

2.1 คุณสมบัติทั่วไปของ เซอร์โคเนียมและแฮฟเนียม

2.1.1 คุณสมบัติทางด้านฟิสิกส์ (Physical Properties)

ธาตุเซอร์โคเนียมเป็นโลหะที่มีจุดหลอมเหลวสูง และความแข็งเหมือนกับเหล็กไร้สนิม เมื่อโลหะเซอร์โคเนียมทำปฏิกิริยากับก๊าซออกซิเจน หรือไนโตรเจน ในอากาศ จะเปราะเพราะ โลหะแฮฟเนียมก็มียุคสมบัติคล้าย ๆ กับ เซอร์โคเนียม แต่มีจุดหลอมเหลวและความหนาแน่นสูงกว่า ทั้ง เซอร์โคเนียมและแฮฟเนียมจะอยู่ในรูปของ hexagonal หรือ bodycentered cubic

โครงสร้างทางอิเล็กทรอนิกส์ (electronic structures) ของทั้งสองธาตุก็มีความคล้ายคลึงกัน ยกเว้น การเพิ่มอิเล็กตรอนในชั้นออกซิเดิลที่ $14 4f$ ของแฮฟเนียม ทำให้ขนาดอะตอมของแฮฟเนียมมีขนาดโตกว่าของเซอร์โคเนียม ส่วนที่แตกต่างกันระหว่างเซอร์โคเนียมและแฮฟเนียม อีกอย่างหนึ่งก็คือ เซอร์โคเนียมสามารถจับนิวตรอนได้น้อยกว่าแฮฟเนียมมาก คุณสมบัติทางฟิสิกส์ของทั้งสองธาตุมีคุณสมบัติทางฟิสิกส์ดังแสดงไว้ ตามตารางที่ 2.1

ศูนย์วิทยุทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 2.1 คุณสมบัติทางฟิสิกส์ของฮาฟเนียมและเซอร์โคเนียม⁽¹⁾

Property	Zirconium	Hafnium
Atomic number	40	72
Atomic weight	91.22	178.6
Isotopes and % abundance	90 51.46%	174 0.18%
	91 11.23	176 5.30
	92 17.11	177 18.4
	94 17.40	179 13.84
	96 2.80	180 35.11
Atomic radius, A.	1.452	1.442
Ionic radius (M^{+}), A.	0.74	0.75
Density, g./cm. ³	6.49	13.09
Melting point, °C.	1845	1975
Boiling point, °C.	Approx. 3700	?
Specific heat, cal./g./°C.	0.0692	0.0351
Hardness (Rockwell B)	87-98B	100B
Tensile strength, p.s.i.	Approx. 90,000	Approx. 80,000
Specific resistivity, ohm-cm. $\times 10^6$	40	32
Cross section (thermal neutrons), barns	0.18	115
Crystal forms and cell dimensions	Hexagonal (α phase) $a = 3.232$ $c = 5.147$ Body-centered cubic (β phase) $a = 3.61$	Hexagonal (α phase) $a = 3.186$ $c = 5.037$ Body-centered cubic (β phase) $a = 3.56$
Transition temperature (α to β), °C.	865	1950

2.1.2 คุณสมบัติเกี่ยวกับการเรืองรังสีเอกซ์

คุณสมบัติเฉพาะของเซอร์โคเนียมและแฮฟเนียม เกี่ยวกับการเรืองรังสีเอกซ์ แสดงไว้ในตารางที่ 2.2 และตารางที่ 2.3

ตารางที่ 2.2 คุณสมบัติเกี่ยวกับการเรืองรังสีเอกซ์ของธาตุเซอร์โคเนียม ⁽¹⁾

Characteristic X-Ray Emission Spectra of Zirconium

Line	Wave length $\times 10^{-11}$ cm.	Line	Wave length $\times 10^{-11}$ cm.
<i>K</i> series (limit)	687.4	<i>L</i> series	
β_1	688.4	γ_1, γ_2	4941.2
β_1	700.5	γ_1	5373.5
β_2	700.8	γ_2	5481.4
α_1	784.3	β_2	5574.0
α_2	788.5	β_3	5618.4
		β_4	5652.7
		β_4	5693.2
		β_5	5822.8
		α_3	6027.2
		α_2	6056.0
		α_1	6056.0
		η	6593.5
		ι	6898.5

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 2.3 คุณสมบัติเกี่ยวกับการเรืองรังสีเอกซ์ของฮาฟเนียม (1)

Characteristic X-Ray Emission Spectra of Hafnium

Line	Wave length $\times 10^{-11}$ cm.	Line	Wave length $\times 10^{-11}$ cm.
<i>K</i> series (limit)	190.1	<i>L</i> series (limit)	1097.0
β_2	190.5	γ_4	1100.1
β_1	195.2	γ_3	1135.6
β_3	195.8	γ_2	1141.3
α_1	221.7	γ_1	1176.5
α_2	225.5	γ_5	1212.1
		β_7	1303.5
<i>M</i> series		β_2	1323.5
β	7286.0	β_3	1349.7
α_1	7521.0	β_1	1371.1
		β_4	1371.1
		β_5	1389.3
		η	1519.7
		α_2	1566.1
		α_3	1577.0
		ι	1777.4

ศูนย์วิจัยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

2.2 การย่อยสลายแร่เซอร์คอน และการทำให้เซอร์โคเนียมบริสุทธิ์โดยการสกัด เซอร์โคเนียมด้วยตัวทำละลายอินทรีย์

2.2.1 การย่อยสลายแร่เซอร์คอน

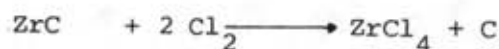


ดังได้กล่าวมาแล้ว เซอร์โคเนียมมักอยู่เป็นสารประกอบซิลิเกต ดังนั้น กระบวนการสกัดเซอร์โคเนียมจากซิลิเกตนี้ จะขึ้นอยู่กับปริมาณความบริสุทธิ์ที่ต้องการด้วย นั่นคือ กรณีที่ต้องการความบริสุทธิ์ของเซอร์โคเนียมสูง จะต้องมีการกำจัดซิลิกาออกไป ด้วยการหลอมแร่เซอร์คอนกับสารเคมีที่เหมาะสม ซึ่งสามารถทำได้หลายวิธี ดังต่อไปนี้⁽²⁾

2.2.1.1 การคลอรีเนชัน (Chlorination of Zircon)

วิธีการนี้นิยมทำกันในประเทศสหรัฐอเมริกา ทั้งนี้ เพราะ ผลผลิตเซอร์โคเนียม เตตราคลอไรด์ ($ZrCl_4$) จะเปลี่ยนเป็นโลหะเซอร์โคเนียมด้วยวิธีการ Kroll Process และสามารถใช้เป็น feed material ในกระบวนการสกัดเซอร์โคเนียมออกจากแซฟเนียม ในกระบวนการ hexone - thiocyanate

ในสมัยก่อน วิธีการของ W.J. Kroll จะนำเอาเซอร์คอน มาทำปฏิกิริยากับกราไฟต์ในเตาเผาแบบ graphite - lined arc ที่อุณหภูมิ $1800^{\circ}C$ ได้เซอร์โคเนียม คาร์ไบด์ (ZrC) ก่อน แล้วจึงนำเซอร์โคเนียม คาร์ไบด์ (ZrC) มาทำปฏิกิริยากลอรีเนชันกับก๊าซคลอรีน (Cl_2) ที่อุณหภูมิ $500^{\circ}C$ ได้เซอร์โคเนียม เตตราคลอไรด์ ($ZrCl_4$) ส่วนซิลิคอน โมโนออกไซด์ (SiO) จะระเหยไปที่อุณหภูมิ $1800^{\circ}C$ ดังสมการ

