

วิธีทำการทดลอง (Experimental Procedure)

3.1 การเก็บสารตัวอย่าง

สารตัวอย่างคือแร่โมนาไซต์ โมนาไซต์ที่นำมาใช้ในการวิเคราะห์นั้นได้จากการเก็บจากเหมืองแร่คิงคองแหล่งต่าง ๆ ในจังหวัดระนอง พังงา และภูเก็ต ประเทศไทย ทั้งนี้ได้รับความกรุณาจากการไฟฟ้าฝ่ายผลิตและกรมทรัพยากรธรณีเป็นผู้นำสารตัวอย่างมาให้ โดยได้จัดการแยกแร่โมนาไซต์มาให้เรียบร้อยแล้ว

3.2 การหาขนาดของสารตัวอย่าง

จากสารตัวอย่างต่าง ๆ ผู้ทดลองได้เลือกมา 5 ชนิดโดยดูจากชนิดที่หายากที่สุดถึงละเอียดที่สุด แต่โดยทั่วไปแล้วขนาดของแร่โมนาไซต์มีขนาดพอ ๆ กัน ชนิดที่หายากมากหรือละเอียดมากมีน้อย

เมื่อนำแร่โมนาไซต์มาร่อนหาขนาดด้วยตะแกรงที่มี mesh number ต่าง ๆ กัน จาก 35 ถึง 100 mesh ผลของการทดลองดังแสดงในตารางที่ 1

ตารางที่ 1 ปริมาณร้อยละของขนาดแร่โมนาไซต์

สารตัวอย่าง	ปริมาณร้อยละ (w/w) ของขนาดต่าง ๆ ในแร่โมนาไซต์			
	ใหญ่กว่า 35 mesh	35-60 mesh	60-80 mesh	80-100 mesh
1 (หยาบ)	25	74	1	—
2 (")	2.4	77	19	มีน้อย
3 (")	มีน้อย	74.8	24	มีน้อย
4 (ละเอียด)	—	มีน้อย	49	50
5 (")	—	มีน้อย	มีน้อย	99

จากการทดลองนี้พบว่าขนาดของแรโมนาไซค์ ถ้าดูแล้วค่อนข้างหยาบส่วนมากจะมีขนาดประมาณ 35 - 60 mesh แต่ถ้าเป็นชนิดละเอียดจะอยู่ในช่วง 60 - 100 mesh ดังนั้นโดยทั่วไปขนาดของแรโมนาไซค์จะมีขนาดตั้งแต่ 35 - 100 mesh

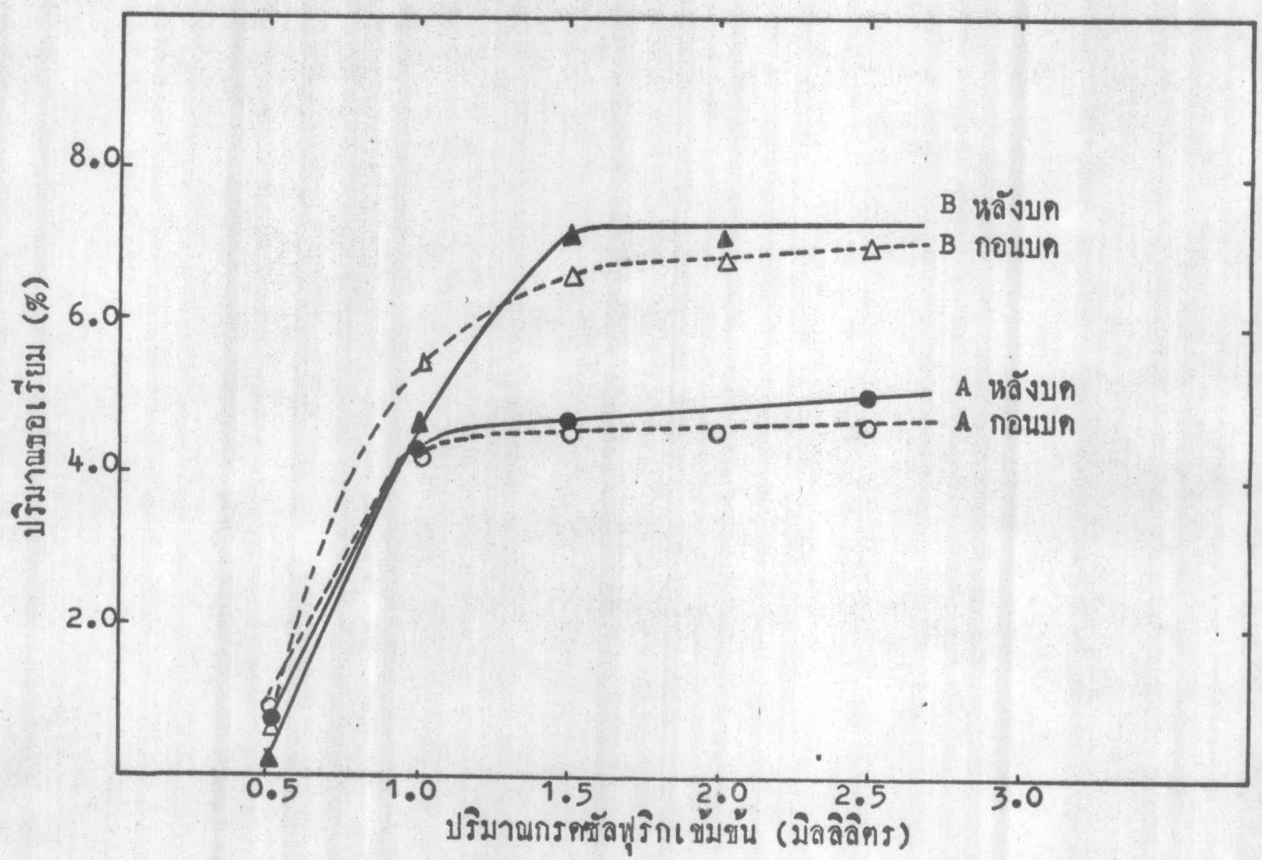
3.3 การศึกษาหาปริมาณของกรกที่เหมาะสมที่จะใช้ในการสลายแรโมนาไซค์

ศึกษาว่าการสลายแรโมนาไซค์เพื่อแยกเอาชอเรียออกมา นั้น จะขึ้นอยู่กับปริมาณของกรกที่ใช้และขนาดของแรโมนาไซค์อย่างไร เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมที่สุด

การทดลองได้กระทำโดยใช้สารตัวอย่าง 2 ชนิดซึ่งมีขนาดต่างกัน คือใช้สารตัวอย่างก่อนที่จะนำไปบด (ประมาณ 60 mesh) และเมื่อนำไปบดแล้วจนละเอียด (100 mesh) โดยชั่งสารตัวอย่างให้ทราบน้ำหนักแน่นอน (0.500 กรัม) นำไปใส่กรกซัลฟูริกเข้มข้นปริมาณต่างกัน (0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 มิลลิลิตร) จากนั้นนำไปต้มบน stirring hot plate ที่มีอุณหภูมิประมาณ 200° ซ. โดยมีการคนอยู่ตลอดเวลาเป็นเวลา 2 ชั่วโมง จนกระทั่งสารตัวอย่างกลายเป็นสีขาว หลังจากทำให้เย็นแล้วนำไปละลายน้ำตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน จึงกรองตะกอนออกด้วยกระดาษกรอง (Whatman # 42) นำสารละลายที่ได้ไปทำให้เป็น 100 มิลลิลิตรใน ขวดมาตรฐาน เพื่อจะนำไปหาปริมาณของชอเรียต่อไป

ผลของการทดลอง แสดงให้เห็นว่าการสลายตัวของสารตัวอย่างนั้นขึ้นอยู่กับปริมาณของกรกซัลฟูริกที่ใช้ และเพื่อที่จะทำให้สารตัวอย่างสลายตัวได้ก็ควรจะต้องใช้กรกซัลฟูริกเข้มข้นอย่างน้อย 1.5 มิลลิลิตรต่อสารตัวอย่าง 0.500 กรัม แม้ขนาดของสารตัวอย่างจะต่างกันบ้างก็ตาม เพราะปริมาณของชอเรียที่แยกออกมาได้ต่างกันเพียงเล็กน้อย ดังแสดงอยู่ในรูปที่ 1

ดังนั้นจากการทดลองนี้ ผู้ทดลองจึงใช้ปริมาณของกรกซัลฟูริกเข้มข้น 1.5 มิลลิลิตรต่อสารตัวอย่าง 0.500 กรัมในการแยกและหาปริมาณของชอเรียในแรโมนาไซค์ต่อไป



รูปที่ 1 ความสัมพันธ์ของปริมาณกรดพิริดีนที่เติม
กับปริมาณขอเรียมที่แยกออกมาได้จากแร่
(ปริมาณของแร่โมนาไซต์ใช้ 0.500 กรัมเท่ากัน)
A แร่โมนาไซต์ตัวอย่างที่ 1
B แร่โมนาไซต์ตัวอย่างที่ 2

3.4 การศึกษาหาเวลาที่เหมาะสมที่จะใช้ในการสลายสารตัวอย่างของแรมโมนาไซต์

นำสารตัวอย่าง 0.500 กรัม เติมกรดซัลฟูริกเข้มข้นลงไป 1.5 มิลลิลิตร ต้มบน hot plate โดยคนอยู่ตลอดเวลาด้วย magnetic stirrer ที่อุณหภูมิประมาณ 200° ซ. เป็นเวลาต่าง ๆ กัน แล้วจึงนำสารตัวอย่างไปวิเคราะห์หาปริมาณขอเรียม ผลของการทดลองก็แสดงในตารางที่ 2

ตารางที่ 2 ความสัมพันธ์ของปริมาณขอเรียมที่ถูกแยกออกมาในเวลาต่าง ๆ กัน

เวลา (ชั่วโมง)	ปริมาณขอเรียมที่แยกได้ (ร้อยละ)
0.5	3.80
1.0	4.02
1.5	4.09

จากผลการทดลองนี้ทำให้ผู้ทดลองได้ทราบว่า ในการสลายสารตัวอย่างด้วยกรดซัลฟูริกเข้มข้นนั้นควรจะใช้เวลาดังประมาณ 1 ชั่วโมง เพราะปริมาณของขอเรียมที่แยกออกมาได้นั้นค่อนข้างคงที่แล้ว

3.5 การหาปริมาณของขอเรียม

001195

3.5.1 วิธีเตรียมสารละลายต่าง ๆ

ก. สารละลายมาตรฐานขอเรียม

ชั่งขอเรียมในเตรต $[\text{Th}(\text{NO}_3)_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ หนัก 0.12675 กรัม ละลายน้ำแล้วทำให้เป็น 100 มิลลิลิตรในขวดมาตรฐาน จะได้สารละลายซึ่งมีขอเรียม 500 ppm. เพื่อใช้เตรียมสารละลายให้มีปริมาณของขอเรียมตามที่ต้องการต่อไป

ข. สารละลายชอริน 0.1%

ชั่งชอริน หนัก 100 มิลลิกรัม ละลายในน้ำทำให้เป็น 100 มิลลิลิตรในขวด
มาตรฐาน

ค. สารละลาย 0.1 M TOPO

ชั่ง TOPO หนัก 3.86 กรัม ละลายในไซโคลเฮกเซน 100 มิลลิลิตร

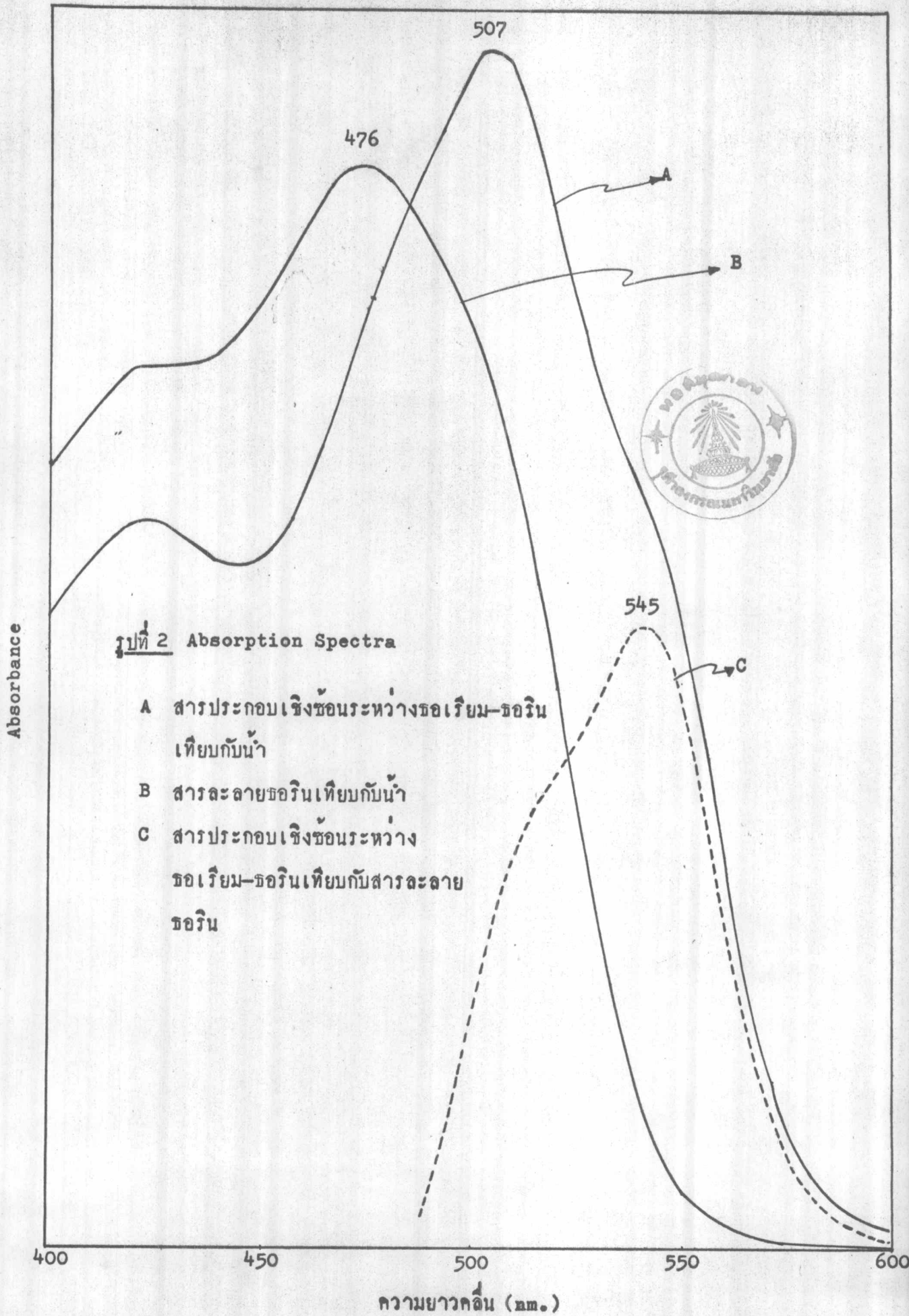
ง. สารละลาย 60% HClO_4

ใช้ HClO_4 (เข้มข้น) 86 มิลลิลิตร ละลายในน้ำทำให้เป็น 100 มิลลิลิตร

3.5.2 การศึกษา Absorption spectra ของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างชอเรียม
และชอริน เพื่อที่จะศึกษาว่า สารประกอบเชิงซ้อนระหว่างชอเรียมและชอรินนั้นถูกกลืนแสงได้ดีที่
ความยาวคลื่นเท่าใด รวมทั้งศึกษาถึงความแตกต่างของ absorption spectra ที่ได้จากสาร
ประกอบเชิงซ้อนระหว่างชอเรียมและชอรินเมื่อเทียบกับน้ำ สารละลายชอรินเมื่อเทียบกับน้ำ และ
ลักษณะของสเปกตรัมที่ได้จากสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างชอเรียมและชอรินเมื่อเทียบกับสารละลาย
ชอริน ลักษณะของ absorption spectra ดังแสดงในรูปที่ 2

การเตรียมสารละลายของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างชอเรียมและชอริน ได้จาก
การนำสารละลายชอเรียมมาตรฐานมาจำนวนหนึ่งที่เหมาะสมใส่ลงในขวดมาตรฐานขนาด 25 มล.
เติมสารละลาย 60% HClO_4 2.5 มล. สารละลายชอริน 0.1% 2.5 มล. แล้วเติมน้ำจนครบ
25 มล. จะได้สารประกอบเชิงซ้อนระหว่างชอเรียมและชอรินเป็นสีส้ม นำไปหา absorption
spectra โดยใช้น้ำเป็นตัวเปรียบเทียบในช่วงความยาวคลื่น 400 - 600 nm. กับเครื่อง Perkin-
Elmer Double Beam Spectrophotometer ลักษณะ absorption spectra ดังแสดงในรูป
ที่ 2 กราฟ A แสดงว่าสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างชอเรียม-ชอรินมีการถูกกลืนแสงได้ดีที่สุดที่
ความยาวคลื่น 507 nm.

สำหรับการเตรียมสารละลายชอรินนั้น เตรียมเช่นเดียวกับสารประกอบเชิงซ้อน
ระหว่างชอเรียมและชอริน เพียงแต่ไม่ต้องใส่สารละลายชอเรียมมาตรฐานเท่านั้น ลักษณะของ
absorption spectra เมื่อเทียบกับน้ำ ดังแสดงในรูปที่ 2 กราฟ B แสดงให้เห็นว่าสารละลาย
ชอรินเพียงอย่างเดียวก็สามารถถูกกลืนแสงได้ดีที่ความยาวคลื่น 476 nm.



รูปที่ 2 Absorption Spectra

- A สารประกอบเชิงซ้อนระหว่างธอเวียม-ธอริน
เทียบกับน้ำ
- B สารละลายธอรินเทียบกับน้ำ
- C สารประกอบเชิงซ้อนระหว่าง
ธอเวียม-ธอรินเทียบกับสารละลาย
ธอริน

ความยาวคลื่น (nm.)

ครั้งนี้เมื่อนำสารละลายของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างซอเรียมและซอริโนไปหา absorption spectra โดยใช้สารละลายซอริโนเป็นตัวเปรียบเทียบ พบว่าจะได้การดูดกลืนแสงมากที่สุดที่ความยาวคลื่น 545 nm. ดังแสดงในรูปที่ 2 กราฟ C

ดังนั้นในการวัดค่า absorbance ของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างซอเรียมและซอริโนในสารละลายจากสารตัวอย่าง จึงเลือกใช้วัดที่ความยาวคลื่น 545 nm.

3.5.3 การทำกราฟมาตรฐานเพื่อใช้สำหรับหาปริมาณซอเรียม

ก. การทำกราฟมาตรฐาน เพื่อศึกษาหาความเข้มข้นที่เหมาะสมที่จะใช้ในทางสเปกโตรโฟโตเมตรี (Spectrophotometry) โดยนำสารละลายซอเรียมมาตรฐาน (50 ppm.) มาตั้งแต่ 0.5 มล. ถึง 5 มล. ใส่ลงในขวดมาตรฐานขนาด 25 มล. ซึ่งมีสารละลาย 60% HClO_4 อยู่ 2.5 มล. สารละลายซอริโน 0.1% 2.5 มล. เติมน้ำจนมีปริมาตรครบ 25 มล. (คิดเป็นปริมาณซอเรียม 1 ถึง 10 ppm.) เขย่าแล้วตั้งทิ้งไว้สักพักหนึ่ง จึงนำไปวัดค่า absorbance ที่ความยาวคลื่น 545 nm. โดยใช้สารละลายผสมระหว่าง 60% HClO_4 และสารละลายซอริโนจำนวนเท่ากันในน้ำเป็นตัวเปรียบเทียบ ผลของการทดลองแสดงในตารางที่ 3 และรูปที่ 3A

จากผลการทดลองนี้พบว่า ค่าของ absorbance จะเป็นปฏิภาคโดยตรงกับความเข้มข้นของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างซอเรียมและซอริโน หรือเป็นไปตามกฎของ Beer's Law เมื่อความเข้มข้นของซอเรียมอยู่ในช่วง 0 - 10 ppm.

ตารางที่ 3 ค่า absorbance ของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างทอเรียมและทอริน
กับความเข้มข้นของทอเรียมเป็น ppm.

ความเข้มข้นของ Th(IV)(ppm.)	Absorbance ที่ 545 nm.
1.0	0.061
2.0	0.133
3.0	0.199
4.0	0.270
5.0	0.333
6.0	0.400
7.0	0.462
8.0	0.565
9.0	0.580
10.0	0.648

ข. การทำกราฟมาตรฐานเพื่อใช้หาปริมาณของทอเรียมโดยใช้วิธีสกัดทอเรียมด้วย TOPO (24) เพื่อศึกษาถึงความสามารถของ TOPO ในการสกัดทอเรียมออกจากสารละลาย โดยนำสารละลายทอเรียมมาตรฐาน (100 ppm.) มา 5 ถึง 25 มล. ใส่ลงในกรวยแยก (separatory funnel) ขนาด 60 มล. ที่มี NaNO_3 4 กรัม แล้วเติมสารละลายกรดไนตริกเข้มข้น 1 โมลาร์ลงไปจนมีปริมาณเป็น 50 มล. เติม TOPO 5 มล. เขย่าเป็นเวลา 5 นาที ตั้งทิ้งไว้จนได้สารละลายแยกเป็นสองชั้น โขสารละลายที่เป็นชั้นของน้ำทิ้งไป เติมสารละลายกรดซัลฟูริกชั้น 0.3 โมลาร์ลงไป 15 มล. เขย่าอีก 5 นาทีเพื่อสกัดทอเรียมให้ออกมาอยู่ในชั้นของกรด เมื่อตั้งทิ้งไว้จนได้สารละลายแยกเป็นสองชั้นแล้ว จึงโขสารละลายชั้นที่เป็นกรดลงไปในปีคเกอร์ขนาด 50 มล. นำไประเหยจนแห้งแล้วจึงละลายอีกครั้งหนึ่งด้วย $60\% \text{HClO}_4$ จำนวน 1 มล. ถ่ายใส่ขวดมาตรฐาน

ขนาด 100 มล. ล้างด้วยน้ำ เติมน้ำจนมีปริมาตรครบ 100 มล. สารละลายที่ได้นี้จะใช้ในการหาปริมาณของธอริียมต่อไป

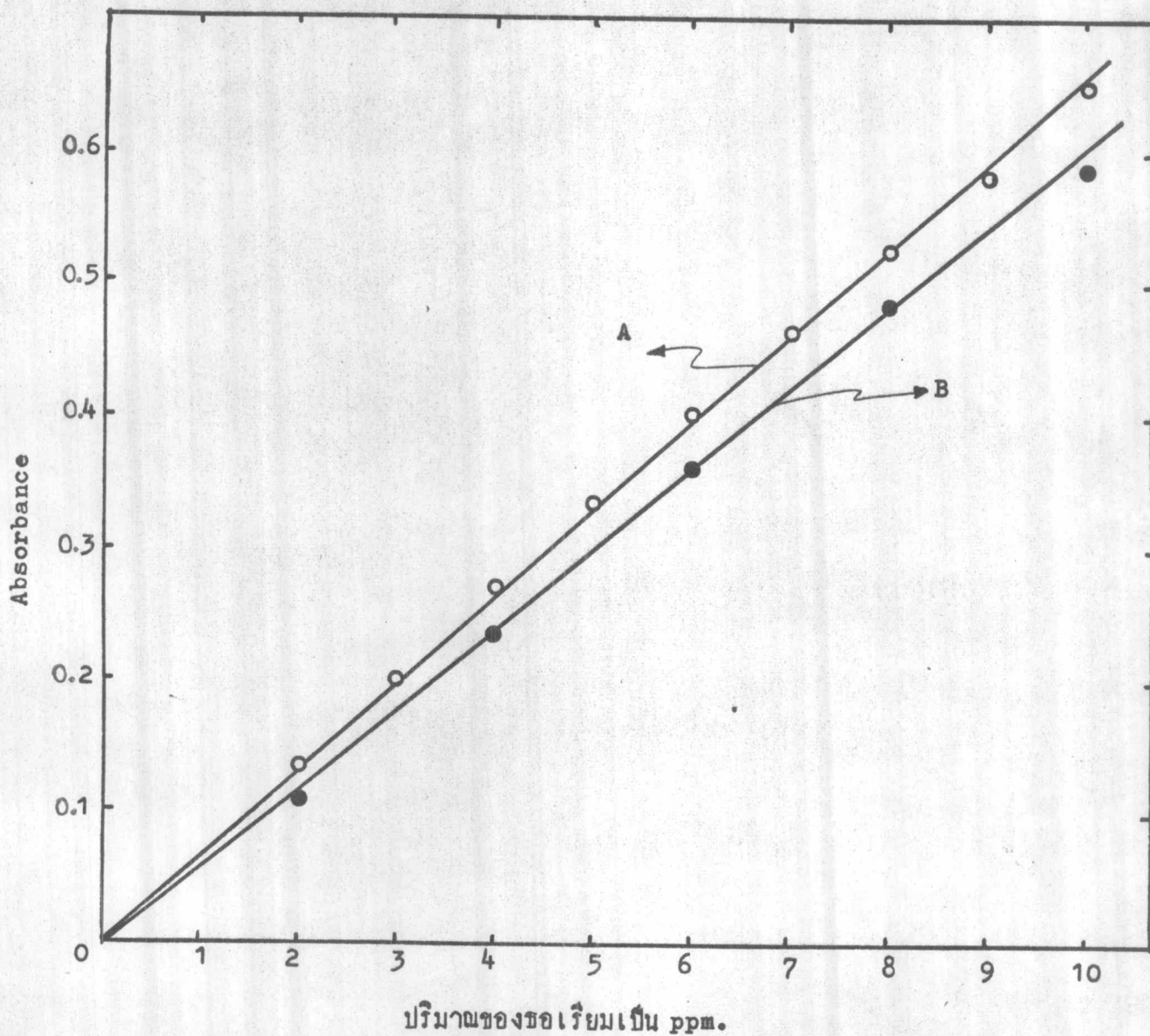
นำสารละลายที่ได้มา 10 มล. ใส่ลงในขวดมาตรฐานขนาด 25 มล. ที่มีสารละลาย 60% HClO_4 อยู่ 2.5 มล. และสารละลายธอริน 0.1% อยู่ 2.5 มล. เติมน้ำจนครบ 25 มล. เขย่าให้เข้ากัน จึงนำสารละลายไปวัดค่า absorbance ที่ความยาวคลื่น 545 nm. โดยเทียบกับสารละลายธอริน

ผลของการทดลองแสดงอยู่ในตารางที่ 4 และรูปที่ 3B ซึ่งจะเห็นได้ว่าเป็นเส้นตรงในช่วง 0 - 10 ppm เช่นเดียวกัน แต่มีความชันลดลง แสดงว่าการสกัดด้วย TOPO นั้นสามารถแยกเอาธอริียมออกมาได้ประมาณ 92%

จากกราฟที่ได้นี้จะได้ใช้เป็นกราฟสำหรับหาปริมาณของธอริียมในสารตัวอย่างต่อไป

ตารางที่ 4 ค่า absorbance ของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างธอริียม-ธอรินที่ได้จากการสกัดธอริียมด้วย TOPO

ความเข้มข้นของ Th(IV) (ppm.)	สารละลายธอริียมมาตรฐาน (มล.)	1 M HNO_3 (มล.)	NaNO_3 (กรัม)	TOPO (มล.)	Absorbance ที่ 545 nm.
2.0	5.0	45.0	4.0	5.0	0.110
4.0	10.0	40.0	4.0	5.0	0.235
6.0	15.0	35.0	4.0	5.0	0.360
8.0	20.0	30.0	4.0	5.0	0.482
10.0	25.0	25.0	4.0	5.0	0.588



รูปที่ 3 กราฟมาตรฐานแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Absorbance กับ ความเข้มข้นของตัวอย่าง

A ตัวอย่างบริสุทธิ์ (ไม่มีการสกัด)

B ตัวอย่างบริสุทธิ์และใช้วิธีสกัดด้วย TOPO