

### บทที่ 3

#### วิธีทดลองและผลการทดลอง



#### 3.1) อุปกรณ์ และ เครื่องมือ

pH-meter, Schott, CG 825

UV-Visible spectrophotometer, Jasco, UVIDEC 650, Double Beam Spectrophotometer

High Performance Liquid Chromatograph , Gilson, Mode 1302, -bondapak, colum 3.9 mm X 300 mm

Inductively Coupled Plasma Emission Spectrometer, Perkin-Elmer PLASMA-1000

Energy Dispersive X-Ray Fluorescence Spectrometer, Model EDXRF XR-200

#### 3.2) สารเคมี

- 1) 1,2-diaminoethane (Analar grade, Merck)
- 2) o-phenylenediamine (Analar grade)
- 3) 2,4-pentanedione (Analar grade)
- 4) Salicylaldehyde (Analar grade, Merck)
- 5) Yttrium oxide (Analar grade, 99.999%)
- 6) Lanthanum oxide (Analar grade, 99.9%)
- 7) Cerium oxide (Analar grade, 99.9%)
- 8) Neodymium oxide (Analar grade, 99.9%)
- 9) Gadolinium oxide (Analar grade, 99.9%)

- 10) Dysprosium oxide (Analar grade, 99.9%)
- 11) Erbium oxide (Analar grade, 99.9%)
- 12) Ytterbium oxide (Analar grade, 99.9%)
- 13) กรดไฮโดรโครอริก
- 14) โซเดียมไฮดรอกไซด์
- 15) แอมโมเนียมเมธานอล
- 16) คลอโรฟอร์ม
- 17) อะซิโตนทริล
- 18) เอทานอล



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
CHULALONGKORN UNIVERSITY

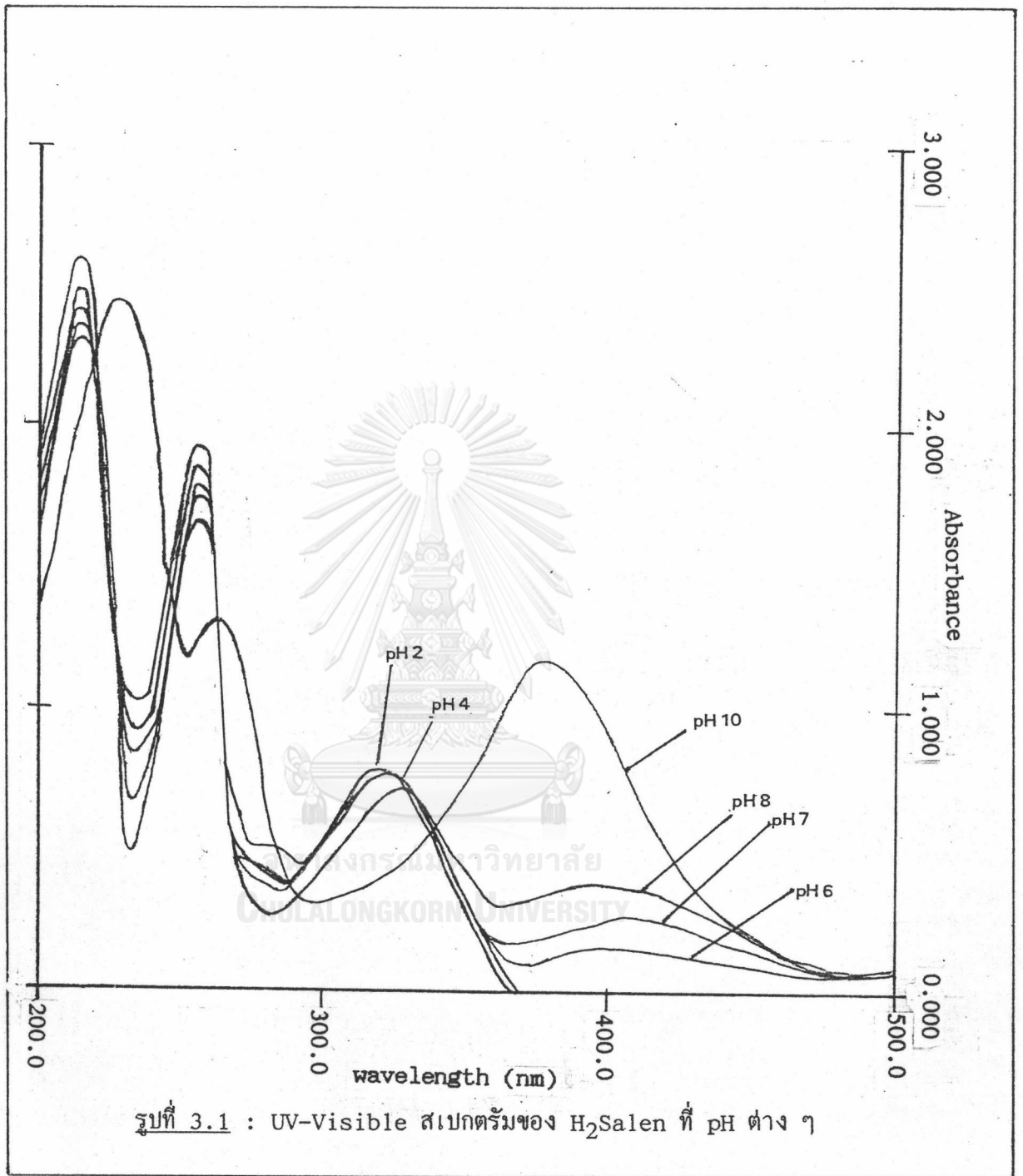
3.3) การศึกษา UV-Visible สเปกตรัมของสารละลาย  $H_2Salen$  ใน 95% เมทานอล pH ต่างๆ

นำ  $H_2Salen$  มา 0.2000 กรัม ละลายด้วยเมทานอล และปรับปริมาตรสารละลาย ให้เป็น 100 ลบ.ซม. ตูดสารละลาย  $H_2Salen$  มา 0.60 ลบ.ซม. เติมเมทานอล 46.90 ลบ.ซม. ปรับ pH ของสารละลายด้วยกรดไฮโดรคลอริก และสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ให้เท่ากับ 2 แล้วปรับปริมาตรสารละลายที่ได้ให้เป็น 50 ลบ.ซม. ด้วยน้ำกลั่น นำสารละลาย ไปวัดสเปกตรัมการดูดกลืนแสง UV-Visible ในช่วงความยาวคลื่น 200-500 นาโนเมตร

เตรียมสารละลาย  $H_2Salen$  เช่นเดียวกับวิธีการข้างต้น แต่ปรับ pH เป็น 4, 6, 7, 8 และ 10 ตามลำดับ สเปกตรัมการดูดกลืนแสง UV-Visible ของสารละลายทั้งหมด แสดงในรูปที่ 3.1



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
CHULALONGKORN UNIVERSITY



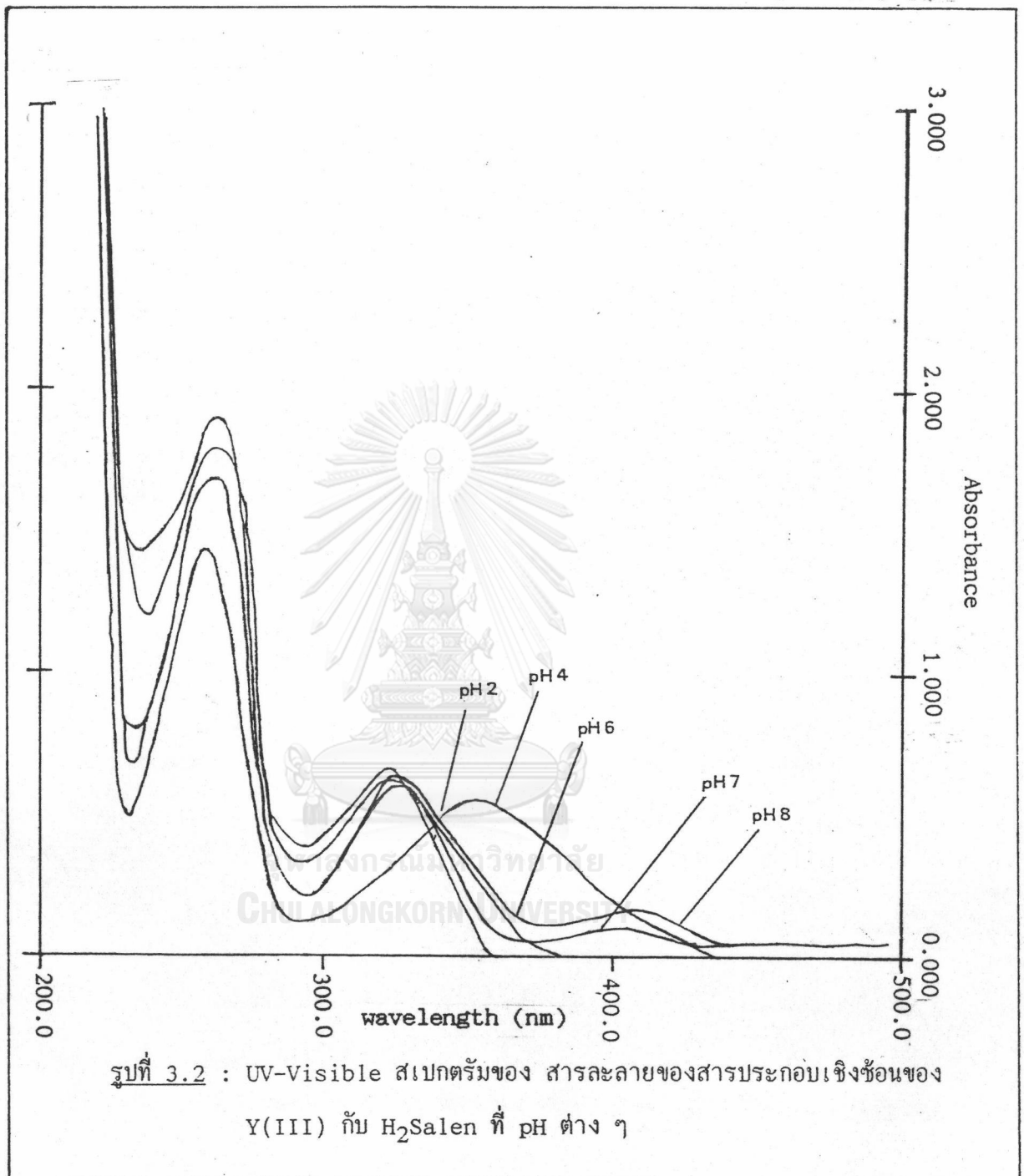


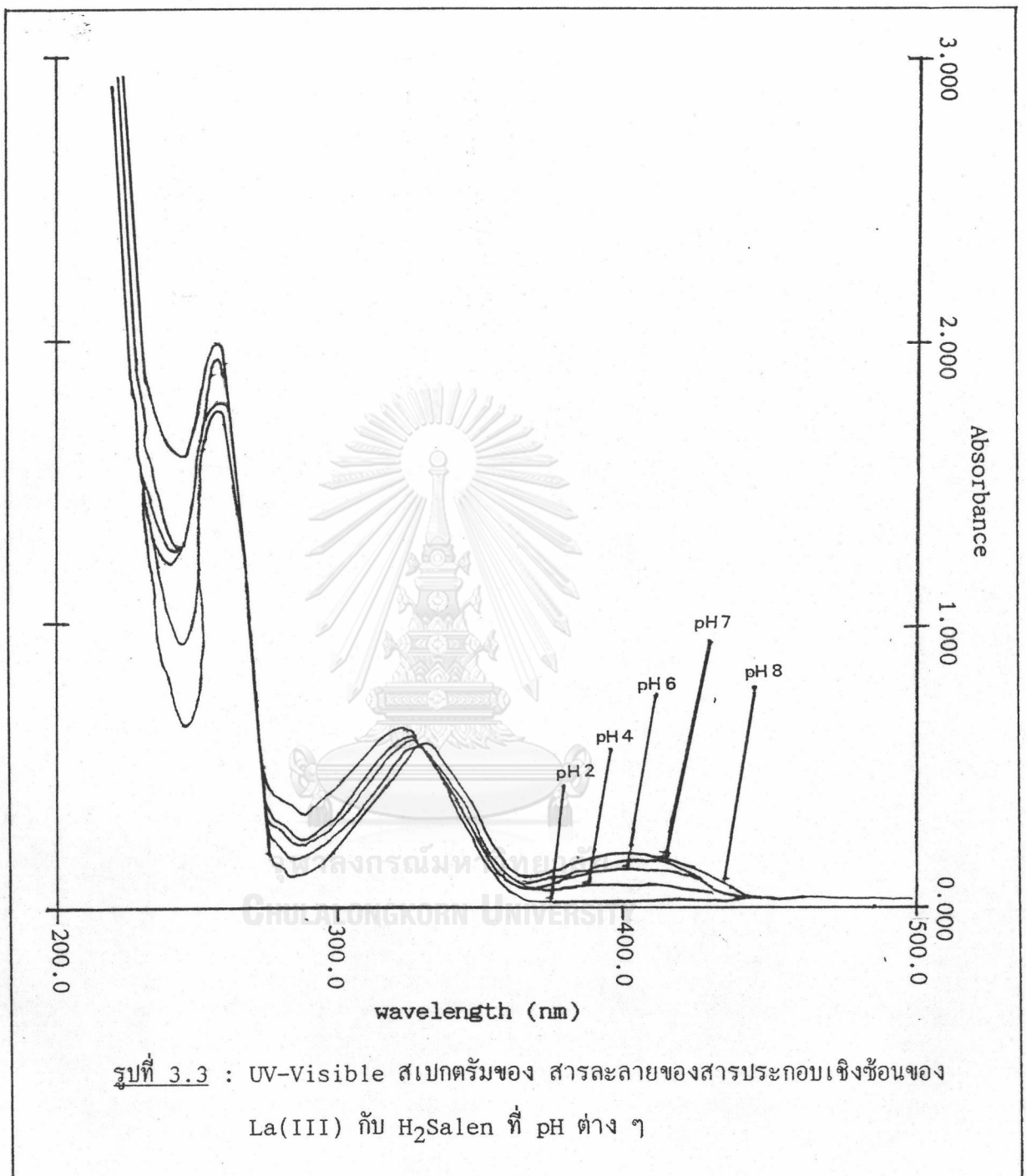
### 3.4) การศึกษาผลของ pH ในการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนของแรเอิร์ธาอออน กับ $H_2Salen$

นำสารละลาย  $H_2Salen$  ในเมธานอลความเข้มข้น 2000 พีพีเอ็ม 0.60 ลบ.ซม มาผสมกับสารละลายของ Y(III) 10000 พีพีเอ็ม 0.05 ลบ.ซม. เติมเมธานอล 46.90 ลบ.ซม ลงในสารละลายที่ได้ ปรับ pH ของสารละลายให้เท่ากับ 2 ด้วย กรดไฮโดรคลอริก และสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ปรับปริมาตรของสารละลายให้เป็น 50 ลบ.ซม. ด้วยน้ำกลั่น เตรียมสารละลาย Y เช่นเดียวกันนี้อีก แต่ปรับ pH ของสารละลายให้เป็น 4, 6, 7 และ 8

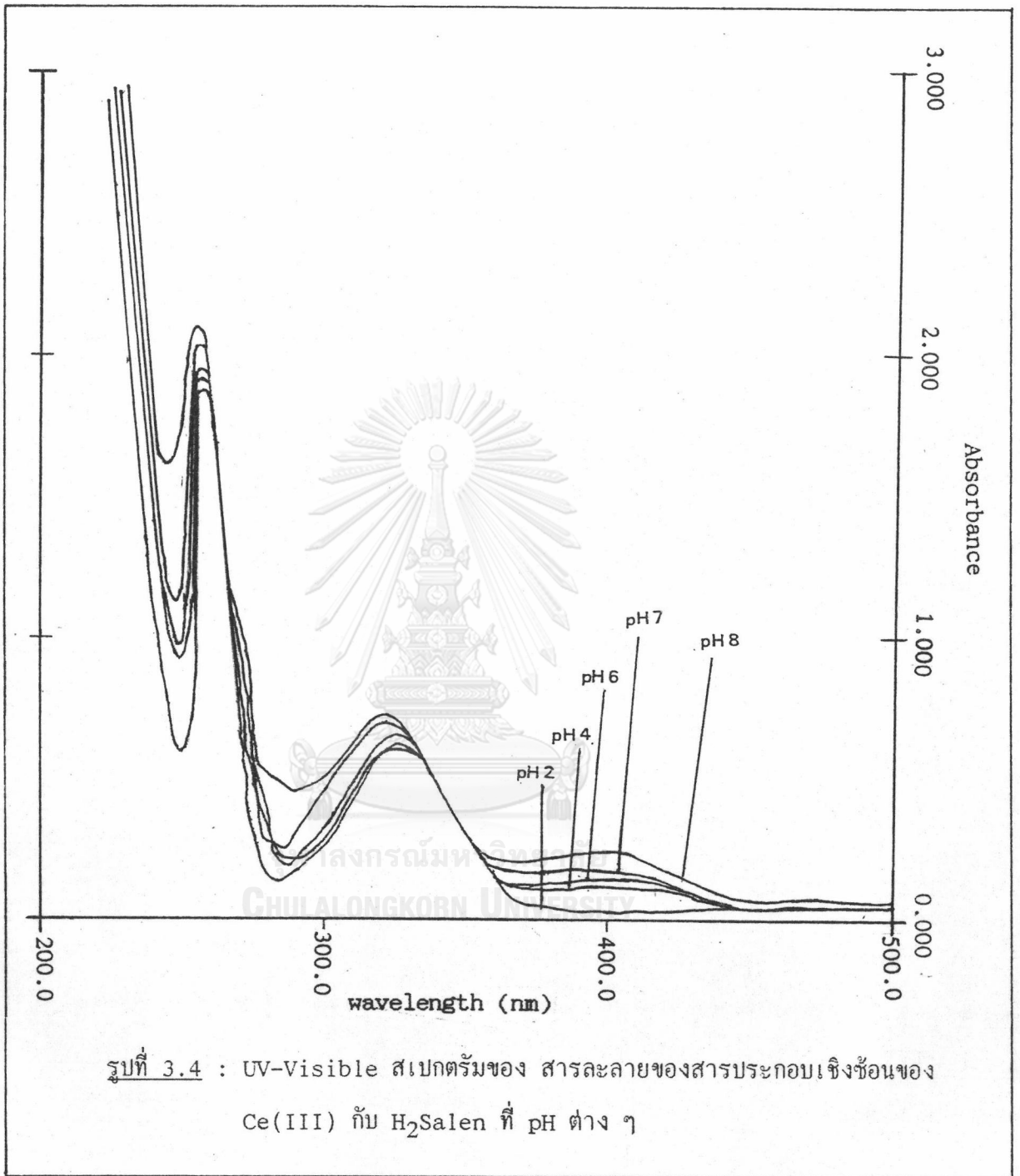
เตรียมสารละลายสารประกอบเชิงซ้อน  $H_2Salen$  กับ แรเอิร์ธาอออนอื่น ๆ คือ La, Ce, Nd, Gd, Dy, Er และ Yb ที่ pH ต่าง ๆ เช่นเดียวกับวิธีการเตรียมสารละลายสารประกอบเชิงซ้อน Y ข้างต้น

นำสารละลายทั้งหมดที่เตรียมได้ไปวัด UV-Visible สเปกตรัม ผลการวัดที่ได้แสดงในรูปที่ 3.2-3.9

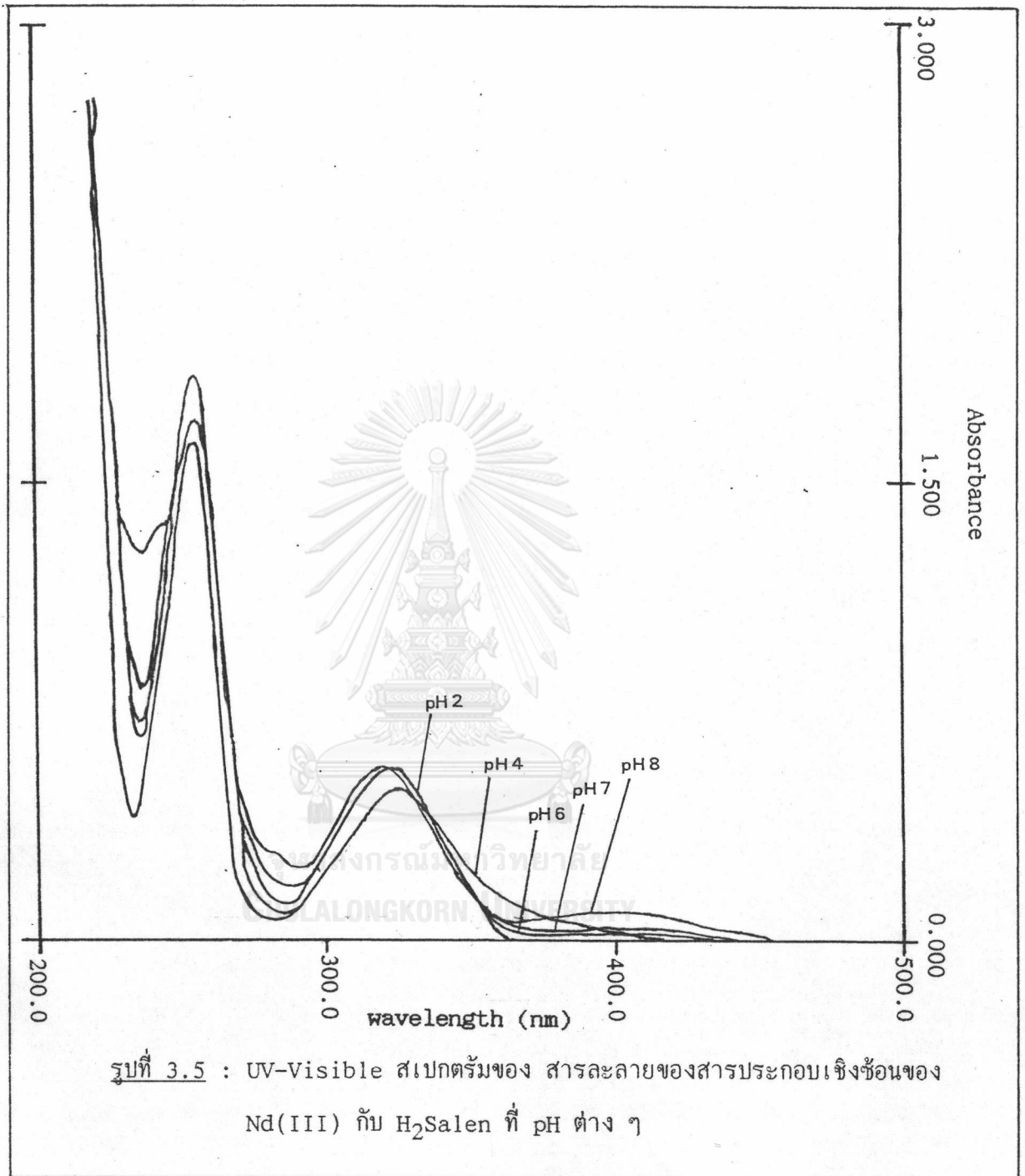


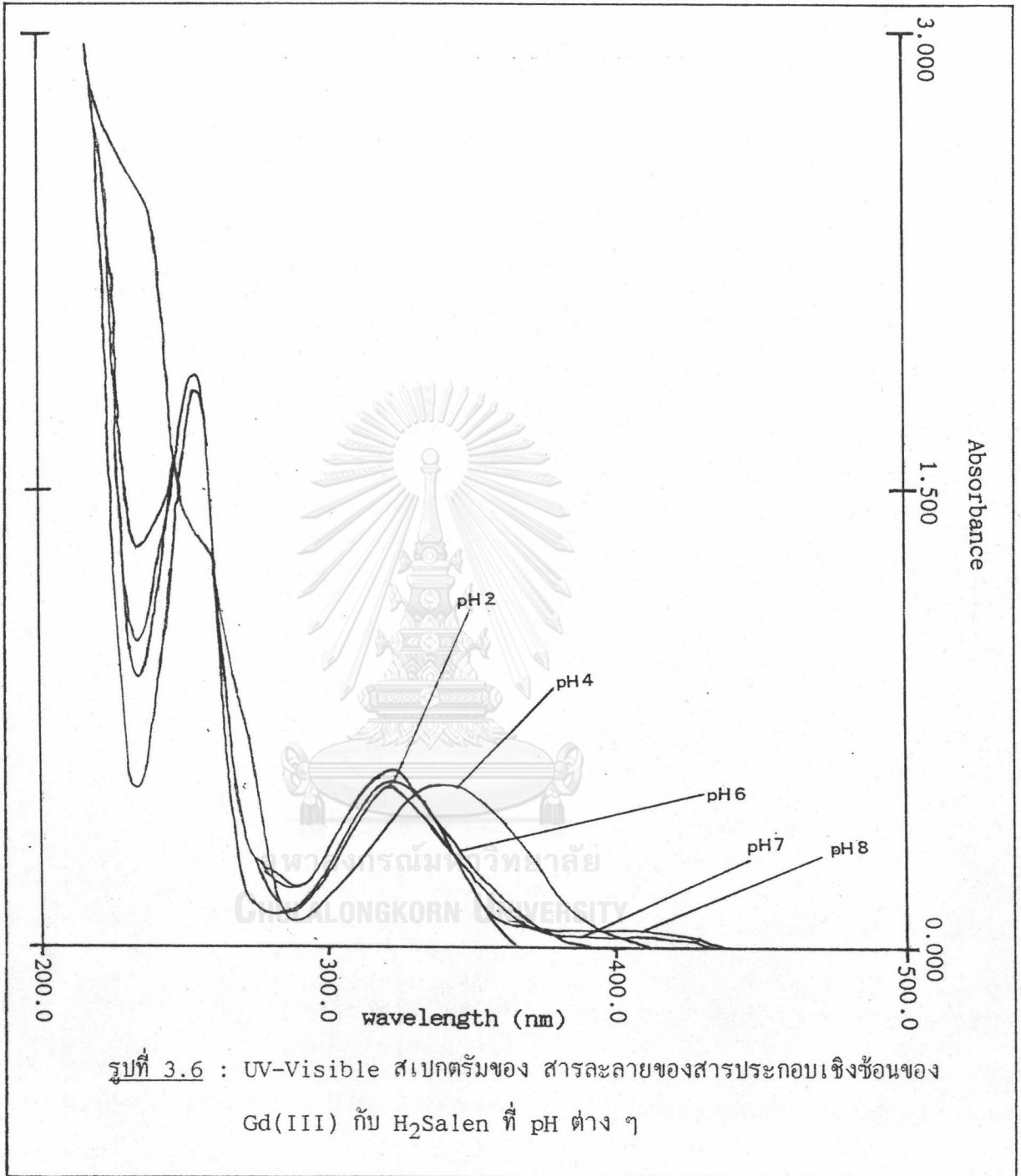


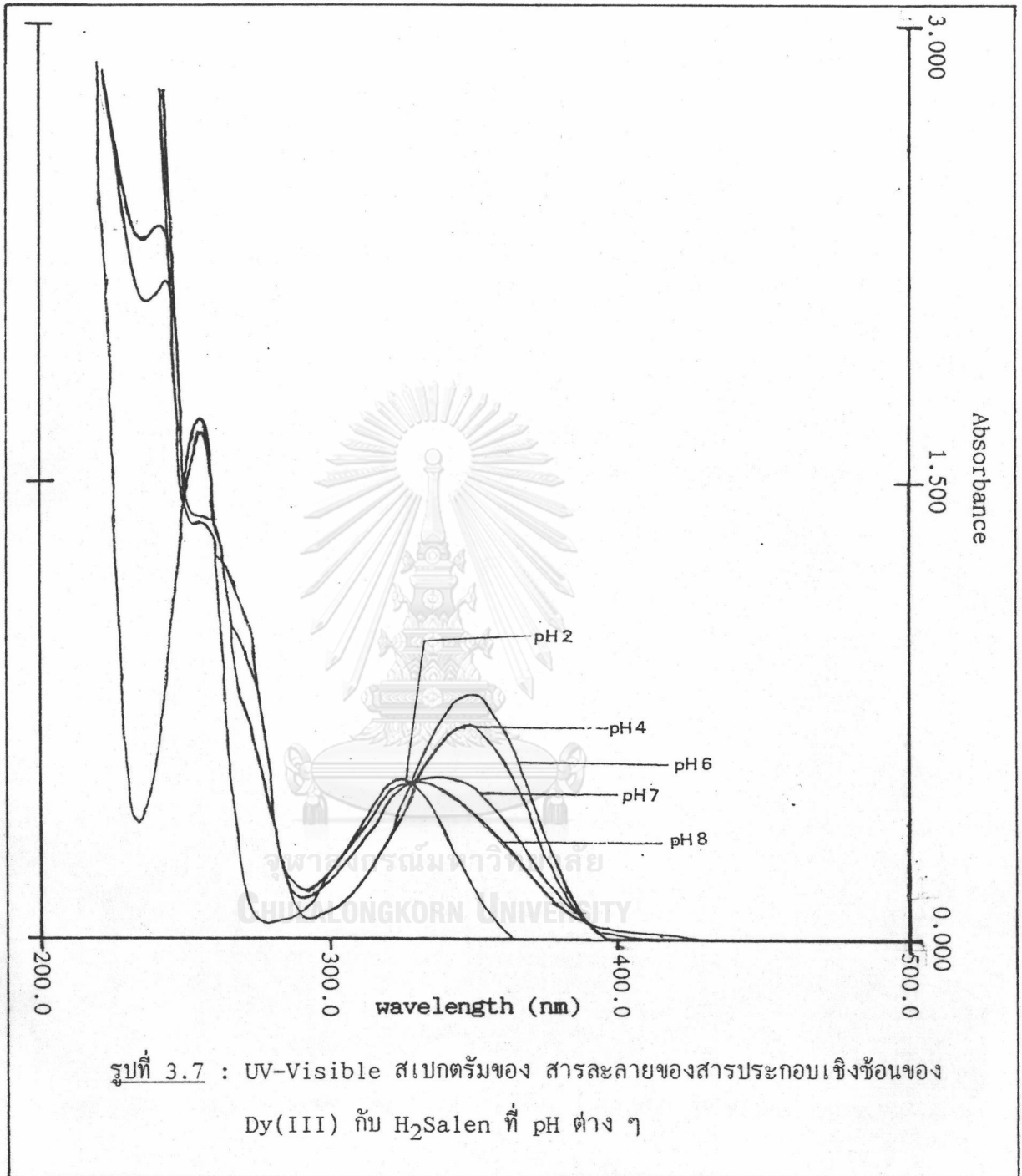
รูปที่ 3.3 : UV-Visible สเปกตรัมของ สารละลายของสารประกอบเชิงซ้อนของ La(III) กับ H<sub>2</sub>Salen ที่ pH ต่าง ๆ



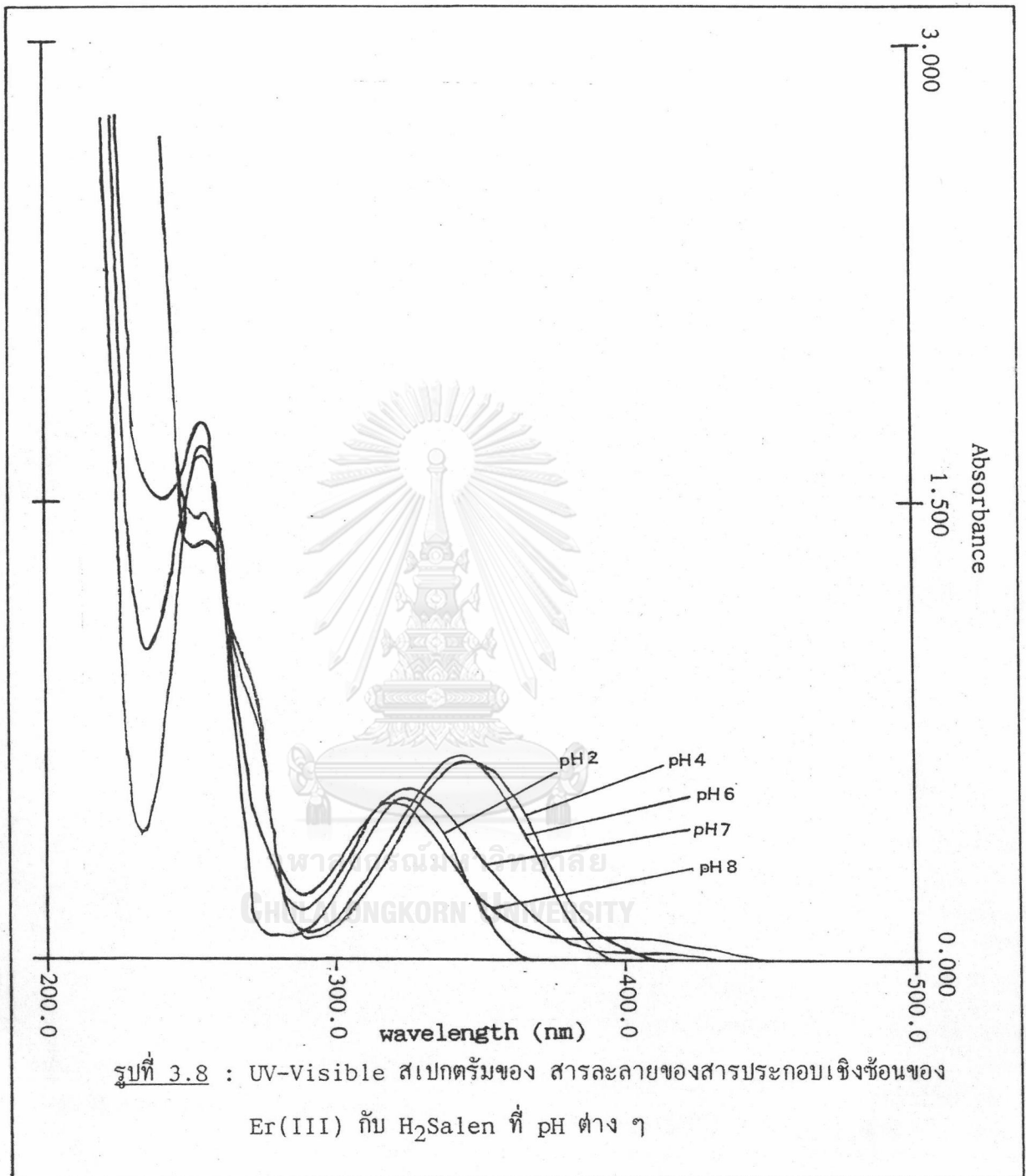
รูปที่ 3.4 : UV-Visible สเปกตรัมของ สารละลายของสารประกอบเชิงซ้อนของ Ce(III) กับ H<sub>2</sub>Salen ที่ pH ต่าง ๆ

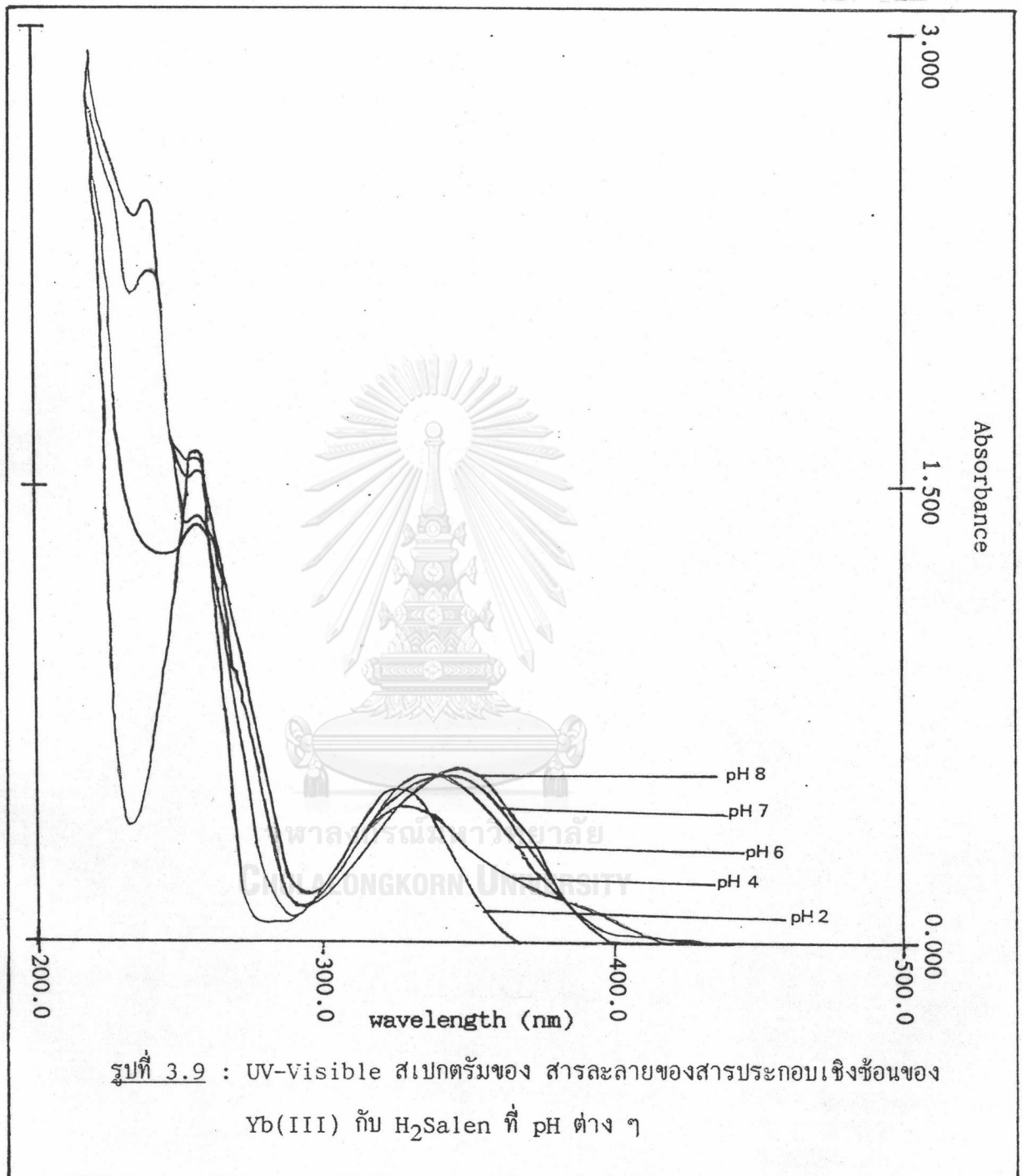












รูปที่ 3.9 : UV-Visible สเปกตรัมของ สารละลายของสารประกอบเชิงซ้อนของ Yb(III) กับ H<sub>2</sub>Salen ที่ pH ต่าง ๆ

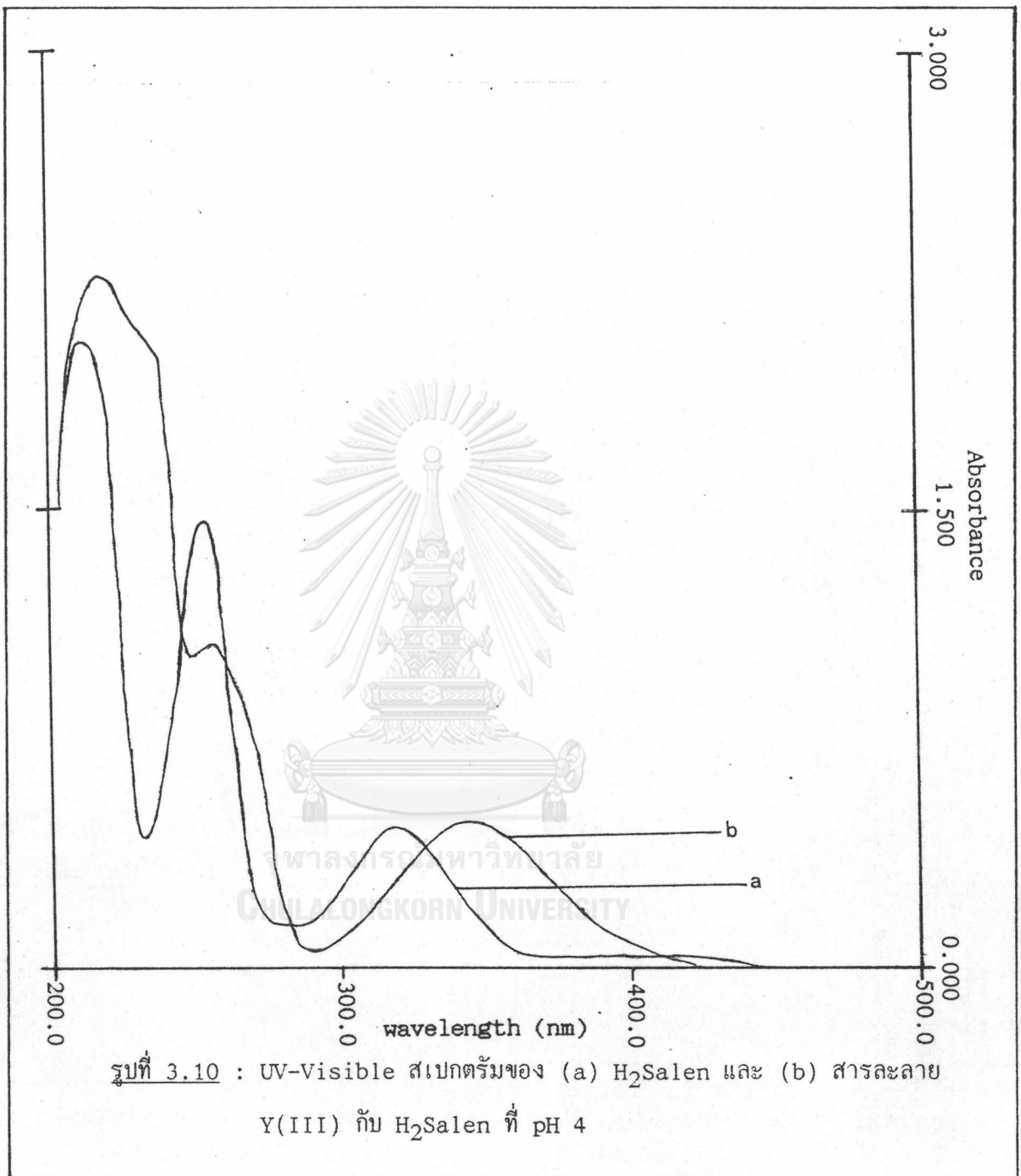
### 3.5) การศึกษาการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนกับ Y(III) ของลิแกนด์ $H_2Sal-o-phen$ และ $H_2acen$ เทียบกับ $H_2Salen$

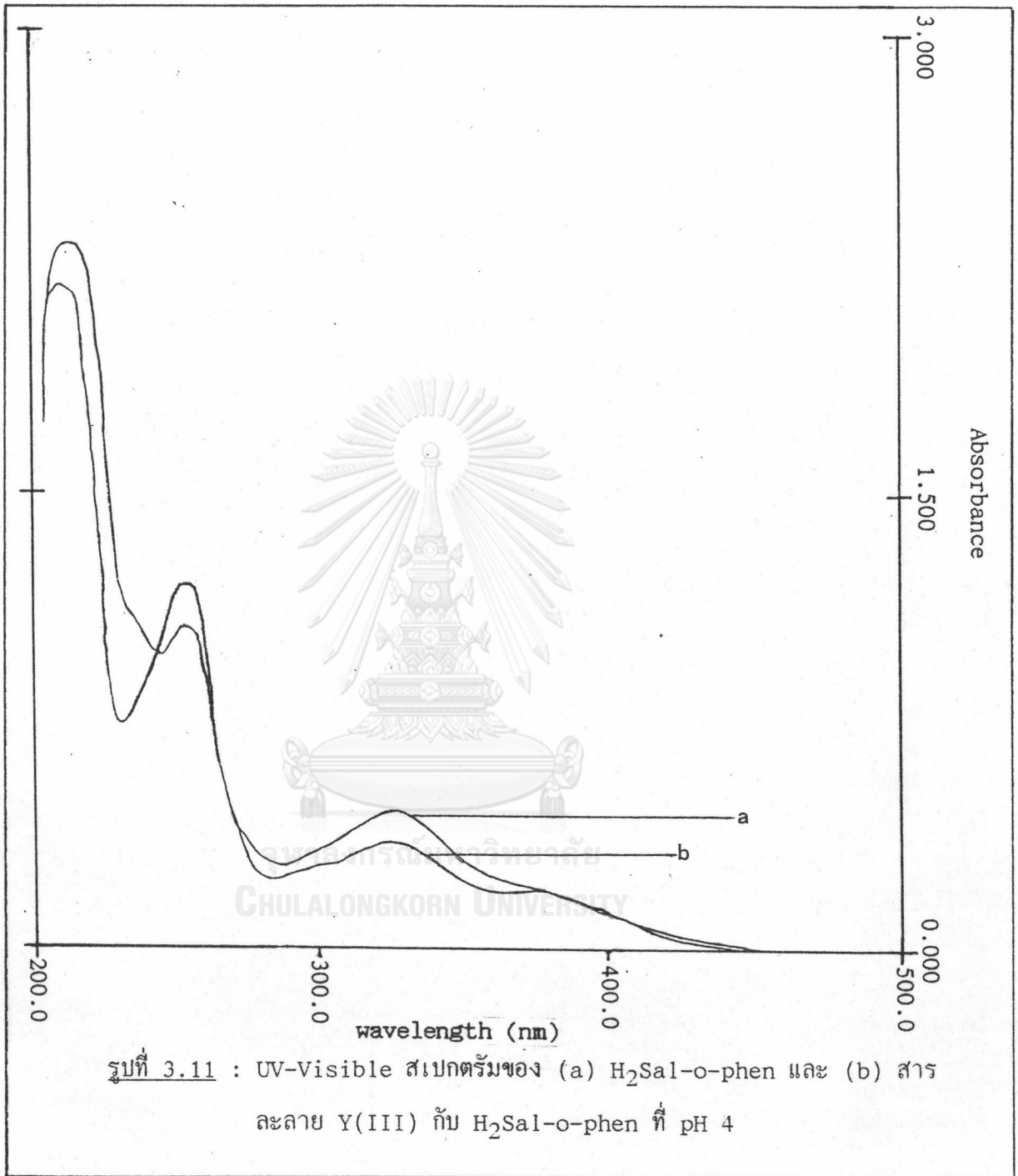
นำสารละลาย  $H_2Salen$  ในเมธานอลความเข้มข้น 2000 พีพีเอ็ม 0.60 ลบ.ซม มาผสมกับสารละลายของ Y(III) 10000 พีพีเอ็ม 0.05 ลบ.ซม. เติมเมธานอล 46.90 ลบ.ซม ลงในสารละลายที่ได้ ปรับ pH ของสารละลายให้เท่ากับ 4 ด้วย กรดไฮโดรคลอริก และสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ปรับปริมาตรของสารละลายให้เป็น 50 ลบ.ซม. ด้วยน้ำกลั่น

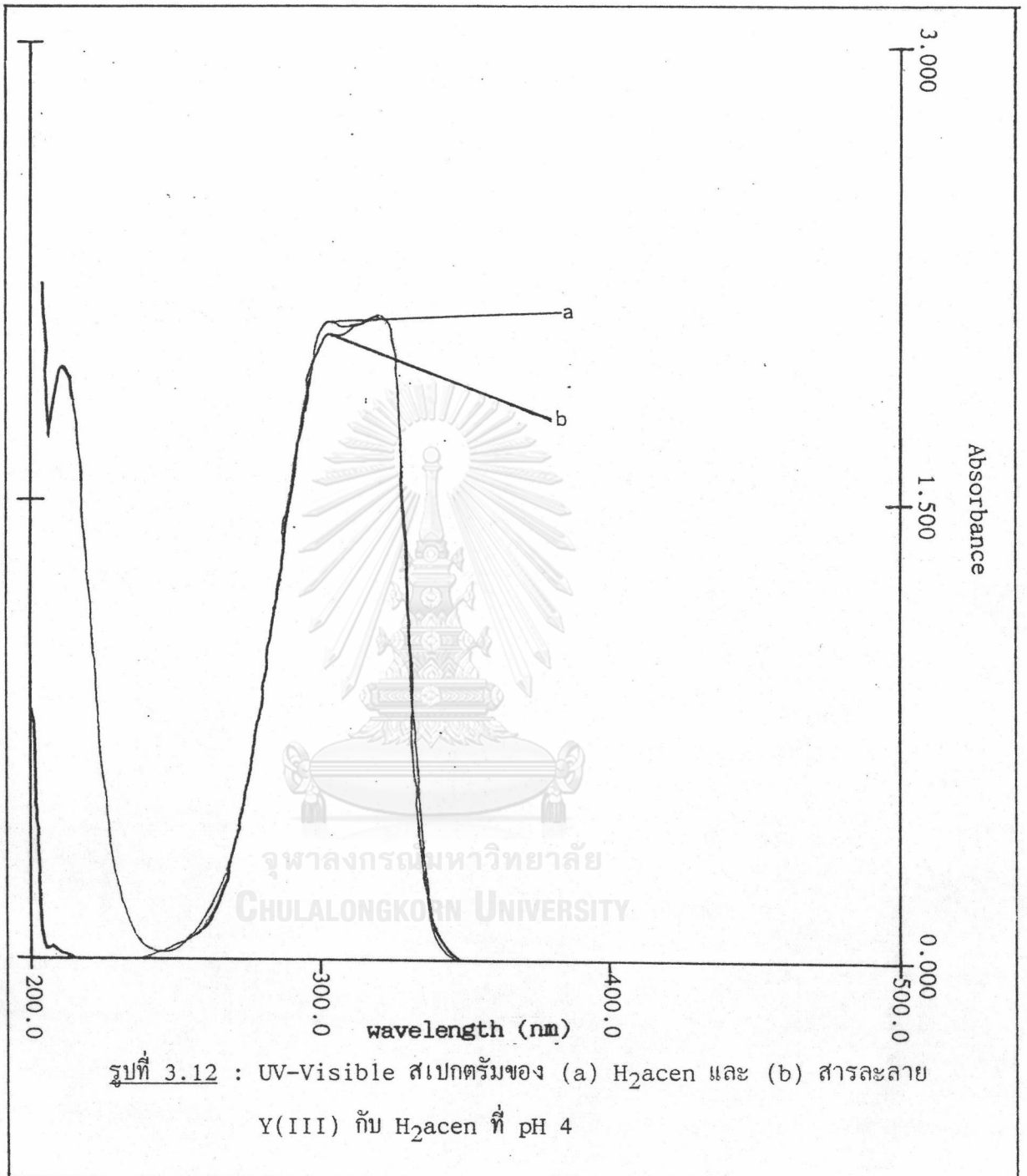
เตรียมสารละลายสารประกอบเชิงซ้อน Y กับลิแกนด์อื่นๆ คือ  $H_2acen$  และ  $H_2Sal-o-phen$  เช่นเดียวกับวิธีการเตรียมสารละลายสารประกอบเชิงซ้อน Y กับ  $H_2Salen$  ข้างต้น

นำสารละลายทั้งหมดที่เตรียมได้ไปวัด UV-Visible สเปกตรัม ผลการวัดที่ได้แสดงในรูปที่ 3.10-3.12







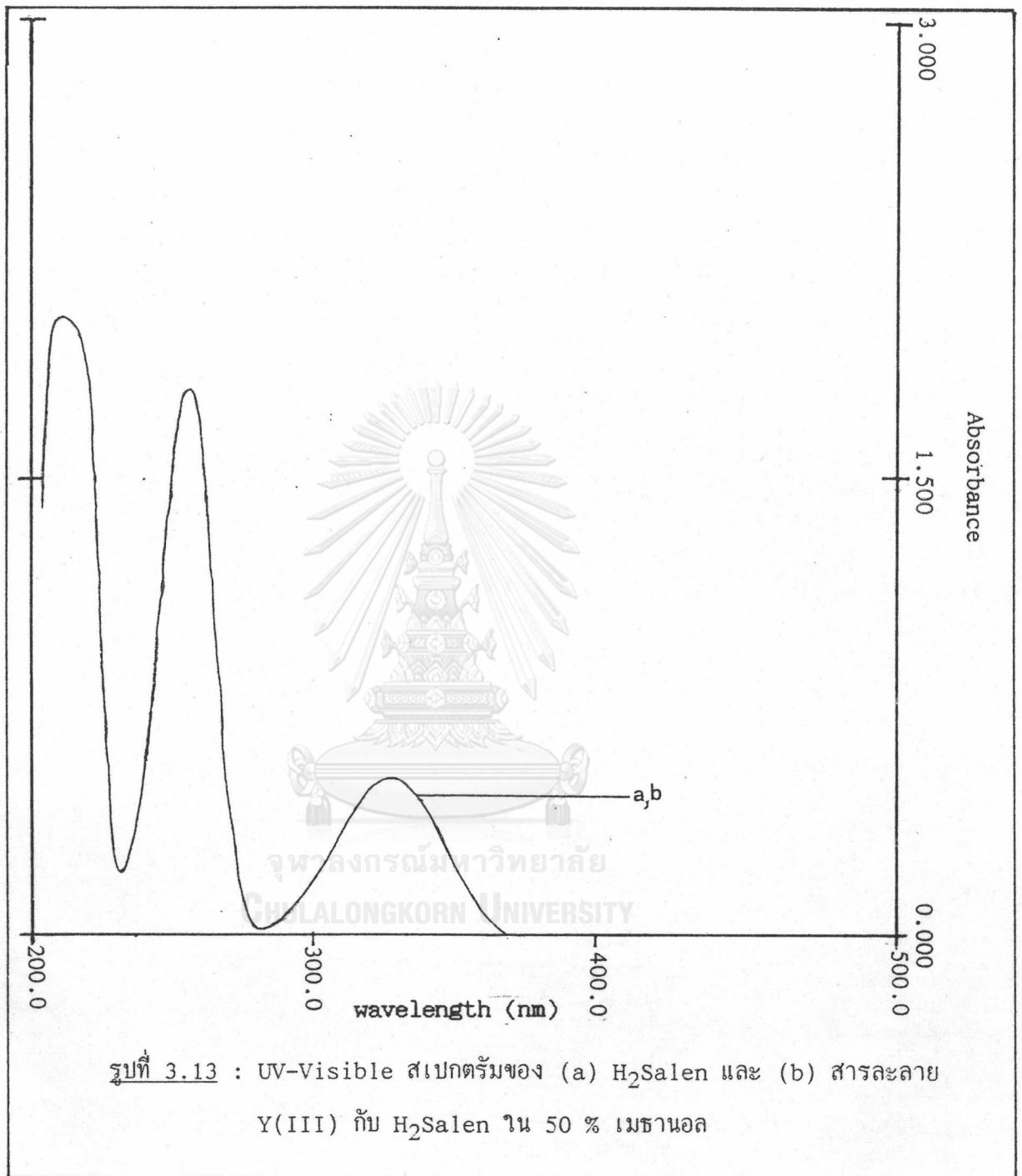


### 3.6) การศึกษาผลของตัวทำละลายในการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนของ Y(III) กับ $H_2Salen$

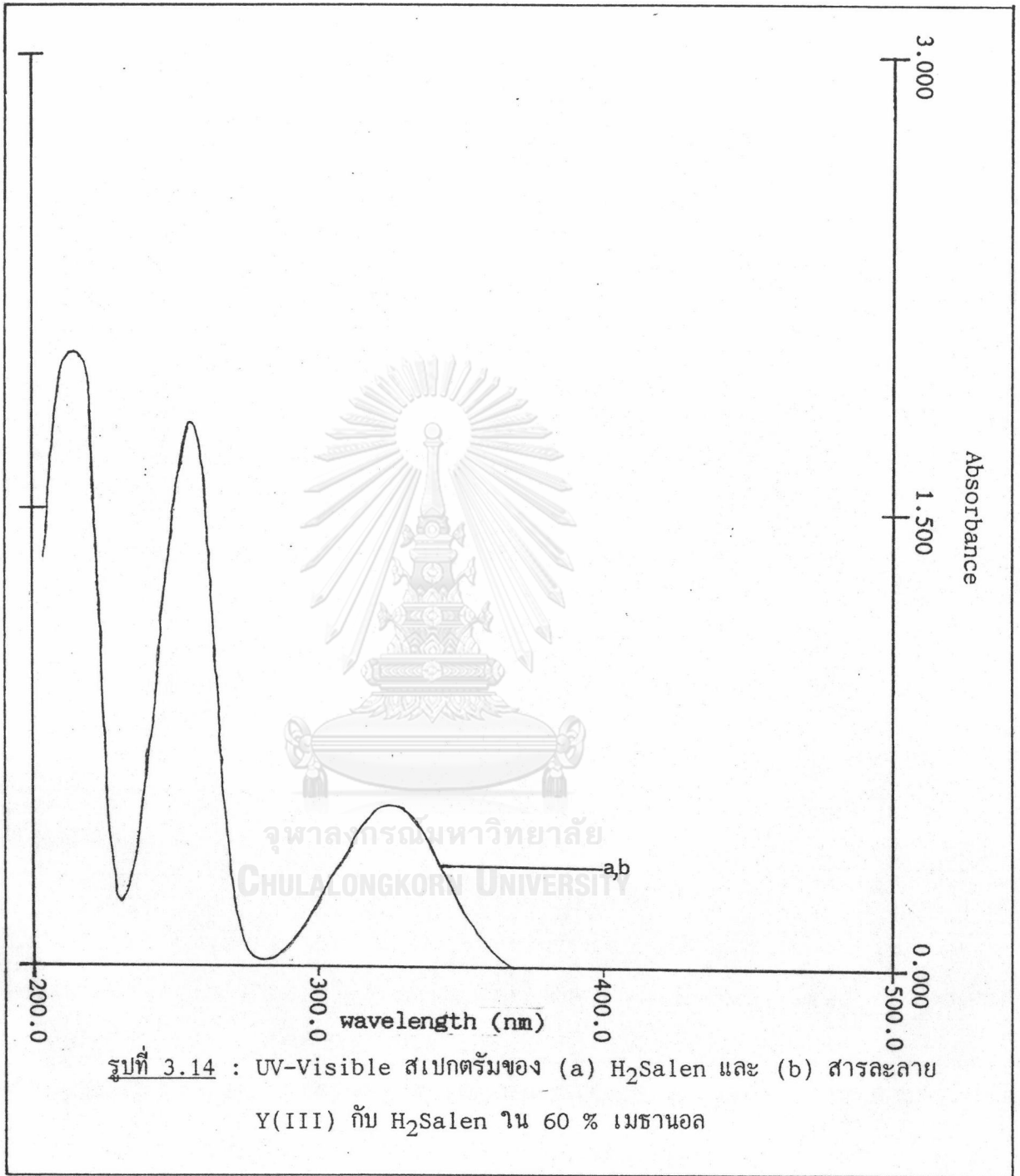
นำสารละลาย  $H_2Salen$  ในเมธานอล 2000 พีพีเอ็ม 0.60 ลบ.ซม. ผสมกับสารละลาย Y(III) 10000 พีพีเอ็ม 0.05 ลบ.ซม. เติมนเมธานอล 46.90 ลบ.ซม.ปรับ pH ของสารละลายให้เป็น 4 ด้วยกรดไฮโดรคลอริก และ สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ แล้วปรับปริมาตรสารละลายที่ได้ให้เป็น 50 ลบ.ซม. ด้วยน้ำกลั่น สารละลายที่ได้มีปริมาตรเมธานอลเท่ากับ 95% เตรียมสารละลายสารประกอบเชิงซ้อนเช่นเดียวกับขั้นตอนข้างต้น แต่ปรับปริมาตรเมธานอลที่เติมมาให้ได้เปอร์เซ็นต์เมธานอลในสารละลายเป็น 90%, 80%, 60% และ 50% นำสารละลายที่เตรียมได้ไปวัดสเปกตรัมการดูดกลืนแสง UV-Visible สเปกตรัมการดูดกลืนแสง UV-Visible ที่ได้แสดงในรูป 3.13-3.17

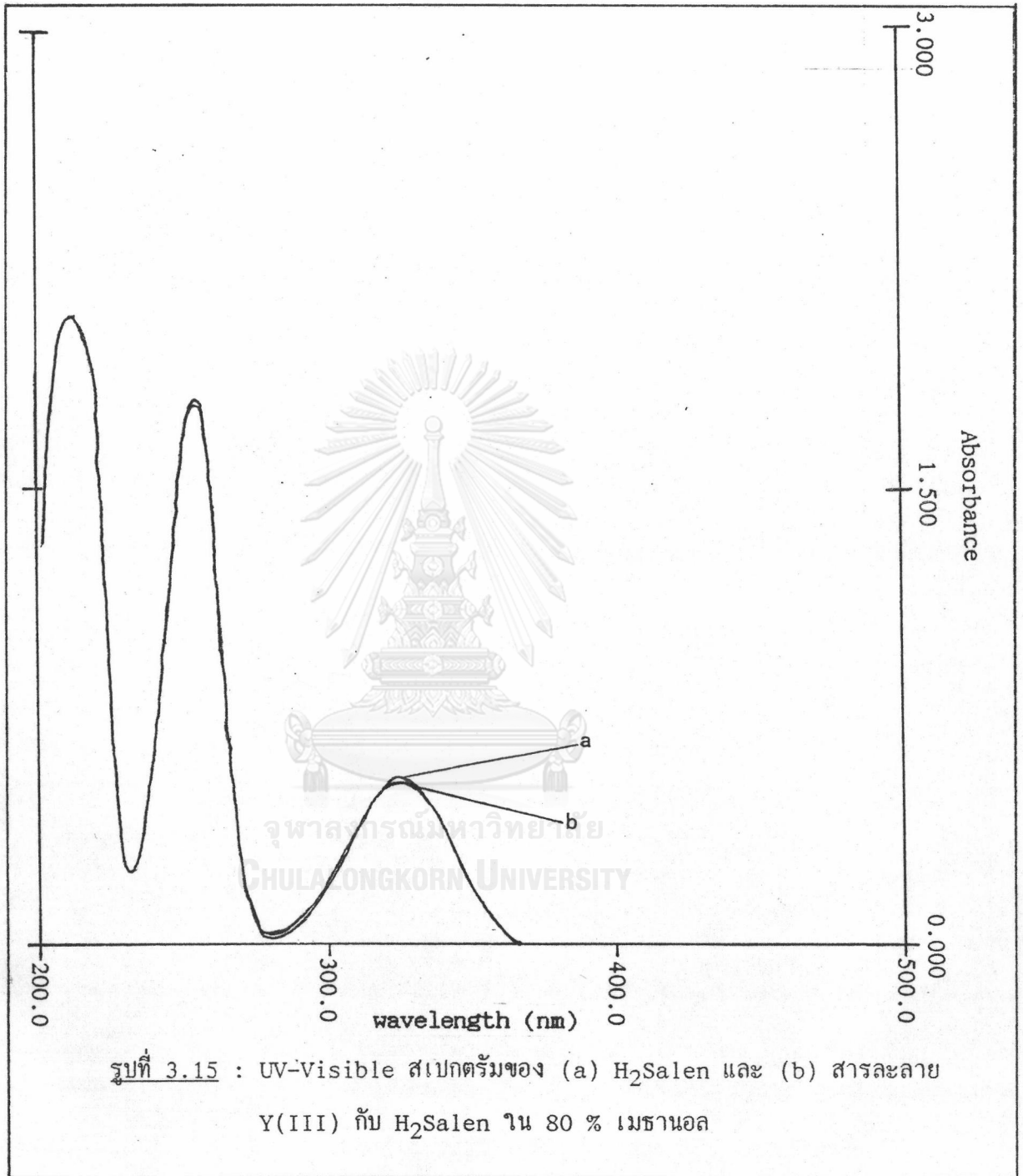


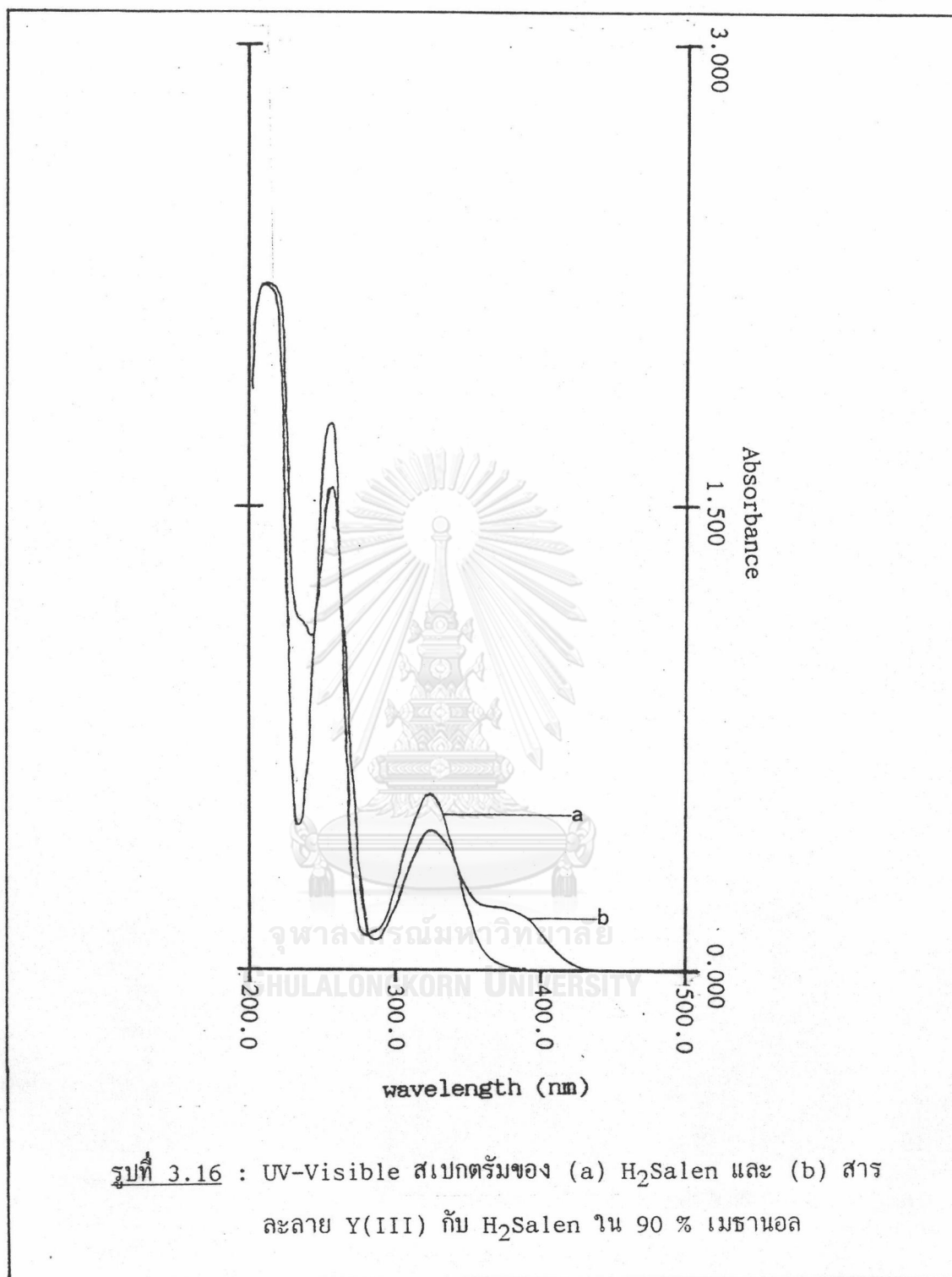


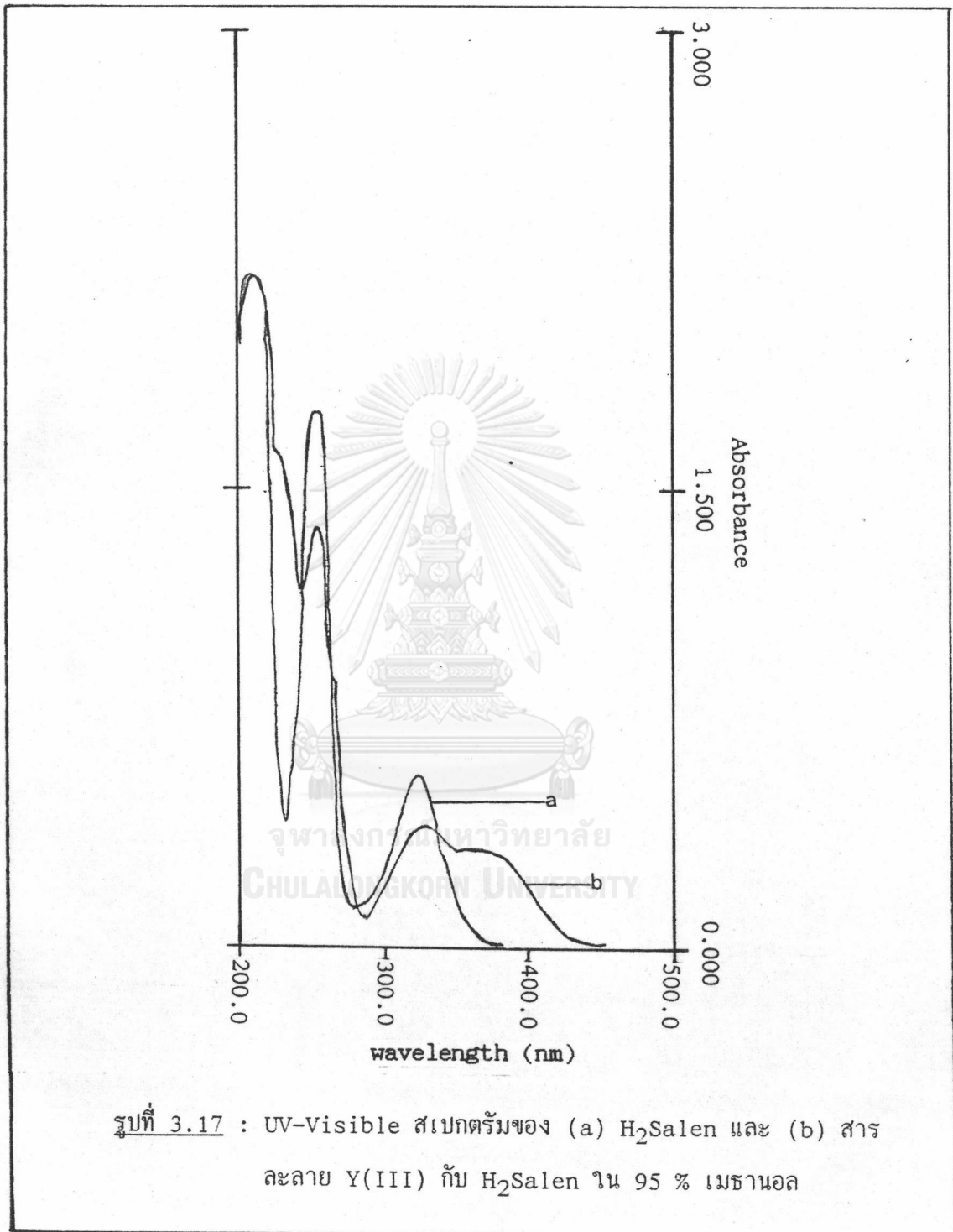


รูปที่ 3.13 : UV-Visible สเปกตรัมของ (a)  $H_2Salen$  และ (b) สารละลาย  $Y(III)$  กับ  $H_2Salen$  ใน 50 % เมทานอล





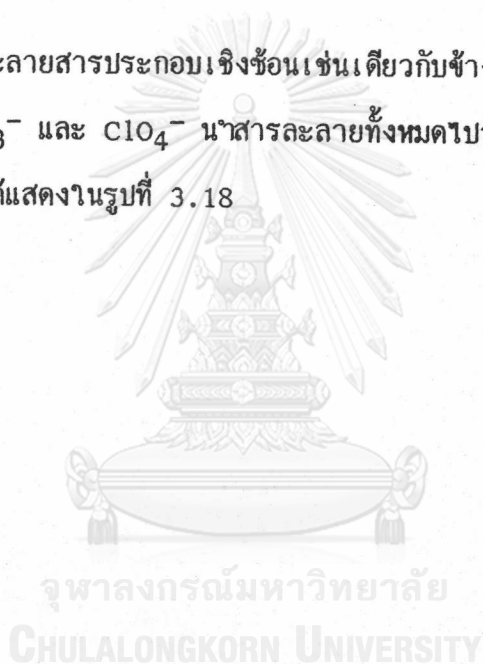


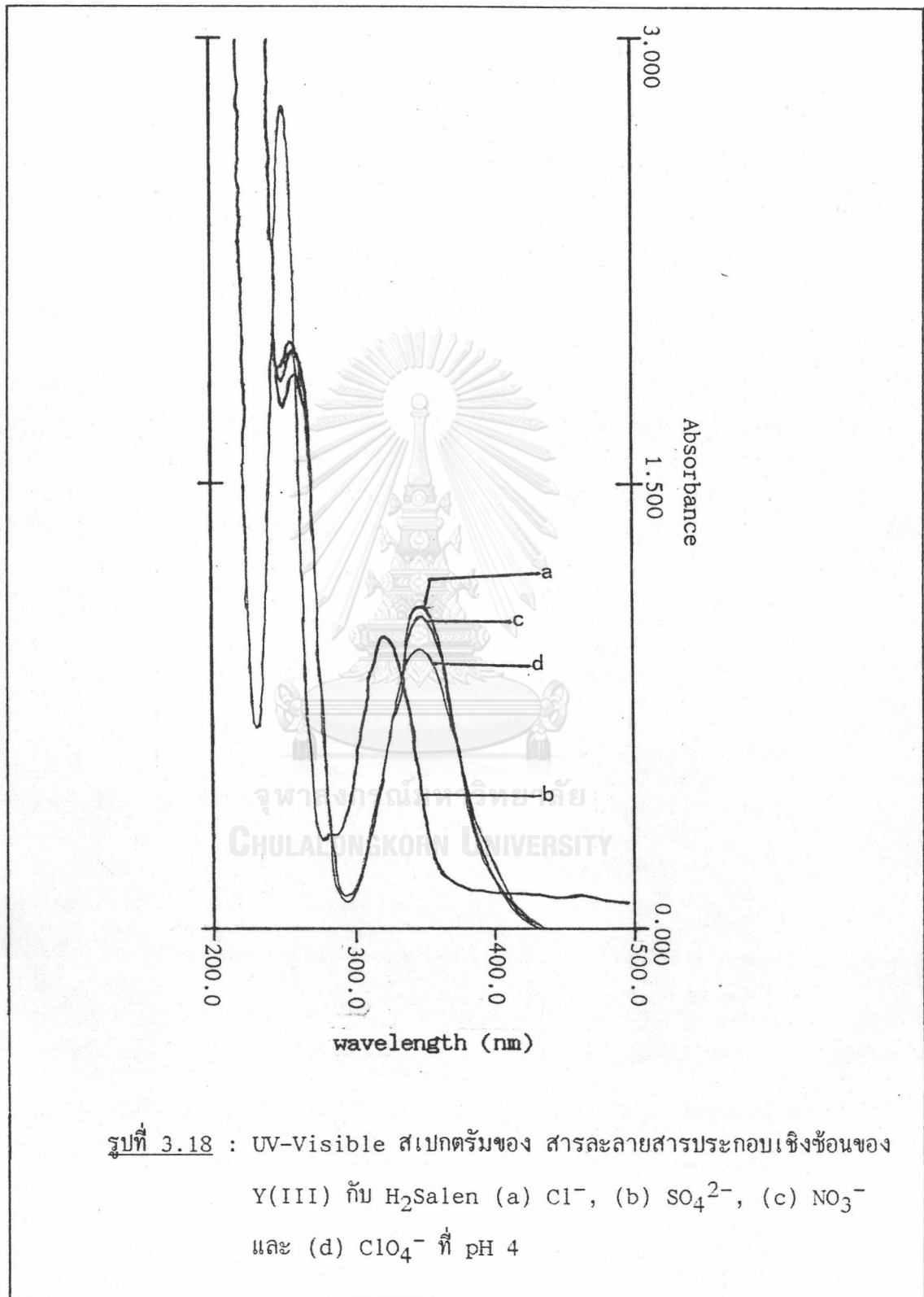


### 3.7) การศึกษาผลของแอนไอออนต่างๆ ต่อการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน Y(III) กับ $H_2Salen$

เตรียมสารละลายสารประกอบเชิงซ้อนของ Y(III) กับ  $H_2Salen$  โดยการผสมสารละลาย  $H_2Salen$  2000 พีพีเอ็ม ในเมทานอล 0.60 ลบ.ซม. กับ สารละลาย Y(III) 10000 พีพีเอ็ม 0.05 ลบ.ซม. เติมนเมทานอล 46.90 ลบ.ซม. ลงในสารละลายที่ได้ เติมนสารละลาย  $Cl^-$  10000 พีพีเอ็ม 0.10 ลบ.ซม. แล้วปรับ pH ของสารละลายให้เป็น 4 ด้วยกรดไฮโดรคลอริก และสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ปรับปริมาตรสารละลายที่ได้ให้เป็น 50 ลบ.ซม. ด้วยน้ำกลั่น

เตรียมสารละลายสารประกอบเชิงซ้อนเช่นเดียวกับข้างต้น แต่เปลี่ยนแอนไอออนจาก  $Cl^-$  เป็น  $SO_4^{2-}$ ,  $NO_3^-$  และ  $ClO_4^-$  นำสารละลายทั้งหมดไปวัดสเปกตรัมการดูดกลืนแสง UV-Visible สเปกตรัมที่ได้แสดงในรูปที่ 3.18





รูปที่ 3.18 : UV-Visible สเปกตรัมของ สารละลายสารประกอบเชิงซ้อนของ Y(III) กับ H<sub>2</sub>Salen (a) Cl<sup>-</sup>, (b) SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, (c) NO<sub>3</sub><sup>-</sup> และ (d) ClO<sub>4</sub><sup>-</sup> ที่ pH 4



### 3.8) การหาค่าคงที่ของการเกิดสารประกอบเชิงซ้อน Y(III) กับ H<sub>2</sub>Salen

#### 3.8.1) Job's Method

เตรียมสารละลายสารประกอบเชิงซ้อนของ Y(III) กับ H<sub>2</sub>Salen โดยการผสมสารละลาย H<sub>2</sub>Salen ในเมธานอล 2000 พีพีเอ็ม 0 ลบ.ซม. กับ สารละลาย Y(III) 10000 พีพีเอ็ม 0.06 ลบ.ซม. เติมเมธานอล 47.50 ลบ.ซม. ลงในสารละลาย แล้วปรับ pH ของสารละลายให้เป็น 4 ด้วยกรดไฮโดรคลอริก และสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ปรับปริมาตรของสารละลายที่ได้ให้เป็น 50 ลบ.ซม. ด้วยน้ำกลั่น

เตรียมสารละลายของสารประกอบเชิงซ้อนเช่นเดียวกับข้างต้น แต่เปลี่ยนอัตราส่วนโดยปริมาตรของ H<sub>2</sub>Salen:Y:เมธานอล เป็นดังนี้ 0.15:0.05:47.35, 0.30:0.04:47.2, 0.45:0.03:47.05, 0.60:0.02:46.9, 0.75:0.01:46.75 และ 0.90:0.00:46.60 นำสารละลายทั้งหมดที่เตรียมได้ไปวัดค่าการดูดกลืนแสง UV-Visible ที่ความยาวคลื่น 384.0 นาโนเมตร ผลที่ได้แสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 : ค่าการดูดกลืนแสง UV-Visible ของสารละลายสารประกอบเชิงซ้อน Y(III) กับ H<sub>2</sub>Salen ที่ค่า mole fraction ของ Y(III) ต่างๆ

mole fraction [M]	Absorbance
1.00	0.000
0.80	0.063
0.70	0.106
0.50	0.199
0.40	0.138
0.20	0.100
0.00	0.038

กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า mole fraction ของ Y(III) กับค่าการดูดกลืนแสง UV-Visible แสดงในรูปที่ 3.19

### 3.8.2) Mole ratio method

เตรียมสารละลายของสารประกอบเชิงซ้อนของ Y(III) กับ  $H_2Salen$  โดยการผสมสารละลาย  $H_2Salen$  ในเมทานอล 2000 พีพีเอ็ม 0 ลบ.ซม. กับสารละลาย Y(III) 10000 พีพีเอ็ม 0.50 ลบ.ซม. เติมเมทานอล 47.50 ลบ.ซม. ลงในสารละลายแล้วปรับ pH ของสารละลายให้เป็น 4 ด้วยกรดไฮโดรคลอริก และสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ปรับปริมาตรของสารละลายที่ได้ให้เป็น 50 ลบ.ซม. ด้วยน้ำกลั่น

เตรียมสารละลายของสารประกอบเชิงซ้อนเช่นเดียวกับข้างต้น แต่เปลี่ยนอัตราส่วนโดยปริมาตรของ  $H_2Salen:Y:เมทานอล$  ที่ใส่ลงในสารละลายให้มีอัตราส่วนดังนี้ 1.00:0.5:46.50, 2.00:0.5:45.50, 4.00:0.5:43.50, 6.00:0.5:41.50, 8.00:0.5:39.50, 10.00:0.5:35.50, 15.00:0.5:32.50 และ 20.00:0.5:25.50 นำสารละลายที่ได้ไปวัดค่าการดูดกลืนแสง UV-Visible ที่ความยาวคลื่น 384.0 นาโนเมตร ผลที่ได้แสดงในตารางที่ 3.2

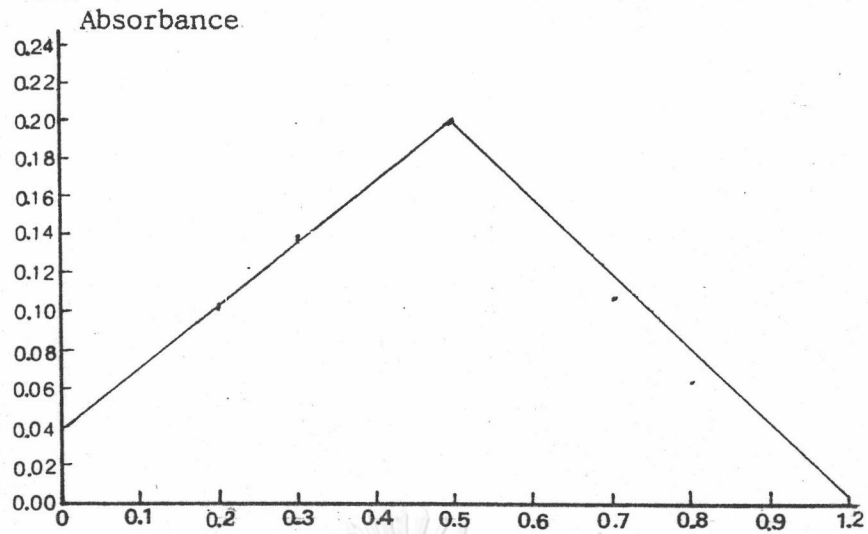
ตารางที่ 3.2 : ค่าการดูดกลืนแสง UV-Visible ของสารละลายสารประกอบเชิงซ้อน  $H_2Salen-Y(III)$  ที่ค่าอัตราส่วนโมลของ Y(III): $H_2Salen$  ต่างๆ

$H_2Salen/Y(III)$	Absorbance
0.0	0.000
0.2	0.364
0.3	0.637
0.7	1.151
1.0	1.600

ตารางที่ 3.2 : ค่าการดูดกลืนแสง UV-Visible ของสารละลายสารประกอบเชิงซ้อน  $H_2Salen-Y(III)$  ที่ค่าอัตราส่วนโมลของ  $Y(III):H_2Salen$  ต่างๆ (ต่อ)

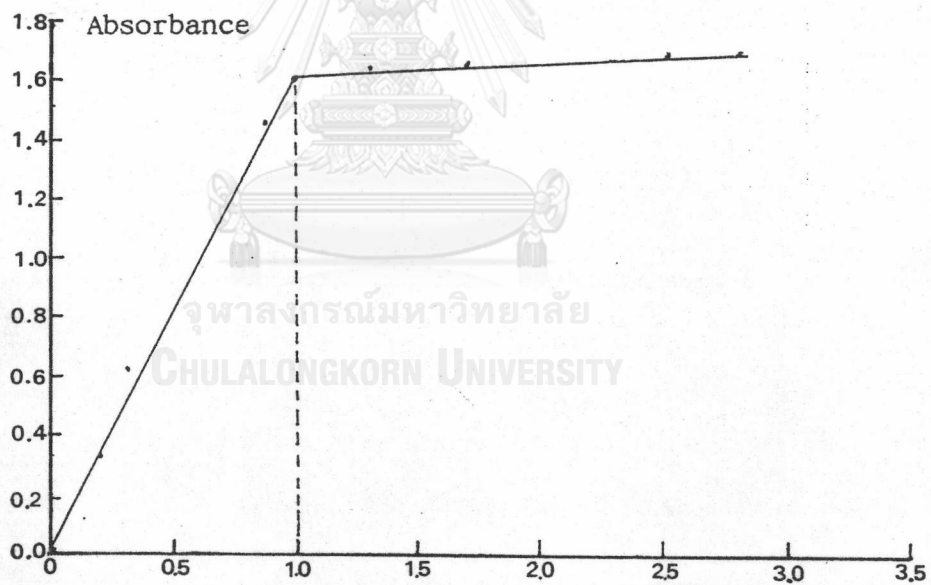
$H_2Salen/Y(III)$	Absorbance
1.3	1.632
1.7	1.656
2.5	1.700
3.3	1.704

กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตราส่วน  $H_2Salen$  ต่อ  $Y(III)$  กับค่าการดูดกลืนแสง UV-Visible ที่ 384.0 นาโนเมตร แสดงในรูปที่ 3.20



ค่าโมลแฟรกชัน Y(III)

รูปที่ 3.19 : กราฟแสดงค่าการดูดกลืนแสง UV-Visible ของ สารละลายสารประกอบเชิงซ้อนของ Y(III) กับ  $H_2Salen$  ที่ 384.0 นาโนเมตร กับ ค่าโมลแฟรกชัน Y(III)



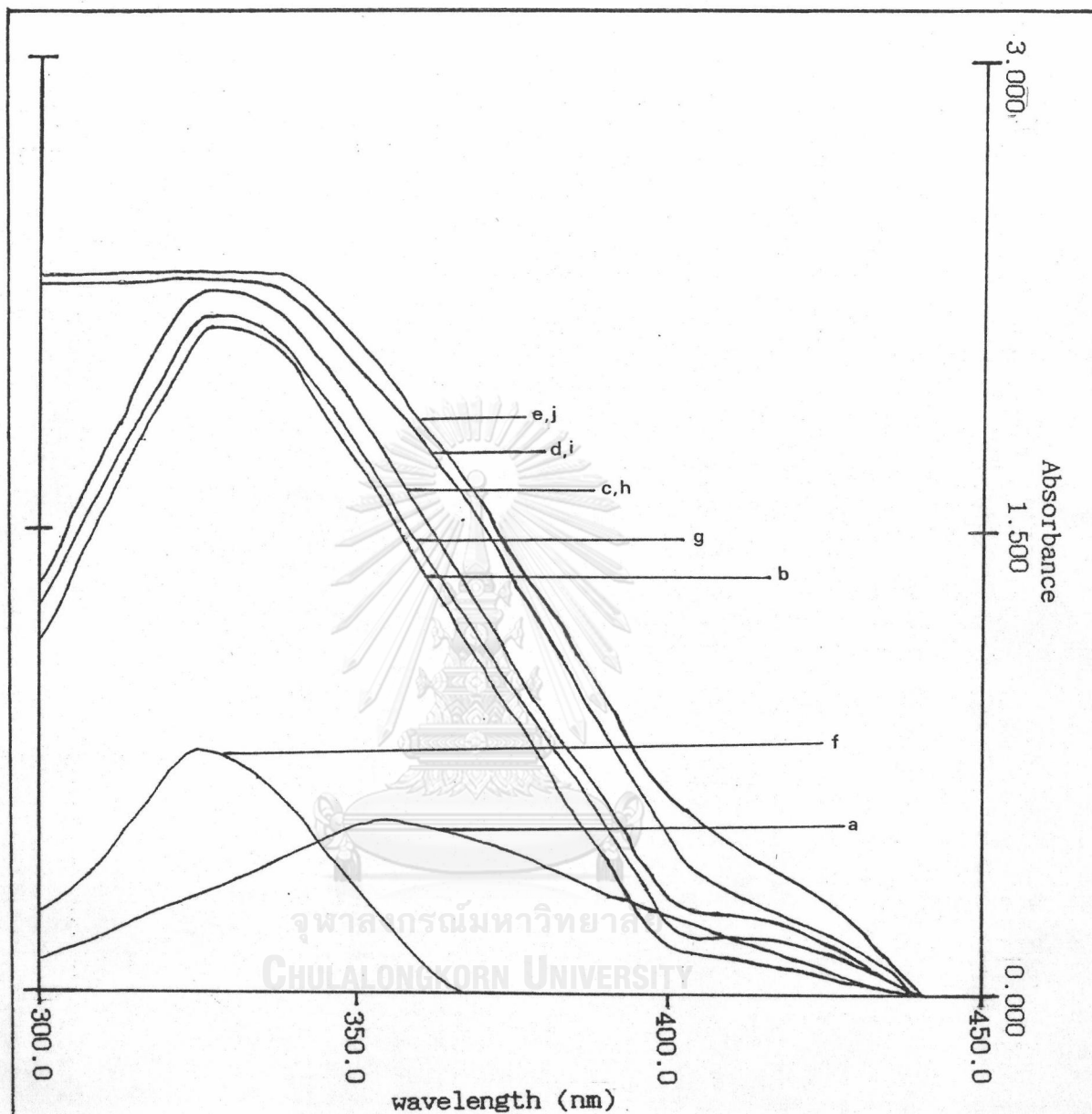
อัตราส่วนโมล  $H_2Salen/Y(III)$

รูปที่ 3.20 : กราฟแสดงค่าการดูดกลืนแสง UV-Visible ของ สารละลายสารละลายสารประกอบเชิงซ้อนของ Y(III)- $H_2Salen$  กับ อัตราส่วนโมลของ  $H_2Salen/Y(III)$

### 3.9) การศึกษา UV-Visible สเปกตรัมของสารละลาย Y(III) กับ $H_2Salen$ ที่อัตราส่วน โมลต่างๆ

เตรียมสารละลายของสารประกอบเชิงซ้อน Y(III) กับ  $H_2Salen$  โดยการผสมสารละลาย  $H_2Salen$  ในเมธานอล 2000 พีพีเอ็ม 0.60 ลบ.ซม. กับ 0.05 ลบ.ซม. ของสารละลาย Y(III) 10000 พีพีเอ็ม แล้วเติมเมธานอล 46.90 ลบ.ซม. ลงในสารละลายที่ได้ปรับ pH ของสารละลายให้เป็น 4 ด้วยกรดไฮโดรคลอริก และ สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ปรับปริมาตรสารละลายที่ได้ให้เป็น 50 ลบ.ซม. ด้วยน้ำกลั่น

เตรียมสารละลายของสารประกอบเชิงซ้อนเช่นเดียวกับข้างต้น แต่เปลี่ยนอัตราส่วนโดยปริมาณ  $H_2Salen:Y$ :เมธานอล ที่ใส่ลงในสารละลายที่มีอัตราส่วนดังนี้ 1.20:0.05:46.30 , 2.40:0.05:45.10, 3.60:0.05:43.90, 4.80:0.05:42.70 และ 6.00:0.05:41.50 นำสารละลายที่ได้ไปวัดสเปกตรัมการดูดกลืนแสง UV-Visible เทียบกับสเปกตรัมของ  $H_2Salen$  ในปริมาณเดียวกัน ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 3.21



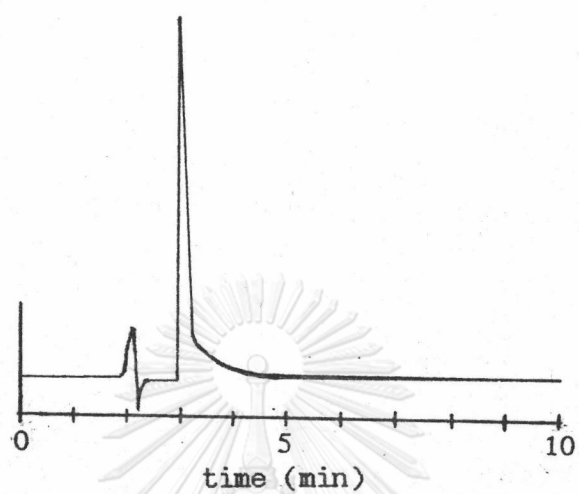
รูปที่ 3.21 : UV-Visible สเปกตรัมของ สารละลายผสม Y(III) กับ H<sub>2</sub>Salen อัตราส่วนโมล (a) 1:1, (b) 1:2, (c) 1:4, (d) 1:8, (e) 1:10 และ H<sub>2</sub>Salen ปริมาณ (f) 0.60, (g) 1.20, (h) 2.40, (i) 4.80 และ (j) 6.00 ลบ.ซม

### 3.10) การศึกษาโครมาโทแกรมของ $H_2Salen$ และ สารประกอบเชิงซ้อนของ Y(III) กับ $H_2Salen$

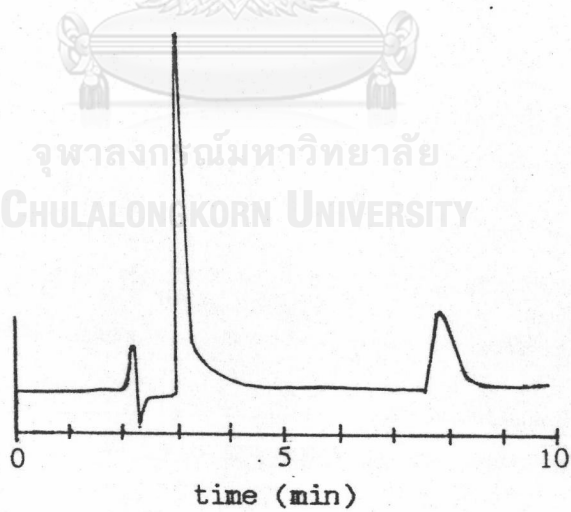
เตรียมสารละลายสารประกอบเชิงซ้อนของ Y(III) กับ  $H_2Salen$  โดยการผสมสารละลาย  $H_2Salen$  ในเมธานอล 2000 พีพีเอ็ม 0.60 ลบ.ซม. กับ สารละลาย Y(III) 10000 พีพีเอ็ม 0.05 ลบ.ซม. เติมนเมธานอล 46.90 ลบ.ซม. ลงในสารละลาย แล้วปรับ pH ของสารละลายให้เป็น 4 ด้วยกรดไฮโดรคลอริก และสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ปริมาณของสารละลายที่ได้ให้เป็น 50 ลบ.ซม. ด้วยน้ำกลั่น

นำสารละลายที่เตรียมได้มาศึกษาโครมาโทแกรมด้วย High Performance Liquid Chromatography โดยมีพารามิเตอร์ต่างๆ ดังนี้ flow rate 1 ml/min, ตรวจวัดสารที่ความยาวคลื่น 252 นาโนเมตร, เฟสเคลื่อนที่ เป็น 80 % MeOH pH 4, เฟสที่อยู่กับที่เป็น  $C_{18}$  Reverse phase column โครมาโทแกรมที่ได้แสดงในรูปที่ 3.22-3.23





รูปที่ 3.22 : โครมาโทแกรมของ  $H_2Salen$  ที่ pH 4



รูปที่ 3.23 : โครมาโทแกรมของ สารละลายสารประจําซ้อน Y(III) กับ  $H_2Salen$  ที่ pH 4

### 3.11) การศึกษาผลของเฟสเคลื่อนที่สำหรับใช้ในระบบ HPLC

เตรียมสารละลายสารประกอบเชิงซ้อนของ  $H_2Salen$  กับ  $Y(III)$  โดยการผสมสารละลาย  $H_2Salen$  ในเมทานอล 2000 พีพีเอ็ม 0.60 ลบ.ซม. กับ สารละลาย  $Y(III)$  10000 พีพีเอ็ม 0.05 ลบ.ซม. เติมเมทานอล 46.90 ลบ.ซม. ลงในสารละลาย แล้วปรับ pH ของสารละลายให้เป็น 4 ด้วยกรดไฮโดรคลอริก และสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ปรับปริมาตรของสารละลายที่ได้ให้เป็น 50 ลบ.ซม. ด้วยน้ำกลั่น

เตรียมสารละลาย  $H_2Salen$  pH 4 โดยผสม 0.60 ลบ.ซม. ของสารละลาย  $H_2Salen$  ในเมทานอล 2000 พีพีเอ็ม กับ 46.90 ลบ.ซม. เมทานอล ปรับ pH ของสารละลายให้เป็น 4 ด้วยกรดไฮโดรคลอริก และสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ แล้วปรับปริมาตรให้เป็น 50 ลบ.ซม. ด้วยน้ำกลั่น เตรียมสารละลายเฟสเคลื่อนที่ต่างๆ ดังตาราง

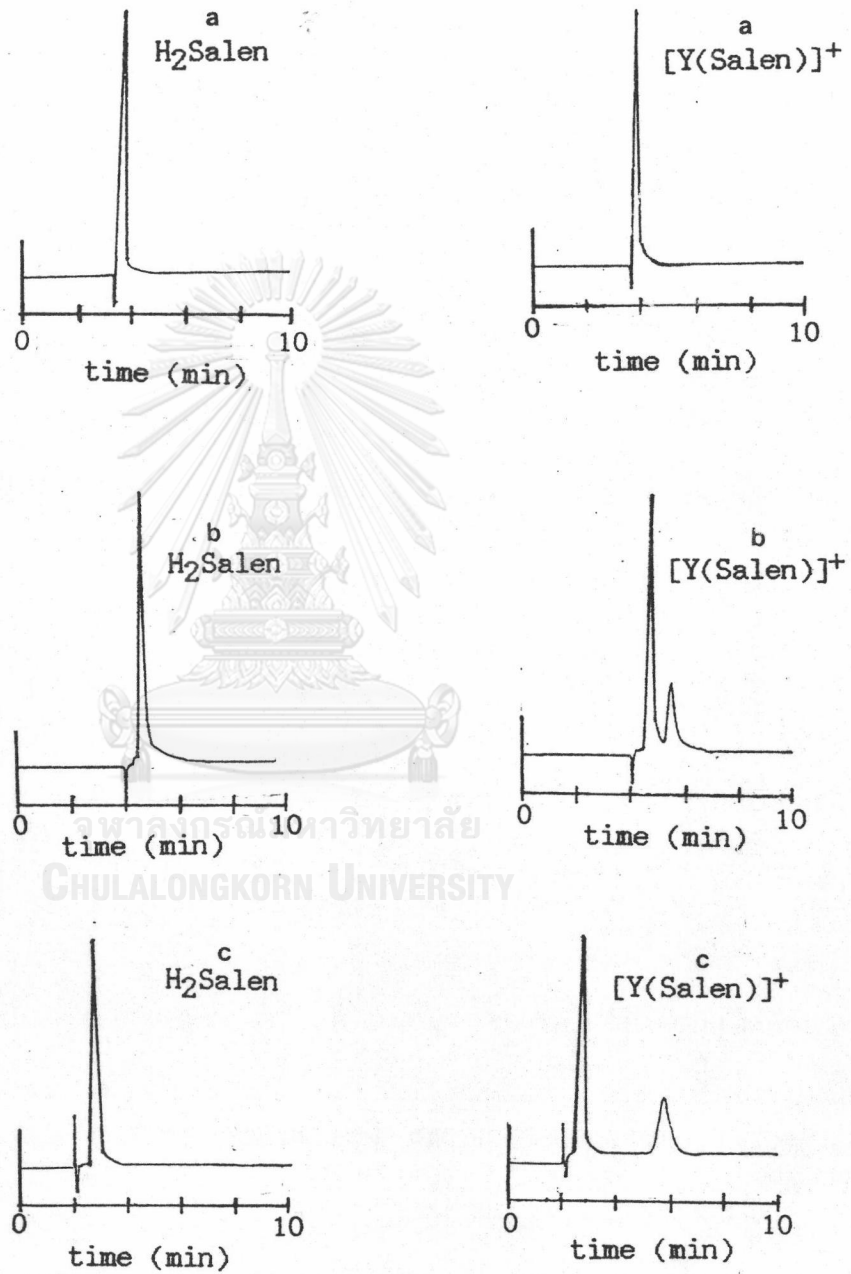
pH	Solvent		
	MeOH	acetonitrile	H <sub>2</sub> O
4	90%	-	10%
4	80%	-	20%
4	70%	-	30%
4	60%	-	40%
4	50%	-	50%
-	90%	9%	1%
-	90%	10%	-

ผ่านสารละลายสารประกอบเชิงซ้อนที่เตรียมได้เข้าในระบบ HPLC โดยมีพารามิเตอร์

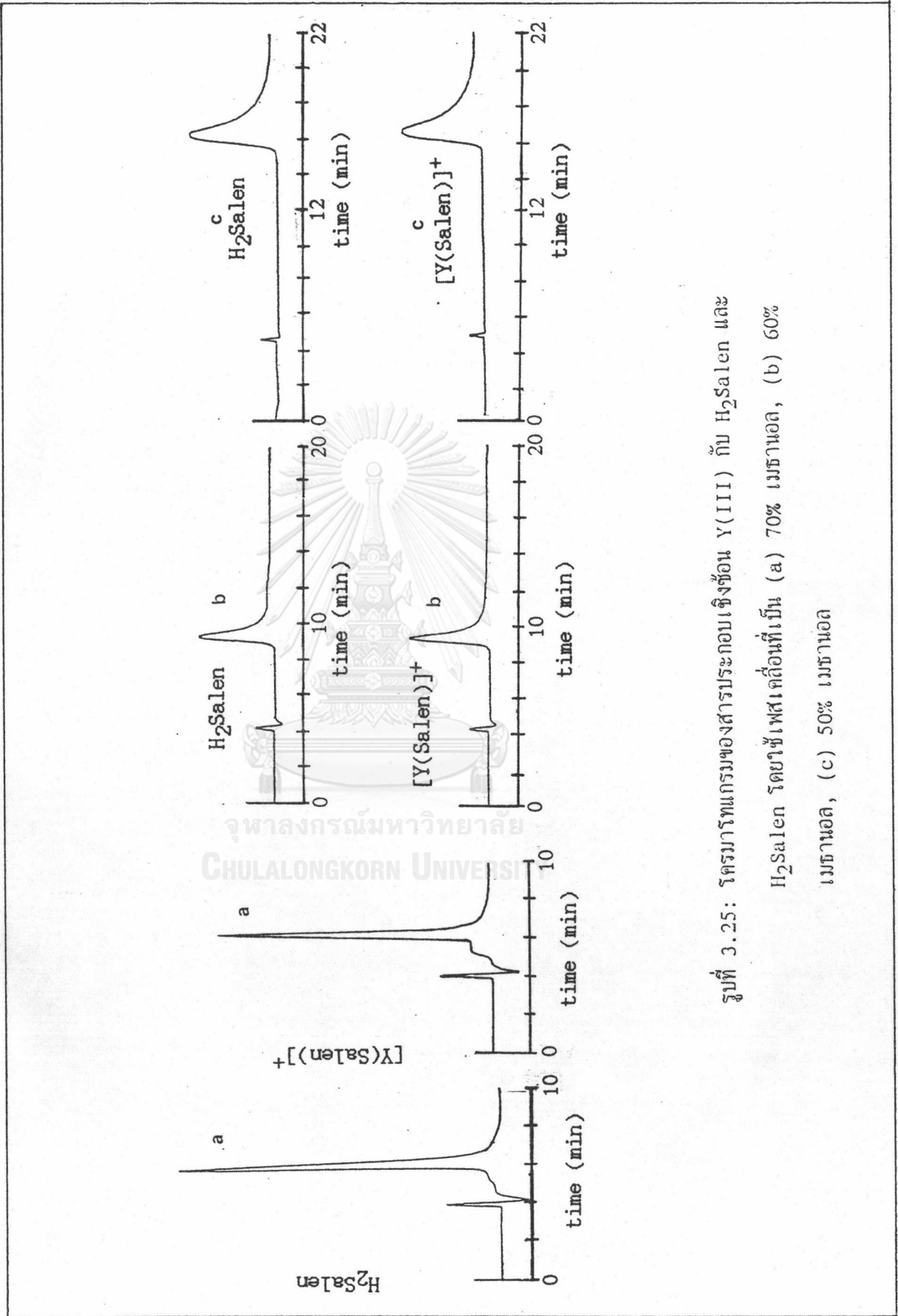
เช่นเดียวกับการทดลอง 3.10 แต่เปลี่ยนไปตามตาราง โครมาโทแกรมที่ได้แสดงในรูปที่ 3.24  
-3.26



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
CHULALONGKORN UNIVERSITY

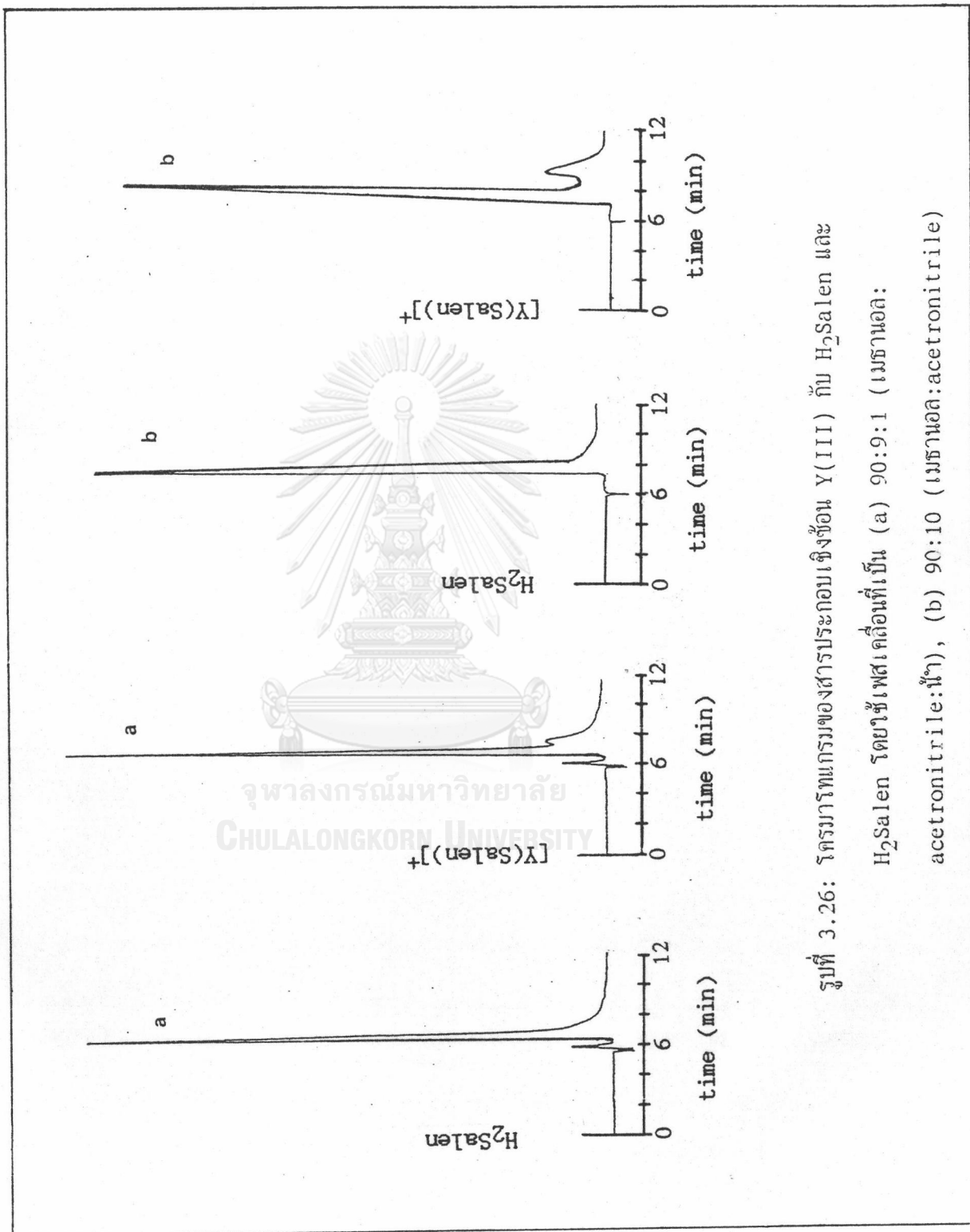


รูปที่ 3.24 : โครมาโทแกรมของสารประกอบเชิงซ้อน Y(III) กับ  $H_2Salen$  และ  $H_2Salen$  โดยใช้อุณหภูมิที่เปลี่ยนที่เป็น (a) 100% เมทานอล, (b) 90% เมทานอล และ (c) 80% เมทานอล



รูปที่ 3.25: โครมาโทแกรมของสารประกอบเชิงซ้อน Y(III) กับ  $H_2Salen$  และ

$H_2Salen$  โดยเข้าเฟสเคลื่อนที่เป็น (a) 70% เมทานอล, (b) 60% เมทานอล, (c) 50% เมทานอล

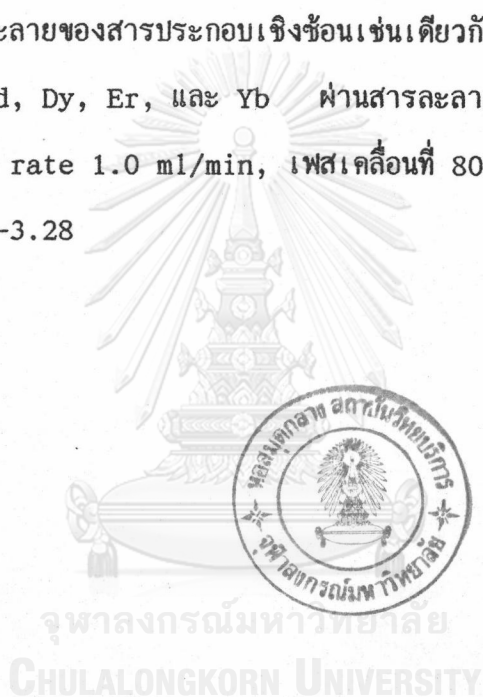


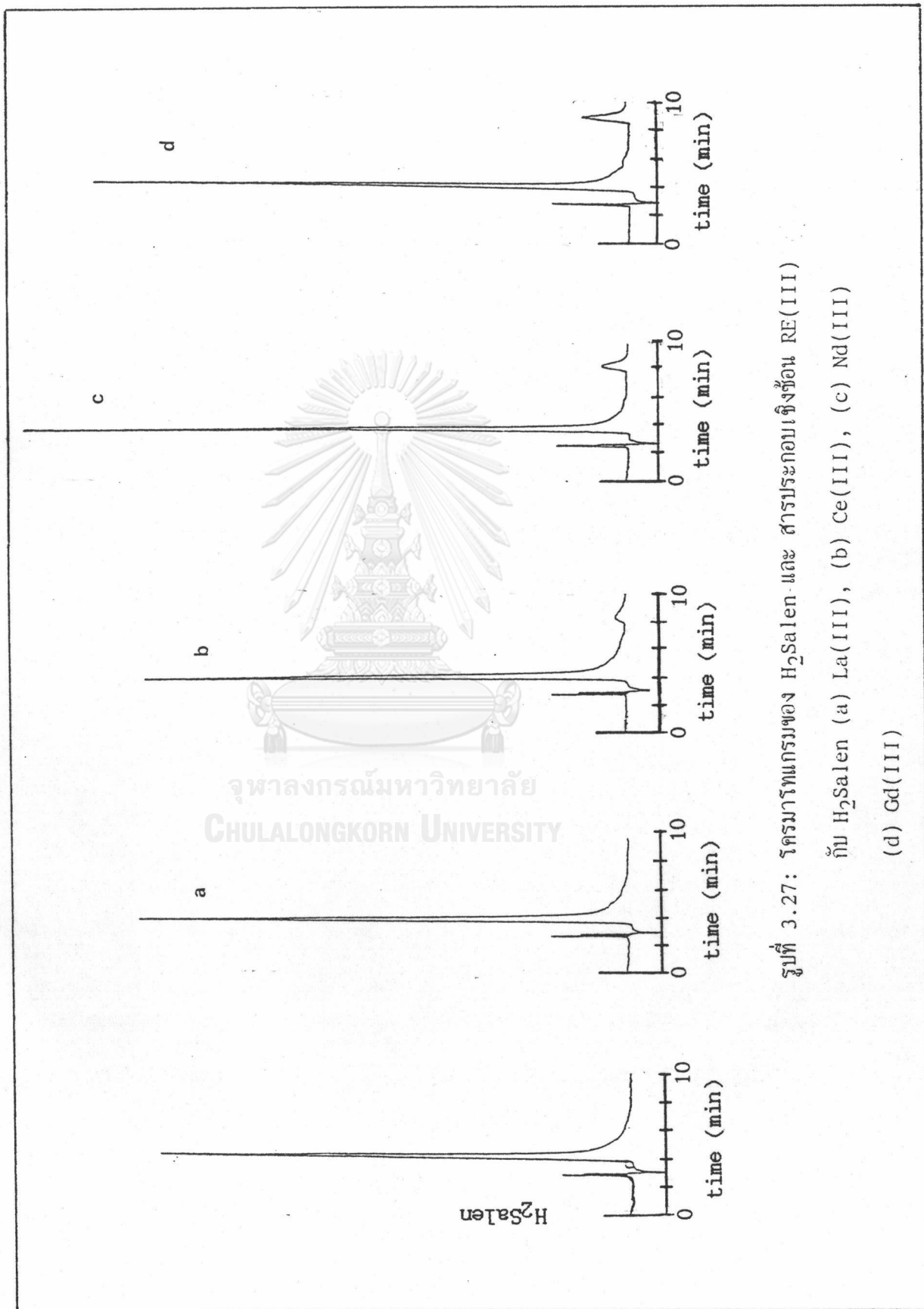
รูปที่ 3.26: โครมาโทแกรมของสารประกอบเชิงซ้อน Y(III) กับ H<sub>2</sub>Salen และ H<sub>2</sub>Salen โดยใช้เฟสเคลื่อนที่เป็น (a) 90:9:1 (เมธานอล:acetonitrile:น้ำ), (b) 90:10 (เมธานอล:acetonitrile)

### 3.12) การศึกษาโครมาโทแกรมของสารประกอบเชิงซ้อนของ แร่เอิร์ธไอออนอื่นๆ กับ $H_2Salen$

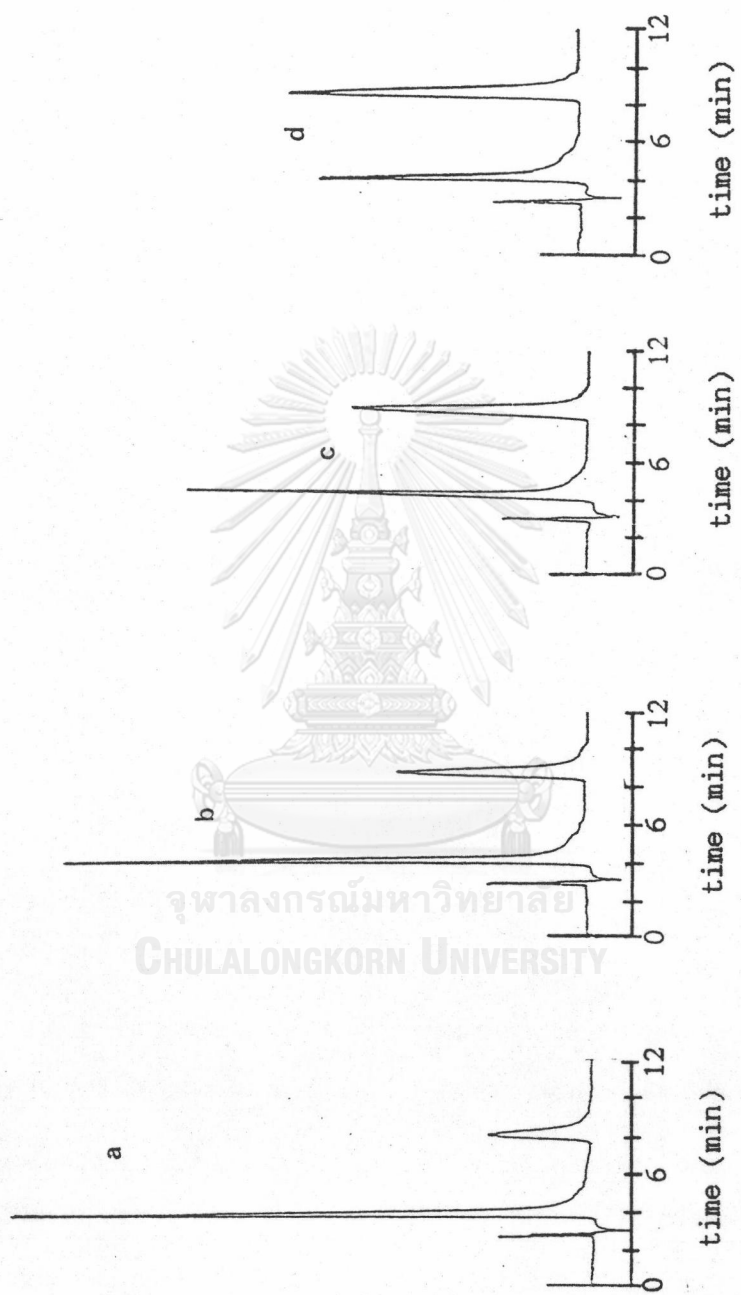
เตรียมสารละลายของสารประกอบเชิงซ้อนของ Y(III) กับ  $H_2Salen$  โดยการผสมสารละลาย  $H_2Salen$  ในเมธานอล 2000 พีพีเอ็ม 0.6 ลบ.ซม. กับ สารละลาย 10000 พีพีเอ็ม ของ Y(III) 0.05 ลบ.ซม. เติมนเมธานอล 46.90 ลบ.ซม. ลงในสารละลาย แล้วปรับ pH ของสารละลายให้เป็น 4 ด้วยกรดไฮโดรคลอริก และสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ แล้วปรับปริมาตรของสารละลายที่ได้ให้เป็น 50 ลบ.ซม. ด้วยน้ำกลั่น

เตรียมสารละลายของสารประกอบเชิงซ้อนเช่นเดียวกับข้างต้น แต่เปลี่ยนจากใช้ Y เป็น La, Ce, Nd, Gd, Dy, Er, และ Yb ผ่านสารละลายที่ได้เข้าในระบบ HPLC โดยมีพารามิเตอร์ดังนี้ flow rate 1.0 ml/min, เฟสเคลื่อนที่ 80 % MeOH pH 4 โครมาโทแกรมที่ได้แสดงดังรูปที่ 3.27-3.28







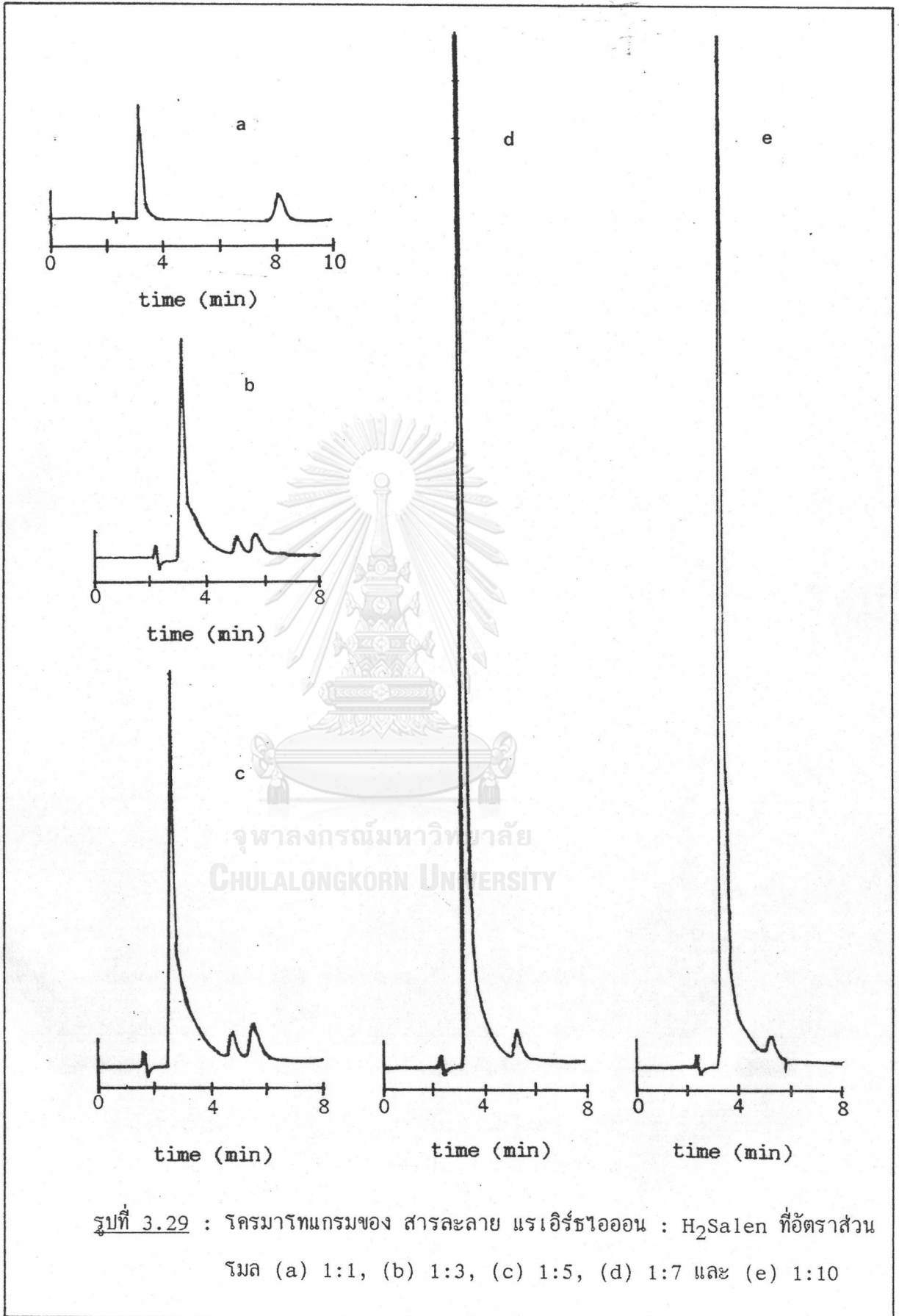


รูปที่ 3.28: โครมาโทแกรมของ  $H_2Salen$  และ สารประกอบเชิงซ้อน RE(III) กับ  $H_2Salen$  (a) Y(III), (b) Dy(III), (c) Er(III) (d) Yb(III)

### 3.13) การศึกษาการแยก Y(III) ออกจากแรเอิร์ธผสมด้วยระบบ HPLC

เตรียมสารละลายสารประกอบเชิงซ้อนของแรเอิร์ธ กับ  $H_2Salen$  โดยการผสมสารละลาย  $H_2Salen$  ในเมทานอล 2000 พีพีเอ็ม 0.6 ลบ.ซม. กับ สารละลาย  $Y + La + Ce + Nd + Gd + Dy + Er + Yb$  อย่างละ 0.006 ลบ.ซม. เติมเมทานอล 46.90 ลบ.ซม. ลงในสารละลาย แล้วปรับ pH ของสารละลายให้เป็น 4 ด้วยกรดไฮโดรคลอริก และสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ปรับปริมาตรของสารละลายที่ได้ให้เป็น 50 ลบ.ซม. ด้วยน้ำกลั่น

เตรียมสารละลายของสารประกอบเชิงซ้อนเช่นเดียวกับข้างต้น แต่เปลี่ยนอัตราส่วนโดยปริมาตรของ  $H_2Salen:RE:เมทานอล$  ที่ใส่ลงในสารละลาย ให้มีอัตราส่วนโดยปริมาตรดังนี้ 1.80:0.05:45.70, 3.00:0.05:44.50, 4.90:0.05:42.60 และ 6.00:0.05:41.50 ผ่านสารละลายที่ได้เข้าในระบบของ HPLC โดยใช้ฟารามิเตอร์เช่นเดียวกับการทดลองที่ 3.12 โครมาโทแกรมที่ได้แสดงในรูปที่ 3.29



รูปที่ 3.29 : โครมาโทแกรมของ สารละลาย แรเอิร์ชไอออน :  $H_2Salen$  ที่อัตราส่วน  
 โมล (a) 1:1, (b) 1:3, (c) 1:5, (d) 1:7 และ (e) 1:10

### 3.14) การศึกษาการแยก Y(III) ออกจากแร่เอิร์ธอื่นๆ จากตัวอย่างแร่ Xenotime

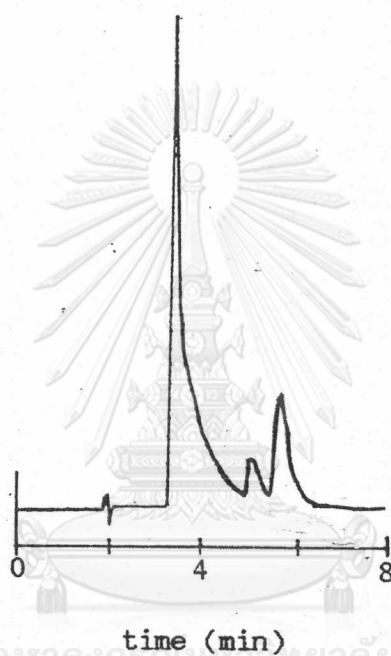
#### 3.14.1) เตรียมตัวอย่างแร่ที่อยู่ในรูปแร่เอิร์ธออกไซด์รวม

นำแร่ xenotime 50 กรัม มาทำการย่อยสลายด้วยกรดซัลฟูริกเข้มข้น 75 ลบ.ซม. ที่อุณหภูมิ 270 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง ล้างของแข็งด้วยน้ำร้อนปริมาตร 150 ลบ.ซม. กรอง residue ที่ไม่ถูกย่อยสลายออก filtrate ที่ได้ตกตะกอนให้แร่เอิร์ธซัลเฟต 44.13 กรัม ละลายตะกอนแร่เอิร์ธซัลเฟตในน้ำ 400 ลบ.ซม. แล้วทำการตกตะกอนออกซาเลตด้วย  $H_2C_2O_4$  ที่มากเกินไป น้ำตะกอนที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง จะได้ตะกอนแร่เอิร์ธออกไซด์ผสม 15.66 กรัม

#### 3.14.2) เตรียมสารละลายแร่เอิร์ธผสมโดยการละลายแร่เอิร์ธออกไซด์ 1.67 กรัม ด้วยกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น แล้วเจือจางสารละลายเป็น 100 ลบ.ซม.

#### 3.14.3) เตรียมสารละลายสารประกอบเชิงซ้อนของแร่เอิร์ธผสมกับ $H_2Salen$ โดยผสมสารละลายแร่เอิร์ธผสมในข้อ 3.14.2 ปริมาณ 0.05 ลบ.ซม. กับ สารละลาย $H_2Salen$ ในเมทานอล 2000 มิลลิกรัม 3.00 ลบ.ซม. เติมเมทานอล 44.50 ลบ.ซม. ปรับ pH ของสารละลายให้เป็น 4 ด้วยกรดไฮโดรคลอริก และสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ปรับปริมาตรของสารละลายให้เป็น 50 ลบ.ซม. ด้วยน้ำกลั่น

#### 3.14.4) ผ่านสารละลายในข้อ 3.14.3 เข้าไปในระบบ HPLC โดยใช้ฟารามิเตอร์ เช่นเดียวกับการทดลอง 3.13 เก็บสารละลายที่ชะออกจาก column ไปวิเคราะห์หาปริมาณ Y, La, Ce, Nd, Gd, Dy, Er และ Yb ด้วย Inductively Coupled Plasma Spectrometer (ICP) โครมาโทแกรมของสารละลายแสดงดังรูปที่ 3.35 และผลจาก ICP แสดงในตารางที่ 3.3



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
CHULALONGKORN UNIVERSITY

รูปที่ 3.30 : โครมาโทแกรมของ สารละลายผสม แรเอิร์ชไอออนจากแร่ Xenotime กับ  $H_2Salen$

ตารางที่ 3.3 : ปริมาณแร่เอิร์ธไอออนานแร่ xenotime และปริมาณที่ได้จากการแยกด้วย HPLC ที่เวลาต่างๆ

ธาตุ	ปริมาณธาตุ (พีพีเอ็ม)			
	ก่อนแยก	หลังแยก		
		4.00 นาที	5.00 นาที	5.48 นาที
Y	14041.67	2625.00	6020.83	5208.33
La	291.67	-	-	-
Ce	375.00	-	-	-
Nd	500.00	-	-	-
Gd	958.33	-	-	-
Dy	1750.00	-	-	-
Er	1458.33	-	1291.67	83.34
Yb	1666.67	291.67	375.00	500.00

หมายเหตุ : ธาตุที่ไม่แสดงความเข้มข้น ปริมาณธาตุทั้งหมดจะออกมาพร้อม Solvent peak ที่ 2.0 นาที