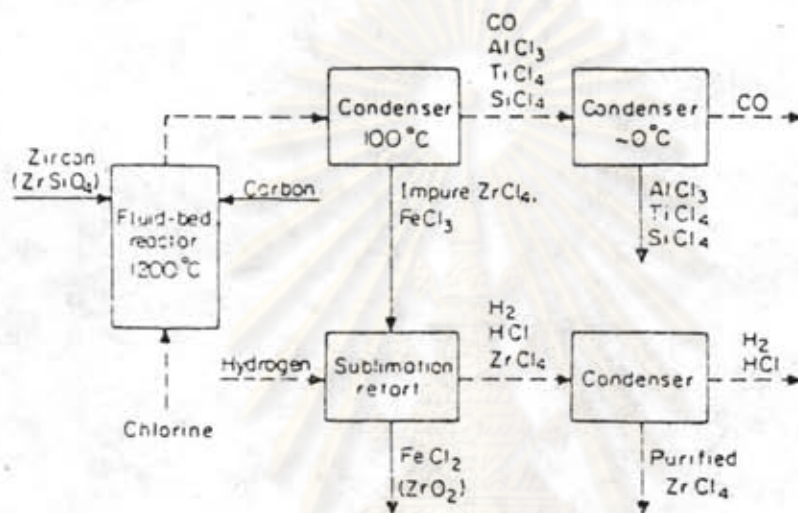


ต่อมา Wah Chang ได้ผสม เซอร์คอนกับคาร์บอนแล้วทำปฏิกิริยาคลอรีเนชันโดยตรง ที่อุณหภูมิ 1200 °C ได้ เซอร์โคเนียม เตตระคลอไรด์ ($ZrCl_4$) ดังสมการ



ขั้นตอนเบื้องต้นในการทำคลอรีเนชันโดยตรง (direct chlorination process) นี้ ซึ่งเปลี่ยนจากเซอร์คอน เป็น เซอร์โคเนียม เตตระคลอไรด์ ($ZrCl_4$) ได้แสดงไว้ในรูปที่ 2.1 จากรูป จะเห็นได้ว่า ก๊าซที่ได้จากกระบวนการทำคลอรีเนชันจะถูกทำให้เย็นด้วยเครื่องควบแน่น (condenser) ที่อุณหภูมิ 100 °C ได้ของแข็งของ เซอร์โคเนียม เตตระคลอไรด์ ($ZrCl_4$) และเฟอร์ริก คลอไรด์ ($FeCl_3$) ออกมา ก๊าซที่เหลือจะผ่านเครื่องควบแน่นที่อุณหภูมิ 0 °C ได้ ซิลิคอน เตตระคลอไรด์ ($SiCl_4$) ไทเทเนียม เตตระคลอไรด์ ($TiCl_4$) และอะลูมิเนียม ไตรคลอไรด์ ($AlCl_3$) หลังจากนั้น เซอร์โคเนียม เตตระคลอไรด์ ($ZrCl_4$) จะถูกทำให้บริสุทธิ์ด้วยการระเหิด (sublimation) ด้วย ไฮโดรเจน ในภาชนะทำด้วยเหล็กไร้สนิม ไฮโดรเจนจะรีดิวส์ (reduce) เฟอร์ริก คลอไรด์ ($FeCl_3$) ซึ่งระเหยได้ เป็นเฟอร์รัส คลอไรด์ ($FeCl_2$) ซึ่งไม่ระเหย จึงยังคงอยู่ในภาชนะกับ เซอร์โคเนียม ออกไซด์ (ZrO_2) และสารไม่ระเหยตัวอื่น ๆ เซอร์โคเนียม เตตระคลอไรด์ ที่ได้จะมีสภาพเนี่ยมปนอยู่ด้วย

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

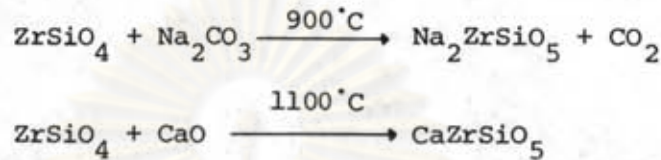


รูปที่ 2.1 Chlorination of Zircon (Wah Chang plant) (2)

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

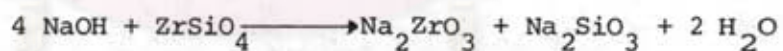
2.2.1.2 การหลอมแร่กับด่าง (Alkali Fusion)

สารเคมีที่เหมาะสมในการหลอมแร่เซอร์คอน ก็คือ หวกด่าง แอลเคไล (Alkali) และแอลเคไลน์เอิร์ท (Alkaline earth) ที่อุณหภูมิสูง จะเกิดเป็นสารประกอบโลหะเซอร์โคเนียม ซิลิเกต ⁽⁵⁾ ดังสมการ



ด่างพวกโซเดียม เปอร์ออกไซด์ (Na_2O_2) ก็สามารถย่อยสลายแร่เซอร์คอนได้ดีที่ อุณหภูมิต่ำ แต่มีข้อเสีย คือ โซเดียม เปอร์ออกไซด์ (Na_2O_2) จะถูกคิดไฟได้ง่าย ส่วนโซเดียม ไฮดรอกไซด์ (NaOH) และโพแทสเซียม ไฮดรอกไซด์ (KOH) จะนิยม ใช้เป็น flux ในการหลอมแร่เซอร์คอน เพื่อทำการสกัด เซอร์โคเนียมต่อไป

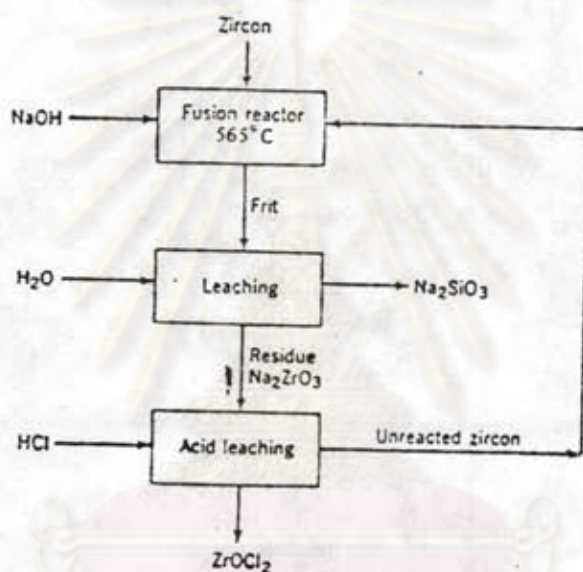
ในทางอุตสาหกรรม จึงนิยมใช้วิธีการหลอมแร่ด้วยด่าง เพราะ เป็นวิธีที่ใช้อุณหภูมิต่ำ และประหยัดเวลาอีกด้วย ตัวอย่างเช่น โซเดียม ไฮดรอกไซด์ (NaOH) ^(2,6) ใช้อุณหภูมิในการหลอม 550 ถึง 650 องศาเซลเซียส ดังสมการ



ภาชนะที่ใช้ในการหลอมแร่นี้ มักทำด้วยเหล็กไร้สนิม (stainless steel) หรืออาจใช้ภาชนะที่ทำด้วยเหล็ก แต่ต้องระวังการเกิด thermal shock ด้วย หลังจากการหลอมแล้วทำให้เย็น จะได้ของแข็งที่มีลักษณะเป็นรูพรุน และเพราะ เรียกว่า "Frit" แล้วจึงทำการชะล้าง "Frit" นี้ด้วยน้ำ เพื่อกำจัดโซเดียม ซิลิเกต (Na_2SiO_3) และโซเดียม ไฮดรอกไซด์ (NaOH) ที่มากเกินพอออกไป ส่วนตะกอนที่เหลือ ซึ่งส่วนใหญ่เป็นโซเดียม เซอร์โคเนต (Na_2ZrO_3) จะถูกกรองแล้วทำให้แห้ง แล้วจึงละลายด้วยกรดไฮโดรคลอริกที่เข้มข้น 10 นอร์มอล (Normal) จะได้ เซอร์โคเนต คลอไรด์ ละลายอยู่ในสารละลายนั้น ดังสมการ



รูปที่ 2.2 จะแสดงถึง การหลอมแร่กับด่างโซเดียม ไฮดรอกไซด์



รูปที่ 2.2 Alkali - Fusion Process (By the Ames
Laboratory of the U.S. Atomic Energy
(2)
Comission) จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

2.2.1.3 การหลอมแร่กับฟลูออซิลิเกต (Fluosilicate Fusion)

