained. The method was applied to the determination of uranium in tin tailings after digesting with HF-HNO_3.

This FIA method was then modified for the preconcentration and separation of trace U(VI) to improve its tolerance towards some interfering ions in environmental samples and also to improve its detection limit. By using an in-valve column containing Duolite C-255 (H) resin, uranyl ions loaded onto the column were then eluted with 1 M HCl and mixed with a stream of a mixture consisting of buffer, masking solution [triethanolamine (1 M) and CDTA (0.7% w/v)] and PAR solution. After passing through a glass bead column, the colored complex was continuously monitored at 530 nm. Calibration according to time (or volume) using a single standard solution was established up to 7 μgU under optimum conditions. The detection limit (3σ) and RSD were 0.27 μgU and 2.1% (for 2 μgU; n = 12) respectively.

The possible interference effects of some ions were studied. Using dual mini ion-exchange columns positioned at sample loops of the injection valve, a sampling rate of 20 - 25 samples/h was obtained. Applications of this method to the determination of uranium in rock and water samples (μg/l levels) are described.

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์	การเพิ่มความเข้มข้น และ หาปริมาณยูเรเนียม โดยเทคนิคโฟลอินเจคชัน
ชื่อผู้เขียน	นาย พลยุทธ ศุขสมิติ
วิทยาศาสตรดุษฎีบัณฑิต	สาขาวิชาเคมี

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ :

ผศ. ดร. สายสุนีย์ เหลี่ยวเรืองรัตน์	ประธานกรรมการ
รศ. ดร. เกตุ กรุดพันธ์	กรรมการ
ดร. สุรศักดิ์ วัฒเนสก์	กรรมการ
รศ. ดร. อุดม ศรีโยธา	กรรมการ
ดร. พิมล เรียนวัฒนา	กรรมการ

บทคัดย่อ

ได้พัฒนา และสร้างระบบโฟลอินเจคชันอะนาลิซิส (FIA) สำหรับวิเคราะห์หาปริมาณยูเรเนียมในตัวอย่างทางธรณีได้อย่างรวดเร็ว ขั้นตอนแรกได้ศึกษาลักษณะเฉพาะทางสเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างยูเรเนียมไอออนกับ 4,2-ไพริดีลเอโซรีซอร์ซินอล (PAR) ต่อจากนั้นนำผลการศึกษานี้ไปใช้กับวิธีโฟลอินเจคชัน เพื่อหาปริมาณยูเรเนียมในหางแร่ดีบุก โดยการฉีดสารละลายตัวอย่างปริมาตรน้อยๆ เข้าไปในกระแสของสารละลายผสมระหว่างบัฟเฟอร์ไตรเอธานอลอามีน กับสารละลาย PAR ที่มี กรด-1,2- ไดอะมิโนไซโคลเฮกเซนไดไนทริโลเตตระอะซิติค (CDTA) กับกรดซัลโฟซาลิไซลิค วัดค่าการดูดกลืนแสงของสารที่มีสีอย่างต่อเนื่องที่ความยาวคลื่น 530 นาโนเมตร ได้กราฟมาตร-ฐานเป็นเส้นตรงจนถึง 16 มิลลิกรัมยูเรเนียมต่อลิตร และขีดจำกัดที่จะวิเคราะห์ได้ (3σ) มีค่าเป็น 0.28 มิลลิกรัมยูเรเนียมต่อลิตร สามารถวิเคราะห์ ด้วยอัตราเร็ว 180 ตัวอย่างต่อชั่วโมง โดยมีค่าร้อยละของการเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (RSD) เท่ากับ 3.5 (สำหรับ 5 มิลลิกรัมยูเรเนียมต่อลิตร โดยการทดลอง 12 ซ้ำ) ได้นำวิธีดังกล่าวมาประยุกต์ใช้ในการหาปริมาณยูเรเนียมในหางแร่ดีบุกโดยนำตัวอย่างมาย่อยสลายด้วย กรดไฮโดรฟลูออริก กับกรดไนตริก

ได้นำวิธีทาง FIA ดังกล่าวข้างต้นมาปรับปรุงเพื่อเพิ่มความเข้มข้น และแยกยูเรเนียมที่มีปริมาณน้อยออกจากสารละลายตัวอย่าง เพื่อปรับปรุงความสามารถในการต้านไอออนที่มีผลรบกวนซึ่งมีอยู่ในสารตัวอย่างจากสิ่งแวดล้อม และเพิ่มขีดจำกัดของการวิเคราะห์ โดยการใช้วาล์วที่มีคอลัมน์ บรรจุด้วยเรซิน Duolite C-255(H) ต่ออยู่ เมื่อผ่านสารละลายตัวอย่างเข้าไปในคอลัมน์ ยูเรเนียมไอออนจะถูกจับไว้ที่เรซินด้วยวิธีการแลกเปลี่ยนไอออน และถูกชะออกมาด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกข้น 1โมลาร์ จากนั้นจะผสมกับกระแสของสารละลายผสมซึ่งประกอบด้วยบัฟเฟอร์ มาสกิ้งเอเจนท์ (ไตร-เอธานอลามีน 1 โมลาร์, CDTA 0.7% โดยน้ำหนักต่อปริมาตร) และสารละลาย PAR สารละลายผสมจะผ่านเข้าไปในคอลัมน์ที่มีเม็ดแก้วบรรจุอยู่ ได้สารประกอบเชิงซ้อนที่มีสี ที่สามารถวัดการดูดกลืนคลื่นแสงอย่างต่อเนื่องที่ความยาวคลื่น 530 นาโนเมตร ภายใต้สภาวะที่เหมาะสม พบว่าได้กราฟมาตรฐานที่เป็นเส้นตรงจนถึงปริมาณ 7 ไมโครกรัมยูเรเนียม และมีขีดจำกัดของการวิเคราะห์ (3σ) และค่าร้อยละของการเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์เท่ากับ 0.27 ไมโครกรัมยูเรเนียม และ 2.1 (สำหรับ 2 ไมโครกรัมยูเรเนียม โดยการทดลอง 12 ซ้ำ) ตามลำดับ ได้ศึกษาผลรบกวนที่เป็นไปได้ของไอออนบางตัว เมื่อใช้คอลัมน์ขนาดเล็กดังกล่าว 2 คอลัมน์ วางอยู่ในตำแหน่งของแซมเปิ้ลลูพ ของอินเจคชันวาล์ว จะสามารถวิเคราะห์สารละลายตัวอย่างได้ด้วยอัตราเร็วของการวิเคราะห์ 20 - 25 ตัวอย่างต่อชั่วโมง นำวิธีการดังกล่าวไปประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์หายูเรเนียมที่มีปริมาณน้อยในตัวอย่างหินและน้ำ (ระดับไมโครกรัมต่อลิตร)