Thesis Title

Determination of Zirconium by Flow Injection System

Author

Ms. Mayuree Utamong

M.S.

Chemistry

Examining Committee:

Assoc. Prof. Dr. Kate

Grudpan

Chairman

Asst. Prof. Dr. Yuthsak

Vaneesorn

Member

Asst. Prof. Dr. Saisunee

Laiwruangrath

Member

Abstract

A batch spectrophotometric method for zirconium determination using Xylenol Orange was restudied. In an acidic medium of perchloric or sulfuric acid, a 1:1 complex forming yielded a molar absorptivity of 3.58 x 10⁴ l mol⁻¹ cm⁻¹ at 535 nm which was found to be the suitable analytical wavelength. A linear calibration curve was over the range of 0.2-2.4 ppm. The method was adapted into a flow injection one. The flow injection system composed of low cost components. Optimum conditions were investigated. Those include concentrations of reagents (Xylenol Orange, perchloric and sulfuric acids), types of manifold, flow rate, sample volume, mixing devices, pretreatment of zirconium standard solution due to ageing. Under the optimum condition, a linear calibration curve up to 10 ppm was obtained. Detection limit and precision (as RSD) were 1.2 ppmZr and 0.23% respectively. Interference of some ions (Na⁺, Al³⁺, Mo⁶⁺, Fe³⁺, NH₄ and SO₄ was

studied. The method has been applied to the determination of zirconium in an eluate of sodium pertechnetate from Tc-99m gel generator. The results obtained by Flow injection method agreed with the ones by conventional batch procedure.



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ Copyright[©] by Chiang Mai University All rights reserved ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์

การหาปริมาณเช่อร์โคเนียมโดยระบบโฟลจินเจคขับ

ชื่อผู้เขียน

นางสาว มะยุรี่ย์ อุตตะมัง

วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาเคมี

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

รองศาสตราจารย์ ดร. เกตุ กรุดพันธ์ ประธานกรรมการ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ยุทธศักดิ์ วณีสอน กรรมการ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. สายสุนีย์ เหลี่ยวเรืองรัตน์ กรรมการ

บทคัดย่อ

ได้ทำการศึกษาวิธีการทางสเปกโทรโฟโตรเมตรี ในการหาบริมาณของเซอร์โคเนียม โดยใช้ไซลีนอล ออเรนจ์ ในตัวกลางที่เป็นกรดเปอร์คลอริก หรือกรดซัลฟูริก สารเชิงซ้อน 1:1 ที่เกิดขึ้นจะมีค่าโมลาร์แอบซอร์ฟติวิตีเป็น 3.58 x 10⁴ l mol¹om¹ ที่ 535 nm ซึ่งเป็นความ ยาวคลื่นที่เหมาะสมในการวิเคราะห์ พบว่ากราฟมาตรฐานเป็นเส้นตรงในช่วง 0.2-2.4 พีพีเอ็ม ได้ดัดแปลงวิธีการดังกล่าวเป็นวิธีโฟลอินเจคชัน ระบบโฟลอินเจคชันประกอบด้วย ส่วนประกอบ ราคาถูก ได้ศึกษาสภาวะที่เหมาะสม ได้แก่ ความเข้มข้นของ รีเอเจนต์ (ไซลีนอล ออเรนจ์, กรด เปอร์คลอริค และกรดซัลฟูริค) ชนิดของระบบโฟลอินเจคชัน อัตราการใหล ปริมาตรของตัวอย่าง หน่วยผสม การเตรียมสารละลายมาตรฐานเซอร์โคเนียมเนื่องจากการตั้งทิ้งไว้ ภายใต้สภาวะที่ เหมาะสม จะได้กราฟมาตรฐานที่เป็นเส้นตรง จนถึง 10 พีพีเอ็ม ซีดจำกัดในการวิเคราะห์ และ ความแม่นยำ (ความเบี่ยงเบนสัมพัทธ์) มีค่า เป็น 1.2 พีพีเอ็ม และ 0.23 % ตามลำดับ ได้ ศึกษาการรบกวนของไอออนบางชนิด (Na+, Al³+, Mo6+, Fe³+, NH₄+ และ SO₄²-) และได้ประยุกติวิธีการนี้ในการหาปริมาณเซอร์โคเนียมในตัวซะโซเดียมเปอร์เทคนีเตตของเจลเจนเนอเรเตอร์ To-99m ผลที่วิเคราะห์ได้โดยวิธีโฟลอินเจคชันสอดคล้องกับวิธีแบบธรรมดา