

บรรณานุกรม

1. กรมทรัพยากรธรณี กระทรวงอุตสาหกรรม "แผนปฏิบัติการประจำปี 2522-2527"
2. บุญหมาย อินทฤทธิ แร่ยูเรเนียม เอกสารเสริมความรู้วิชา เล่มที่ 16 กรมทรัพยากรธรณี ประเทศไทย 2520
3. ฝ่ายแร่ยูเรเนียมและนิวเคลียร์ กองเสริมความรู้วิชา "บันทึกผู้เรียบเรียง" 2524
4. Alfredson P.G. Chortton B.G., "Development of Processes for Production of Purified Uranyl Nitrate Solution". Australian Atomic Energy Commission, January, 1975
5. A.H. Greer and others, New Ion Exchange Resin for Uranium Recovery, Ind. Eng. Chem. 50, No 2, 1958
6. Benedict Manson, Pigford and Levi HW, Nuclear Chemical Engineering, 2nd Mc Graw Hill, New York, 1981
7. Charles D. Harrington and Archie E. Ruchle, Uranium Production Technology, D. Van Nostrand Co. Inc., 1959
8. Cordfunke E.M.P., The Chemistry of Uranium Including Its Application in Nuclear Technology, Elsevier Publishing Company, Amsterdam, 1969
9. D.J. Crouse, K.B. Brown, W.D. Arnold, "Progress Report on Separation and Recovery of Uranium and Thorium from Sulphate Liquors by the Amex Process", Union Carbide Nuclear Company Oak Ridge, Tennessee, 1957
10. D.J. Crouse, "Controlled pH Stripping of Uranium from Amines", USAEC Report ORNL - 2941, June 15, 1960

11. Floh, B (Miss); Abrao A. and Costa E.C. "Amine Extraction of Uranium, Molybdenum and Vanadium from Acid Leach Liquor in Recovery of Uranium", Proceedings of a Symposium on the Recovery of U Held in Sao Paulo, Vienna, IAEA, 1971
12. H.G. Pelrow and other, "Solvent Extraction of Uranium from Sulfuric Acid Eluates", USAEC Report Win - 28 National Lead Co. Inc., Mar. 29, 1956
13. H.J. Seim, R.J. Morris and D.W. Frew, "Rapid Routine Method for Determination of Uranium on Ores", Department of Chemistry, University of Nevada, Reno, Nev. , 1960
14. Jamrack W.D., Rare Metal Extraction by Chemical Engineering, Pergamon Press London, 1963
15. John W. Clegg and Dennis C. Foley, Uranium Ore Processing, Addison - Wesley Publishing Co. Inc; 1958
16. L.B. Brown and other, "Solvent Extraction Processing of Uranium and Thorium Ores", Proceedings of the Second United Nations International Conference on the Peaceful Uses of Atomic Energy, Geneva, 1958
17. Kongsak Paisan, Extraction and Determination of some Important Elements on Tin Slag, Master's Thesis, Department of Chemistry, Chulalongkorn University, 1980

18. Merritte C. Robert, The Extractive Metallurgy of Uranium, Colorado School of Mines Research Institute, 1971
19. Pittuck, A.D, Freit A.G.C.A. "The Hydrometallurgy of Canadian Uranium and Columbium Minerals", The Canadian Mining and Metallurgical, Montreal, April, 1958
20. Proc. of an Advisory Group Meeting IAEA, Uranium Ore Processing, Washington D.C., 1976
21. Ring R.J. and Levins D.M., "Processing of Uranium Ore in Australia", The Chemical Engineer, 1979
22. Shripad M, Khopkar and Anil K.DE, Anion Exchange Studies of Uranium in Sulphate and Carbonate Solution Separation from Mixtures, Department of Chemistry, Jadavpur University, Calcutta, 1959
23. Smith SE. Garrett K.H., "Some Recent Development in the Extraction of Uranium from its Ores", Chemical Engineer, 1972
24. T.O.O. Connor, "Ion - Exchange Studies, Nature of Uranium Adsorption on IRA - 400", USAEC Reports ACCO - 61 American Cyanamid Co., 1954
25. Vogel, A.I., A Text Book of Quantitative Inorganic Analysis, Including Elementary Instrumental Analysis 3rd, 1961