การหลอมแร่ด้วยวิธีนี้ ในประเทศสาธารณรัฐสังคมนิยมสหภาพโซเวียตจะใช้เป็น feed material ในการแยกเซอร์โคเนียมออกจากแอสเฟเนียมด้วยวิธี fractional crystallization of K_2MF_6 โดยการนำแร่เซอร์คอนที่บดละเอียดขนาด 200 mesh มารวมกับโพแทสเซียม ฟลูออซิลิเกต (K_2SiF_6) และโพแทสเซียม คลอไรด์ (KCl) ซึ่งใช้เป็น promoter แล้วทำการหลอมในเตาเผาแบบ rotary furnace ที่อุณหภูมิ 650 - 700 °C ดังสมการ



ผลที่ได้หลังจากเย็นลงแล้ว จะถูกบดให้มีขนาด 100 mesh แล้วทำการชะล้าง (leaching) ด้วย 1 % HCl ที่อุณหภูมิ 85 °C กรองตะกอนที่ได้ที่อุณหภูมิ 80 °C แล้วทำให้เย็น จะได้ผลึกของโพแทสเซียม ฟลูออเซอร์โคเนต และแอสเฟเนต (K_2ZrF_6 (+ K_2HfF_6)) ตกลงมา กรองผลึก แล้วล้างผลึกด้วยน้ำ

โดยทั่วไปแล้ว แร่เซอร์คอนทำปฏิกิริยากับกรดต่าง ๆ ได้ไม่ดี ยกเว้น กรดซัลฟูริก (H_2SO_4) ซึ่งสามารถละลายแร่ได้ที่อุณหภูมิและความดันสูง จึงไม่นิยมใช้กรดในการย่อยสลายแร่เซอร์คอน

2.2.2 การสกัดเซอร์โคเนียมด้วยตัวทำละลาย (Solvent Extraction)

โดยทั่วไปแล้วในแร่เซอร์คอน ยังมีแอสเฟเนียมปนอยู่น้อยกว่า 2-3 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งแอสเฟเนียมนี้มีคุณสมบัติทางเคมีคล้ายคลึงกับ เซอร์โคเนียมมาก จึงแยกแอสเฟเนียมออกจากเซอร์โคเนียมค่อนข้างยาก ส่วนธาตุอื่น ๆ เช่น ยูเรเนียม, ทอเรียม (6) โทเทเนียม, ซิลิโคน, เหล็ก และโลหะอื่น ๆ จะแยกออกได้ง่ายกว่า

การแยกเซอร์โคเนียม ออกจากแอสเฟเนียม ในทางอุตสาหกรรมมีหลายวิธี เช่น

1. การตกผลึก (Fractional crystalization of double fluorides)
2. การรีดักชัน (Selective reduction of the molten double fluorides by aluminium dissolved in molten Zinc)
3. การสกัดด้วยตัวทำละลาย Hexone (Solvent extraction of the thiocyanates by hexone)
4. การสกัดด้วยตัวทำละลาย TBP (Solvent extraction of the nitrates by tributyl phosphate, TBP)

เทคนิคอื่น ๆ ได้แก่ การกลั่น (distillation), การระเหิด (Sublimation) การตกตะกอน (fractional precipitation), การทำอิเล็กโทรไลซิส (electrolysis) การแลกเปลี่ยนไอออน (ion exchange) และ vapour phase dechlorination⁽⁷⁾ เป็นต้น

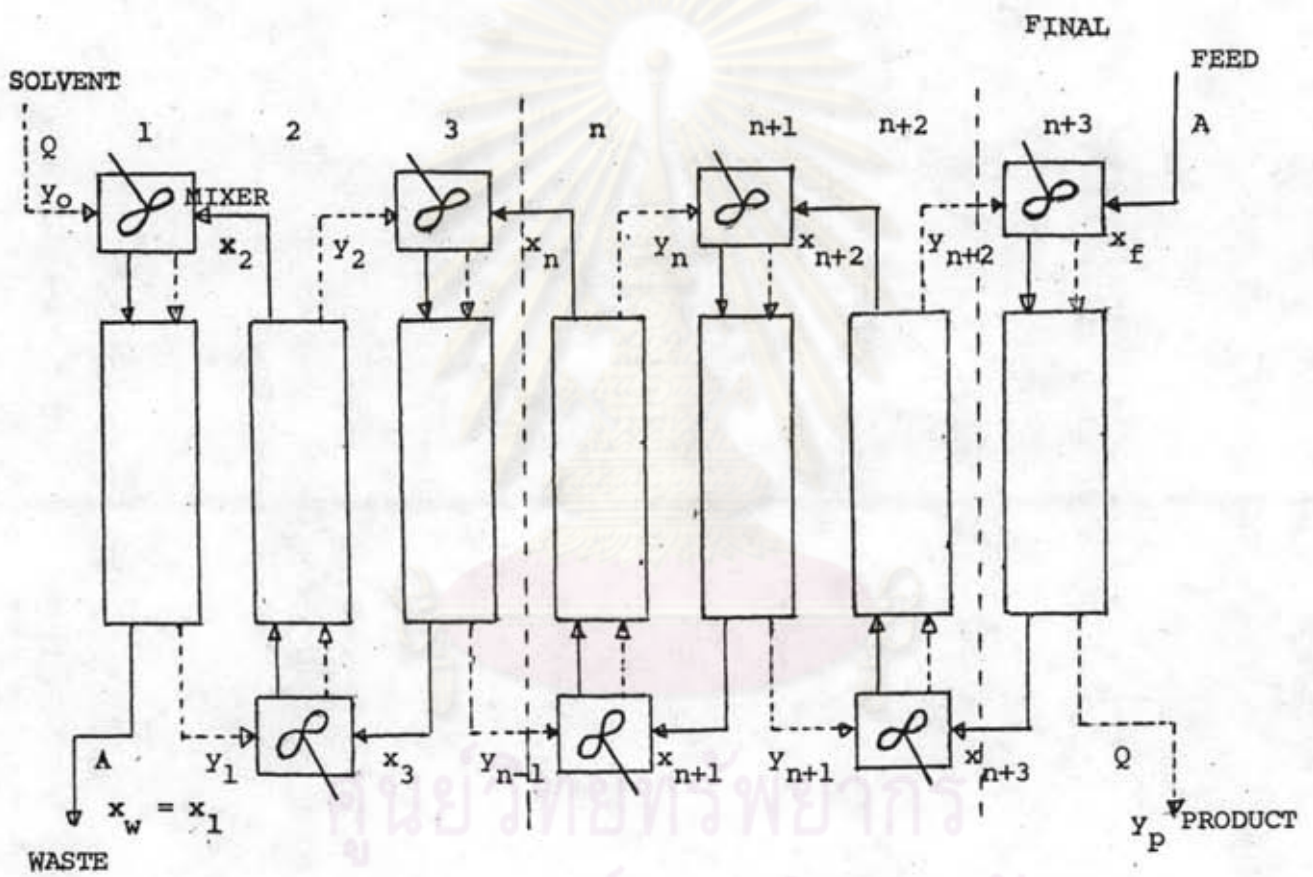
วิธีการหรือเทคนิคที่ใช้แยกเซอร์โคเนียมและแฮฟเนียม ออกจากกันที่นิยมกันอย่างแพร่หลาย ก็คือ กระบวนการแยกสกัดด้วยตัวทำละลายอินทรีย์ คือ hexone - thiocyanate process, TBP - nitric acid process ซึ่งให้ผลผลิตค่อนข้างสูงพอควร และค่าใช้จ่ายในการผลิตไม่สูงนัก⁽⁸⁾ hexone - thiocyanate process นับว่าเป็นวิธีการผลิตเซอร์โคเนียมที่น่าสนใจมากในการทดลองทำวิจัย ทั้งนี้ เพราะ hexone มีราคาถูกกว่า TBP ประมาณ 6 - 8 เท่า hexone plant จะให้ผลผลิตมากกว่า TBP plant ที่มีขนาดเดียวกันถึงสองเท่า hexone process สามารถผลิตได้ทั้งเซอร์โคเนียมบริสุทธิ์ และแฮฟเนียมบริสุทธิ์ ในขณะที่ TBP process จะผลิตได้เฉพาะเซอร์โคเนียมบริสุทธิ์เท่านั้น นอกจากนี้ สำหรับ hexone process ยังได้มีการศึกษากันอย่างกว้างขวางกว่า TBP process อีกด้วย

ในการสกัดระดับอุตสาหกรรม หรือ กึ่งอุตสาหกรรม นิยมใช้เทคนิคที่เรียกว่า "Counter current extraction"⁽⁹⁾ คือ ให้สารละลายสองชนิดอัน

ประกอบด้วยสารละลายอินทรีย์ (organic phase) และสารละลายน้ำ (aqueous phase) ไหลสวนทางกัน ขณะที่สารละลายอินทรีย์ไหลผ่านสารละลายน้ำซึ่งมีธาตุต่าง ๆ ละลายปะปนอยู่ สารละลายอินทรีย์จะสกัดธาตุที่ต้องการออกจากสารละลายน้ำ ความสามารถของสารละลายอินทรีย์ในการสกัดธาตุได้จากค่า distribution coefficient (D) หรือ อัตราส่วนของความเข้มข้นของธาตุในสารละลายอินทรีย์ต่อความเข้มข้นของธาตุในสารละลายน้ำ ในการคำนวณจำนวนครั้งของการสกัดให้สมบูรณ์ ใช้หลักเดียวกับที่ McCabe Thiele คำนวณจำนวนครั้ง (stage) ของระบบกลั่น การสกัดแบบให้สารละลายสองชนิดไหลสวนทางกัน จะแสดงไว้ในภาพที่ 2.3



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ภาพที่ 2.๑ แสดงหลักการของการสกัดแบบให้สารละลายสองชนิดไหลสวนทางกัน⁽⁹⁾

จากภาพที่ 2.3 สารละลายเริ่มต้น (feed solution) ซึ่งมีธาตุที่ต้องการจะสกัดผ่านเข้าภาชนะทางด้านขวาตอนบน ส่วนสารละลายอินทรีย์ซึ่งเป็นตัวสกัดและเบากว่าสารละลายน้ำผ่านเข้าทางภาชนะด้านซ้ายตอนบน หลังจากการสกัดสารละลายน้ำ จะออกจากภาชนะสกัดด้านล่างข้างซ้ายในลักษณะกาก (waste) ส่วนสารละลายอินทรีย์ซึ่งมีธาตุที่ต้องการจะออกจากภาชนะสกัดด้านล่างด้านขวา

- ให้ x คือ อัตราส่วนของตัวถูกละลายต่อตัวทำละลายในชั้นของน้ำ
 y คือ อัตราส่วนของตัวถูกละลายต่อตัวทำละลายในชั้นของสารอินทรีย์
 A คือ อัตราการไหลของตัวถูกละลายในชั้นของน้ำ
 Q คือ อัตราการไหลของตัวถูกละลายในชั้นของสารอินทรีย์
 f คือ สารละลายเริ่มต้น (feed)
 o คือ สารละลายอินทรีย์ (organic)
 w คือ กาก (waste)
 p คือ ผลิตภัณฑ์ (product)

ดังนั้น เราสามารถเขียนสมการได้ดังนี้ คือ

$$Ax_f + Qy_o = Ax_w + Qy_p$$

หรือ $A(x_f - x_w) = Q(y_p - y_o)$

ในกรณีที่มีการสกัดหลาย ๆ ครั้ง (stage) เราอาจเขียน x_f ในเทอมของ x_{n+1} และ y_p ในเทอมของ y_n ดังนี้

$$A(x_{n+1} - x_w) = Q(y_n - y_o)$$

หรือ $y_n = \frac{A}{Q}(x_{n+1} - x_w) + y_o$ ----- (*)

(*) เรียกว่า material balance equation

เมื่อมีการเขียนกราฟระหว่างความเข้มข้นของตัวถูกละลายในชั้นของน้ำกับความเข้มข้นของตัวถูกละลายในชั้นของสารอินทรีย์ หลังการสกัดแต่ละชั้น ๆ จะได้กราฟเป็นรูปเส้นโค้ง เรียกว่า equilibrium line ซึ่งมีสมการเป็น

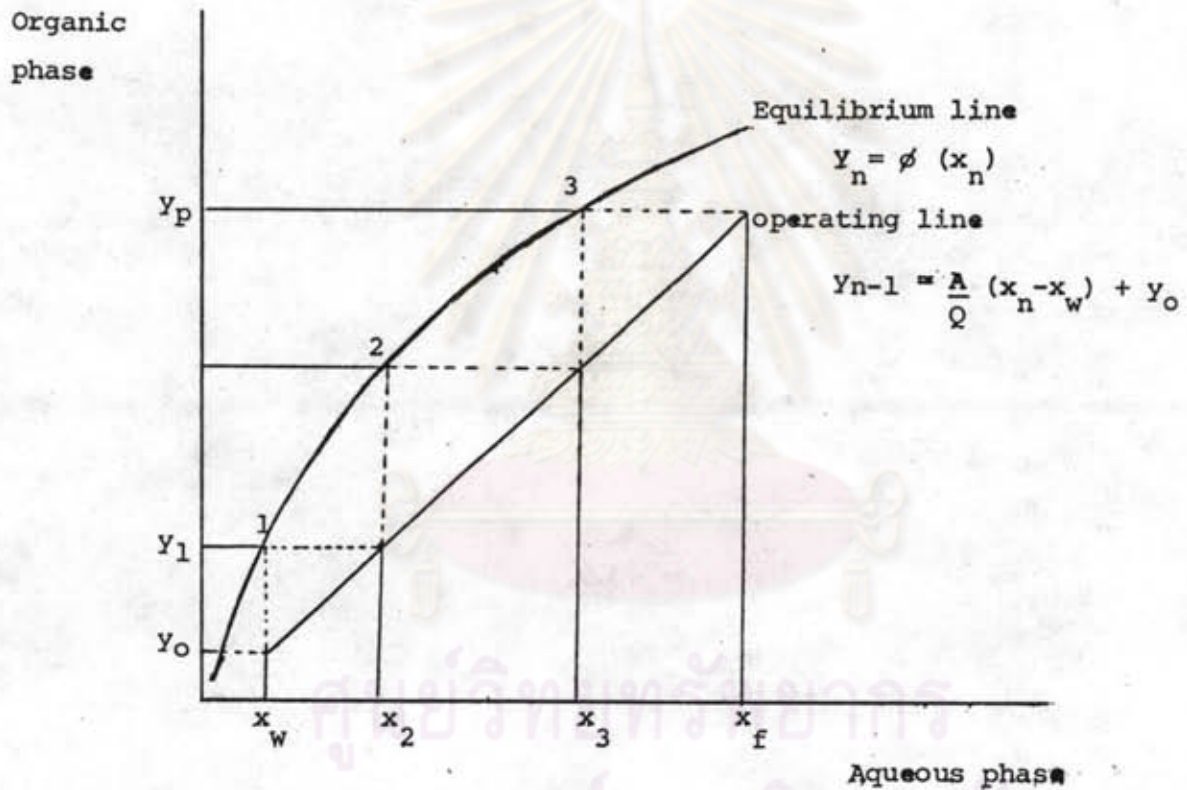
$$y_n = \phi(x_n)$$

ส่วน operating line เกิดจากการเขียนกราฟระหว่างความเข้มข้นของตัวถูกละลายในชั้นของน้ำ ครั้งที่ n กับความเข้มข้นของตัวถูกละลายในชั้นของสารอินทรีย์ ครั้งที่ n - 1 ซึ่งได้จาก material balance equation นั่นคือ

$$y_{n-1} = \frac{A}{Q}(x_n - x_w) + y_o$$

จากความสัมพันธ์ระหว่าง operating line และ equilibrium line ก็สามารถหาจำนวนครั้งของการสกัดที่ให้ผลการสกัดอย่างดีที่สุด และลงทุนน้อย ดังตัวอย่างภาพที่ 2.4 แสดงว่าจะต้องผ่านการสกัดด้วยสารละลายอินทรีย์สามครั้ง จึงเหลือความเข้มข้นของสารที่ต้องการในสารละลาย waste เท่ากับ x_w

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

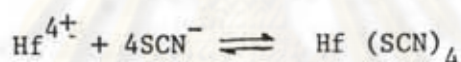


ภาพที่ 2.4 แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง operating line และ equilibrium line (๑)

Hexone - Thiocyanate Process ⁽⁸⁾

เซอร์โคเนียม และแฮฟเนียม จะทำปฏิกิริยาเป็นสารประกอบเชิงซ้อน กับไทโอไซยาเนต (thiocyanate complex) ซึ่งมีความสามารถในการกระจาย อยู่ระหว่างชั้นของน้ำ (aqueous phase) กับชั้นของสารอินทรีย์ (organic phase) ไม่เท่ากัน คือ สารประกอบเชิงซ้อนของแฮฟเนียม (hafnium complex) จะกระจายอยู่ในชั้นของสารอินทรีย์ได้ดีกว่าเซอร์โคเนียม

เมื่อนำผลึกเซอร์โคเนียม คลอไรด์ ออกตาไฮเดรต มาละลายน้ำ เพื่อเตรียม เป็นสารละลาย feed ในกระบวนการสกัดนั้น เซอร์โคเนียม ซึ่งมีแฮฟเนียมเจือปน อยู่ จะถูกไฮโครไลซ์ เป็น Zr^{4+} และ Hf^{4+} ซึ่งสามารถทำปฏิกิริยาเชิงซ้อน กับอนุมูล ไทโอไซยาเนต ได้ คือ



สารประกอบเชิงซ้อน ไทโอไซยาเนต ของ Zr และ Hf จะสามารถ ละลายได้ในสารละลายอินทรีย์ เฮกโซน โดยการทำปฏิกิริยา แบบ Ion Association Complex รัศมีไอออนของ Hf^{4+} มีค่าเท่ากับ 0.75 Å. ส่วนรัศมีไอออนของ Zr^{4+} มีค่าเท่ากับ 0.74 Å. นั่นก็คือ Hf^{4+} มีขนาดโตกว่า Zr^{4+} เล็กน้อยเท่านั้น ทำให้แฮฟเนียมถูกสกัดเข้าไปอยู่ในชั้นของสารละลาย อินทรีย์ เฮกโซนได้ดีกว่า เซอร์โคเนียมเล็กน้อย จึงทำให้ธาตุทั้งสองแยกออกจาก กันได้ยากมาก ส่วนขั้นตอน stripping ในการแยกธาตุ เซอร์โคเนียม ออก จากแฮฟเนียมในสารละลายอินทรีย์ด้วยกรดไฮโครคลอริกเจือจาง ความเป็นกรด สามารถทำลาย bond ของสารประกอบเชิงซ้อนของเซอร์โคเนียม กับเฮกโซนได้ ทำให้เซอร์โคเนียม สามารถละลายได้ในชั้นของสารละลายกรดได้ เนื่องจาก valence ทางเคมีของ Hf มีค่าเท่ากับ 4 ส่วนกรณี Zr นั้น มีค่า valence ทางเคมี ได้หลายค่า คือ 2, 3 และ 4 ข้อแตกต่างนี้ จึงทำให้สามารถใช้ความ เป็นกรดของไฮโครคลอริกเจือจาง แยกเซอร์โคเนียม ออกจากแฮฟเนียมได้ เพราะ ความเป็นกรดสามารถเปลี่ยนแปลง valence ทางเคมีได้ จึงทำให้เซอร์โคเนียม สามารถละลาย เข้าไปอยู่ในชั้นของกรดได้ดีกว่าแฮฟเนียม



ในการตีทำให้เป็นสารละลายเซอร์โคเนียม และแอฟเนียม ซัลเฟตใน กระบวนการสกัดนี้ จะได้ค่า separation factor อยู่ในช่วง 20 ถึง 30 อย่างไรก็ตาม ความเข้มข้นของเซอร์โคเนียมในสารละลาย จะต้องมียุทธศาสตร์ เพราะถ้าหากมีความเข้มข้นเซอร์โคเนียมมากกว่า 0.25 M (Molar) แล้ว จะไม่สามารถอยู่ตัวได้ในขั้นตอนของการสกัด นอกจากนี้ค่า distribution ratio ของสารประกอบเชิงซ้อนของแอฟเนียมจะมีค่าต่ำอีกด้วย แต่ถ้าหากเตรียมเป็นสารละลายคลอไรด์ ความเข้มข้นของเซอร์โคเนียมในสารละลาย จะสามารถมีค่าสูงถึง 1.5 M และสามารถเพิ่มผลผลิตได้มากกว่ากรณีสารละลายซัลเฟต ถึง 4 เท่า อย่างไรก็ตาม ค่า separation factor จะมีค่าลดลงจาก 80 (กรณีสารละลายซัลเฟต) เป็น 5 (กรณีสารละลายคลอไรด์) นั่นคือ แม้ว่า ค่า distribution ratio จะเปลี่ยนไป แต่จะไม่มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงอื่น ๆ ในกระบวนการสกัด

การสกัดเซอร์โคเนียม และแอฟเนียม เข้าไปอยู่ในขั้นของสารละลายอินทรีย์นั้น จะต้องมีความเป็นกรดต่ำ และมีความเข้มข้นของโทโอโซยานเนต สูง ดังนั้น ทั้งสารละลายเริ่มต้น (aqueous feed) และสารละลายอินทรีย์ จะต้องมีความเป็นกรดสูง และปริมาณโทโอโซยานเนตต่ำ จะช่วยในการ strip เซอร์โคเนียม ออกจากชั้นของสารละลายอินทรีย์ได้ดี ดังนั้น กรดไฮโดรคลอริก (HCl) ที่ปราศจากโทโอโซยานเนต จะใช้ในการ scrub แอฟเนียม ในสารละลายอินทรีย์ เพื่อให้ได้เซอร์โคเนียมบริสุทธิ์ บางครั้งแอฟเนียมที่เหลือบางส่วน อาจถูก scrub ออกโดยปรับความเข้มข้นของกรดที่เหมาะสม เพื่อให้ได้อัตราส่วนของแอฟเนียม ต่อ เซอร์โคเนียม (Hf/Zr ratio) ในชั้นของน้ำ ที่เหมาะสมที่ผ่านขั้นตอนแต่ละขั้นของการสกัด แอฟเนียมจะถูก strip ออกจากชั้นของสารละลายอินทรีย์ต่อไปด้วยกรดซัลฟริก (H_2SO_4) กรณีนี้ ซัลเฟตไอออน จะไปลดค่า distribution ของแอฟเนียม เพื่อช่วยในการ strip ตีขึ้น

ขั้นตอนของการสกัดเซอร์โคเนียมให้บริสุทธิ์ด้วย hexone - thiocyanate process แบ่งเป็นขั้นตอนได้ 3 ขั้นตอน ดังนี้ คือ

2.2.2.1 การเตรียมสารละลาย feed (feed solution)

กรณีกระบวนการสกัดด้วย hexone - thiocyanate process มักจะให้สารละลาย feed อยู่ในรูป เซอร์โคเนียม คลอไรด์ ($ZrOCl_2$) Googin (1956) ได้รายงานไว้ว่า สารละลาย เซอร์โคเนียม คลอไรด์ จะไม่สลายตัว แม้ว่าจะทิ้งไว้นานถึงสองสัปดาห์ Becker et al. (1955) กล่าวว่า จะต้องมียุทปิณฑิในสารละลายเล็กน้อย เพราะเหล็ก สามารถสลายโทโอไฮยาเนต อีออน ได้ ส่วนซิลิเกต อีออน ก็สามารถรวมกันในกระบวนการสกัดได้ Mc Donald และ Wright (1969) ยังพบอีกว่า กรณีที่มีอะลูมิเนียมในสารละลาย จะทำให้เกิด emulsion ในกระบวนการสกัดด้วย

เซอร์โคเนียม คลอไรด์ อาจเตรียมได้จากการละลาย เซอร์โคเนียมเตตระคลอไรด์ ($ZrCl_4$) ที่บริสุทธิ์ในน้ำ ซึ่ง เซอร์โคเนียม เตตระคลอไรด์ สามารถเตรียมขึ้นได้โดยวิธี คลอริเนชัน จาก แร่ เซอร์คอน เซอร์โคเนียม คาร์ไบด์ หรือ คาร์ไบโนไตรด์ แต่เนื่องจากในกรณีนี้มีปัญหาในเรื่องอุปกรณ์ในการเตรียมด้วยวิธีดังกล่าว และเพื่อเป็นการประหยัดค่าใช้จ่าย ในการทดลองจึงได้เตรียมเซอร์โคเนียมคลอไรด์ โดยการหลอมแร่เซอร์คอน กับด่างโซเดียม ไฮดรอกไซด์ แล้วละลายด้วยกรดไฮโดรคลอริก แล้วตกผลึก เซอร์โคเนียม ออกไซด์คลอไรด์ ออกคาไฮเดรต ($ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$) ซึ่งสามารถละลายในน้ำได้ดี ดังได้กล่าวไว้ในขั้นตอนของการหลอมแร่กับด่างไว้แล้วในหัวข้อ 2.2.1.2 หลังจากนั้นเติม กรดไฮโดรคลอริก และแอมโมเนียม โทโอไฮยาเนต (NH_4CNS) ซึ่งต้องเตรียมใหม่ ๆ ด้วย โดยให้ความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริก และแอมโมเนียม โทโอไฮยาเนต เป็น 1 M แล้วทำการกรองก่อนที่จะเป็นสารละลาย feed เพื่อทำการสกัดขั้นต่อไป

2.2.2.2 การสกัด (Extraction)

การแยกเซอร์โคเนียม ออกจากแอฟเนียม โดยการสกัดในรูปของสารประกอบเชิงซ้อน ไทโอไซยาเนต (thiocyanate complex) นั้น ได้เริ่มศึกษาครั้งแรกโดย Fisher และ Chalybaens ในปี ค.ศ. 1947 Overholser et al., ได้ศึกษาต่อโดยใช้เฮกโซน (hexone) แทน นักวิทยาศาสตร์อีกหลายท่านก็ได้ทำการศึกษา และพัฒนาเรื่อยมา เช่น Waldrop, Barton, Goodman, Leader และ Grimes ศึกษาในปี ค.ศ. 1950⁽¹⁰⁾ Mc Clain และ Shelton ได้พัฒนากระบวนการผลิตเซอร์โคเนียม ปราศจากแอฟเนียม รวมถึงการผลิตแอฟเนียม ในปี ค.ศ. 1960 ต่อมา Jamrack (1963) ก็ได้ใช้กระบวนการผลิตเซอร์โคเนียมที่คล้าย ๆ กัน แต่มีการเปลี่ยนแปลงเงื่อนไขในกระบวนการผลิตเล็กน้อย ซึ่งการทดลองจะใช้แนวทางของ Jamrack ในปี ค.ศ. 1963 นี้ เป็นเบื้องต้นของการศึกษาวิจัยการสกัดเซอร์โคเนียม ด้วย hexone - thiocyanate process นี้ แผนภาพสำหรับ hexone - thiocyanate process ของ Jamrack (ปี ค.ศ. 1963)⁽⁸⁾ ได้แสดงไว้ในรูปที่ 2.5

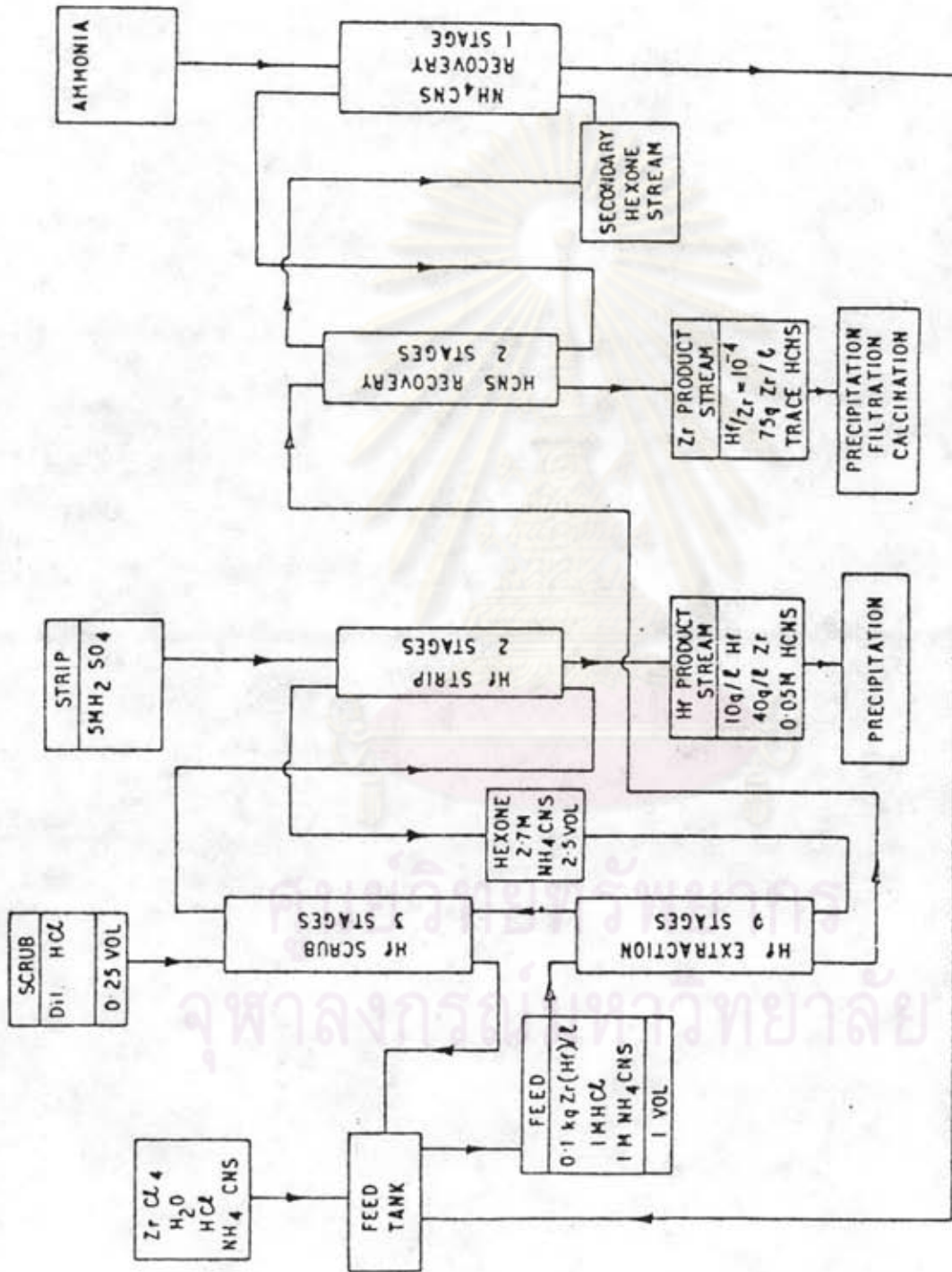
หลักการโดยทั่วไปของกระบวนการสกัดนี้ ก็คือ เมื่อได้สารละลาย feed ในรูปของเซอร์โคเนียม และแอฟเนียม ออกซีคลอไรด์ แล้วก็นำมาเติมแอมโมเนียม ไทโอไซยาเนต และกรดไฮโดรคลอริก ให้ได้ความเข้มข้นที่ต้องการ แล้วนำมาสกัดกับสารละลายอินทรีย์ เฮกโซน ซึ่งมี แอมโมเนียม ไทโอไซยาเนตอยู่ด้วย สารประกอบเชิงซ้อนของเซอร์โคเนียม และแอฟเนียม ไทโอไซยาเนต สามารถถูกสกัดเข้าไปอยู่ในชั้นของสารละลายอินทรีย์ เฮกโซน จากนั้น จึงนำเอาชั้นของสารละลายอินทรีย์นี้มา strip กับ กรดไฮโดรคลอริก เจือจาง ได้ เซอร์โคเนียมอยู่ในชั้นของน้ำ (aqueous phase)⁽⁷⁾ แล้วนำไปทำการชะล้าง (scrub) ด้วย เฮกโซนบริสุทธิ์ เพื่อกำจัด กรดไทโอไซยานิก (HCNS) ออกไป ก็จะได้เซอร์โคเนียมในชั้นของน้ำที่ค่อนข้างบริสุทธิ์ นำมาทำการตกตะกอนในขั้นต่อไป

2.2.2.3 การตกตะกอน (Precipitation)

การตกตะกอนสารละลายเซอร์โคเนียมที่ผ่านการสกัดเรียบร้อยแล้ว จากหัวข้อ 2.2.2.2 จะทำให้เซอร์โคเนียมบริสุทธิ์ยิ่งขึ้น โดยทั่วไปที่ศึกษามีการตกตะกอน 2 วิธี ⁽²⁾ คือ ตกตะกอนเซอร์โคเนียมในรูปของ ซาลิไซเลต (salicylate) หรือ ฟาทาเลต (phthalate) และในรูปของซัลเฟต (sulfate) แต่การตกตะกอนในรูปซัลเฟตจะมีต้นทุนในการผลิตต่ำกว่า

การตกตะกอนในรูปซัลเฟต นั้น ทำได้โดยการนำสารละลายเซอร์โคเนียม มาเติม กรดซัลฟูริกเข้มข้น โดยให้ความเข้มข้นของกรดซัลฟูริก ในสารละลายเป็น 10% โดยปริมาตร แล้วจึงเติม แอมโมเนียม ไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) เพื่อปรับให้สารละลายมี pH เท่ากับ 1.8 ถึง 2.0 เพื่อป้องกันการเกิดตะกอน (Co - precipitation) ของเหล็ก, อะลูมิเนียม, โทเทเนียม และธาตุอื่น ๆ ที่ไม่ใช่เซอร์โคเนียมลงมาด้วย ⁽⁸⁾ ส่วนการตกตะกอนในรูปของ ฟาทาเลต นั้น ทำได้โดยนำมาเติมแอมโมเนียม ไฮดรอกไซด์ เพื่อตกตะกอนในรูป ไฮดรอกไซด์ เซอร์โคเนียม ออกไซด์ (hydrous zirconium oxide) ก่อน แล้วจึงละลายตะกอนด้วยกรดไฮโดรคลอริก จากนั้นตกตะกอนใหม่ในรูปของ เซอร์โคเนียม ฟาทาเลต แล้วละลายตะกอนอีกครั้งด้วย กรดไฮโดรคลอริก และตกตะกอนซ้ำด้วย แอมโมเนียม ไฮดรอกไซด์ จะได้เซอร์โคเนียม ไฮดรอกไซด์ $\text{Zr}(\text{OH})_4$ ⁽⁸⁾ ผลผลิตที่ได้นี้จะนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700 °C ก็จะได้เซอร์โคเนียม ออกไซด์ (ZrO_2) ที่บริสุทธิ์

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 2.5 HEXONE-THIOCYANATE PROCESS (After Jamrack 1963)⁽⁷⁾

2.3 เทคนิคทั่วไปเกี่ยวกับการแยกธาตุโดยวิธีการแลกเปลี่ยนไอออน (18)

เรซิน (resin) คือ สารประกอบโมเลกุลใหญ่ (polymer) แบบสามมิติ (three dimensional network) ที่ได้จากการรวมตัวกันทางเคมีของสารประกอบโมเลกุลเดี่ยว (monomer) แบ่งได้เป็น 2 ประเภทใหญ่ ๆ คือ cation exchange resin ซึ่งมี cation exchange group เช่น sulfonic acid group, phenolic group และ carboxylic acid group อีกประเภทหนึ่งก็คือ anion exchange resin ซึ่งมี anion exchange group เช่น quaternary ammonium group ในแง่ทางอุตสาหกรรมนั้น จะแบ่งเรซินออกเป็นย่อย ๆ ได้ 4 ประเภท คือ strongly - acidic (cation) resin, weakly - acidic (cation) resin , strongly - basic (anion) resin และ weakly - basic (anion) resin

Dowex 50 จัดอยู่ในประเภท strongly - acidic cation exchange resin ได้จากการนำเอา styrene - divinylbenzene beads มาทำปฏิกิริยา นิวเคลียร์ ซัลโฟเนชัน (nuclear sulfonation) นั่นคือ Dowex 50 จะมี sulfonic acid group อยู่ ปฏิกิริยาแลกเปลี่ยน (exchange reaction) ที่เกิดระหว่างไอออนของเรซิน กับไอออนในสารละลายที่สัมผัส กับเรซิน เป็นปฏิกิริยาแบบผันกลับได้ (reversible) เช่น เมื่อเรซินที่มี sulfonic acid group เป็นกลุ่มที่ทำปฏิกิริยาแลกเปลี่ยนสัมผัสกับไอออน จะเกิดปฏิกิริยาแลกเปลี่ยน ดังนี้



นอกจากนี้ Amerlite IR - 120 , Amberlite 200 , Dowex 50 W และ Zeo - Karb 225 ก็จัดเป็น strongly - acidic cation exchange resin เรซินที่มี carboxylic acid group จัดเป็น weak acid resin

เช่น Zeo - Karb 226 สำหรับ cation exchange resin นั้น เนื่องจากสัมพรรคภาพ (Affinity) ต่อไอออนบวกเพิ่มขึ้น เมื่อวาเลนซ์ของไอออนเพิ่มขึ้น เพียงแต่ให้สารละลายที่มีไอออนวาเลนซ์ต่าง ๆ ผสมกันอยู่ ไหลผ่านคอลัมน์ (column) ของ cation exchange resin ก็จะทำให้เกิดการแยกกันโดยไอออนต่างวาเลนซ์ จะไปเกาะอยู่ตามตำแหน่งที่ต่างกัน ในกรณีที่สารละลายมีธาตุต่าง ๆ รวมกันซึ่งมีสมบัติทางเคมีคล้ายคลึงกัน มีวาเลนซ์เหมือนกัน จะไม่อาจแยกจากกันได้ง่าย ๆ และมีความจำเป็นต้องใช้สารประกอบประเภท complexing agent ช่วย ซึ่งสารประกอบเชิงซ้อนของธาตุต่าง ๆ จะมีเสถียรภาพ (stability) ต่างกัน สัมพรรคภาพต่อเรซิน ก็จะแตกต่างกันด้วย จึงจะสามารถแยกธาตุต่าง ๆ ออกจากกันได้

Dowex 1, Dowex 2, Dowex 11 และ Dowex 21K จัดเป็น strongly basic anion exchange resin ซึ่งมี quaternary ammonium group ตัวอย่างปฏิกิริยาการแลกเปลี่ยนไอออน ดังนี้คือ



สำหรับ Dowex 3, De - Acidite J, De - Acidite M - Ip จัดเป็น weakly basic anion exchange resin ซึ่งมี polyamine ได้แก่ primary, secondary และ tertiary amine group ตัวอย่างปฏิกิริยาการแลกเปลี่ยนไอออน ดังนี้ คือ



ประสิทธิภาพในการแยกธาตุ โดยเรซินดูได้จากค่า separation factor ซึ่งก็คือ อัตราส่วนระหว่างค่า distribution coefficient ของไอออน A ต่อ distribution coefficient ของไอออน B ซึ่งต้องการจะแยกออกจากกัน นั่นก็คือ separation factor, $\alpha = \frac{K_{dA}}{K_{dB}}$

เมื่อ Kd_A และ Kd_B คือ distribution coefficient ของไอออน A และไอออน B ตามลำดับ โดยที่ค่าสัมประสิทธิ์นี้ขึ้นอยู่กับสัมพรรคภาพ (affinity) ของเรซิน ต่อไอออน ได้จากอัตราส่วนความเข้มข้นของไอออนในเรซิน คือ ความเข้มข้นของไอออนในสารละลาย นั่นคือ

$$Kd = \frac{A_r / \text{มวลของเรซิน}}{A_s / \text{ปริมาตรของสารละลาย}}$$

เมื่อ A_r และ A_s เป็นมวลของไอออน A ในเรซิน และในสารละลาย ตามลำดับ

การแยกธาตุโดย Ion exchange chromatography นั้นอาจแบ่งขั้นตอนได้เป็นสองขั้นตอน คือ ขั้นแรก เป็นขั้นของการดูดซับ (adsorption) เกิดขึ้นเมื่อให้สารละลายผสมไหลผ่าน cation exchange column ไอออนของเซอร์โคเนียมและแอสเฟเนียมจะไปไล่อิออนบวกของเรซิน แล้วถูกดูดซับไว้ในคอลัมน์ ส่วนขั้นที่สองเป็นขั้นชะล้าง (elution)

องค์ประกอบสำคัญที่ต้องการพิจารณาเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการแยกธาตุโดยวิธีการแลกเปลี่ยนไอออน มีดังนี้

2.3.1 เรซิน (Resin)

คุณสมบัติของเรซินขึ้นอยู่กับชนิด crosslinking และขนาด โดยทั่วไป cation resin ที่นิยมใช้จะเป็นแบบ sulfonic acid type ซึ่งใช้ได้กว้างกว่าแบบ phenolic type กล่าวคือ มีความคงทนต่อสารละลายที่เป็นกรด ค่า และสารละลายพวก oxidizing agent สามารถใช้ที่อุณหภูมิสูงได้ถึง 100°C. โดยเฉพาะเรซิน แบบ sulfonic acid สามารถทนต่อรังสีเบต้า และแกมมา ได้พอสมควรดีกว่าพวก anion resin เรซินสามารถใช้ได้นานเป็นปี ๆ โดยไม่เสีย ซึ่งอาจจะทดสอบประสิทธิภาพของเรซินได้จากการวัดหาความจุ (capacity) และการพองตัว (swelling) ของเรซิน เรซินแบบ phenolic type

มีสีค่า และมีขนาดไม่ค้อยสม่ำเสมอ ส่วนเรซินแบบ sulfonic type มีลักษณะเป็นรูปทรงกลม บางชนิดมีสีเข้ม (amberite) บางชนิดมีสีเหลืองอ่อน ๆ (Dowex 50W) การที่มีสีอ่อนมีข้อดีคือ ในการแยกไอออนที่มีสีจะมองเห็นแถบสีในคอลัมน์ได้ชัด sulfonated polystyrene resin ที่ใช้ในบัจจุบันมีतिकิริของ crosslinking ต่าง ๆ กัน ตัวอย่าง resin ที่ใช้ในการทดลองนี้ คือ Dowex 50W-x8 ซึ่งมี crosslinking ขนาดปานกลาง คือมี divinyl benzene 8% เรซินชนิดนี้มีความคงทนต่อ reducing agent และใช้ได้ในช่วง pH 0 ถึง 14 ในกรณีที่ใช้เรซินที่มี crosslinking สูงมากขนาด (x 16) นั้น จะทำให้ selectivity สูงขึ้น แต่อัตราการแพร่กระจาย (diffusion rate) ภายในเรซินต่ำลง ส่วนเรซินที่มี crosslinking ต่ำ (1-4% divinyl benzene) นั้น สภาวะสมดุลจะเกิดเร็วขึ้น เรซินชนิดนี้เหมาะสำหรับจับไอออนขนาดใหญ่

Ketelle และ Boyd (1947) ได้ศึกษามลของขนาดเรซินที่มีต่อกราฟการชะล้าง (elution curve) พบว่า ลักษณะของกราฟการชะล้างที่ใช้เรซินขนาดเล็กนั้น แคบ และไม่มี tailing effect โดยทั่วไปขนาดของเรซินไม่ควรใหญ่กว่า 0.1 ม.ม. และไม่ควรถือเล็กกว่า 0.04 ม.ม. หากเรซินมีขนาดเล็กเกินไป สารละลายชะล้างจะไหลผ่านคอลัมน์ได้ช้า

2.3.2 สารละลายชะล้าง (Eluant)

สารละลายที่ใช้เป็นตัวชะล้าง มีความสำคัญต่อการแยกธาตุดด้วยวิธีการแลกเปลี่ยนไอออน เช่นเดียวกับการเลือกเรซิน สารละลายชะล้างที่เหมาะสมจะช่วยเพิ่มค่า separation factor ทำให้การแยกมีประสิทธิภาพ และรวดเร็วขึ้น ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับ pH ของตัวชะล้าง

2.3.3 อัตราการไหลของสารละลาย (Flow rate)

อัตราการไหล คือ อัตราความเร็วที่สารละลายผ่านเรซินออกมาจากคอลัมน์, ความหนืด และความสูงของสารละลายในคอลัมน์ และที่สำคัญที่สุด คือ ขนาดของอนุภาคของเรซิน ในการเพิ่มอัตราการไหลของสารละลายให้สูง โดยใช้เรซินที่มีขนาดใหญ่จะทำให้ break through capacity ต่ำ และต้องใช้เรซินจำนวนมากกว่าปกติ ในขั้นของการดูดซับอออน จะทำให้กราฟการชะล้าง (elution curve) มีฐานกว้าง ทำให้เกิดการรบกวนกันระหว่างอออนที่ต้องการแยก และทำให้เกิด tailing edge โดยปกติมักจะใช้อัตราการไหลที่ต่ำ เช่น ขนาด $3 - 10 \text{ ml. cm}^{-2} \cdot \text{min}^{-1}$

2.3.4 อุณหภูมิ (Temperature)

อุณหภูมิที่ใช้ในการแยกโดยวิธีการแลกเปลี่ยนอออน เป็นปัจจัยหนึ่งที่ทำให้การแยกมีประสิทธิภาพ กล่าวคือ การแยกด้วยวิธีการแลกเปลี่ยนอออนที่อุณหภูมิสูง จะช่วยเพิ่มอัตราการแพร่กระจาย (rate of diffusion) ของสารละลาย และช่วยทำให้สารละลายถึงสภาวะสมดุลเร็วขึ้นด้วย นอกจากนี้ขั้นตอนต่าง ๆ เช่น การดูดซับอออน การล้าง และการ regenerate ก็ทำได้ง่ายและรวดเร็วกว่าที่อุณหภูมิต่ำ Berg และ Senn, Jr. รายงานว่าอุณหภูมิมิผลต่อกราฟของการชะล้าง (elution curve) กล่าวคือ เมื่ออุณหภูมิสูง ความต้านทานการไหลจะลดลง ทำให้กราฟของการชะล้างแคบ และคมชัด ผลที่ตามมาคือ ทำให้ใช้สารละลายชะล้างน้อยลง ในทางปฏิบัตินิยมใช้น้ำร้อนที่อุณหภูมิตั้งที่ ไหลวน (circulate) คอลัมน์

2.3.5 ขนาดของคอลัมน์ (Column Dimension)

ขนาดของคอลัมน์ขึ้นอยู่กับปริมาณสารและชนิดของธาตุที่ต้องการแยก เมื่อเปรียบเทียบระหว่าง 2 คอลัมน์ ซึ่งมีปริมาตรเรซินเท่ากัน คอลัมน์ยาวจะสามารถแยกธาตุออกจากกันได้ดีกว่าคอลัมน์ที่สั้น คอลัมน์ที่ใช้มีสูตรทั่วไป คือ คอลัมน์ที่ใช้จะต้อง

มีเส้นผ่าศูนย์กลางโตกว่า 20 เท่าของเส้นผ่าศูนย์กลางของเรซินที่ใช้ทดลอง โดย
ทั่วไปขนาดของคอลัมน์ที่ใช้จะมีอัตราส่วนความยาวต่อเส้นผ่าศูนย์กลาง ในช่วงระหว่าง
10:1 ถึง 100:1 ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับชนิดของการทดลอง สำหรับคอลัมน์ที่ยาวและ
เล็กมาก ๆ จะเกิดปัญหาเรื่อง channelling และ wall effect



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย