

วิธีทำการทดลอง

4.1 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง (Equipments and Apparatus)

เครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer model AA 5

ของบริษัท Varian Techtron

เครื่อง Double Beam Spectrophotometer Model 124 พร้อมด้วยเครื่อง

Recorder model 56 ของบริษัท Perkin Elmer

เครื่อง X-ray Fluorescence Spectrophotometer ซึ่งประกอบด้วย

Radioisotope Source (Pm-147/Al)

เครื่อง Spectroscopy Amplifier

เครื่อง 4096 Channel Analyzer

Si(Li) Detectro (6.5 mm. active diameter)

Variable Energy X-ray Sources

เครื่องเก็บสารละลายที่ละลาย (Fraction Collectors) ของบริษัท

Gallenkamp ซึ่งประกอบด้วยภาชนะสำหรับไขหลอดเก็บสารละลาย (collector plate)

เครื่องสมดุลกาลิกน้ำ (siphon balance) และหลอดกาลิกน้ำ (siphon) ปลายด้านหนึ่ง

ของเครื่องสมดุลกาลิกน้ำ มีสำหรับแขวนหลอดกาลิกน้ำขนาดที่ใช้ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร และ

ปลายอีกด้านหนึ่งมีกุ่มน้ำหนักติดกับคานซึ่งเลื่อนได้ ปลายหลอดกาลิกน้ำจะมีกรวยซึ่งยึดติดด้วยเหล็ก

(clamp) และปลายของกรวย (funnel) จะอยู่ตรงกับช่องที่ใส่หลอดใส่สารละลายใน

ภาชนะบรรจุหลอดเก็บสารละลาย (collector plate) ซึ่งมีปริมาตรขนาด 10 ลูกบาศก์-

เซนติเมตร ซึ่งสามารถเปลี่ยนค่าแห่งของหลอดไฟสารละลายภายหลังจากเก็บสารละลายได้
จำนวนหนึ่ง โดยอาศัยหลักสมมูลของคาน เมื่อปริมาณสารละลายในหลอดภาติกน้ำเก็บสารละลาย
ได้ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร สารละลายที่เก็บไว้จะไหลลงสู่หลอดทดลองสำหรับใส่สารละลาย
ทดลองโดยผ่านกรวย ดังแสดงในรูปที่ 4.1

เครื่องเขย่าสารละลาย (mechanical shaker) ซึ่งบรรจุขวดใส่สารละลาย
ขนาด 60 ลูกบาศก์เซนติเมตร ได้ 20 ขวด

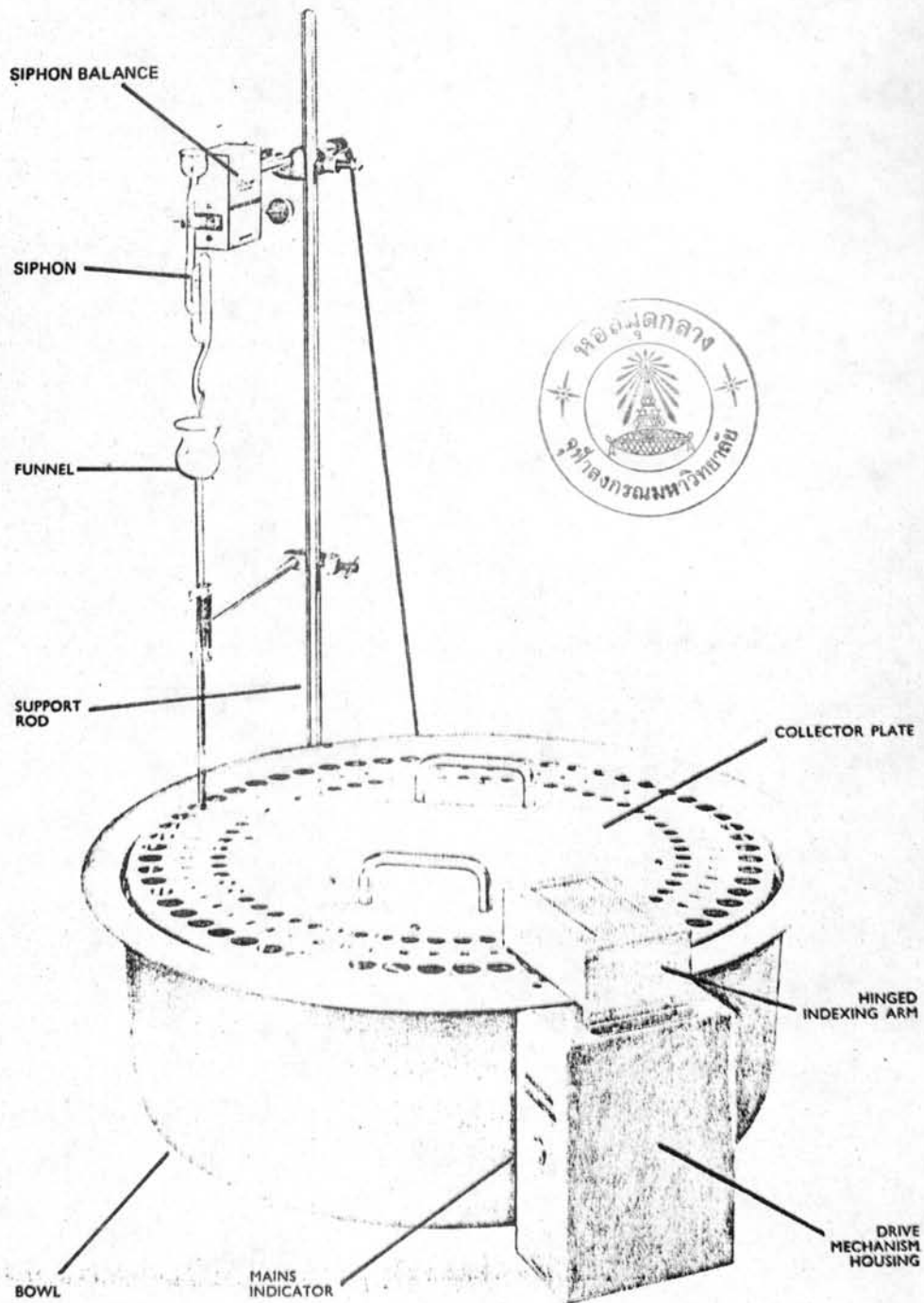
เครื่องเคสซิเคเตอร์ ซึ่งต่อกับเครื่องดูดอากาศออกได้ (vacuum pump desiccator=

เครื่อง pH Meter Model 28 ของบริษัท Radiometer

เบ้าทดลองพลาสติกมี ขนาด 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร และเบ้าทดลองซิลิกาขนาด
60 ลูกบาศก์เซนติเมตร

เตาเผาไฟฟ้า (electric furnace) ซึ่งควบคุมอุณหภูมิได้ถึงอุณหภูมิสูงสุด
1400 องศาเซลเซียส

คอลัมน์สำหรับบรรจุเรซิน ซึ่งใช้บิวเรทขนาด 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ปลายบน
ต่อกับกรวยแยกขนาด 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร ซึ่งมีที่ควบคุมอัตราการไหลของสารละลาย
จากกรวยแยก ทรงปลายของบิวเรทใส่ใยแก้วไว้เพื่อให้น้ำให้เรซินอุกปลายบิวเรท



รูปที่ 4.1 แสดงเครื่องเก็บสารละลายที่ละส่วน (Fraction Collectors)

4.3 การเก็บและเตรียมสารตัวอย่างที่ใช้ในการศึกษา

สารตัวอย่างที่ใช้ก็คือ สLAG แร่ดีบุก (tin slag) ที่ได้จากเตาถลุงดีบุกของ บริษัทไทยซาลโก้ (Thailand Smelting and Refining Co.Ltd.,) จังหวัดภูเก็ต ซึ่งมีสารตัวอย่างอยู่ 2 ชนิดคือ LOT TIN SLAG SAMPLE และ LOW TIN SLAG SAMPLE กอเววิเคราะห์นำสารตัวอย่างซึ่งเป็นก้อนแร่แข็งเม็ดเล็ก ๆ มาบดให้ละเอียดด้วยเครื่องบดจนมีขนาด 200 เมช แล้วอบให้แห้งที่อุณหภูมิประมาณ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง หลังจากเย็นแล้ว มาไปเก็บไว้ในเคสซิเลเตอร์ (desiccator) เพื่อใช้วิเคราะห์ต่อไป

4.4 การศึกษากการละลายและการเตรียมสารละลายของธาตุต่าง ๆ จากสารตัวอย่าง

4.4.1 การศึกษากการละลายและการเตรียมสารละลายมาตรฐานแทนแทนดัม

เนื่องจากธาตุแทนแทนดัมเป็นธาตุหนึ่งที่น่าสนใจจะศึกษาว่าวิธีสกัดออกจากสารตัวอย่างได้โดยสิ้นเชิง ทั้งนี้ในการศึกษาขั้นต้นได้ทดลองใช้แทนแทนดัม แทนตะออกไซด์ (Ta_2O_5)บริสุทธิ์เป็นสารตัวอย่าง แต่ก่อนที่จะนำแทนแทนดัม แทนตะออกไซด์มาใช้ได้นำสารนี้ไปเผาไล่ความชื้นและสิ่งอื่น ซึ่งอาจจะมีปะปนอยู่ที่อุณหภูมิประมาณ 1000 องศาเซลเซียสในเตาเผาไฟฟ้าเป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วทิ้งให้เย็นในเคสซิเลเตอร์

ซึ่งแทนแทนดัม แทนตะออกไซด์ที่เตรียมได้จะให้รูปร่างเหมือน (0.1 กรัม) แล้วนำไปผสมกับโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์แห้ง ซึ่งกบจนแห้งแล้ว 2 กรัม บดให้เข้ากันที่ด้วยโกรงอะเกต จากนั้นนำไปใส่ในขวดหลอดทดลอง นำไปเผาในเตาไฟฟ้า ที่อุณหภูมิประมาณ 300 องศาเซลเซียส (ที่จุดหลอมเหลวของโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์) เป็นเวลาครึ่งชั่วโมง แล้วเพิ่มอุณหภูมิให้สูงขึ้นเป็น 650 องศาเซลเซียส แต่ไม่ควรเกิน 700 องศาเซลเซียส (เพราะว่าแทนแทนดัม แทนตะออกไซด์จะละลายโดยสมบูรณ์ที่อุณหภูมิสูงกว่า 700 องศาเซลเซียส) เป็นเวลา 2 - 3 ชั่วโมง และในระหว่างที่โปแตสเซียมไฮดรอกไซด์กำลังหลอมเหลวอยู่ให้หมุนเข้าหลอดไปรอบ ๆ เพื่อให้ของเหลวในน้ำแม่ไปทั่ว ๆ จะได้ละลายออกไซด์ที่ตกชั้น แต่ถา

4.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

ชื่อสารเคมี	บริษัทผู้ผลิต
สารละลายมาตรฐานสำหรับการหาปริมาณธาตุ W, Mo, Ti, Fe(III), Al, Zr, Si, Sn, Na โดยเครื่องอะตอมมิคแบบพรอบปรัน ซึ่งมีความเข้มข้น 1 มิลลิกรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร	BDH
ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) 98 %	Koch-Light Lab, Ltd.,
ไนโอเบียมเพนทอกไซด์ (Nb_2O_5) 99.9 %	Koch-Light Lab, Ltd.,
แทนทาลัมเพนทอกไซด์ (Ta_2O_5) 99.9 %	Koch-Light Lab, Ltd.,
ทังสเตนไตรออกไซด์ (WO_3) 99.9 %	Koch-Light Lab, Ltd.,
โมลิบดีนัมไตรออกไซด์ (MoO_3) เจ.อาร์	Spec. Industries, Inc.,
โคบอลต์ไนโอเบียม (Nb) 99 %	BDH
โซเดียมทังสเตต ($Na_2WO_4 \cdot 2H_2O$) เจ.อาร์	BDH
แอมโมเนียมเพอร์ซัลเฟต เจ.อาร์	BDH
โปแตสเซียมไทโรซัลเฟต ($K_2S_2O_7$) เจ.อาร์	MERCK
ไทโรนกลดอด เจ.อาร์	BDH
สแตนนิสคลอไรด์ ($SnCl_4 \cdot 2H_2O$) เจ.อาร์	MERCK
กรดออกซาลิก เจ.อาร์	BDH
กรดทิตริก เจ.อาร์	BDH
กรดทาร์ทาริก เจ.อาร์	BDH
แอมโมเนียมเพนทอกไซด์ เจ.อาร์	BDH
กรดไฮโดรคลอริก เจ.อาร์	BDH
กรดไนตริก เจ.อาร์	BDH
กรดซัลฟูริก เจ.อาร์	BDH
อะซีโตน เจ.อาร์	BDH
แอมเบอร์ไลต์ IRA-400 (Cl ⁻) เจ.อาร์	BDH
ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 35 %	วิทยาศาสตร์

4.3 การเก็บและเตรียมสารตัวอย่างที่ใช้ในการศึกษา

สารตัวอย่างที่ใช้ก็คือ ถากแร่ดีบุก (tin slag) ที่ได้จากเตาถลุงดีบุกของ บริษัทไทยซิงก์ (Thailand Smelting and Refining Co.Ltd.,) จังหวัดภูเก็ต ซึ่งมีสารตัวอย่างอยู่ 2 ชนิดคือ LOT TIN SLAG SAMPLE และ LOW TIN SLAG SAMPLE ก่อนวิเคราะห์นำสารตัวอย่างซึ่งเป็นก้อนแร่แข็งเม็ดเล็ก ๆ มาบดให้ละเอียดด้วยเครื่องบด จนมีขนาด 200 เมช แล้วอบให้แห้งที่อุณหภูมิประมาณ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง หลังจากเย็นแล้ว นำไปเก็บไว้ในเคสซิเลเตอร์ (desiccator) เพื่อใช้วิเคราะห์ต่อไป

4.4 การศึกษาการละลายและการเตรียมสารละลายของธาตุต่าง ๆ จากสารตัวอย่าง

4.4.1 การศึกษาการละลายและการเตรียมสารละลายมาตรฐานแทนทาลัม

เนื่องจากธาตุแทนทาลัมเป็นธาตุหนึ่งที่น่าสนใจจะศึกษานิวตริสติกออกจากสารตัวอย่างได้ใกล้เคียง ทั้งนี้ในการศึกษาขั้นต้นได้ทดลองใช้แทนทาลัม เพนตะออกไซด์ (Ta_2O_5) บริสุทธิ์เป็นสารตัวอย่าง แต่ก่อนที่จะนำแทนทาลัม เพนตะออกไซด์นี้มาใช้ได้นำสารนี้ไปเผาด้วยความร้อนและสิ่งอื่น ซึ่งอาจจะมีเป่าอยู่ที่อุณหภูมิประมาณ 1000 องศาเซลเซียสในเตาเผาไฟฟ้า เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วทิ้งให้เย็นในเคสซิเลเตอร์

ซึ่งแทนทาลัม เพนตะออกไซด์ที่เตรียมได้นี้ให้รู้นำหนักแน่นอน (0.1 กรัม) แล้วนำไปผสมกับโปแตสเซียมไฮโรซัลเฟต ซึ่งอบจนแห้งแล้ว 2 กรัม บดให้เข้ากันดีด้วยโกร่ง อะเกต จากนั้นนำไปใส่ในบ้ำหลอมพลาสติกนี้ นำไปเผาในเตาไฟฟ้า ที่อุณหภูมิประมาณ 300 องศาเซลเซียส (ที่อุณหภูมิหลอมเหลวของโปแตสเซียมไฮโรซัลเฟต) เป็นเวลาครึ่งชั่วโมง แล้วเพิ่มอุณหภูมิให้สูงขึ้นเป็น 650 องศาเซลเซียส แต่ไม่ควรเกิน 700 องศาเซลเซียส (เพราะว่าแทนทาลัม เพนตะออกไซด์จะละลายได้น้อยลงเมื่ออุณหภูมิสูงกว่า 700 องศาเซลเซียส) เป็นเวลา 2 - 3 ชั่วโมง และในระหว่างที่โปแตสเซียมไฮโรซัลเฟตกำลังหลอมเหลวอยู่นี้ให้ผสมเบ้าหลอมไปรวม ๆ เพื่อให้ของเหลวในเบ้าแผ่ไปทั่ว ๆ จะได้ละลายออกไซด์ใกล้เคียงนี้ แต่ถา

ออกไซค์ไม่ละลาย ให้เติมกรดซัลฟิวริกลงไป 3 หยด แล้วนำไปหลอมอีกครั้งหนึ่ง เมื่อหลอมแล้วทิ้งไว้ให้เย็น ละลายของแข็งที่ได้ด้วยสารละลาย 4 % แอมโมเนียมออกซาลาต อุ่นให้ร้อนบนเตาไฟฟ้าพร้อมทั้งคนอย่างสม่ำเสมอด้วยเครื่องคนไฟฟ้า (magnetic stirrer) เป็นเวลาครึ่งชั่วโมงจนสารละลายที่ได้ใส ทิ้งไว้ให้เย็น (ไปทดสอบโพโรซิลเฟตและแอมโมเนียมออกซาลาตอาจตกผลึกได้ ถ้าสารละลายเย็นเกินไป) แล้วถ่ายลงในขวดมาตรฐาน 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร จากนั้นเติมน้ำจนครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร จะได้สารละลายแทนทาลัมเพนตะออกไซค์มีความเข้มข้น 1 มิลลิกรัมต่อ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร

4.4.2 การศึกษาการละลายและการเตรียมสารละลายมาตรฐานของธาตุอื่น ๆ

สารละลายมาตรฐานของไทเทเนียม ไนโอเบียม ทังสเตน และโมลิบดีนัมที่ใช้ในการวิจัยนี้ มีวิธีเตรียมดังต่อไปนี้

ซึ่งน้ำหนักไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) โลหะไนโอเบียม (Nb) ทังสเตนไตรออกไซด์ (WO_3) และโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ (MoO_3) มาตรฐานละ 0.25 กรัม หลอมกับโปแตสเซียมโพโรซิลเฟต 5 กรัม นำไปหลอมแล้วทำเป็นสารละลายแทนเดียวกับ การเตรียมสารละลายแทนทาลัมตามข้อ 4.4.1 แต่ทำให้สารละลายขั้นสุดท้ายมีปริมาตรเป็น 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร จะได้สารละลายที่มีไทเทเนียมไดออกไซด์ ไนโอเบียม ทังสเตน-ไตรออกไซด์ และโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ มีความเข้มข้นเป็น 1 มิลลิกรัมต่อ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร ตามลำดับ

ส่วนสารละลายเหล็กมาตรฐาน ใช้สารละลายเฟอร์ริกคลอไรด์มาตรฐานของบริษัท BDH ซึ่งมีเหล็ก (Fe) อยู่ 1 มิลลิกรัมต่อ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร

4.4.3 การเตรียมสารละลายจากสารตัวอย่างกากแร่คัมภีร์

ซึ่งสารตัวอย่างซึ่งเป็นกากแร่คัมภีร์ ที่บดละเอียดและอบให้แห้งแล้ว ให้นำหนักที่แน่นอน (ประมาณ 0.5 กรัม) ผสมกับโปแตสเซียมโพโรซิลเฟต 4 กรัม บดให้เข้ากันด้วยโกรงอะเกต (agate mortar) แล้วใส่ในเบ้าหลอมพลาตินัมขนาด 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร นำไปเข้าเตาเผาเช่นเดียวกับ การเตรียมสารละลายแทนทาลัมในหัวข้อ 4.4.1

หลังจากละลายด้วยสารละลาย 4 % แอมโมเนียมออกซาลेटแล้ว ถ้าสารละลายที่ได้ไม่ใส ให้กรองเอาตะกอนออก เก็บสารละลายไว้ นำเอาตะกอนที่กรองได้พร้อมด้วยกระดาษกรองไปเผาจนกลายเป็นเถ้าสีขาวแล้วนำมาหลอมกับโปแตสเซียมไพโรซัลเฟตประมาณ 1 กรัมอีกครั้งหนึ่ง ละลายสารที่หลอมได้ด้วยสารละลาย 4 % แอมโมเนียมออกซาลेट และกรองเอาตะกอนออก นำสารละลายที่กรองได้ไปรวมกับส่วนที่กรองได้ครั้งแรก แล้วทำให้ปริมาตรเป็น 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรในขวดมาตรฐาน หลังจากปรากฏว่าตะกอนที่เหลืออยู่เป็นตะกอนของซัลเฟต และซัลไฟเท่านั้น ไม่ปรากฏอื่น ๆ ที่จะหาเหลืออยู่เลย (ตรวจด้วยวิธีใช้ X-ray Fluorescence) ก็ให้ทิ้งตะกอนนั้นไปได้

4.5 การศึกษาทางคุณภาพและปริมาณวิเคราะห์โดย Atomic Absorption Spectrophotometric Technique

ในการวิเคราะห์เพื่อหาองค์ประกอบของสารตัวอย่างภาคแรกก็พบว่ามีความจำเป็นที่จะต้องใช้วิธีทางอะตอมมิกแอบซอร์ปชันสเปกโตรโฟโตเมทรี (atomic absorption spectrophotometry) นั้น จำเป็นต้องเลือก Hollow cathode lamp กระแสที่ใช้เปลวไฟที่ใช้สำหรับทำให้ธาตุเกิดเป็นอะตอม ความกว้างของ slit และความยาวคลื่นที่จะวัดให้เหมาะสม และถูกต้อง ซึ่งแสดงอยู่ในตารางที่ 4.1 สารตัวอย่างที่จะวิเคราะห์จะต้องทำให้เป็นสารละลาย ซึ่งเตรียมได้จาก 4.4.3 เสียก่อน แล้วจึงนำไปวิเคราะห์โดยวิธีต่อไป ผลของการวิเคราะห์แสดงอยู่ในตารางที่ 5.2 - 5.3

ส่วนการหาปริมาณวิเคราะห์ ซึ่งจะกระทำได้ก็ต่อเมื่อได้ตรวจพบแล้วว่ามีความจำเป็นจากนั้นจึงได้เตรียมสารละลายมาตรฐานให้มีปริมาณของธาตุ ปริมาณต่าง ๆ กัน จากสารละลายมาตรฐาน ซึ่งมีความเข้มข้น 1 มิลลิกรัม ต่อ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร โดยไปเปิดขนาดตามที่ต้องการ แล้วทำให้ครบ 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร ด้วยน้ำกลั่นชนิดกลั่น 2 ครั้ง และผ่านเรซินอีกครั้งหนึ่ง จากนั้นนำไปวัดค่า Absorbance โดยใช้เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์ปชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ผลของการทดลองแสดงในตารางที่ 5.1 นำค่า Absorbance ที่วัดได้เขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ค่า

Absorbance กับความเข้มข้นของธาตุจะได้เป็นกราฟมาตรฐานที่ใช้หาปริมาณของธาตุในสารตัวอย่างต่อไป ดังแสดงในรูปที่ 5.1 ถึง 5.4 จากค่า Absorbance ของสารตัวอย่างที่วัดได้ก็จะสามารถหาปริมาณของธาตุในสารตัวอย่างได้ ผลของการทดลองแสดงอยู่ในตารางที่ 5.2 และ 5.3

4.6 การหาปริมาณของธาตุที่สำคัญในภาคแร่คัมภ โดย ใช้ X-ray Fluorescence Technique

เนื่องจาก X-ray fluorescence spectroscopy เป็นเทคนิคที่ดี และให้ความแม่นยำ ถูกต้อง ตลอดจนมีความสามารถสูงวิธีหนึ่งตลอดจนสามารถทำการวิเคราะห์ได้กับสารตัวอย่างที่เป็นของแข็ง จึงทำให้สะดวกแก่การวิเคราะห์ ดังนั้นผู้วิจัยจึงได้ใช้เทคนิคนี้เข้าช่วยในการวิเคราะห์เพื่อตรวจสอบการวิเคราะห์และตรวจสอบธาตุบางชนิดที่วิธีอื่นใช้ไม่ได้โดยง่าย

4.6.1 การเตรียมสารมาตรฐาน

ในการเตรียมสารมาตรฐาน เพื่อใช้หาปริมาณของธาตุต่าง ๆ ในสารตัวอย่างซึ่งเป็นภาคแร่คัมภ โดยวิธี X-ray fluorescence technique นั้น มีความจำเป็นที่จะต้องเตรียมให้สารตัวอย่าง และสารมาตรฐานมีความคล้ายคลึงกันมากที่สุด จึงจะทำให้ผลของการวิเคราะห์โดยสถิติ ดังเห็น จากข้อมูลต่าง ๆ ที่ทราบแล้ว เช่น จากผลของการวิเคราะห์โดยวิธีทาง Atomic Absorption Spectrophotometry ตามตารางที่ 5.2 และ 5.3 และจากหนังสืออ้างอิง⁽³⁴⁾ ซึ่งได้แสดงส่วนประกอบในภาคแร่ (slag) ซึ่งมีแทนทาลัม และไนโอเบียมอยู่ประมาณ 4 - 12 % จากแหล่งแร่แหล่งละลานนี้ จึงได้นำข้อมูลเหล่านี้ มากำหนดปริมาณของสารเคมีแต่ละชนิด ที่จะนำมาผสมกันเป็นสารมาตรฐานขึ้นแสดงอยู่ในตารางที่ 4.2 และ 4.3 ซึ่งจะใช้ปริมาณของสารมาตรฐานหนักประมาณ 20 กรัม

ตารางที่ 4.1 แสดงปริมาณกระแสไฟฟ้าที่ใช้ ความยาวคลื่น ความกว้างของ slit (35) และชนิดของเปลวไฟที่ใช้ กับเครื่องอะตอมมิคแบบพรพรรณ

ธาตุ	กระแสไฟฟ้าที่ใช้ (mA)	ความยาวคลื่น (nm)	ความกว้างของ slit (μm)	ชนิดของเปลวไฟ*
Al	10	309.3	100	N-A
As	7	193.7	300	A-H, N-A, A-A
Ba	10	553.5	100	N-A
Ca	3	422.7	100	H-A
Co	5	240.7	25	A-A, A-C, A-P
Cr	3	357.9	100	A-A, N-A
Cu	3	324.8	100	A-A, A-P, A-C
Fe	5	248.3	50	A-A, A-C, A-P
Mg	3	285.2	100	A-A, N-A
Mn	5	279.5	50	A-A, A-C, A-P
Mo	5	313.3	100	N-A
Na	5	589.0	200	A-P, A-C, A-A
Ni	5	232.0	50	A-A, A-C, A-P
Pb	5	217.0	300	A-A, A-C, A-P
Si	15	251.6	50	N-A
Sn	5	224.6	100	N-A
Ti	20	364.3	50	N-A
V	20	318.5	50	N-A
W	20	255.1	25	N-A
Zn	5	213.9	100	A-A, A-C, A-P
Zr	20	360.1	25	N-A

- * A-A = Air - Acetylene
 A-C = Air - Coal gas
 A-P = Air - Propane
 N-A = Nitrous oxide - Acetylene

ตารางที่ 4.2 แสดงปริมาณของสารประกอบที่วิเคราะห์เตรียมสารมาตรฐานเพื่อค้นหาปริมาณของธาตุในกากแร่กัมพู (LOT TIN SLAG)

สารประกอบที่วิเคราะห์	น้ำหนัก(กรัม)	ปริมาณร้อยละ
Fe_2O_3^*	1.2043	5.94
TiO_2	2.4262	11.96
Nb_2O_5	2.4124	11.89
Ta_2O_5	3.0002	14.79
WO_3	0.0999	0.49
MoO_3^*	0.0816	0.40
SnO	0.3537	1.74
La_2O_3	0.1397	0.69
Ce_2O_3	0.2606	1.29
Pr_2O_3	0.1001	0.49
Dy_2O_3	0.6996	0.49
Gd_2O_3	0.0402	0.20
Nd_2O_3	0.1643	0.81
ThO_2	0.1015	0.50
ZrO_2	1.2107	5.97
CaO	0.5199	2.56
PbO_2	0.2246	1.11
SiO_2	2.8067	13.84
Al_2O_3	2.0020	9.87
MnO_2^*	0.4636	2.29
MgO	0.5891	2.90
NaHCO_3^*	1.9220	9.47
K_2CrO_4	0.0632	0.31
รวม	20.2861	100.00

ตารางที่ 4.3

แสดงปริมาณของสารประกอบที่ใช้เตรียมสารมาตรฐาน เพื่อหาปริมาณของธาตุต่าง ๆ ในกากแร่ดีบุก (LOW TIN SLAG)

สารประกอบที่ใช้	น้ำหนัก(กรัม)	ปริมาณร้อยละ
$Fe_2O_3^*$	3.2053	15.81
TiO_2^*	0.4022	1.98
Nb_2O_5	0.1949	0.96
Ta_2O_5	0.1754	0.87
WO_3	0.3515	1.73
MoO_3	0.1367	0.67
SnO^*	0.4367	2.15
ZrO_2	0.1069	0.53
CaO	2.5134	12.39
PbO_2	0.3771	1.86
SiO_2	5.9645	29.41
$Al_2O_3^*$	3.0162	14.87
MnO_2^*	0.2224	1.10
MgO^*	0.7094	3.50
$NaHCO_3^*$	1.0052	4.96
$K_2CrO_4^*$	0.0598	0.30
$BaCO_3$	1.4002	6.91
รวม	20.2778	100.00

หมายเหตุ :

- * จากผลการวิเคราะห์โดยวิธีอะตอมมิกแอปซอร์ปชัน
- ส่วนประกอบที่เหลือ ซึ่งไม่ได้ทำเครื่องหมาย * ได้จากข้อมูลอื่น (34) และได้จากการทดลอง X - ray Fluorescence technique

Atomic Num-ber	Element	K series					L series								
		K _α	K _β	K _{β1}	K _{β2}	K _γ	L _α	L _{α1}	L _{α2}	L _β	L _{β1}	L _{β2}	L _γ	L _{γ1}	L _{γ2}
1	Hydrogen	0.0136†													
2	Helium	0.0246†													
3	Lithium	0.055				0.052									
4	Beryllium	0.116‡				0.110									
5	Boron	0.192†				0.185									
6	Carbon	0.283				0.282									
7	Nitrogen	0.399				0.392									
8	Oxygen	0.531				0.523									
9	Fluorine	0.687†				0.677									
10	Neon	0.874*				0.851‡	0.048†	0.022†	0.022†						
11	Sodium	1.09*		1.067		1.041	0.055‡	0.034‡	0.031‡						
12	Magnesium	1.303		1.297		1.254	0.063	0.050	0.049						
13	Aluminum	1.559		1.553	1.487	1.485	0.037	0.073**	0.072**						
14	Silicon	1.838		1.832	1.740	1.739	0.118*	0.099**	0.098**						
15	Phosphorus	2.142		2.136	2.015‡	2.014‡	0.153*	0.129‡	0.128‡						
16	Sulphur	2.470		2.464	2.308	2.305	0.193*	0.164**	0.163**						
17	Chlorine	2.819‡		2.815	2.622	2.621	0.233*	0.203‡	0.202‡						
18	Argon	3.203		3.192‡	2.957	2.955	0.257*	0.247**	0.245**						
19	Potassium	3.607		3.589	3.313	3.310	0.311*	0.297**	0.294**						
20	Calcium	4.038		4.012	3.691	3.688	0.399*	0.352	0.349				0.34‡	0.341	
21	Scandium	4.496		4.460	4.090	4.085	0.462*	0.411**	0.406**				0.399	0.395	
22	Titanium	4.984		4.931	4.510	4.504	0.530*	0.460**	0.454**				0.455	0.452	
23	Vanadium	5.463		5.427	4.952	4.944	0.664*	0.519**	0.512**				0.619	0.610	
24	Chromium	6.088		6.016	5.414	5.405	0.670*	0.583**	0.574**				0.631	0.621	
25	Manganese	6.537		6.490	5.898	5.887	0.702*	0.650**	0.630**				0.647	0.636	
26	Iron	7.111		7.057	6.403	6.390	0.849*	0.721**	0.709**				0.717	0.704	
27	Cobalt	7.709		7.649	6.930	6.915	0.929*	0.791**	0.775**				0.790	0.775	
28	Nickel	8.331	8.328	8.204	7.477	7.460	1.015*	0.871**	0.853**				0.868	0.849	
29	Copper	8.930	8.928	8.904	8.047	8.027	1.100*	0.953	0.933				0.948	0.928	
30	Zinc	9.660	9.657	9.571	8.638	8.615	1.200*	1.045	1.022				1.032	1.009	
31	Gallium	10.368	10.365	10.263	9.251	9.234	1.30*	1.134**	1.117**				1.122	1.096	
32	Germanium	11.103	11.100	10.981	9.885	9.854	1.42*	1.248**	1.217**				1.216	1.186	
33	Argenic	11.863	11.863	11.725	10.543	10.507	1.529	1.359	1.323				1.317	1.282	
34	Selenium	12.652	12.651	12.495	11.221	11.181	1.632	1.473	1.434				1.419	1.379	
35	Bromine	13.475	13.465	13.290	11.923	11.877	1.794‡	1.590**	1.552**				1.528	1.480	
36	Krypton	14.323	14.313	14.112	12.648	12.597	1.931‡	1.727**	1.675**				1.638‡	1.587**	
37	Rubidium	15.201	15.184	14.960	13.394	13.335	2.067	1.866	1.806				1.752	1.694	1.692
38	Strontium	16.106	16.083	15.834	14.164	14.097	2.221	2.005	1.941				1.872	1.806	1.805
39	Yttrium	17.037	17.011	16.736	14.957	14.882	2.369	2.154	2.079				1.996	1.922	1.920
40	Zirconium	17.998	17.969	17.666	15.774	15.690	2.547	2.305	2.220	2.302	2.219		2.124	2.042	2.040
41	Niobium	18.987	18.951	18.621	16.514	16.520	2.706	2.467**	2.374	2.462	2.367		2.257	2.166	2.163
42	Molybdenum	20.002	19.964	19.607	17.475	17.373	2.884	2.627	2.523	2.623	2.518		2.395	2.293	2.290
43	Technetium	21.054‡	21.012‡	20.555‡	18.410‡	18.328‡	3.054‡	2.795‡	2.677‡	2.792‡	2.674‡		2.534‡	2.424‡	2.420‡
44	Ruthenium	22.118	22.072	21.655	19.278	19.149	3.236‡	2.966‡	2.837‡	2.964‡	2.836‡		2.683‡	2.558‡	2.554‡
45	Rhodium	23.224	23.169	22.721	20.214	20.072	3.419‡	3.145‡	3.002‡	3.144‡	3.001‡		2.834‡	2.696‡	2.692‡
46	Palladium	24.347	24.297	23.816	21.175	21.018	3.617‡	3.329‡	3.172‡	3.324‡	3.172‡		2.990‡	2.838‡	2.833‡
47	Silver	25.517	25.454	24.942	22.162	21.983	3.810‡	3.528‡	3.352‡	3.519‡	3.348‡		3.151‡	2.984‡	2.978‡
48	Cadmium	26.712	26.641	26.093	23.172	22.982	4.019‡	3.727‡	3.538‡	3.716‡	3.525‡		3.316‡	3.133‡	3.127‡
49	Indium	27.928	27.859	27.274	24.207	24.000	4.237‡	3.939‡	3.729‡	3.920‡	3.718‡		3.487‡	3.287‡	3.279‡
50	Tin	29.190	29.106	28.483	25.272	25.042	4.464‡	4.157‡	3.928‡	4.131‡	3.904‡		3.662‡	3.444‡	3.435‡

TABLE 4.4

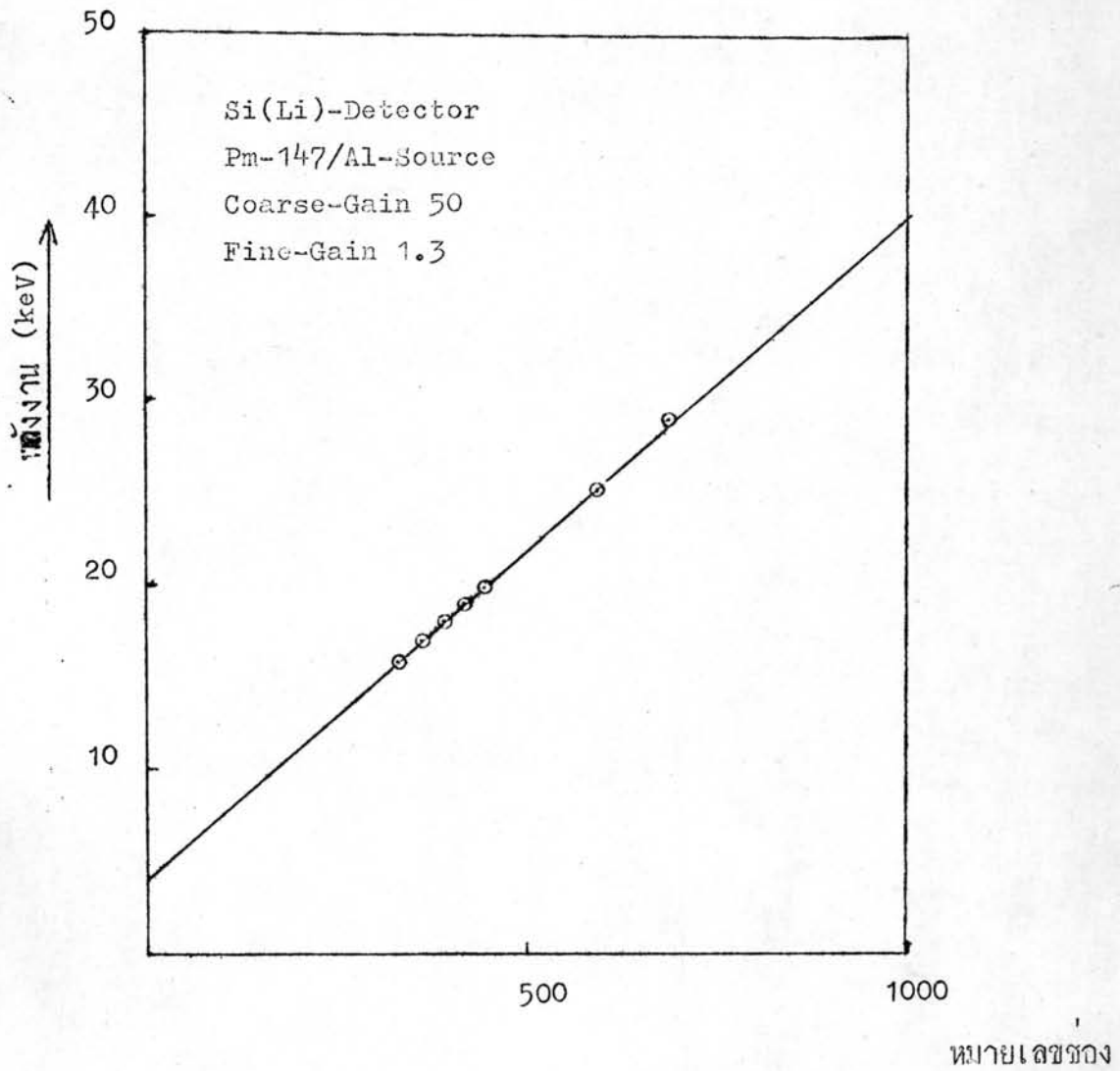
TABLE 4.4
 X-RAY FLUORESCENCE SPECTRA OF ELEMENTS
 (36)

4.6.2 การศึกษาทางคุณภาพและปริมาณวิเคราะห์โดยใช้ X-ray Fluorescence Techniques

ในการวิเคราะห์เนื้อโลหะธาตุที่เป็นองค์ประกอบของถากบร่กุ่ม โดยใช้ X-ray fluorescence technique นั้น ขั้นตอนจะก่อกำกราฟมาตรฐาน ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานของรังสีเอกซ์ที่เกิดขึ้นจากธาตุกับหมายเลขของ (channel number) ของเครื่องวัดรังสี โดยนำธาตุบริสุทธิ์ต่าง ๆ เช่น เหล็ก เซอร์โคเนียม ไนโอเบียม โมลิบดีนัม และคีมุก ไปกระตุ้น (activate) ด้วยพลังงานจากรังสีที่ส่งมาจากแหล่งกำเนิด $Pm-147/Al$ แล้ววัดรังสีเอกซ์ที่เกิดขึ้นจากธาตุต่าง ๆ ด้วยเครื่องแยกวัดพลังงาน (multi-channel analyzer) เพื่อหาว่าหมายเลขของรังสีเอกซ์ของธาตุนั้น ๆ เกิดขึ้นซึ่งอาจเป็น $K_{\alpha 1}$, $K_{\beta 1}$, $L_{\alpha 1}$ หรือ $L_{\beta 1}$ แล้วนำมาเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานรังสีเอกซ์ของแต่ละธาตุ ซึ่งดูจากการวางแสดงพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอนรอบนิวเคลียส (ตารางที่ 4.4) กับหมายเลขของ กรังรูปที่ 4.2 และตารางที่ 4.5

ตารางที่ 4.5 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานรังสีเอกซ์กับหมายเลขของเครื่องแยกวัดพลังงาน โดยใช้ $Pm-147/Al$ เป็นต้นกำเนิดรังสี

ธาตุบริสุทธิ์	หมายเลขช่อง	พลังงานรังสีเอกซ์
Fe	93	$K_{\beta 1}$ 7.057
Zr	352	$K_{\alpha 1}$ 15.774
	406	$K_{\beta 1}$ 17.666
Nb	378	$K_{\alpha 1}$ 16.614
	434	$K_{\beta 1}$ 18.621
Mo	402	$K_{\alpha 1}$ 17.478
	461	$K_{\beta 1}$ 19.607
Sn	619	$K_{\alpha 1}$ 25.270
	712	$K_{\beta 1}$ 28.483



รูปที่ 4.2

กราฟแสดงความสัมพันธ์ของพลังงานรังสีเอกซ์กับหมายเลขช่องของเครื่องแยกวัดพลังงานชนิด 1024 ช่อง

สำหรับสารตัวอย่างกากแร่คีมุกซึ่งบดละเอียดแล้ว นำมาประมาณ 20 กรัม ใช้ในภาชนะโพลีเอทิลีนขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 5.4 เซนติเมตร สูง 2.5 เซนติเมตร ซึ่งด้านล่างของภาชนะเป็นแผ่นกระดาษแก้วหรือแผ่นโพลีโพรพิลีน (Polypropylene film) แล้วนำไปกระตุ้น (activate) และวัดรังสีเช่นเดียวกับสารมาตรฐานข้างบน โดยใช้ เวลา 400 วินาที ลักษณะของสเปกตรัมที่เกิดขึ้นแสดงอยู่ในรูปที่ 5.5 ถึงรูปที่ 5.6 จากหมายเลขของพีค (peak) ที่เกิดขึ้นนำไปเทียบหาพลังงานรังสีเอกซ์ จากกราฟมาตรฐาน รูปที่ 4.2 จากพลังงานของรังสีเอกซ์ที่ทราบก็จะสามารถทราบได้ว่าเป็นธาตุอะไร ผลของการทดลองแสดงอยู่ในตารางที่ 5.4 และ 5.5

ส่วนในการวิเคราะห์ เพื่อหาปริมาณขององค์ประกอบในสารตัวอย่าง กากแร่คีมุกนี้ ได้จากการเปรียบเทียบปริมาณรังสีเอกซ์ที่เกิดขึ้นจากสารตัวอย่างกากแร่คีมุกกับ สารมาตรฐานที่เตรียมขึ้นมา 4.6.1 หรือตารางที่ 4.2 และ 4.3 ลักษณะของสเปกตรัม ของสารทั้งสองแสดงอยู่ในรูปที่ 5.5 และรูปที่ 5.6 ผลของการทดลองเพื่อหาปริมาณในสาร ตัวอย่างแสดงอยู่ในตารางที่ 5.4 และ 5.5

4.7 การศึกษาหาวิธีวิเคราะห์ธาตุที่จะใช้เทคนิคการแลกเปลี่ยนไอออน

เนื่องจากธาตุที่ต้องทราบปริมาณหลังจากย่านเรซินมีหลายธาตุด้วยกัน และมีวิธี หาปริมาณแตกต่างกัน จึงได้พยายามเลือกวิธีที่ให้ความสามารถในการวิเคราะห์สูง (sensitivity) และความถูกต้องสูง ดังนั้นผู้วิจัยจำเป็นต้องศึกษาเพื่อหาวิธีวิเคราะห์ แต่ละธาตุให้ได้ผลดีเสียก่อน โดยศึกษากับสารละลายมาตรฐาน จากนั้นจึงนำไปใช้ เป็นวิธี วิเคราะห์กับสารตัวอย่างกากแร่คีมุกต่อไป การศึกษานี้ได้แบ่งการทดลองเป็น 2 กลุ่มคือ

กลุ่มที่ 1 เป็นธาตุที่สามารถหาปริมาณได้ค้ทางสเปกโตรโฟโตเมตรี โดยให้ธาตุ ที่จะหาปริมาณทำปฏิกิริยากับสารบางชนิด เพื่อให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อนที่มีสี ซึ่งได้แก่ แพนทาลัม ไนโอเบียม และทังสเตน

กลุ่มที่ 2 เป็นธาตุที่สามารถหาปริมาณได้ค้โดยวิธีทางอะตอมมิคแอปซอร์ปชัน สเปกโตรโฟโตเมตรี ซึ่งมีไทเทเนียม โพลีโคบอลัม และเหล็ก

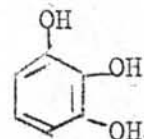
4.7.1 การศึกษาวิธีหาปริมาณแทนทาลัม

การศึกษาเกี่ยวกับการวิเคราะห์หาปริมาณโลหะแทนทาลัม ได้กระทำกับ
 มาหลายวิธี ซึ่งมีผลงานปรากฏอยู่หลายวิธีด้วยกัน ดังที่ได้กล่าวมาแล้วในข้อ 2.3.2 ซึ่ง
 โลหะแทนทาลัมสามารถเกิดสารประกอบเชิงซ้อนกับไฮโรแกลลอล(pyrogallol*) และให้สาร
 ประกอบเชิงซ้อนที่มีสีเหลืองในสารละลายกรดที่ pH 1 ถึง 2 ตามวิธีของ Hunt และ Wells (19)
 ซึ่งอยู่ในสารละลายกรดซัลฟูริก 0.2 % แอมโมเนียมออกซาลेट 4 % โปแตสเซียมไฮโดร-
 ซัลเฟต 2 % และมีไฮโรแกลลอล 1.6 % ซึ่งสามารถดูดกลืนแสง(absorb) ได้ที่ความ
 ยาวคลื่น 400 นาโนเมตร ซึ่งสีที่เกิดขึ้นเปลี่ยนแปลงได้ตาม pH ของสารละลาย ถ้าแทน
 ทาลัมด้วยกรดไฮโครลลอร์ริก และเพิ่มความเข้มข้นของกรดให้มากขึ้นเป็น 4 โมลาร์ (20)
 ในสารละลายที่มีออกซาลेट 0.375 กรัมต่อ 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร ซึ่งเป็นวิธีของ Dinnin
 แล้วจะให้สารประกอบเชิงซ้อนของแทนทาลัมและไฮโรแกลลอล ที่มีการดูดกลืนแสงมากที่สุดที่
 ความยาวคลื่น 325 นาโนเมตร และวิธีนี้สามารถลดการรบกวนของไทเทเนียม และ
 โนโบเบียมลง นอกจากนี้ Merzys (36) ก็ได้ปรับปรุงวิธีของ Dinnin ซึ่งทำในสารละลาย
 กรดคาร์บอริกที่มีออกซาลेट 0.75 % และกรดไฮโครลลอร์ริก 4 โมลาร์ ซึ่งสารประกอบ
 เชิงซ้อนระหว่างแทนทาลัมและไฮโรแกลลอลโดยวิธีนี้ จะดูดกลืนแสงมากที่สุดที่ความยาวคลื่น
 350 นาโนเมตร ทั้งนี้เมื่อใช้สารละลายไฮโรแกลลอลเป็นตัวเปรียบเทียบ(reagent blank)

4.7.1.1 วิธีเตรียมสารละลายต่าง ๆ

สารละลายมาตรฐานแทนทาลัม ซึ่งแทนทาลัมเพนทอกไซด์(Ta_2O_5)
 ที่บริสุทธิ์และอบให้แห้งหนัก 0.1 กรัมสามารถกับโปแตสเซียมไฮโดรซัลเฟต 2 กรัมให้เข้ากันได้
 แล้วนำไปหลอมในแก้วใส่ปาก และละลายส่วนที่เหลือในตามวิธีในหัวข้อ 4.4.1 จะได้สารละลาย
 ที่มีแทนทาลัมเพนทอกไซด์ 1 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร เพื่อใช้เตรียมสารละลายได้
 มีปริมาณของแทนทาลัมตามที่ต้องการต่อไป

* pyrogallol ก็คือ pyrogalllic acid มีสูตรโครงสร้างเป็น
 สูตรโมเลกุลคือ $C_6H_3(OH)_3$



สารละลายไพโรแกลลอลในกรด ตั้งไพโรแกลลอลมา 20 กรัม ละลายในกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นปริมาณ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำกลั่นสกัดโรค-เข้มข้น 2 โมลาร์ปริมาณ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วทำให้มีปริมาตรเป็น 100 ลูกบาศก์-เซนติเมตรในขวดมาตรฐาน ในการเตรียมสารละลายสกัดโรคเข้มข้น 2 โมลาร์ ซึ่งสกัดโรค 22.6 กรัม ละลายในกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น แล้วทำให้มีปริมาตร 50 ลูกบาศก์เซนติเมตรด้วยกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น สารละลายไพโรแกลลอลที่ได้นี้สามารถเก็บไว้ใช้ได้หลายวัน

สารละลายไพโรซัลเฟต-แอมโมเนียมออกซาลเดค ตั้งไปแอสเตรียมไพโรซัลเฟตมา 5 กรัม นำไปหลอมในเตาไฟฟ้า แล้วละลายส่วนที่หลอมนี้ด้วยสารละลายแอมโมเนียมออกซาลเดคเข้มข้น 4 %

สารละลายไฮโดรคลอริก-กรดออกซาลิก-ไฮโครเจนเปอร์ออกไซด์ เตรียมสารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ ดังนี้ 1.0, 1.5, 2.0, หรือ 3.0 โมลาร์ในกรดออกซาลิก 0.5 โมลาร์ และ 0.01 โมลาร์ไฮโครเจนเปอร์ออกไซด์

4.7.1.2 การศึกษา Absorption Spectra ของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างแทนทาลัมและไพโรแกลลอล

เพื่อที่จะศึกษาว่า สารประกอบเชิงซ้อนระหว่างแทนทาลัม และไพโรแกลลอล ในกรดนั้นดูดกลืนแสงได้ที่ความยาวคลื่นเท่าใด รวมทั้งศึกษาความแตกต่างของ Absorption Spectra ที่ได้จากสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างแทนทาลัม และไพโร-แกลลอล เมื่อเทียบกับน้ำ กับลักษณะของสเปกตรัมที่ได้จากสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างแทนทาลัม และไพโรแกลลอล เมื่อเทียบกับสารละลายไพโรแกลลอล ลักษณะของ Absorption Spectra ดังแสดงในรูปที่ 5.7

การเตรียมสารละลายของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างแทนทาลัม และไพโรแกลลอลนั้นได้จากการนำสารละลายมาตรฐานแทนทาลัม (1 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)

มา 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ลงในขวดมาตรฐานขนาด 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำละลายไฮโดรซัลเฟต-แอมโมเนียมเป็นออกซาเลตลงไปให้ปริมาตรรวมของสารละลายทั้งสองที่เดิมเป็น 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วเติมน้ำละลายไฮโดรแกดอลอด 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำจนมีปริมาตรรวม 25 ลูกบาศก์เซนติเมตรจะได้สารประกอบเชิงซ้อนระหว่างแทนทาลัมและไฮโดรแกดอลอดเป็นสีเหลือง นำไปวัดค่า Absorption Spectra โดยใช้ค่าเป็นตัวแทนเปรียบเทียบในช่วงความยาวคลื่น 300 - 600 นาโนเมตร ลักษณะของ Absorption spectra ได้แสดงไว้ในตารางรูปที่ 5.7 กราฟ ก.

สำหรับการศึกษาเปรียบเทียบสารละลายไฮโดรแกดอลอดนั้น เปรียบเทียบเคียงกับสารละลายของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างแทนทาลัมและไฮโดรแกดอลอด เพียงแต่ไม่ต้องเติมน้ำละลายมาตรฐานแทนทาลัมเท่านั้น ลักษณะของ Absorption Spectra เมื่อเทียบกับน้ำได้แสดงในรูปที่ 5.7 กราฟ ข.

ครั้งเมื่อนำสารละลายของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างแทนทาลัมและไฮโดรแกดอลอดไปหา Absorption Spectra โดยใช้สารละลายไฮโดรแกดอลอดเป็นตัวแทนเปรียบเทียบพบว่า การดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างแทนทาลัมและไฮโดรแกดอลอดมากที่สุดที่ความยาวคลื่น 400 นาโนเมตร เช่นกัน ดังแสดงในรูปที่ 5.7 กราฟ ก.

4.7.1.3 การศึกษาผลของกรดไฮโดรคลอริกที่มีต่อ Absorption Spectra

เพื่อจะศึกษาว่า กรดไฮโดรคลอริกมีผลอย่างไรต่อ Absorption Spectra ของสารละลายของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างแทนทาลัมและไฮโดรแกดอลอด (เปรียบเทียบวิธีในข้อ 4.7.1.2 ดังที่กล่าวมาแล้ว) โดยเติมน้ำละลายของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างแทนทาลัมและไฮโดรแกดอลอดในกรดไฮโดรคลอริกที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ ดังนี้ คือ 0.1, 0.3, 0.5, 0.8, 1.0, 2.0 โมลาร์ตามลำดับ โดยเติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นลงไป 0.20, 0.63, 1.05, 1.70, 2.08, และ 4.18 ลูกบาศก์เซนติเมตร ที่ละขวดตามลำดับ แล้วเติมน้ำจนครบ 25 ลูกบาศก์เซนติเมตรในขวดมาตรฐาน แล้วนำไปวัดค่า

Absorbance ที่ความยาวคลื่น 400 นาโนเมตร โดยใช้สารละลายไฮโดรคลอไรด์เป็นแก้ว
เปรียบเทียบ ดังแสดงในตารางที่ 5.6 และลักษณะของ Absorption Spectra ที่เกิดขึ้น
ได้แสดงในรูปที่ 5.8 และกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Absorbance และความ
เข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริกในสารละลายได้แสดงในรูปที่ 5.9

จากผลการทดลองในตารางที่ 5.6 จะเห็นได้ว่าค่า Absorbance
ที่ความยาวคลื่น 400 นาโนเมตรขึ้นอยู่กับปริมาณกรดไฮโดรคลอริก เมื่อปริมาณกรดไฮโดรคลอริก
เพิ่มขึ้น ค่า Absorbance จะลดลง และค่าหนึ่งของการดูดกลืนแสงที่มากที่สุดจะเปลี่ยนไป
ที่ 325 นาโนเมตร ในการศึกษาขั้นต่อไป ซึ่งจะหาในระบบของกรดไฮโดรคลอริก จึงเป็น
ปัญหายากในการหาปริมาณแทนค่าโดยวิธีนี้ ดังนั้นจึงได้ทำการศึกษาวิธีการหาปริมาณ
แทนค่าในระบมนี โดยคิดว่า กรดที่จะกำจัดกรดไฮโดรคลอริกออกจากสารละลาย โดย
การอุ่นไต่กรดไฮโดรคลอริกที่อุณหภูมิประมาณ 60 - 80 องศาเซลเซียส จนหมดกรด

4.7.1.4 การศึกษานผลของการไต่กรดไฮโดรคลอริกออกจากสารละลาย แทนค่าในกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้นต่าง ๆ แล้วจึงนำไปทำให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อน กับไฮโดรคลอไรด์

ปีเปตสารละลายมาตรฐานแทนค่ามา 1.25 ลูกบาศก์เซนติเมตร
ใส่ในขวดรูปกรวยแล้วเติมสารละลายกรดไฮโดรคลอริก-กรดออกซาลิก-ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์
ที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ ดังแสดงในตารางที่ 5.7 ลงไป 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วนำไป
อุ่นใน water bath ที่อุณหภูมิ 60 - 80 องศาเซลเซียส ระเหยได้ไฮโดรเจนคลอไรด์
จนแห้ง เติมน้ำลงไปเล็กน้อยจนตะกอนที่เหลือละลายแล้วระเหยต่อไปจนแห้งอีกครั้งหนึ่ง
เติมน้ำลงไปอีกจนตะกอนละลาย หึ่งไว้ให้เย็น (แต่หึ่งนี้ต้องไม่เย็นเกินไป เพราะออกซาลิก
จะตกผลึก) ถ่ายใส่ขวดมาตรฐานขนาด 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วเติมสารละลาย
ไฮโดรซัลเฟต-แอมโมเนียมออกซาลิกลงไป 3.75 ลูกบาศก์เซนติเมตร และเติมสารละลาย
ไฮโดรคลอไรด์ในกรไป ลงไป 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร และเติมน้ำจนครบ 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร
เขย่าให้เข้ากันอย่างดี จะได้สารละลายของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างแทนค่า และ

ไฟโรแกลลอล นำไปวัดหา Absorption Spectra โดยเทียบกับสารละลายไฟโรแกลลอล ซึ่งเตรียมเหมือนกับวิธีเตรียมสารละลายของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างแทนทาลัมและไฟโรแกลลอลดังกล่าวข้างต้นนี้ เพียงแต่ไม่ต้องเติมสารละลายมาตรฐานแทนทาลัม ลักษณะของ Absorption Spectra ปรากฏว่าสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างแทนทาลัมและไฟโรแกลลอลที่เตรียมโดยวิธีนี้ มีการดูดกลืนแสงมากที่สุดที่ 400 นาโนเมตร และค่า Absorbance ที่วัดได้เมื่อเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริกมีค่าเกือบคงที่ ดังแสดงในตารางที่ 5.7

4.7.1.5 การศึกษาผลของเวลาที่ถือการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างแทนทาลัมและไฟโรแกลลอล

เพื่อจะศึกษาว่า สารละลายของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างแทนทาลัมและไฟโรแกลลอล ซึ่งเตรียมโดยวิธีอุบลไฮโดรเจนคลอไรด์มีความเสถียรแค่ไหน โดยนำเอาสารละลายมาตรฐานแทนทาลัมเติมสารละลายกรดไฮโดรคลอริก กรดออกซาลิก ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ตามวิธีในข้อ 4.7.1.4 มาเพียง 1 ตัวอย่าง แล้วนำไปอุบลไฮโดรเจนคลอไรด์ที่ 60 - 80 องศาเซลเซียส จึงนำมาเติมสารละลายไฟโรซัลเฟต แอมโมเนียมออกทาลิก และสารละลายไฟโรแกลลอล เพื่อให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อนนำไปวัดค่า Absorbance ที่ความยาวคลื่น 400 นาโนเมตร ทุก ๆ 10 นาทีเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ผลการวัดได้แสดงในตารางที่ 5.8

4.7.1.6 การศึกษาเกี่ยวกับการรบกวน (Interferences) จากสารอื่น ๆ ที่มียอยู่ในสารตัวอย่าง

จากผลของการทดลองมาแล้วข้างต้นว่าสารตัวอย่างที่จะทำการวิเคราะห์มีธาตุอะไรบ้างเป็นองค์ประกอบ เพื่อให้การวิเคราะห์หาปริมาณได้ถูกต้อง จึงจะต้องศึกษาก่อนว่าธาตุเหล่านั้น มีการรบกวนซึ่งกันและกันหรือไม่ ธาตุที่จะทำการทดลองมีทั้งสแตนิโอลัม คอปเปอร์ เหล็ก ไนโอเบียม โทเทเนียม เซอร์โคเนียม คอปเปอร์ และซิลิกอน โดยใช้สารตัวอย่างเหล่านี้อย่างละ 100 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ยกเว้นโทเทเนียมใช้เพียง 25 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ทำให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อนกับไฟโรแกลลอล ตามวิธี

ในข้อ 4.7.1.4 แล้วนำไปหา Absorption Spectra และวัด Absorbance ที่ความยาวคลื่น 400 นาโนเมตร ผลการวัดแสดงในตารางที่ 5.9 และลักษณะของสเปกตรัมแสดงในรูปที่ 5.10

4.7.1.7 การทำกราฟมาตรฐานสำหรับหาปริมาณแทนทาลัม

หลังจากได้ศึกษาผลของกรดไฮโดรคลอริกที่มีอยู่ในสารละลายแทนทาลัมซึ่งมีปริมาณความเข้มข้นต่าง ๆ กัน และความเสถียรของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างแทนทาลัม และไทโรแกลลอล ซึ่งเตรียมโดยวิธีการอุ่นได้ไฮโดรเจนคลอไรด์ออกไป จะเห็นได้ว่าวิธีการที่ใช้ได้ผลในกรณีที่มีกรดไฮโดรคลอริกปนอยู่ในสารละลาย จึงใช้วิธีทำการหาปริมาณสำหรับหาปริมาณแทนทาลัมดังต่อไปนี้

ปิเปตสารละลายมาตรฐานแทนทาลัมเพนอะออกไซด์ (1 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร) 0.25 ลูกบาศก์เซนติเมตร ถึง 2.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ลงในขวดรูปกรวยขนาด 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติบสารละลายกรดไฮโดรคลอริก-ออกซาลิกลงไป 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วนำไปอุ่นบน water bath ที่อุณหภูมิ 60 - 80 องศาเซลเซียส ระเหยจนแห้งเหลือตะกอนขาวก็เติมน้ำเล็กน้อย แล้วระเหยจนแห้งอีกครั้งหนึ่งเพื่อไล่ไฮโดรเจนคลอไรด์ออก เมื่อระเหยจนน้ำแห้ง 2 ครั้ง นำมาเติมน้ำเล็กน้อย แล้วถ่ายใส่ขวดมาตรฐานขนาด 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร ฉีกฉีกภายในขวดรูปกรวยแล้วถ่ายสารละลายในขวดรูปกรวยลงในขวดมาตรฐาน จึงเติมสารละลายไพโรซิลเฟต-แอมโมเนียมออกซาลेटลงไปโดยคำนวณปริมาณรวมของสารละลายมาตรฐานแทนทาลัม และสารละลายไพโรซิลเฟต-แอมโมเนียมออกซาลेटเป็น 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วจึงเติมสารละลายไพโรแกลลอล 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำจนมีปริมาตรรวม 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร (คิดเป็นปริมาณแทนทาลัม 10 ถึง 100 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร) เขย่าแล้วทิ้งทิ้งไว้สักพักหนึ่ง จึงนำไปวัดค่า Absorbance ที่ความยาวคลื่น 400 นาโนเมตร โดยใช้สารละลายไพโรแกลลอล ซึ่งเตรียมตามวิธีข้างต้น เพียงอย่างเดียวโดยไม่มีสารละลายมาตรฐานแทนทาลัม เป็นตัวเปรียบเทียบผลการทดลองแสดงในตารางที่ 5.10 และรูปที่ 5.11

4.7.2 การศึกษาวิธีหาปริมาณไนโอเบียม

การศึกษาเกี่ยวกับการหาปริมาณไนโอเบียมมักศึกษาพร้อมกับสารหาปริมาณของแทนทาลัม ซึ่งได้มีผู้ศึกษาอยู่หลายวิธีด้วยกัน เช่น Hunt และ Wells (24) ได้หาปริมาณไนโอเบียมโดยใช้สารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ในกลาง ทำให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อนของไนโอเบียมและไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ในสารละลายซึ่งมี pH 7 ถึง 8 แล้ววัดค่า Absorbance ที่ความยาวคลื่น 410 นาโนเมตร ในการศึกษานี้จึงได้ใช้วิธีของ Hunt และ Wells เป็นพื้นฐานในการหาปริมาณไนโอเบียม

4.7.2.1 วิธีเตรียมสารละลายต่าง ๆ

สารละลายมาตรฐานไนโอเบียม เตรียมตามวิธีในหัวข้อ 4.4.2 จะได้สารละลายมาตรฐานไนโอเบียม 1 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร (1000 ppm.)

สารละลายโซเดียมซัลไฟต์ 20 % ละลาย Na_2SO_3 20 กรัม ในน้ำแล้วเติมน้ำเป็น 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรในขวดมาตรฐาน ให้เตรียมสารละลายก่อนใช้

สารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ในด่าง (Alkaline Pyrogallol)
ละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 1 กรัมใน 20 % สารละลายโซเดียมซัลไฟต์ประมาณ 30 ลูกบาศก์เซนติเมตร และกรองสารละลายนี้ผ่านกระดาษกรองเบอร์ 42 ลงในขวดมาตรฐานขนาด 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร ล้างกระดาษกรองด้วยสารละลายโซเดียมซัลไฟต์ แล้วทำให้มีปริมาตรเป็น 50 ลูกบาศก์เซนติเมตรด้วยสารละลายโซเดียมซัลไฟต์ สารละลายนี้ต้องเตรียมใหม่ ๆ ก่อนที่จะนำไปใช้ เพราะมันจะมีสีหลังจากเตรียมได้ 2 - 3 ชั่วโมง

สารละลายไฮโดรซัลเฟต-แอมโมเนียมออกซาลेट เตรียมเช่นเดียวกับ การเตรียมสารละลายในวิธีการหาปริมาณแทนทาลัม

สารละลายไฮโดรคลอริก-กรดออกซาลิก เตรียมเช่นเดียวกับเตรียมสารละลายในการหาปริมาณแทนทาลัม

4.7.2.2 การศึกษาลักษณะของ Absorption Spectra ของสารประกอบ เชิงซ้อนระหว่าง ไนโอเบียมและไทโรแกลลอล

เพื่อที่จะศึกษาว่า สารประกอบเชิงซ้อนระหว่างไนโอเบียมและไทโรแกลลอลในค่างั้นดูดกลืนแสงได้ดีที่ความยาวคลื่นเท่าใด และมีลักษณะของ Absorption Spectra เป็นอย่างไร เมื่อเทียบกับสารละลายไทโรแกลลอลในค่าง

ขั้นแรกของการเตรียมสารละลายของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างไนโอเบียมและไทโรแกลลอล โดยนำสารละลายมาตรฐานไนโอเบียมมาจำนวนหนึ่งที่เหมาะสมใส่ลงในขวดมาตรฐานขนาด 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมสารละลายไทโรซัลเฟต-แอมโมเนียมออกซาลेटลงไป 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร และสารละลายไทโรแกลลอล 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำจืดปริมาตร 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร จะได้สารละลายของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างไนโอเบียมและไทโรแกลลอลเป็นสีเหลือง เมื่อนำไปวัด pH ของสารละลายได้ 7.45 แล้วนำไปวัดหา Absorption Spectra โดยใช้สารละลายไทโรแกลลอล ซึ่งเตรียมเช่นเดียวกับสารละลายของสารประกอบไนโอเบียมและไทโรแกลลอลเพียงแต่ไม่ตองเติมสารละลายไนโอเบียมมาตรฐานเป็นตัวแทนเปรียบเทียบ วัดในช่วงความยาวคลื่น 300 - 550 นาโนเมตร ลักษณะของ Absorption Spectra ได้แสดงในรูปที่ 5.12

4.7.2.3 การศึกษามวลของ pH ที่มีค่า Absorbance ของสารละลาย ของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างไนโอเบียมและไทโรแกลลอล

เพื่อศึกษาว่า เมื่อ pH ของสารละลายเปลี่ยนแปลงไปจะมีผลอย่างไรต่อ Absorption Spectra และค่า Absorbance เนื่องจากในการศึกษาหาปริมาณของ ไนโอเบียมโดยการแยกด้วยวิธีการแลกเปลี่ยนไอออนนั้น ทำในระบบของกรดไฮโดรคลอริก ซึ่งอาจจะมิได้ลดต่อการหาปริมาณไนโอเบียมโดยวิธีนี้ได้ จึงได้ศึกษามวลของ pH ของสารละลายที่อาจมีค่า Absorbance โดยนำสารละลายมาตรฐานไนโอเบียม (1 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร) มา 0.25 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมสารละลายไทโรซัลเฟต-แอมโมเนียมออกซาลेट และสารละลาย

ไฟโรแกลลอล อย่างละ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร นำไปวัด pH ของสารละลาย และปรับ pH ให้อยู่ช่วงต่าง ๆ กันจาก 4.7 ถึง 8.5 ด้วยกรดไฮโดรคลอริก และโซเดียมไฮดรอกไซด์ ภายใต้อุณหภูมิห้องในขวดมาตรฐานขนาด 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วล้างบีกเกอร์ด้วยน้ำกลั่น เล็กน้อย ภายใต้อุณหภูมิห้อง เติมน้ำจนมีปริมาตรรวม 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร ปิดจุก แล้วเขย่าให้เข้ากันดี วัด pH ของสารละลายอีกครั้ง แล้วแบ่งสารละลายไปวัดค่า

Absorbance ที่ความยาวคลื่น 355 นาโนเมตร เทียบกับสารละลายไฟโรแกลลอลที่เตรียม โดยวิธีดังกล่าวข้างต้นนี้ เพียงแต่ไม่ต้องเติมสารละลายมาตรฐานไนโอเบียม ค่า Absorbance ที่วัดได้ของสารละลายของสารประกอบเชิงซ้อนไนโอเบียมกับไฟโรแกลลอล ที่ pH ต่าง ๆ กัน ใกล้เคียงกันในผลการทดลองในตารางที่ 5.11 และกราฟรูปที่ 5.13

4.7.2.4 การศึกษาความสัมพันธ์ของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างไนโอเบียม กับไฟโรแกลลอล

เพื่อจะศึกษาความสัมพันธ์ของสารประกอบเชิงซ้อนที่เวลาต่าง ๆ โดยนำเอาสารละลายมาตรฐานไนโอเบียม (1 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร) มา 0.25 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมสารละลายไฟโรซัลเฟตแอมโมเนียมออกซาลेट และสารละลายไฟโรแกลลอลอย่างละ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วปรับ pH ให้เป็นประมาณ 7 แล้วนำไปทำให้เป็นสารละลาย 25 ลูกบาศก์เซนติเมตรในขวดมาตรฐาน นำสารละลายที่ได้ไปวัดค่า Absorbance ที่ความยาวคลื่น 355 นาโนเมตร โดยมีสารละลายไฟโรแกลลอลเป็นตัวเปรียบเทียบ โดยวัดทุก ๆ 5 นาทีเป็นเวลา 1 ชั่วโมง ผลการทดลองได้แสดงในตารางที่ 5.12

4.7.2.5 การศึกษาเกี่ยวกับการรบกวน (Interference) จากสารอื่น ๆ ในวิธีหาปริมาณไนโอเบียม

โลหะที่ใช้ตรวจสอบว่าจะรบกวนต่อการหาปริมาณของไนโอเบียมหรือไม่ มีแทนทาลัม ไทเทเนียม โมลิบดีนัม ทังสแตน โดยใช้ทั้งสแตนไดรอกไซด์ และแทนทาลัมแทนตะออกไซด์ที่มีปริมาณอย่างละ 50 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

ไทเทเนียมไดออกไซด์ และโมลลิบดีนัมไดออกไซด์ อย่างละ 10 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ในสารละลายของสารประกอบเชิงซ้อนกับไพโรแกลลอล ซึ่งเตรียมได้โดยนำสารละลาย-
มาตรฐานทั้งสแตนไดรอกไซด์ หรือแทนทาลัมเพนทอกไซด์ (1 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)
มา 0.75 ลูกบาศก์เซนติเมตร หรือสารละลายมาตรฐานไทเทเนียมไดออกไซด์หรือโมลลิบดีนัม-
ไดรอกไซด์ (1 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร) มา 0.25 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงใส่
ในบีกเกอร์ขนาด 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร ที่ละใบ เติมน้ำสารละลายไพโรซิลเฟต-แอมโมเนียม-
ออกซาลेट และสารละลายไพโรแกลลอลอย่างละ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร นำไปปรับ pH
ให้เป็นประมาณ 7 แล้วทำให้เป็นสารละลาย 25 ลูกบาศก์เซนติเมตรในขวดมาตรฐาน
นำสารละลายที่ได้ไปวัดค่า Absorbance ที่ความยาวคลื่น 355 นาโนเมตร โดยมีสารละลาย
ไพโรแกลลอลเป็นตัวเปรียบเทียบ ผลการวัด Absorbance ของสารประกอบเชิงซ้อน
ระหว่างโลหะต่าง ๆ กับไพโรแกลลอลได้แสดงในตารางที่ 5.13 และลักษณะของ Absorption
Spectra ได้แสดงในรูปที่ 5.14

4.7.2.6 การทำกราฟมาตรฐานสำหรับหาปริมาณของไนโอเบียมโดยวิธี สเปกโตรโฟโตเมตรี

จากผลการทดลองเบื้องต้นเกี่ยวกับการศึกษา Absorption Spectra
และสภาวะต่าง ๆ ที่จะใช้ในการหาปริมาณของไนโอเบียม แล้วจึงได้ศึกษาเพื่อหาความเข้มข้น
ที่เหมาะสมและการนำกราฟมาตรฐานสำหรับหาปริมาณของไนโอเบียม ในสารตัวอย่างต่อไป
โดยนำสารละลายมาตรฐานของไนโอเบียม ซึ่งมีไนโอเบียมอยู่ 1 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
มาทำเป็นสารละลายมาตรฐานไนโอเบียมเจือจาง ซึ่งมีไนโอเบียมอยู่ 200 ไมโครกรัมต่อ
ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วมีเป็ดสารละลายนี้มาปริมาณต่าง ๆ กันจาก 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร
ถึง 2.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำสารละลาย
กรดไฮโดรคลอริก-กรดออกซาลิก 2.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร สารละลายไพโรซิลเฟต-
แอมโมเนียมออกซาลेट และสารละลายไพโรแกลลอลในต่างลงไปก็อย่างละ 10 ลูกบาศก์-
เซนติเมตร คนให้เข้ากันดี แล้วนำไปวัด pH แล้วปรับให้มี pH ให้เป็นประมาณ 7 แล้ว
นำไปทำให้เป็นสารละลาย 25 ลูกบาศก์เซนติเมตรในขวดมาตรฐาน นำสารละลายที่ได้ไปวัด
ค่า Absorbance ที่ความยาวคลื่น 355 นาโนเมตร โดยมีสารละลายไพโรแกลลอลเป็นตัว
เปรียบเทียบ ผลการทดลองแสดงอยู่ในตารางที่ 5.14 และรูปที่ 5.15

4.7.3 การศึกษาวิธีหาปริมาณทั้งสแกน

ในการศึกษาหาปริมาณของทั้งสแกนนั้น ผู้วิจัยได้ลองใช้วิธีหาปริมาณ โดยเครื่องอะตอมมิกแอมซอร์ปชัน (Atomic Absorption Spectrophotometry) และใช้วิธีทางสเปกโตรโฟโตเมตรี เพื่อต้องการจะทราบว่าวิธีไหนจะให้ขีดความสามารถในการวิเคราะห์มากกว่ากัน

4.7.3.1 การศึกษาหาปริมาณทั้งสแกนโดยวิธีอะตอมมิกแอมซอร์ปชันสเปกโตรโฟโตเมตรี

นำสารละลายมาตรฐานทั้งสแกน ซึ่งมีความเข้มข้น 1 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร มาทำให้เจือจางลง โดยมีปริมาณทั้งสแกนตามต้องการในขวดมาตรฐานจาก 100 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ถึง 800 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร โดยใช้เปลวไฟของก๊าซไนตรัสออกไซด์กับอะเซทิลีน กระแสไฟของหลอดใช้ 20 มิลลิแอมป์ ความกว้างของ slit เท่ากับ 25 ไมโครเมตร แล้วนำสารละลายมาตรฐานที่เตรียมได้ ไปวัดค่า Absorbance ที่ความยาวคลื่น 255.1 นาโนเมตร ผลของการทดลองแสดงอยู่ในตารางที่ 5.15 และรูปที่ 5.16

4.7.3.2 การศึกษาวิธีหาปริมาณทั้งสแกนโดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี

(1) สารเตรียมสารละลายต่าง ๆ

สารละลายสแกนนี้สกัดอโรกซ์เข้มข้น 2 โมลาร์ สารละลายสแกนนี้สกัดอโรกซ์ ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 226 กรัมในกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร โดยอยู่ในบีกเกอร์ขนาด 400 ลูกบาศก์เซนติเมตร ที่มีฝาปิด แล้วถ่ายลงในขวดมาตรฐาน 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร ทำให้ปริมาณถึงขีดด้วยกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น สารละลายนี้จะเสถียรได้ประมาณ 1 เดือน เมื่อปิดจุกขวดให้แน่น

สารละลายโปแตสเซียมไทโอไซยาเนตเข้มข้น 2 โมลาร์ ละลายโปแตสเซียมไทโอไซยาเนต (KCN) 97 กรัมในน้ำ 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร ปล่อยให้เย็น จากนั้นทำให้ปริมาตรเป็น 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร ในขวดมาตรฐานด้วยน้ำกลั่น สารละลายนี้จะเสถียรได้ประมาณ 1 เดือน เข้มข้นถ้าหากเก็บไว้ในที่มืดและเย็น

สารละลายมาตรฐานทังสเตน โซเดียมทังสเตต ($\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 0.1794 กรัม แล้วละลายน้ำและเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์หนึ่งเกล็ด เมื่อโซเดียมไฮดรอกไซด์ละลายแล้ว ให้เติมน้ำจนมีปริมาตรเป็น 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรในขวดมาตรฐาน จะได้สารละลายซึ่งมีทังสเตน 1 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วนำสารละลายมาตรฐานที่เตรียมได้ขึ้นมา 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ในขวดมาตรฐานขนาด 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วเติมน้ำจนครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร สารละลายมาตรฐานเจือจางที่ได้จะมีทังสเตนอยู่ 0.1 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

(2) การศึกษาลักษณะ Absorption Spectra ของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างทังสเตนกับไทโอไซยาเนต

นำสารละลายมาตรฐานทังสเตน (0.1 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร) ซึ่งเตรียมจากข้างบนมา 2.0 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ในขวดมาตรฐานขนาด 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมกรดซัลฟูริกเข้มข้น 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร และกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร และสารละลายสแตนนิคคลอไรด์เข้มข้น 2 โมลาร์ 2.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ผสมให้เข้ากันดี นำไปอุ่นให้ร้อนบนเครื่องอ่างน้ำ (water bath) เป็นเวลา 5 นาที นำออกมาปรับปริมาตรด้วยจุกยางทันที แล้วทำให้เย็นในน้ำแข็ง (ice-water bath) ที่อุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียส หรือน้อยกว่า ถึงจุกยางออกแล้วรีบใส่สารละลายโปแตสเซียมไทโอไซยาเนต 2 โมลาร์ 2.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ทันที (ทังสเตนที่ถูกรีดิวส์ด้วยสแตนนิคคลอไรด์จะไม่เสถียร เพราะถูกออกซิไดส์ โดยอากาศได้ง่ายมาก แต่หลังจากเติมโปแตสเซียมไทโอไซยาเนตแล้ว สีที่เกิดขึ้นจะเสถียรเป็นเวลา อย่างน้อย 1 ชั่วโมง) แล้วเติมน้ำจนมีปริมาตร 25 ลูกบาศก์เซนติเมตรในขวดมาตรฐาน เขย่าให้เข้ากันแล้วลบล้างบนอ่างน้ำแข็ง เป็นเวลาประมาณ

2-3 นาที นำออกบดทิ้งไว้ 5 นาที นำไปหา Absorption Spectra ถึงความยาวคลื่น 300 ถึง 500 นาโนเมตร โดยใช้น้ำกลั่นเป็นตัวแทนเทียบ ลักษณะของ Absorption Spectra ได้แสดงไว้ในรูปที่ 5.17

(3) การทำกราฟมาตรฐานสำหรับหาปริมาณตั้งสแตน

เพื่อจะหาความเข้มข้นที่เหมาะสม ซึ่งจะใช้หาปริมาณตั้งสแตน โดยวิธีทางสเปกโตรโฟโตเมตรี นำสารละลายมาตรฐานตั้งสแตนที่เจือจาง (0.1 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร) มาตั้งแต่ 0.5 ถึง 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใช้ในหลอดมาตรฐานขนาด 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วนำสารละลายเหล่านี้ไปเก็บสารละลายและทำตามวิธีเดียวกันกับวิธีในข้อ (2) ข้างบน แล้วนำสารละลายที่ได้ไปวัดค่า Absorbance ที่ความยาวคลื่น 400 นาโนเมตร มีน้ำเป็นตัวแทนเทียบ ผลการทดลองได้แสดงในตารางที่ 5.16 และกราฟมาตรฐานแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Absorbance กับความเข้มข้นของตั้งสแตน แสดงไว้ในรูปที่ 5.18

4.7.4 การศึกษาวิธีที่จะหาปริมาณไทเทเนียม

การหาปริมาณไทเทเนียมโดยวิธีอะตอมมิกแอมป์ซอร์ปชันนั้น ได้ศึกษาจากสารละลายมาตรฐาน ซึ่งมีไทเทเนียมอยู่ในสารละลาย ซึ่งมีสภาวะคล้ายกับสารละลายของสารตัวอย่างที่ได้จากการแลกเปลี่ยนไอออน ทั้งนี้เพราะในการศึกษาเทคนิคการแลกเปลี่ยนไอออน ทำให้ระบบของกรกไฮโดรคลอริก และกรกออกซาลิก ซึ่งกรกออกซาลิกเป็นสารอินทรีย์อาจจะรบกวนได้ในช่วงความยาวคลื่นของอุตราไวโอเลต และเนื่องจากเครื่องมือยังไม่มี background corrector จึงได้ทำการทดลองเพื่อศึกษาถึงความแตกต่างของสารละลายเนื่องจากไขมัน และใช้สารละลายผสมของกรกไฮโดรคลอริก-กรกออกซาลิก และไฮโครเจนเปอร์ออกไซด์ เป็นตัวทำให้สารละลายเจือจาง

เตรียมสารละลายมาตรฐานไทเทเนียมปริมาณต่าง ๆ กัน (ให้มีไทเทเนียม 30 ถึง 150 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร) โดยทำการทดลองเป็น 3 ชุด (มีปริมาณไทเทเนียมอย่างเดียวกัน) ชุดแรกทำให้สารละลายเจือจางด้วยน้ำปริมาณ 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร ชุดที่สองทำให้เจือจางด้วยสารละลายผสมของกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 2.0 โมลาร์-กรดออกซาลิก 0.5 โมลาร์-ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 0.01 โมลาร์ และชุดที่สามทำให้เจือจางด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 3.0 โมลาร์-กรดออกซาลิก 0.5 โมลาร์-ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 0.01 โมลาร์ ให้ปริมาณ 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วนำสารละลายทั้งหมดไปวัดค่า Absorbance ด้วยเครื่องอะตอมมิคแอนาไลเซอร์ปฏิกิริยาผลของการทดลองแสดงอยู่ในตารางที่ 5.17 และกราฟที่เขียนแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Absorbance กับความเข้มข้นของไทเทเนียมแสดงในรูปที่ 5.19

4.7.5 การศึกษาวิธีหาปริมาณโมลิบดีนัม

ในการหาปริมาณโมลิบดีนัม โดยเครื่องอะตอมมิคแอนาไลเซอร์ปฏิกิริยา การหาเช่นเดียวกับการหาปริมาณไทเทเนียม โดยทดลองศึกษาถึงความแตกต่างของสารละลายเนื่องจากใช้แก้ว และใช้สารละลายผสมของแอมโมเนียมซีเตรต กับแอมโมเนียมคลอไรด์ ซึ่งทำการทดลองดังนี้คือ

เตรียมสารละลายมาตรฐานโมลิบดีนัมปริมาณต่าง ๆ กัน (ให้มีโมลิบดีนัม 5 ถึง 60 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร) ซึ่งทำการทดลองเป็น 2 ชุด ชุดแรกใช้แก้ว เป็นแก้วทำให้สารละลายเจือจาง และชุดที่สองใช้แอมโมเนียมซีเตรต 10 % กับแอมโมเนียมคลอไรด์ 10 % ให้ปริมาณ 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วนำสารละลายทั้งหมดไปวัดค่า Absorbance ด้วยเครื่องอะตอมมิคแอนาไลเซอร์ปฏิกิริยา ผลของการทดลองแสดงในตารางที่ 5.18 และกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Absorbance กับความเข้มข้นของโมลิบดีนัมแสดงในรูปที่ 5.20

4.7.6 การศึกษาวิธีหาปริมาณเหล็ก

นำสารละลายมาตรฐานเหล็ก 1 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร มาเตรียมสารละลายมาตรฐานเจือจางโดยมีความเข้มข้นตั้งแต่ 2 ถึง 10 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตรในน้ำ แล้วนำไปวัดค่า Absorbance ภายหลังจากเครื่องอะตอมมิคแอปซอร์ปชัน ได้ถูกจัดให้มีภาวะที่เหมาะสมที่สุดแล้ว (ดูตารางที่ 4.1) บันทึกผล แล้วนำไปเขียนกราฟมาตรฐาน แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Absorbance กับความเข้มข้นของเหล็ก ซึ่งแสดงในรูปที่ 5.21 และตารางที่ 5.19

ในการหาปริมาณของเหล็กในสารตัวอย่าง ถ้าเหล็กอยู่ในสารละลายของสารอินทรีย์บางชนิด เช่น อะซีโตน ให้ทำการระเหยไล่อะซีโตนออกก่อน โดยอุณหเครื่องอังไอน้ำ จนอะซีโตนระเหยหมด นำมาเติมน้ำจนปริมาณครบตามต้องการในขวดมาตรฐานนำไปวัดค่า Absorbance ก็จะสามารถหาความเข้มข้นของเหล็กในสารตัวอย่างได้ โดยอ่านจากกราฟที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Absorbance และความเข้มข้นของเหล็กได้ในรูปที่ 5.21

4.8 การศึกษาเทคนิคการเปลี่ยนไอออนของโลหะกับเรซิน

การหาค่าสัมประสิทธิ์การกระจาย (distribution coefficient = K_d) ของโลหะไอออนในเรซิน และในสารละลายนั้น เพื่อประโยชน์ในการเลือกสารละลายที่เหมาะสมในการล้างเอาโลหะไอออนต่าง ๆ ที่ศึกษาออกจากกันที่ละตัว โดยพิจารณาจากค่าสัมประสิทธิ์การกระจายของโลหะไอออนต่าง ๆ ในเรซิน และในสารละลายต่าง ๆ กัน ซึ่งมีค่าแตกต่างกันไป ถ้าค่าสัมประสิทธิ์การกระจายของโลหะไอออนใด มีค่าต่ำมาก ๆ การล้างโลหะไอออนนั้นด้วยสารละลายนั้นจะออกมาก่อนโลหะไอออนซึ่งมีค่าสัมประสิทธิ์การกระจายที่มากกว่าคั้งนี้เป็นต้น

4.8.1 การเตรียมเรซินชนิดแลกเปลี่ยนไอออนลบสำหรับศึกษาหาค่าสัมประสิทธิ์

การกระจายของโลหะไอออนในเรซินและในสารละลาย

ซึ่งเรซินชนิดแลกเปลี่ยนไอออนลบที่เป็นเบสแก่ (strongly basic anion-exchange resin) ได้แก่ Amberlite IRA-400(Cl^-) มาชอนน้ำที่มีไอออนน้อย (น้ำกลั่นชนิดกลั่น 2 ครั้ง แล้วผ่านเรซิน) มาเป็นเวลา 10 นาที แล้วรินสารละลายส่วนบนทิ้งไป นำมาแช่ในกรดไฮโดรคลอริก 1.0 โมลาร์ โดยใช้ปริมาตรเป็น 2 เท่าของเรซิน เป็นเวลา 30 - 60 นาที พร้อมกับคนบ่อย ๆ รินสารละลายส่วนบนทิ้งไปแล้วล้างด้วยน้ำที่มีไอออนน้อย และปราศจากก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ เพื่อหลีกเลี่ยงการเปลี่ยนรูปไอออนลบในเรซินเป็นคาร์บอเนต ด้วยปริมาตร 2 ลิตรต่อเรซิน 100 กรัม หรือจนหมดกรก กรองเรซินออกด้วยกระดาษกรอง แล้วใช้กระดาษกรองซับให้แห้ง อบให้แห้งในอากาศจนน้ำหนักคงที่หรืออบในเคสซิเคเตอร์ ซึ่งมีสารดูดความชื้นบรรจุภายใน และมีเครื่องดูดอากาศออกสู่ภายนอกที่อุณหภูมิประมาณ 60 องศาเซลเซียสอีกครึ่งหนึ่ง

4.8.2 การทดลองหาค่าสัมประสิทธิ์การกระจายของโลหะไอออนในเรซิน และใน

สารละลาย

ซึ่งเรซินที่แห้งในรูปน้ำหนักแน่นอนประมาณ 0.5 กรัม ใส่ในขวดขนาด 120 ลูกบาศก์เซนติเมตร ที่มีฝาปิดอย่างดี บีบอัดสารละลายมาตรฐานของโลหะต่าง ๆ ซึ่งเตรียม

ได้ในข้อ 4.4.1 และ 4.4.2 มาอย่างละ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ในขวดซึ่งมีเรซินนั้นแล้ว
 เก็บสารละลายผสมของกรดไฮโดรคลอริกที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ กันจาก 0 ถึง 4 โมลาร์
 กับกรดออกซาลิกชั้น 0.5 โมลาร์, กับกรดซัลฟูริกชั้น 0.1 โมลาร์, และกับกรดคาร์บอนิกชั้น
 0.1 โมลาร์ โดยสารละลายกรดผสมเหล่านี้ จะมีทั้งไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ชั้น 0.01 โมลาร์
 และไม่มีไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ผสมอยู่ หรือสารละลายของแอมโมเนียมคลอไรด์,
 แอมโมเนียมซัลเฟต และโปแตสเซียมซัลเฟต โดยใช้สารละลายผสมนี้จำนวน 45 ลูกบาศก์-
 เซนติเมตรใส่ลงไปในขวดปิกนิกให้แน่น แล้วนำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่าเป็นเวลาเท่ากับเมื่อ
 8 ชั่วโมง และทิ้งไว้อีกจนครบ 24 ชั่วโมง จากนั้นนำสารละลายที่ได้ไปหาปริมาณของโลหะ
 อีออน โดยวิธีที่เหมาะสมตามข้อ 4.7 ผลของการทดลองแสดงอยู่ในตารางที่ 5.20 ถึง
 5.27 และรูปที่ 5.22 ถึงรูปที่ 5.27

4.8.3 การศึกษาลักษณะกราฟของการล้างกุกซ์

ในการศึกษาที่กล่าวมาด้วยข้อมูลจากข้อ 5.9.1 เกี่ยวกับค่า k_a ของ
 อีออนต่าง ๆ มาใช้ในการพิจารณาหาสารละลายที่เหมาะสมในการล้าง (elute) เอาโลหะ
 อีออนเหล่านี้ออกจากเรซิน หลังจากที่ได้โลหะอีออนเหล่านี้ถูกกุกซ์บนเรซินชนิดแลกเปลี่ยน
 อีออนลบแล้ว ในการศึกษาขั้นต่อไป จะได้ศึกษาถึงลักษณะกราฟของการล้างกุกซ์
 (elution graph) ของโลหะอีออนต่าง ๆ ในระบบของกรดไฮโดรคลอริก-กรดออกซาลิก-
 ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ระบบหนึ่ง อีกระบบหนึ่งเป็นการศึกษาลักษณะกราฟของการล้างกุกซ์
 ของโมลิบดีนัมและทังสเตน ในระบบของสารละลายผสมแอมโมเนียมคลอไรด์-แอมโมเนียม-
 ซัลเฟต และระบบของกรดไฮโดรคลอริก-กรดซัลฟูริกอีกด้วย และลักษณะกราฟการล้างกุกซ์
 ของเหล็กในระบบของกรดไฮโดรคลอริกอะซีโตน

นำเรซิน Amberlite IRA-400 ล้างด้วยน้ำที่มีอีออนน้อย แล้วถ่าย
 เรซินลงในคอลัมซึ่งใช้มีวเรทขนาด 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร เส้นผ่าศูนย์กลาง 0.9 เซนติเมตร
 ยาว 30 เซนติเมตร ปลายมีวเรทอุดด้วยสำลีหรือใยแก้วไว้ บรรจุเรซินใหม่ขนาดสูงประมาณ
 20 เซนติเมตร ปลายมีวเรท มีกรวยแยก (separating funnel) ขนาด 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร

ปล่อยให้แห้งด้วยกรวดไฮโดรคลอริก 2 โมลาร์ เพื่อให้แน่ใจว่าแอนติเจนอยู่ในรูปของ
 คลอไรด์หมด แล้วล้างด้วยน้ำจนสารละลายหมดกรวด ผ่านสารละลายกรวดออกซาลิก 0.5 โมลาร์
 ปริมาตร 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร ด้วยอัตรา 1 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที เพื่อเปลี่ยนจาก
 คลอไรด์ให้เป็นในรูปของออกซาลิก แล้วเปิดสารละลายมากรองผ่านแท่งหลอดแก้วเพนตะออกไซด์
 ในโอเบียม, โทเทเนียมไดออกไซด์ ทั้งสแตนไดรออกไซด์ และโมลิบดีนัมไดรออกไซด์ ซึ่ง
 เตรียมได้ในข้อ 4.4.1 และ 4.4.2 ยาวอย่างละ 10 มิลลิกรัมใช้สารละลายแต่ละชนิดนี้ใส่
 ลงไปในคอลัมน์แต่ละคอลัมน์ แล้วผ่านสารละลายผสมต่าง ๆ ที่จะใช้ในแต่ละระบบเข้าไปใน
 คอลัมน์ แล้วเก็บสารละลายที่ออกมา (eluate) ครั้งละ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ต่อเนื่องกันไป
 โดยใช้เครื่องเก็บสารละลายที่ละส่วน (fraction collector) ให้อัตราการไหลของ
 สารละลายเป็น 1 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที โดยประมาณ นำสารละลายที่เก็บได้แต่ละส่วน
 ไปวิเคราะห์หาปริมาณของแต่ละธาตุ โดยวิธีต่าง ๆ กันที่เหมาะสมด้วย ในข้อ 4.7 แล้วนำ
 ผลที่ได้มาเขียนกราฟระหว่างความเข้มข้นของธาตุที่ออกมากับปริมาณของสารละลายถึงแสดง
 ในรูปที่ 5.28 ถึง 5.33

ในการศึกษาขั้นต่อไป เพื่อจะศึกษาคุณลักษณะของกราฟการล้างลูกขี้ของโลหะ
 อัดอนหลาย ๆ ตัวผสมกันออกจากเรซิน ด้วยสารละลายที่ใช้ล้างต่าง ๆ กัน โดยการพิจารณา
 จากการทดลองข้างต้นนั้น หาสารละลายที่เหมาะสมซึ่งจะแยกเอาโลหะเดี่ยวๆ ออกจาก
 สารละลายของโลหะอัดอนผสม โดยจะใช้วิธี stepwise elution ขั้นแรกเตรียมคอลัมน์
 เช่นเดียวกับที่ใช้แยกโลหะเดี่ยว แล้วผ่านสารละลายผสมของโลหะต่างๆ ที่ศึกษา มีแท่งหลอดแก้ว
 ในโอเบียม, โทเทเนียม, โมลิบดีนัม ทั้งสแตน และเหล็ก โดยให้มีปริมาตรอย่างละ 10 มิลลิกรัม
 (เตรียมตามการทดลองที่ 4.4.1 และ 4.4.2) ลงบนคอลัมน์ที่เตรียมไว้เรียบร้อยแล้ว จากนั้น
 ผ่านสารละลายผสมของ 0.3 โมลาร์กรวดไฮโดรคลอริก และอะซิโตน 85 % ลงไปเพื่อแยก
 เอาเหล็กออกเก็บปริมาณของสารละลายผ่านคอลัมน์ที่ออกมากครั้งละ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตรติดต่อกัน
 ไป นำไปหาปริมาณเหล็กด้วยเครื่องอะตอมมิคแอนาไลเซอร์ ตรวจสารละลายที่เก็บได้แต่ละ
 ส่วนนี้จนปรากฏว่าเหล็กออกมาหมด แล้วจึงผ่านสารละลายผสมของ 0.8 โมลาร์กรวดไฮโดร-
 คลอริก-0.5 โมลาร์ กรวดออกซาลิก-0.01 โมลาร์ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ เช่นเดียวกันและ

เก็บสารละลายที่ออกมารั้งละ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ไปหาปริมาณไทเทเนียมจนปรากฏว่าไทเทเนียมออกมาหมด จึงค่อยผ่านสารละลายด้วย 1.5 โมลาร์กรดไฮโดรคลอริก-0.5 โมลาร์กรดออกซาลิก เพื่อแยกเอาไนโอเบียมออกมาจนหมด จึงผ่านสารละลายผสมของ 3.0 โมลาร์ กรดไฮโดรคลอริก-0.5 โมลาร์กรดออกซาลิก เพื่อแยกเอาแทนทาลัมออกมาต่อไปจึงผ่านสารละลายผสม 10% แอมโมเนียมคลอไรด์ - 10% แอมโมเนียมซิเตรต ซึ่งจะแยกเอาทั้งสแกนและโมลิบดีนัมออกมา ปริมาณโลหะทั้งสองที่แยกออกมาสามารถหาปริมาณและชนิดได้ ทั้งสแกนหาจากโดยวิธีทางสเปกโตรโฟโตเมทรี ส่วนโมลิบดีนัมหาโดยวิธีอะตอมมิค แอปซอร์ปชัน ถึงการทดลองข้อ 4.7 ผลการทดลองการล้างโลหะออกผสมเหล่านี้ แสดงเป็นกราฟได้ดังรูปที่ 5.3 4

4.9 การแยกโลหะออกที่ศึกษาจากสารละลายของสารตัวอย่างกากแร่ที่บุก โดยใช้เทคนิคโครมาโตกราฟีในการแลกเปลี่ยนไอออน

นำสารละลายกากแร่ที่บุกซึ่งเตรียมเป็นสารละลายแล้วตามวิธีในข้อ 4. มาจำนวน 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ลงในคอลัมน์ซึ่งเตรียมไว้เรียบร้อยแล้วตามวิธีข้างต้น แล้วผ่านสารละลายผสมของ 0.3 โมลาร์กรดไฮโดรคลอริก - 85% อะซิโตน จำนวน 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร เพื่อแยกเอาเหล็กออกมา เก็บสารละลายที่ออกมาจำนวนนี้ในภาชนะส่วนหนึ่ง แล้วผ่านสารละลายผสมของ 0.8 โมลาร์กรดไฮโดรคลอริก - 0.5 โมลาร์กรดออกซาลิก - 0.01 โมลาร์ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์จำนวน 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร จะแยกเอาไทเทเนียมออกมา เก็บสารละลายที่ออกมานี้ไว้ในภาชนะอีกใบหนึ่ง แล้วผ่านสารละลายผสมของกรดไฮโดรคลอริก 1.5 โมลาร์ - กรดออกซาลิก 0.5 โมลาร์ - 0.01 โมลาร์ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ซึ่งจะแยกเอาไนโอเบียมออกมา เก็บสารละลายที่ออกมาจำนวน 400 ลูกบาศก์เซนติเมตรไว้ต่อไปจึงผ่านสารละลายผสมของ 3.0 โมลาร์กรดไฮโดรคลอริก - 0.5 โมลาร์กรดออกซาลิก ลงไปในคอลัมน์จำนวน 400 ลูกบาศก์เซนติเมตร เพื่อแยกเอาแทนทาลัมออกมาและส่วนสุดท้ายใช้สารละลายผสม 10% แอมโมเนียมคลอไรด์ - 10% แอมโมเนียมซิเตรตจำนวน 300 ลูกบาศก์เซนติเมตร ซึ่งจะแยกเอาทั้งสแกนและโมลิบดีนัมออกมาพร้อมกัน นำสารละลายที่เก็บ

ได้แก่ส่วนนี้ไปหาปริมาณแต่ละธาตุโดยวิธีการที่เหมาะสมข้อ 4.7 และปริมาณของธาตุ
ธาตุที่แยกออกมาได้ทั้งหมดในแต่ละส่วนได้แสดงในตารางที่

แผนผังแสดงกรรมวิธีการสกัดและแยกธาตุที่สำคัญในกากแร่ถ่านหิน