26. W. Davies and W. Gray, "A Rapid and Specific Volumetric Method for the precise Determination of Uranium Using Ferrous Sulphate as Reductant", TRG Report 716 (D)
27. Y.LE. Duigou and H.F. Lauer, Anal Chem. Acta, 40 (1968)
28. Y.LE Duigou and K.F Lauer, Euratom Report, Eur 3601 f (1967)



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ก.

การวิเคราะห์หาปริมาณยูเรเนียม

การวิเคราะห์โดยคุณภาพ ทำได้หลายวิธี ดังนี้⁽⁸⁾

1. เมื่อเติมแอมโมเนียม ซัลไฟต์ ลงไปในสารละลายที่มียูเรเนียมไอออนจะเกิดตะกอนสีน้ำตาลของ UO_2S ซึ่งตะกอนนี้จะละลายในกรดแร่อื่น ๆ ไป
2. เมื่อเติมโคบอลต์แอมโมเนียม ฟอสเฟตลงไป จะได้ตะกอนสีเหลืองอ่อนของ UO_2HPO_4 ซึ่งไม่ละลายในกรดอะซิติก
3. ทำปฏิกิริยากับ $K_4[Fe(CN)_6]$ ได้ตะกอนสีน้ำตาลของ $K_2UO_2Fe(CN)_6$ ซึ่งเหมือนตะกอนที่เกิดจากทองแดง และโมลิบดีนัม เมื่อเติมแอมโมเนียลงในตะกอน จะเปลี่ยนเป็นสีเหลือง ซึ่งต่างจากตะกอนของทองแดง และโมลิบดีนัม
4. ยูเรเนียมสามารถหาได้โดย microscope กับ $TiUO_2(CO_3)_3$ จะเกิดสีเหลืองอ่อน (pale-yellow rhombs) เมื่อเติม $TiNO_3$ ลงในสารละลายของเกลือยูเรเนียมในแอมโมเนียม คาร์บอเนต แต่ทว่าวิธีนี้ก็ให้สีเหลืองเช่นเดียวกัน ต่างกันตรงที่ยูเรเนียมจะเกิดสีน้ำตาล เมื่อเติม $K_4[Fe(CN)_6]$

วิธีที่ดีที่สุด ในการหาปริมาณยูเรเนียมโดยเชิงคุณภาพ คือการให้ Spectrographically ที่ 4244.35 \AA .

การวิเคราะห์โดยเชิงปริมาณ

สามารถวิเคราะห์ได้หลายวิธี เช่น Gravimetric, Volumetric, Coulometric, Polarographic.

และวิธีอื่น ๆ ซึ่งอยู่กับธรรมชาติของแร่ และปริมาณของยูเรเนียมในแร่

Gravimetric methods

วิธีนี้เหมาะสำหรับตัวอย่างที่มีปริมาณยูเรเนียมมาก ซึ่งทำได้ 2 วิธีคือ หาในรูป

ของ U_3O_8 หรือใช้วิธีการตกตะกอนกับสารอินทรีย์ Oxine
 วิธีการหาในรูปของ U_3O_8 ทำได้โดยเผาตัวอย่างในอากาศประมาณ 850 องศาเซลเซียส นานหลาย ๆ ชั่วโมง แล้วจึง จะได้น้ำหนักของ U_3O_8 ออกไซด์จะสูญเสีย ออกซิเจน เมื่อเผาที่อุณหภูมิสูงกว่า 800 องศาเซลเซียส และจะรับออกซิเจนอย่างรวดเร็ว อีกครั้งที่อุณหภูมิที่ต่ำกว่านี้ จะให้ Stoichiometric oxide วิธีนี้เหมาะสำหรับตัวอย่าง ที่มีออกไซด์, ในแตรก และซิลิเกต ซึ่งจะสลายตัวให้ U_3O_8 แต่อาจมีบางส่วนที่ไม่ระเหย (Non-volatile) จะต้องแยกออกก่อน โดยการละลายตัวอย่างในกรดเจือจาง แล้วกรอง เอาส่วนที่ไม่ละลายในกรดออก จึงตกตะกอนยูเรเนียมให้เป็น แอมโมเนียมไดยูเรเนต (ADU) โดยการเติมแอมโมเนียแล้วเผา ADU ให้เป็น U_3O_8 แล้วจึงชั่ง

วิธีหาโดยใช้ o-Oxyquinoline (Oxine) เติม Oxine
 ลงในสารละลายยูเรเนียม มี buffer ปรับ pH ให้ได้ 5 ถึง 9 ได้จะถอนสีน้ำตาลแดง หลังจากนั้นตกให้แห้งที่อุณหภูมิ 105-110 องศาเซลเซียส จะได้ $UO_2(C_9H_6NO_2)_2 \cdot C_9H_7NO$ มียูเรเนียม 33.84 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก

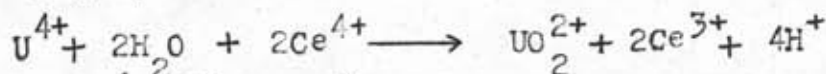
Volumetric methods

วิธีนี้ใช้หาปริมาณยูเรเนียมในรูปของ U^{4+} ซึ่งต้องออกซิไดซ์ โดยใช้ โพตัสเซียม ไดโครเมต หรือสารละลาย ซีเรียม(IV) ซิลิเกต

สารละลายยูเรเนียมจะถูกรีดิวส์เป็น $U(IV)$ ในเลดรีดักเตอร์ (Lead reductor) แล้วไตเตรต ด้วยสารละลายมาตรฐานโพตัสเซียม ไดโครเมต บางครั้งใช้ซิงค์ รีดักเตอร์ (Zinc reductor) แต่จะได้ทั้งโครวาเลนซ์ $U(III)$ และเตตราวาเลนซ์ $U(IV)$ แล้ว $U(III)$ จะถูกออกซิไดซ์เป็น $U(IV)$ ในอากาศ ในกรณีของเลดรีดักเตอร์จะได้แก่ $U(IV)$ เพียงอย่างเดียว ถ้าในสารละลายมีในแตรก และไนไตรต์ บางส่วนจะถูกรีดิวส์ จึงต้องกำจัดออกด้วย Fuming sulphuric acid

ถ้ามีในแตรก อีออนอยู่ จะใช้ $TiCl_3$ เป็นตัวรีดิวส์ วิธีนี้ใช้สมบัติของ $Ti(IV)$ ที่เกิดขึ้น ส่วน $Ti(III)$ อีออนที่เหลืออยู่จะถูกออกซิไดซ์ด้วยไนเตรตอีออน กรดซัลฟามิก (H_2N

SO_3H) เติมลงไปเพื่อกำจัด HNO_2 ซึ่งอาจเกิดขึ้น หลังจากนั้น โทเทรทโดยตรงกับสารละลายมาตรฐาน $Ce(IV)$ ดังสมการ



ในการโทเทรท จุดยุติทำปฏิกิริยาสมบูรณ์จาก potentiometer

วิธีอื่น ๆ

สำหรับสารละลายที่มียูเรเนียมประมาณ 25 มิลลิกรัม สามารถหาค่าได้ถูกต้องโดยการควบคุม potential coulometry (28) วิธีนี้ยังใช้ได้กับการหาสารผสมยูเรเนียม - อลูมิเนียม ซึ่งมียูเรเนียมประมาณ 24 % ส่วนยูเรเนียมในตัวทำละลายอินทรีย์ เช่น ไครนิทิว ฟอสเฟต อาจจะหาได้โดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมทรี ซึ่งวิธีนี้ใช้ได้กับยูเรเนียมที่มีปริมาณน้อย (27) ควณ

วิธีอื่น ๆ ที่ใช้หาปริมาณยูเรเนียมที่มีปริมาณน้อยและได้ค่าถูกต้อง คือ Polarography, Colorimetry Constant-current coulometer

การหาปริมาณของยูเรเนียม โดยใช้วิธีสกัดด้วยโทโป (TOPO) ในไซลีน

วิธีนี้ทำได้โดยสกัดแยกยูเรเนียมออก แล้วทำให้เกิดสีด้วย อาร์เซนิก III

1. การเตรียมสารละลายต่าง ๆ ที่ใช้ในการทดลอง

1.1 สารละลาย DCTA เข้มข้น 10 % ซึ่งสาร DCTA หนัก 10 กรัม ละลายในน้ำกลั่นเล็กน้อย จะได้สารละลายที่มีลักษณะขุ่น ๆ แล้วเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 โมล ต่ออุณหภูมิกิโลเมตร จนได้สารละลายใส เติมกรดไนตริกเข้มข้นจนเป็นกลาง แล้วทำสารละลายที่ได้ให้ครบ 100 มิลลิลิตรในขวดมาตรฐาน

1.2 สารละลาย EDTA เข้มข้น 15 % ซึ่งสาร EDTA หนัก 15 กรัม ละลายในน้ำกลั่นเล็กน้อย แล้วเติมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เจือจางของแข็งละลายหมด แล้วจึงเติมกรดไนตริกจนได้ pH 4-5 ทำให้มีปริมาตรครบ 100 มิลลิลิตรในขวดมาตรฐาน

1.3 สารละลายโปแตสเซียมฟลูออโรโรสเข้มข้น 2 % ซึ่งโปแตสเซียมฟลูออโรโรส

หนัก 2 กรัม ละลายในน้ำกลั่นจนครบ 100 ลูกบาศก์ เซนติเมตร ในขวดมาตรฐาน แล้ว เก็บใส่ขวดโพลีเอทิลีน ไขทึบ

1.4 สารละลายกรดซัลฟามิกอิมิตัว นำกรดซัลฟามิกมาละลายในน้ำกลั่นจนได้สารละลายอิมิตัว แล้วเก็บใส่ขวดโพลีเอทิลีน

1.5 สารละลายอาร์เซนิก III เข้มข้น 0.05 % ซึ่งสารอาร์เซนิก III หนัก 0.05 กรัม ละลายในน้ำกลั่นจนได้สารละลายครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ในขวดมาตรฐาน

1.6 สารละลายกรดทาร์ทริก เข้มข้น 40 % (น้ำหนัก / ปริมาตร) ซึ่งกรดทาร์ทริกหนัก 40 กรัม และละลายด้วยน้ำกลั่นจนได้สารละลายครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ในขวดมาตรฐาน

1.7 สารละลายโพแทสเซียมของกรดโมโนคลอโรอะซิติก - โมโนคลอโรอะซิติก ซึ่งกรดโมโนคลอโรอะซิติก หนัก 50.085 กรัม ละลายด้วยน้ำกลั่นเล็กน้อยในเบีกเกอร์ แล้วซึ่งโซเดียมไฮดรอกไซด์ หนัก 10.6 กรัม ละลายด้วยน้ำกลั่นพอควร ในเบีกเกอร์อีกใบหนึ่ง เมื่อสารละลายทั้ง 2 เป็นถึงอุณหภูมิห้องแล้ว นำมาผสมกัน พร้อมทั้งเทน้ำกลั่นลงไปอีก จนครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ในขวดมาตรฐาน จะได้สารละลายโพแทสเซียมซึ่งมีจำนวนโมลของกรดโมโนคลอโรอะซิติกกับ โมโนคลอโรอะซิติก เท่ากัน และมีความเข้มข้น 5.3 โมลต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

1.8 สารละลายผสมของเอทานอลกับ นิวทานอล 4:1 โดยปริมาตร ใช้เอทานอล 80 ลูกบาศก์เซนติเมตรผสมกับนิวทานอล 20 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วเก็บใส่ขวดโพลีเอทิลีน

1.9 สารละลาย ไทโป เข้มข้น 0.1 โมลต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ซึ่งไทโป หนัก 3.8664 กรัม ละลายในโซเดียม จนได้สารละลายครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรในขวดมาตรฐาน แล้วนำมา Equilibrate ด้วยกรดไนตริก 1 โมลต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

2. วิธีทดลอง

2.1 ปีเปิดสารละลายมาตรฐานยูเรเนียม มีความเข้มข้น 5, 10, 15, 20, 30, 40 และ 60 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร และสารละลายตัวอย่าง

อย่างละ 5 กรัม ฐกษาศัก์ เชนคเเมทร ใส่ล่งในชวค แ่ละชวค

2.2 เติม Masking agent ก็อ DOTA เชนช่น 10 %
 EDTA เชนช่น 15 % โปแคสเชมมฟลูออไรด์ เชนช่น 2 % แล่กรคทาร์ทาริก เชนช่น
 40 % อย่างละ 0.5 ฐกษาศัก์ เชนคเเมทรตามล่ำกัษ

2.3 เติมกรคไนตริก เชนช่น เพื่อท่ำให้ส่ำรละลายมึกรคไนตริก เชนช่น 0.5-1
 โมลต่อ ฐกษาศัก์ เชนคเเมทร ล่งไปประมาณ 1.0 ฐกษาศัก์ เชนคเเมทร จะใส่ส่ำรละลายประมาณ
 8 ฐกษาศัก์ เชนคเเมทร

2.4 เติมโทโป (TOPO) ในโซลัน 0.1 โมลต่อ ฐกษาศัก์ เชนคเเมทร ล่งในชวค
 ชวคละ 3 ฐกษาศัก์ เชนคเเมทร เชนช่นานประมาณ 15 นาที

2.5 ทังทังไ่ว้จ่นส่ำรละลายแยกเป็นสองช่น แล่วเป็ทจ่นของโซลัน ชึ่งอยู่ชาง
 บนมาชวคละ 2 ฐกษาศัก์ เชนคเเมทร ใส่ในชวคมาทรฐาน ปริมาณ 1.0 ฐกษาศัก์ เชนคเเมทร
 ตามล่ำกัษ

2.6 เติมส่ำรละลายกรคซัลฟำมิก 0.1 ฐกษาศัก์ เชนคเเมทร

2.7 เติมส่ำรละลายอาร์เซนาโซ III 1 ฐกษาศัก์ เชนคเเมทร

2.8 เติมส่ำรละลายบัฟเฟอร์ 1 ฐกษาศัก์ เชนคเเมทร

2.9 เติมส่ำรละลายผสมระหว่างเอทานอลกับบิวทานอล 5 ฐกษาศัก์ เชนคเเมทร

2.10 เติมส่ำรละลาย DOTA 0.5 ฐกษาศัก์ เชนคเเมทร

2.11 นำส่ำรทูกชวคมาปรับ PH ให้อยู่ระหว่าง 1.0 - 3.5 โดยใซ้กรค
 ไนตริก เชนช่น แล่วเติมส่ำรละลายผสมเอทานอลแล่บิวทานอล จนใส่ส่ำรละลายครบ 1.0 ฐก
 ษาศัก์ เชนคเเมทร

2.12 นำส่ำรละลายแ่ละชวคที่ใส่ไปวัดค่า Absorbance ที่ความ
 ยาวคลื่น 653 นาโนเมทร

การวิเคราะห์หาค่ายูเรเนียม โดยใช้ Ferrous Sulphate เป็นตัว
Reductant

การเตรียมสารเคมีที่ใช้ในการวิเคราะห์

1. 1.5 โมลาร์ กรดซัลฟามิก
เตรียมโดยละลายกรดซัลฟามิก 150 กรัม ในน้ำเป็น 1 ลิตร
2. กรดคอปเปอร์ซัลเฟต เข้มข้น ความถ่วงจำเพาะ 1.75
3. สารละลายเฟอร์รัสซัลเฟต ความเข้มข้น 1.0 โมลาร์ เตรียมโดยละลาย
100 กรัมของเฟอร์รัสซัลเฟต ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$) ในน้ำ 750 ลูกบาศก์เซนติเมตร
เติมเฟอร์รัสซัลเฟตไฮดรเอต (Ferrous Sulphate Heptahydrate)
280 กรัม ในสารละลายกรดซัลฟามิกที่ร้อน คนจนละลายหมด แล้วจึงเติมน้ำเป็นจนครบ 1 ลิตร
4. 2 โมลาร์ กรดไนตริก / 0.1 โมลาร์ กรดซัลฟามิก เติม 250 ลูกบาศก์
เซนติเมตร กรดไนตริก (1.42) ในน้ำ 930 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วเติม 70
ลูกบาศก์เซนติเมตร ของกรดซัลฟามิกเข้มข้น 1.50 โมลาร์ เข้า
5. 1% แอมโมเนียมโมลิบเดต
ละลาย 10 กรัม แอมโมเนียมสาราโมลิบเดต ในน้ำร้อน 250 ลูกบาศก์เซนติ
เมตร ทิ้งไว้ให้เป็น เติมน้ำจนครบ 1 ลิตร เขย่าให้เข้ากัน
6. 9 โมลาร์ กรดซัลฟูริก
7. 0.04% Barium diphenylamine sulphonate
ละลาย 0.2 กรัม Barium diphenylamine sulphonate
ในน้ำต้ม 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร ทิ้งไว้ให้เป็น แล้วเติมน้ำจนครบ 500 ลูกบาศก์เซนติ
เมตร

8. 0.0500 นอร์มอล โปทัสเซียม ไโคโครเมต
เตรียมสารละลาย โปทัสเซียม ไโคโครเมต เป็นสารละลายมาตรฐาน ที่มีความเข้มข้น ในช่วง 0.04995 และ 0.05005 นอร์มอล

การวิเคราะห์

1. ปิเปตสารละลายยูเรเนียมตัวอย่าง 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ในขวดกันแวน (flask) ขนาด 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมกรดไนตริกเข้มข้น 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร
2. เติมกรดซัลฟามิกเข้มข้น 1.5 โมลาร์ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมกรดออร์โทฟอสฟอริกเข้มข้น 40 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมสารละลาย เฟอรัสซัลเฟต ที่เตรียมใหม่ ๆ เข้มข้น 1.0 โมลาร์ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วทิ้งไว้ 30 วินาที
3. เติมสารละลายผสมของ 4 โมลาร์ กรดไนตริก กับ 0.1 โมลาร์ กรดซัลฟามิก 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร และเติม แอมโมเนียมโมลิบเดต 1 % 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร เขย่าสารละลายทุกครั้งที่เติม
4. รอจนกระทั่ง สีน้ำตาลแดงที่เกิดขึ้นแล้วหายไป ซึ่งปกติใช้เวลาไม่น้อยกว่า 5 นาที แล้วปล่อยให้สารละลายคั่งไปอีก 3 นาที
5. เติมกรดซัลฟูริก 9 โมลาร์ 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร ล้างด้วยน้ำเป็น 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วเติม 0.04% Barium diphenylamine sulphonate 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร
6. โตะเตรกด้วยสารละลายโปทัสเซียมไโคโครเมต เข้มข้น 0.0500 นอร์มอล จนกระทั่งได้สารละลายสีม่วงเกิดขึ้น อย่างน้อย 1 นาที

การคำนวณหา ปริมาณยูเรเนียมในสารละลายตัวอย่าง

$$\text{ยูเรเนียม (มิลลิกรัม / กรัมของตัวทำละลาย)} = \frac{C (A - B)}{V}$$

A = จำนวนจุดดูดกลืนรังสีแกมมาของโพสิทีฟซีเอ็มไอโครเมทที่ใช้ในการ
ไทเทรตกับสารละลายตัวอย่าง

B = จำนวนจุดดูดกลืนรังสีแกมมาของโพสิทีฟซีเอ็มไอโครเมท ที่ใช้ในการ
ไทเทรต กับ Blank

C = จำนวนมิลลิกรัมของยูเรเนียมที่สมมูลกับ 1 กรัมของตัวทำละลาย
ของตัวที่ใช้ไทเทรต = 5.951 (สำหรับยูเรเนียม
ธรรมชาติ)

V = จำนวนจุดดูดกลืนรังสีแกมมาของสารละลายตัวอย่าง

ศูนย์วิทยพัชกร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ข.
การวิเคราะห์สารเจือปน

การวิเคราะห์หาปริมาณอาร์ซีนิก (As)
สารเคมีที่ใช้

1. KOH pellets A.R. grade
2. HCl wt. per ml 1.18 A.R. grade
3. สารละลาย KI 2.5 % เตรียมโดยละลาย 10 กรัมของ KI ในน้ำกลั่น 400 ลูกบาศก์เซนติเมตร
4. สารละลาย SnCl₂ 10 % เตรียมโดยละลาย SnCl₂ 10 กรัมใน HCl เข้มข้น 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร
5. สารละลาย SnCl₂ 0.75 % (เตรียมใหม่ ๆ)
6. สารละลาย Lead Acetate เตรียมโดยละลาย Lead Acetate 15 กรัม ในน้ำ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่น้ำ Acetic Acid อยู่ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร
7. สารละลายมาตรฐาน Arsenic 100 $\mu\text{g}/\text{ml}$. เตรียมโดยละลาย Na₂HAsO₄·7H₂O 42 กรัม ในน้ำ เติมน้ำ HCl conc. 0.1 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำจนครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร
8. สารละลาย HgCl₂ เตรียมโดยละลาย HgCl₂ 25 กรัม ใน absolute ethanol 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร
9. กระดาษชุบ HgCl₂ ใช้กระดาษกรอง เบอร์ 40 แช่ในสารละลาย HgCl₂ 1 ชั่วโมง แล้วทำให้แห้ง

10. Lead Acetate Wool เกลา glass wool ฟู Lead
 Acetate จนลึบแก้ว แล้วทำให้แห้งจึงนำไปใส่ในชวค gutzeit

วิธีวิเคราะห์

1. ชั่งตัวอย่างประมาณ 0.1 กรัม ใส่ใน Nickel Crucible ขนาด 15 ลูกบาศก์เซนติเมตร
2. ทำตัวอย่างให้เปียกด้วยน้ำกลั่น 1 หยด นำไปหลอมกับ KOH 6 เม็ด โดยใช้ไฟอ่อน ๆ ก่อน แล้วจึงเร่งไฟให้แรงขึ้นจนพบปฏิกิริยา
3. ทิ้งไว้ให้เย็น ใส่น้ำกลั่นลงไปประมาณ 1/2 ของเบ้า
4. เทสารละลายนี้ลงในชวค gutzeit ซึ่งมีแผ่นกระดาษชุบ $HgCl_2$ ใส่ไว้

ที่ปลายหลอดของชวค

5. เติมสารละลาย KI 2.5 % 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร
 ใส่น้ำยา $SnCl_2$ 0.75 % 12 ลูกบาศก์เซนติเมตร
 เติม Zinc ประมาณ 10 เม็ด รับประทานชวคที่มีใบแก้วชุบ Lead Acetate และตรงปลายชวคมีกระดาษกรองชุบ $HgCl_2$
6. แกว่งชวคเล็กน้อย และตั้งทิ้งไว้ 1 ชั่วโมง เพื่อให้ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นสมบูรณ์
7. เปิกเอาแผ่นกระดาษ $HgCl_2$ ออกมา และนำไปเปรียบเทียบกับแผ่นกระดาษมาตรฐาน ซึ่งทราบปริมาณสารชนิดแล้ว

การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

1. เตรียมสารละลายมาตรฐานใหม่มีปริมาณสารชนิด 100 $\mu g/ml$ แล้วเจือจางด้วยน้ำกลั่น ให้สารละลายมีปริมาณสารชนิด 5 $\mu g/ml$
2. ใช้น้ำยามาตรฐานใหม่มีปริมาณสารชนิด ปริมาณต่าง ๆ กัน ใส่ในชวค gutzeit ใส่ KOH 6 เม็ด ทำเช่นเดียวกับตัวอย่างข้างบน

วิธีวิเคราะห์หาปริมาณโมลิบดีนัม (Mo)

1. ชั่งตัวอย่าง 0.1 กรัม ใส่ลงในหลอดแก้วทนไฟ ขนาด 16 x 150 มิลลิเมตร
 2. เติม Flux ซึ่งประกอบด้วย $KNO_3 : NaCl : Na_2CO_3$ ในอัตราส่วน 1 : 2 : 1 ประมาณ 0.5 กรัม เขย่าหลอดเพื่อให้ตัวอย่างและ Flux ผสมเข้ากัน
 3. นำหลอดตัวอย่างมาเผาจนตัวอย่างเริ่มหลอมละลาย นำมาหลอดมาตั้งทิ้งไว้ให้เป็น
 4. เติมน้ำกลั่นลงไป 4 ลูกบาศก์เซนติเมตร นำเอาไปใส่ใน Water bath 30 นาที
 5. นำหลอดออกจาก Water bath แล้วพักตะกอนด้วยแท่งแก้ว
 6. เติมน้ำกลั่นลงไปจนปริมาณทั้งหมดเป็น 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร เขย่าสารละลายให้เข้ากัน ตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน
 7. ใส่อสารละลาย 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ลงในหลอดชนิดที่มีฝาเกลียวปิด
 8. เติม Phenolphthalein ลงไป 1 หยด และเติม 1 M. HCl ลงไปที่ระเหยจนสารละลายไม่มีสี
 9. เติมสารละลาย 10 % KNO_3 0.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร
 10. เติมผง Sodium Tartrate 0.2 กรัม เขย่าหลอดจน Sodium Tartrate ละลายหมด
 11. เติมน้ำกลั่นลงไปจนสารละลายในหลอดมีปริมาณเป็น 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร
 12. เติมสารละลาย HCl เข้มข้น 0.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร
5% KSCN 0.3 ลูกบาศก์เซนติเมตร
10% $SnCl_2$ 0.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- เขย่าหลอดทุกครั้งหลังจากเติมสารละลาย
13. ตั้งทิ้งไว้ 1 นาที แล้วเติม Isopropyl ether 0.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร
 14. ปิดจุก เขย่าหลอดอย่างแรง 10 วินาที
 15. นำไปเปรียบเทียบกับสีในชั้น ether กับสีของสารละลายมาตรฐาน

ประวัติการศึกษา

ชื่อ นางสาว พรศรี พันธุ์เพ็ชร วุฒิดารศึกษา อปปริญา เคมีปฏิบัติ สถานศึกษา
 เคมีปฏิบัติ พ.ศ. 2517 ปริญญา วิทยาศาสตร์บัณฑิต (วิทยาศาสตร์ทั่วไป) จุฬาลงกรณ์
 มหาวิทยาลัย พ.ศ. 2519 ประกาศนียบัตรชั้นสูง ภาควิชาเคมีเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์
 มหาวิทยาลัย พ.ศ. 2523 ได้รับทุนจากรัฐบาลนอร์เวย์ ฝึกอบรมด้าน Organic
 geochemistry ณ Continental Shelf Institute, NORWAY
 พ.ศ. 2525 การทำงานเป็นนักวิทยาศาสตร์ ระดับ 4 กองเชื้อเพลิงธรรมชาติ กรมทรัพยากร
 ธรณี กระทรวงอุตสาหกรรม



ศูนย์วิทยทรัพยากร
 จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย