

ผลการทดลองและวิจารณ์

5.1 การศึกษาทางคุณภาพและปริมาณวิเคราะห์โดย Atomic Absorption Spectrophotometry

ในการวิเคราะห์เพื่อหาส่วนประกอบของสารตัวอย่างภาคแรกคือถูก โดยวิธีทางอะตอมมิคแบบปรอทปรังนั้นได้ความสัมพันธ์ระหว่างค่า Absorbance และความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานต่าง ๆ ของธาตุอะลูมิเนียม โครเมียม เหล็ก แมกนีเซียม คอปเปอร์ แคลเซียม โซเดียม โพแทสเซียม และกราฟิกสำหรับการศึกษาปริมาณของธาตุเหล่านี้แสดงอยู่ในรูปที่ 5.1 ถึงรูปที่ 5.4 และผลการทำคุณภาพและปริมาณวิเคราะห์สารตัวอย่างภาคแรกคือถูกโดยวิธีนี้ แสดงในตารางที่ 5.2 และ 5.3

ตารางที่ 5.1 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Absorbance และความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานต่าง ๆ ของธาตุแต่ละชนิด

สารละลายมาตรฐานของธาตุ	ความเข้มข้นของสารละลาย (ug/cm ³)	Absorbance
อะลูมิเนียม (Al)	20	0.048
	40	0.103
	50	0.112
	60	0.130
	100	0.206
	120	0.293
	150	0.303
	200	0.376

ตารางที่ 5.1 (ต่อ)

สารละลาย มาตรฐานของธาตุ	ความเข้มข้นของสารละลาย ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$)	Absorbance
โครเมียม (Cr)	2	0.029
	5	0.066
	8	0.097
	10	0.119
	12	0.150
	15	0.185
	20	0.245
เหล็ก (Fe)	2	0.068
	4	0.123
	6	0.197
	8	0.251
	10	0.325
แมกนีเซียม (Mg)	0.1	0.052
	0.2	0.100
	0.3	0.151
	0.4	0.190
แมงกานีส (Mn)	1	0.060
	2	0.112
	3	0.152
	4	0.210
	6	0.290
	8	0.370
	10	0.435

ตารางที่ 5.1 (ต่อ)

สารละลาย มาตรฐานของธาตุ	ความเข้มข้นของสารละลาย ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$)	Absorbance
โซเดียม (Na)	0.5	0.100
	1.0	0.195
	1.5	0.295
	2.0	0.375
ดีบุก (Sn)	25	0.032
	50	0.063
	75	0.096
	100	0.125
	150	0.185
	200	0.295
	300	0.370
ไทเทเนียม (Ti)	50	0.0284
	100	0.056
	160	0.083
	200	0.103
	300	0.144
	500	0.250

ตารางที่ 5.2

แสดงปริมาณของธาตุต่าง ๆ เป็นเปอร์เซ็นต์ที่วิเคราะห์ได้
จากสารตัวอย่างภาคแรกคัมภีร์ (LOT TIN SLAG) โดยวิธี
อะตอมมิกแอบซอร์ปชันสเปกโทรโฟโตเมตรี

ธาตุ	% ของธาตุในสารตัวอย่าง			
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ค่าเฉลี่ย
Na	10.62	10.56	10.63	10.66 ± 0.04
Mg	2.05	2.01	2.07	2.04 ± 0.03
Mn	1.68	1.62	1.69	1.66 ± 0.04
Cr	0.20	0.21	0.22	0.21 ± 0.01
Fe	4.47	4.30	4.54	4.44 ± 0.13
Al	5.47	5.48	5.60	5.52 ± 0.07
Sn	1.52	1.53	1.51	1.52 ± 0.01
Ti	7.38	7.41	7.49	7.43 ± 0.06

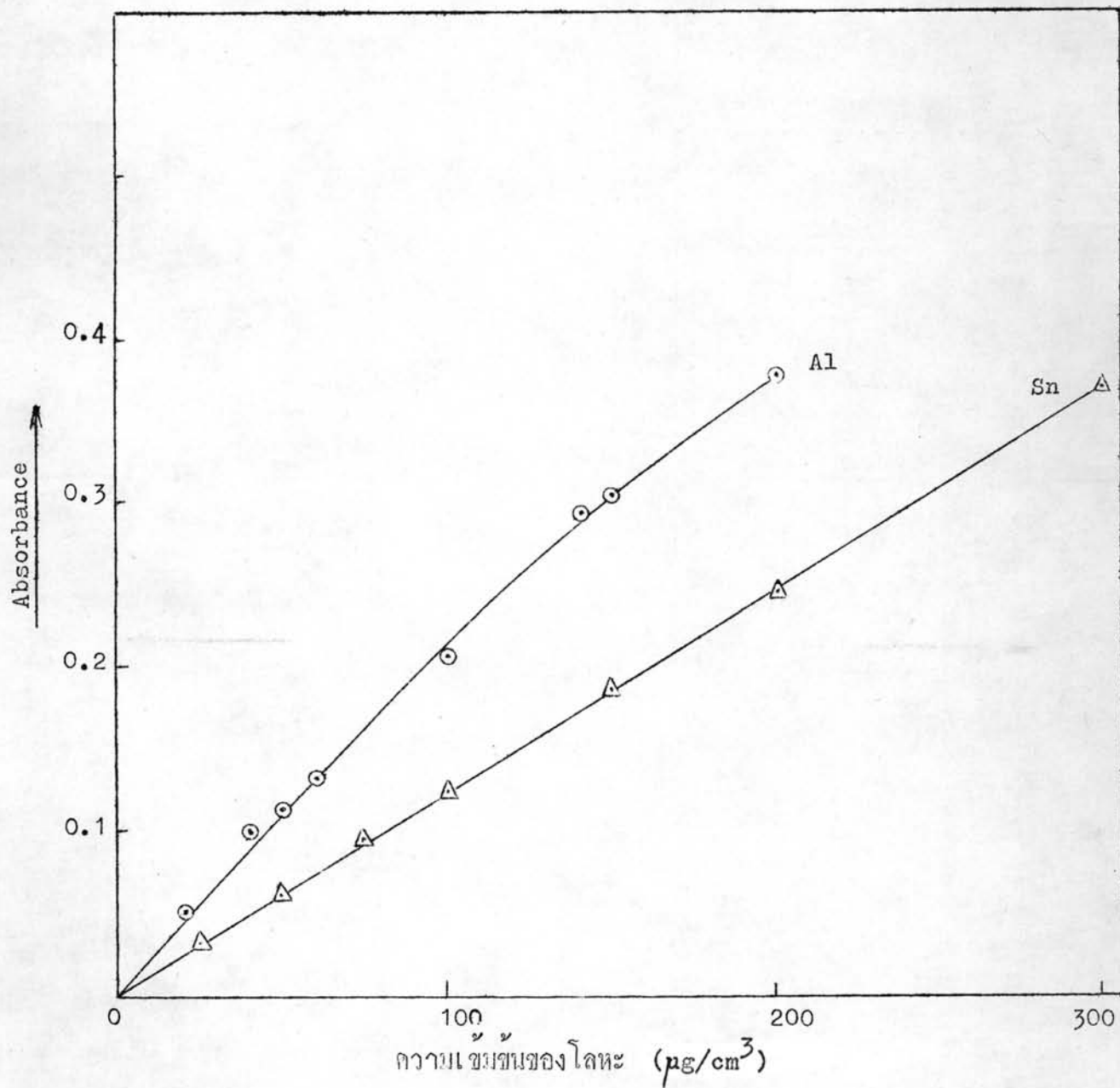
ตารางที่ 5.3

แสดงปริมาณของธาตุต่าง ๆ เป็นเปอร์เซ็นต์ที่วิเคราะห์ได้ จากสารตัวอย่างกากแร่ถลุง (LOW TIN SLAG) โดยวิธีอะตอมมิคแอนาไลซิสสเปกโตรโฟโตเมตรี

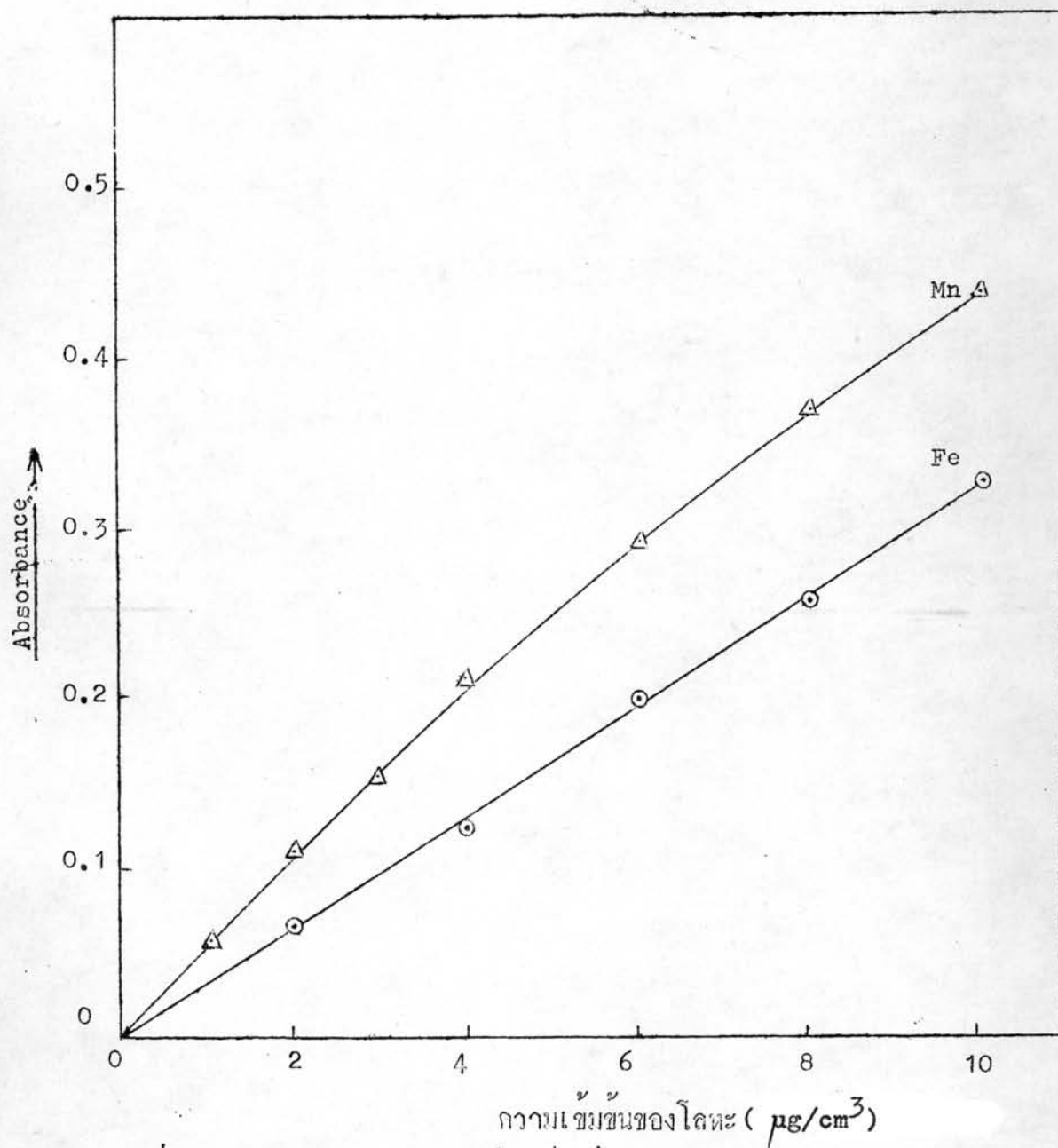
ธาตุ	% ของธาตุในสารตัวอย่าง LOW TIN SLAG			
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ค่าเฉลี่ย
Na	6.02	5.77	5.92	5.90 ± 0.12
Mg	2.13	2.11	2.16	2.14 ± 0.02
Mn	0.70	0.65	0.62	0.66 ± 0.04
Cr	0.25	0.28	0.25	0.26 ± 0.02
Fe	8.71	8.30	8.67	8.56 ± 0.22
Al	7.17	7.27	7.06	7.17 ± 0.10
Sn	1.79	1.77	1.68	1.74 ± 0.06
Ti	1.17	1.34	1.16	1.22 ± 0.10

หมายเหตุ

1. สำหรับธาตุสังกะสี โมลิบดีนัม และเซอร์โคเนียม ไม่สามารถตรวจโดยวิธีอะตอมมิคแอนาไลซิสสเปกโตรโฟโตเมตรีได้
2. ตะกั่ว แมงกานีส ซิลิกอน ในสารละลายตรวจโดยวิธีอะตอมมิคแอนาไลซิสสเปกโตรโฟโตเมตรีไม่พบ เนื่องจากตกตะกอนเป็นซิลิเฟตและซิลิเกตหนืด ก่อนเตรียมสารละลายตัวอย่าง แต่ตรวจพบโดยวิธีทาง X-ray Fluorescence



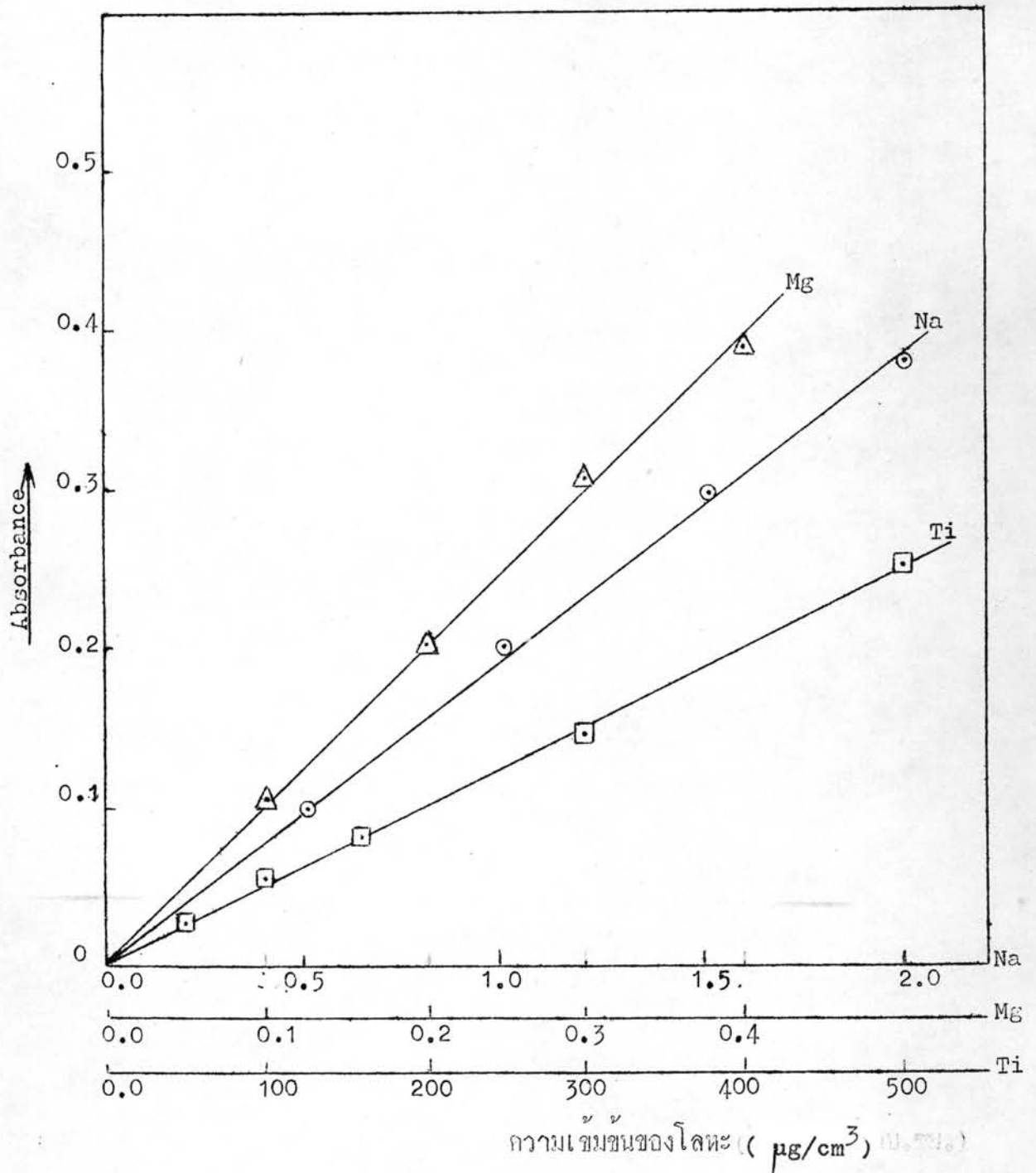
รูปที่ 5.1 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Absorbance กับความเข้มข้นของโลหะ อะลูมิเนียม และกึ่งนิก (○) อะลูมิเนียม (△) กึ่งนิก



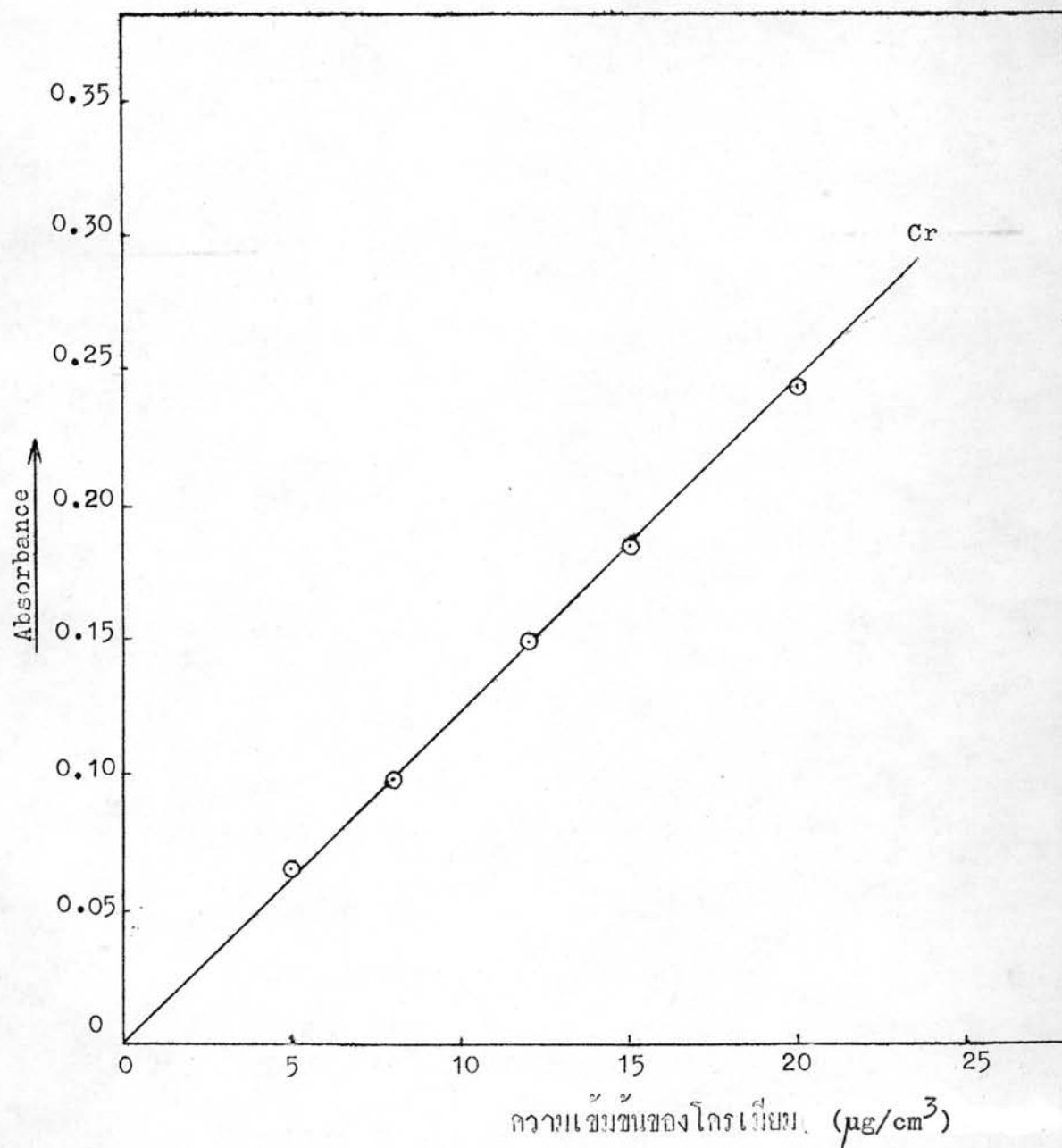
รูปที่ 5.2

แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Absorbance กับความเข้มข้น
ของโลหะแมงกานีส และเหล็ก

(Δ) แมงกานีส (\odot) เหล็ก



รูปที่ 5.3 แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง Absorbance กับความเข้มข้นของโลหะแมกนีเซียม โซเดียม และไทเทเนียม
(▲) แมกนีเซียม (○) โซเดียม (■) ไทเทเนียม



รูปที่ 5.4

แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Absorbance กับความเข้มข้น
ของโลหะโครเมียม



5.2 ผลของปริมาณวิเคราะห์โดยใช้เทคนิคทาง X-ray Fluorescence

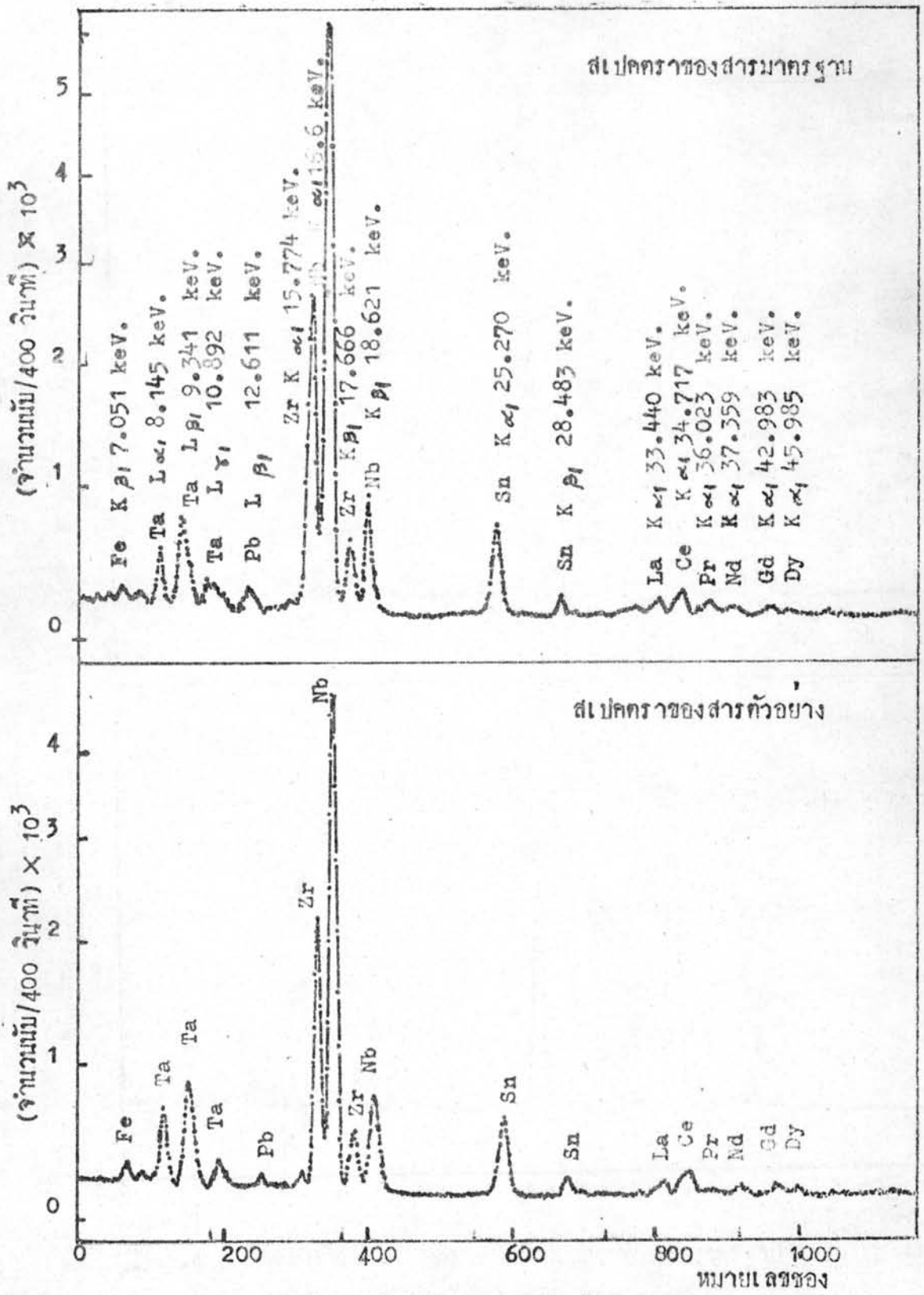
จากการวิเคราะห์หาปริมาณของธาตุต่างๆ ในสารตัวอย่าง (ถากแร่คัมบุก) ในข้อ 4.6.4 ผลการวิเคราะห์ได้แสดงในตารางที่ 5.4 และ 5.5 และรูปที่ 5.5 และ 5.6

ตารางที่ 5.4 แสดงผลการวิเคราะห์ของสารตัวอย่าง (LOT TIN SLAG) โดยคิดเป็นปริมาณร้อยละของออกไซด์ของธาตุ

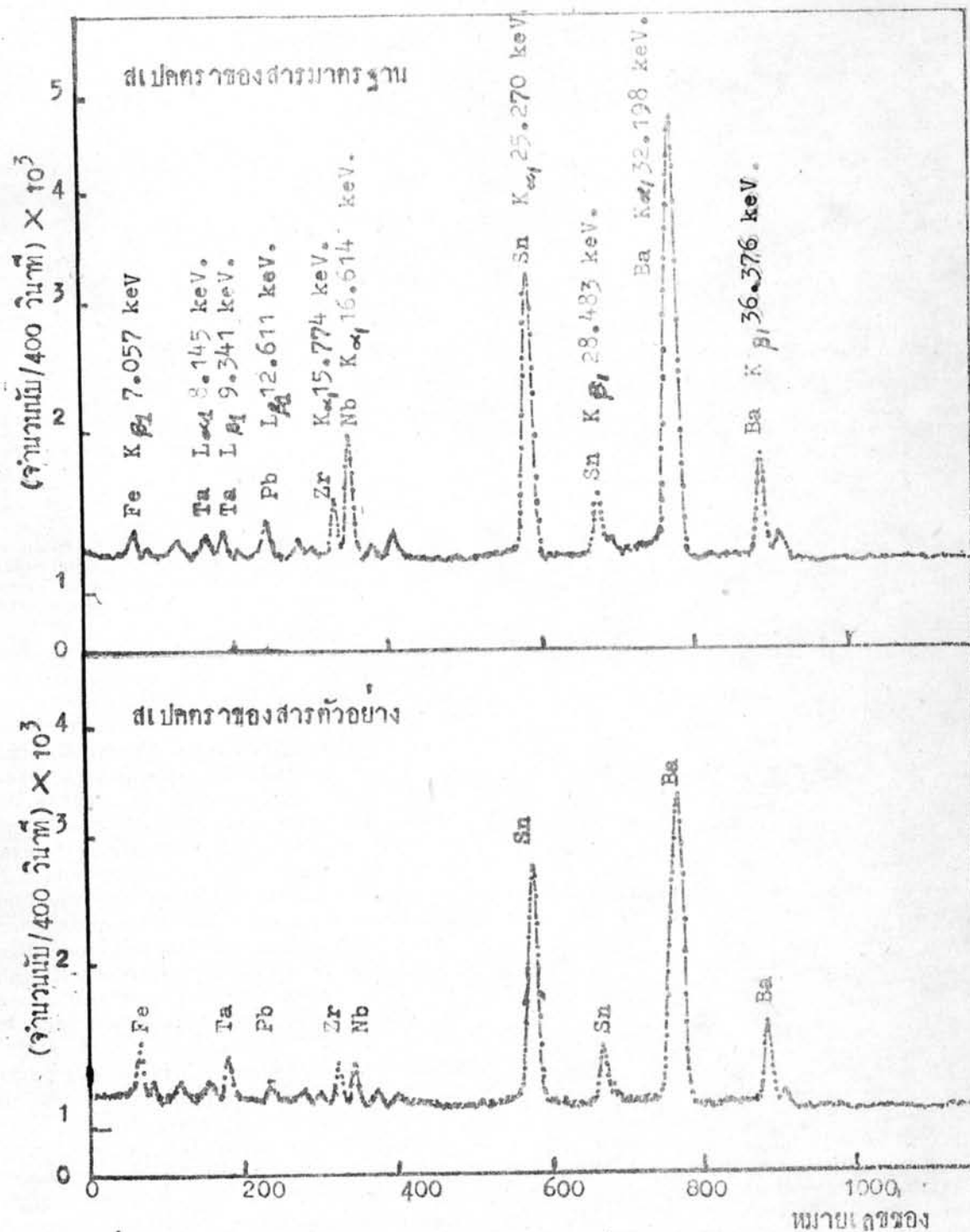
ออกไซด์ของธาตุ ในสารตัวอย่าง	% ออกไซด์ของธาตุในสารตัวอย่าง LOT TIN SLAG			
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ค่าเฉลี่ย
PbO	1.20	1.11	1.22	1.18 ± 0.06
Fe ₂ O ₃	9.59	9.68	9.33	9.53 ± 0.18
Ta ₂ O ₅	15.37	16.83	17.15	16.45 ± 0.95
Nb ₂ O ₅	9.80	10.78	11.02	10.54 ± 0.65
SnO	1.51	1.60	1.60	1.57 ± 0.05
WO ₃	1.16	1.12	1.21	1.17 ± 0.04
ZrO ₂	6.31	6.31	6.55	6.39 ± 0.14
La ₂ O ₃	0.69	0.70	0.66	0.68 ± 0.02
Ce ₂ O ₃	1.27	1.33	1.23	1.28 ± 0.05
Pr ₂ O ₃	0.60	0.43	0.58	0.54 ± 0.09
Nd ₂ O ₃	0.45	0.46	0.42	0.44 ± 0.02
Gd ₂ O ₃	0.23	0.21	0.22	0.22 ± 0.01
Dy ₂ O ₃	0.17	0.18	0.17	0.17 ± 0.01

ตารางที่ 5.5 แสดงผลการวิเคราะห์ของสารตัวอย่าง (LOW TIN SLAG) โดยคิดเป็นปริมาณร้อยละของออกไซด์ของธาตุ

ออกไซด์ของธาตุ ในสารตัวอย่าง	% ออกไซด์ของธาตุในสารตัวอย่าง			
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ค่าเฉลี่ย
PbO	1.35	1.25	1.43	1.34 ± 0.09
Fe ₂ O ₃	26.96	29.82	31.82	29.53 ± 2.44
Ta ₂ O ₅	0.91	0.80	0.89	0.87 ± 0.06
Nb ₂ O ₅	1.23	0.87	0.70	0.93 ± 0.27
SnO	1.84	1.85	1.93	1.87 ± 0.05
WO ₃	2.20	2.02	1.94	2.08 ± 0.18
ZrO ₂	0.56	0.54	0.58	0.56 ± 0.02
BaO	5.56	5.48	5.52	5.52 ± 0.04



รูปที่ 5.5 แสดงลักษณะสเปกตรัมของรังสีเอกซ์ของสารมาตรฐาน และสารตัวอย่างจากแร่กัมพูชา LOT TIN SLAG



รูปที่ 5.6 แสดงลักษณะสเปกตรัมของรังสีเอกซ์ของสารมาตรฐาน และสารตัวอย่างจากแร่ทังค LOW TIN SLAG

5.3 การศึกษาวิธีหาปริมาณแทนทาดัม

5.3.1 การศึกษาลักษณะ Absorption Spectra ของสารประกอบเชิงซ้อน

ระหว่างแทนทาดัมและไพโรแกลลอล

สารละลายของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างแทนทาดัมและไพโรแกลลอล ซึ่งได้จากการศึกษาในข้อ 4.7.1.2 นำมาหา Absorption Spectra ตั้งแต่ 300-600 นาโนเมตร มีลักษณะดังแสดงในรูปที่ 5.7 ก. ซึ่งลักษณะ Absorption Spectra ของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างแทนทาดัมและไพโรแกลลอลเมื่อเทียบกับน้ำ สามารถดูดกลืนแสงได้มากที่สุดที่ 400 นาโนเมตร และ 300 นาโนเมตร แต่เมื่อนำสารละลายไพโรแกลลอลเพียงอย่างเดียวมาหา Absorption Spectra โดยวัดเทียบกับน้ำสารละลายสามารถดูดกลืนแสงได้มากที่สุดที่ความยาวคลื่นประมาณ 300 นาโนเมตร ส่วนที่ความยาวคลื่น 400 นาโนเมตร มีการดูดกลืนแสงได้บ้างเล็กน้อยตามรูป 5.7 ข. ดังนั้นเมื่อใช้สารละลายของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างแทนทาดัมและไพโรแกลลอล หา Absorption Spectra โดยเทียบกับสารละลายไพโรแกลลอลจะมีการดูดกลืนแสงมากที่สุดเพียง 1 ปีค ก็ที่ความยาวคลื่น 400 นาโนเมตรตามรูปที่ 5.7 ก. เพราะฉะนั้นที่ความยาวคลื่น 400 นาโนเมตรเป็นตำแหน่งที่สารประกอบเชิงซ้อนระหว่างแทนทาดัมและไพโรแกลลอลดูดกลืนแสงมากที่สุด จึงเลือกใช้วิธีการดังกล่าวนี้เป็นวิธีหาปริมาณแทนทาดัมโดยทำให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อนกับไพโรแกลลอล โดยวัดค่า Absorbance ที่ความยาวคลื่น 400 นาโนเมตร เทียบกับสารละลายไพโรแกลลอล

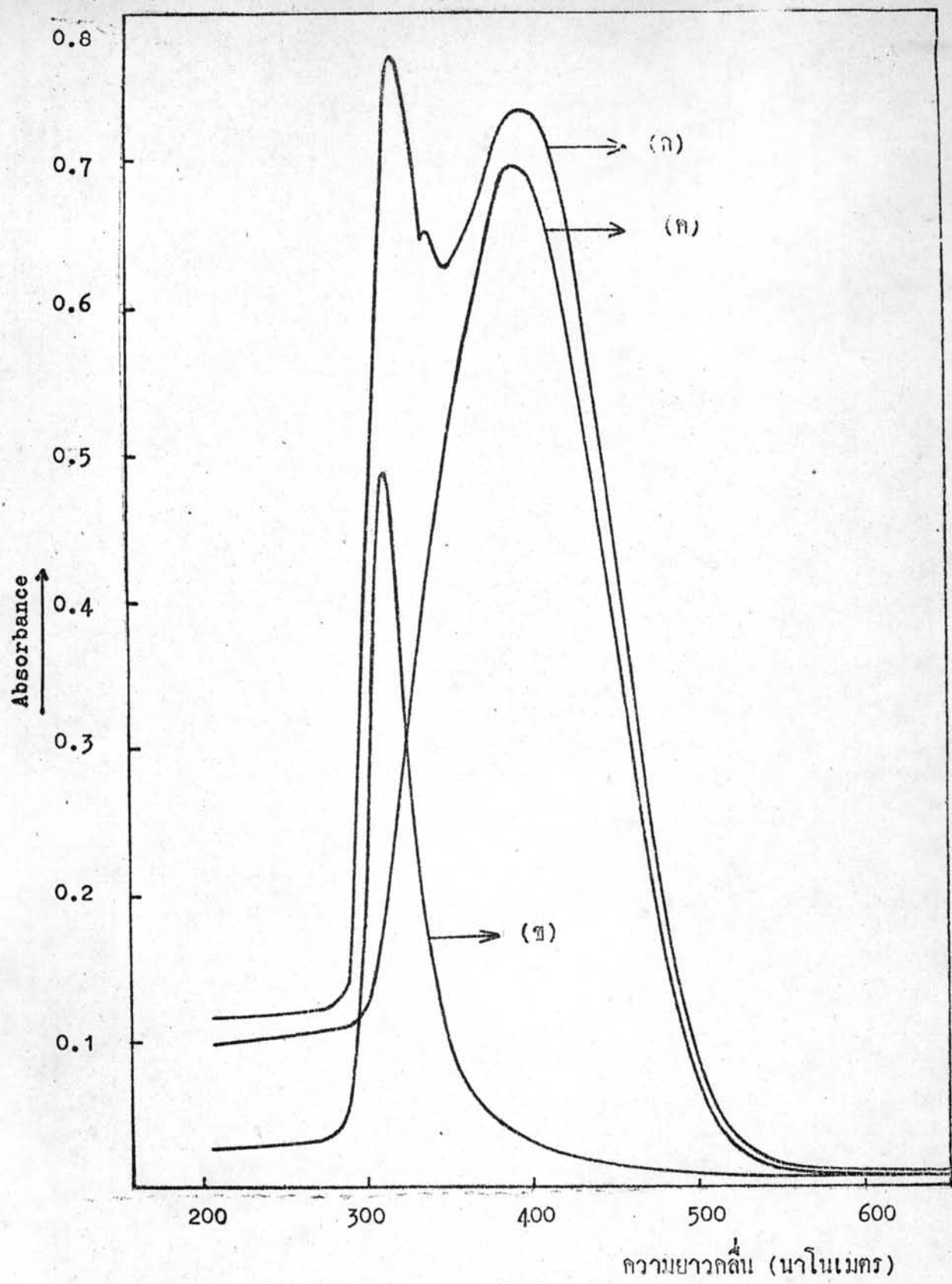
5.3.2 การศึกษาผลของกรดไฮโดรคลอริกที่มีต่อ Absorption Spectra

ในการทดลองหัวข้อ 4.7.1.3 เพื่อศึกษาผลของกรดไฮโดรคลอริกต่อค่า Absorbance ที่วัดได้ โดยเตรียมสารละลายของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างแทนทาดัมและไพโรแกลลอลในกรดไฮโดรคลอริกที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ แล้วนำไปหา Absorption Spectra และวัดค่า Absorbance ที่ความยาวคลื่น 400 นาโนเมตร

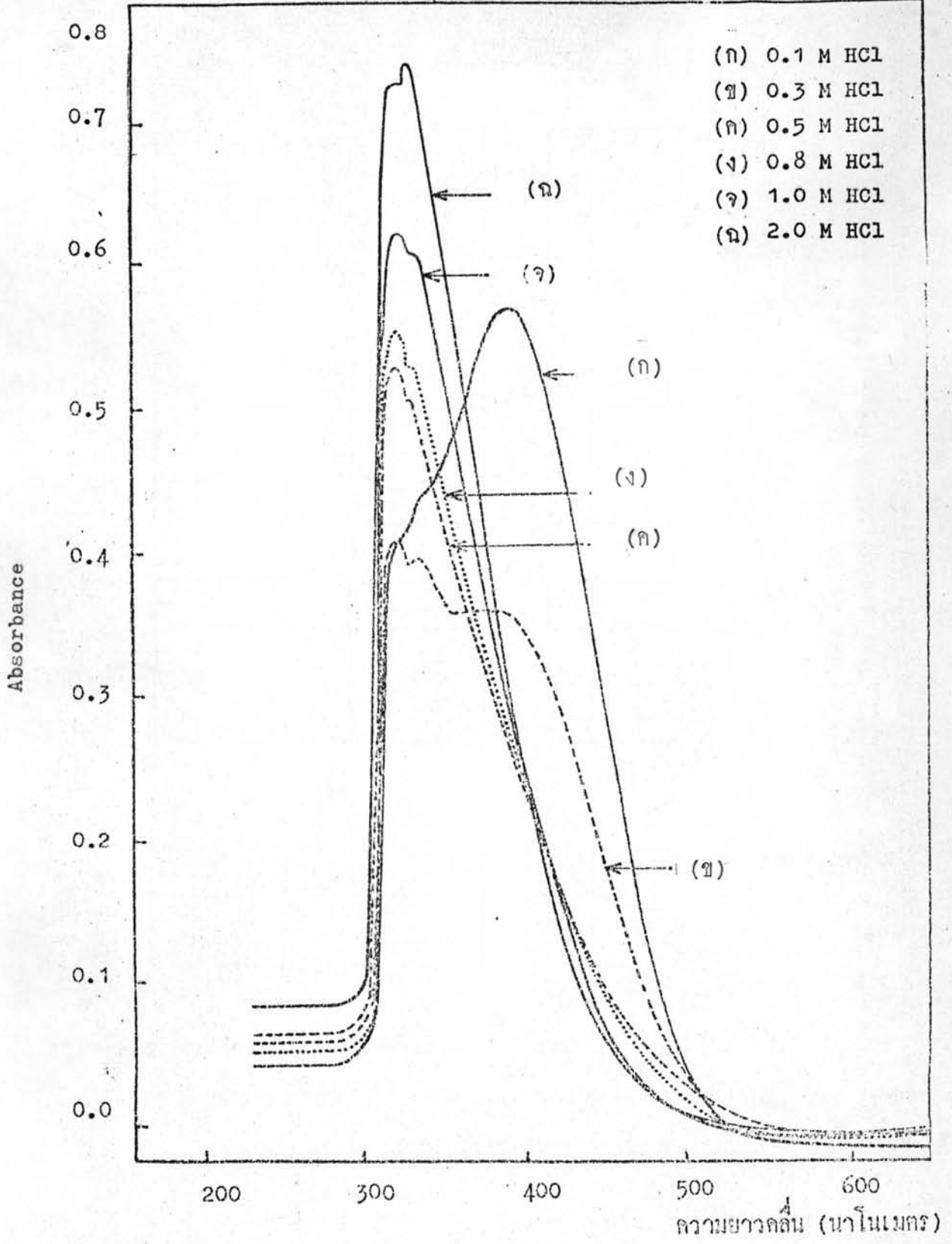
ลักษณะของ Absorption Spectra ที่เกิดขึ้นได้แสดงในรูปที่ 5.8 และความสัมพันธ์ระหว่างค่า Absorbance กับความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริกที่มีความยาวคลื่น 400 นาโนเมตร แสดงในการวางที่ 5.6 และกราฟรูปที่ 5.9 ซึ่งผลแสดงให้เห็นว่า เมื่อปริมาณกรดไฮโดรคลอริกเพิ่มขึ้นค่า Absorbance จะลดลง ตำแหน่งการดูดกลืนแสงที่มากที่สุด (Maximum Absorption peak) จะเปลี่ยนจากที่ 490 นาโนเมตร ไปเป็นที่ 325 นาโนเมตร และค่า Absorbance จะเพิ่มขึ้นตามปริมาณของกรดที่เพิ่มด้วย

ตารางที่ 5.6 แสดงค่า pH และค่า Absorbance ของสารละลายของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างแทนทาลัมและไพโรแกลลอลในกรดไฮโดรคลอริกที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ กัน โดยวัดที่ความยาวคลื่น 400 นาโนเมตร

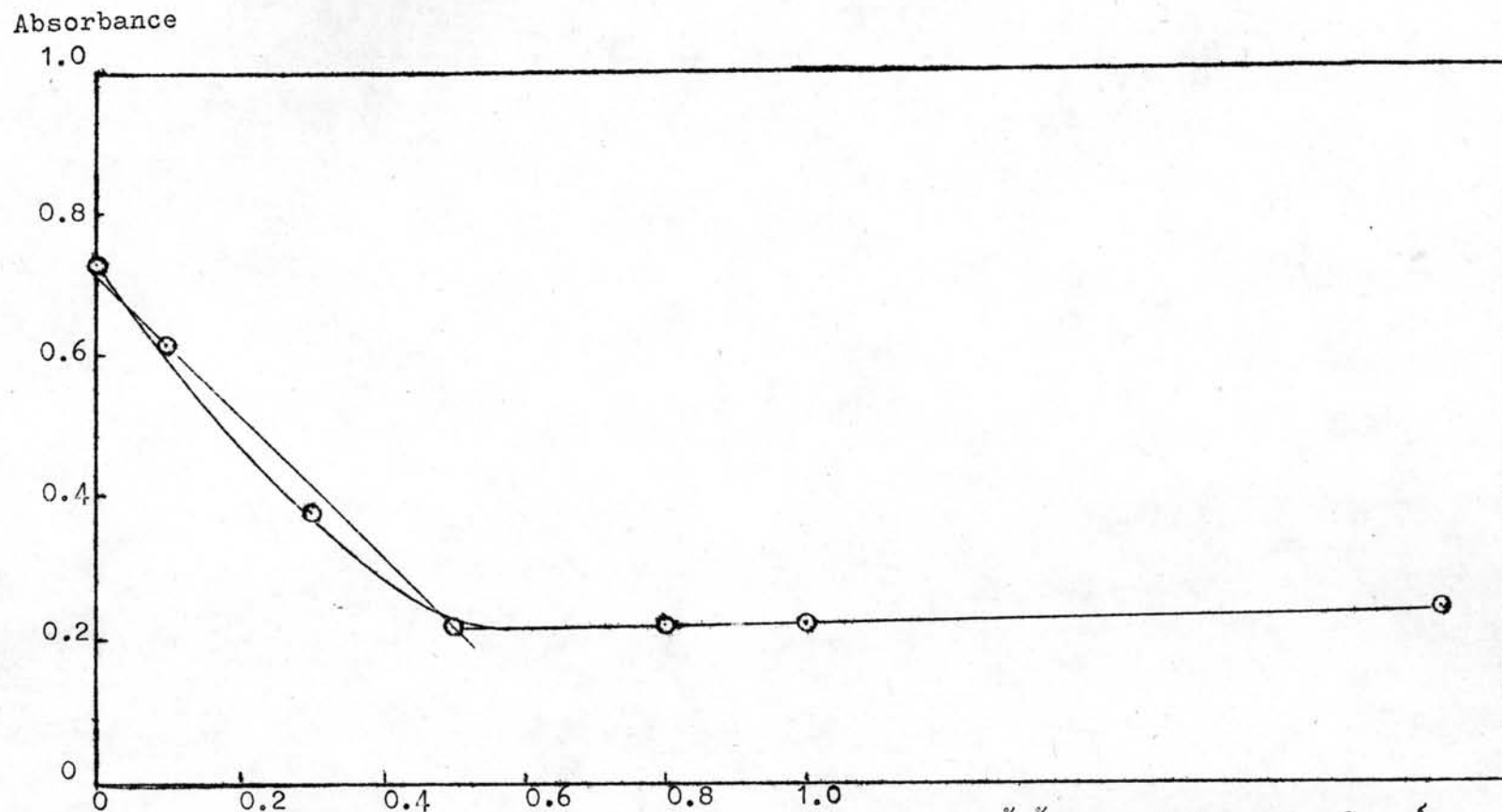
ความเข้มข้นของ กรดไฮโดรคลอริก (โมลาร์)	pH ของสารละลาย	ค่า Absorbance			
		ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ค่าเฉลี่ย
0.00	1.4	0.720	0.730	0.715	0.722
0.10	1.3	0.570	0.575	0.580	0.575
0.30	0.85	0.368	0.370	0.380	0.373
0.50	0.70	0.215	0.215	0.220	0.217
0.80	0.70	0.220	0.220	0.225	0.225
1.00	0.65	0.220	0.220	0.230	0.223
2.00	0.60	0.245	0.250	0.260	0.252



รูปที่ 5.7 แสดงลักษณะของ Absorption Spectra ที่ได้จากสารละลายของ
 (ก) สารประกอบเชิงซ้อนระหว่างแทนทาลัมและไฟโรแกลลอล เมื่อเทียบกับน้ำ
 (ข) สารละลายไฟโรแกลลอล เมื่อเทียบกับน้ำ
 (ค) สารประกอบเชิงซ้อนระหว่างแทนทาลัมและไฟโรแกลลอลเทียบกับไฟโรแกลลอล



รูปที่ 5.8 แสดงผลของกรดไฮโดรคลอริกที่มีต่อ Absorption Spectra ของสารประกอบเชิงซ้อนแทนทาลัมกับไทโรไกลลอล



รูปที่ 5.9

แสดงผลของกรดไฮโครคลอริกที่มีต่อ Absorbance
ระหว่างแทนทาลัมและไฟโรแกลลอล

ความเข้มข้นของกรดไฮโครคลอริก (โมดาร์)
ของสารละลายของสารประกอบเชิงซ้อน

5.3.3 การศึกษามลของการไลเกรทไฮโครคลอริกออกจากสารละลายแทนทาลัม
ในกรทไฮโครคลอริกที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ

ภายหลังจากไลเกรทไฮโครคลอริกออกจากสารละลายแทนทาลัมในกรทไฮโครคลอริกแล้ว นำไปทำให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อนกับไพโรแกลลอลตามวิธีในข้อ 4.7.1.4 เมื่อนำสารละลายไปหา Absorption Spectra ปรากฏว่าสารประกอบเชิงซ้อนสามารถดูดกลืนแสงได้มากที่สุดที่ความยาวคลื่น 400 นาโนเมตรตามเดิม ค่า Absorbance ที่วัดได้ และ pH ของสารละลายก็มีค่าใกล้เคียงกัน ดังแสดงในตารางที่ 5.7

ตารางที่ 5.7 แสดงค่า pH และค่า Absorbance ของสารละลายของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างแทนทาลัมและไพโรแกลลอล ในสารละลายกรทไฮโครคลอริกออกแล้ว โดยวัดที่ความยาวคลื่น 400 นาโนเมตร ภายหลังจากอุ่นไลเกรทไฮโครคลอริกที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ กัน

ชนิดของสารละลายของสารประกอบเชิงซ้อน	: pH	ค่า Absorbance ที่วัดได้			
		ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ค่าเฉลี่ย
1. $0\text{M HCl} - 0.5\text{M H}_2\text{C}_2\text{O}_4 - 0.01\text{M H}_2\text{O}_2$	0.95	0.445	0.465	0.458	0.456
1.5 $0\text{M HCl} - 0.5\text{M H}_2\text{C}_2\text{O}_4 - 0.01\text{M H}_2\text{O}_2$	1.05	0.468	0.440	0.462	0.456
2 $0\text{M HCl} - 0.5\text{M H}_2\text{C}_2\text{O}_4 - 0.01\text{M H}_2\text{O}_2$	0.95	0.452	0.448	0.460	0.453
3. $0\text{M HCl} - 0.5\text{M H}_2\text{C}_2\text{O}_4 - 0.01\text{M H}_2\text{O}_2$	0.90	0.448	0.458	0.468	0.458

5.3.4 การศึกษาของเวลาที่เมื่อการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างแทนทาลัม

และไฟโรแกลลอล

สารละลายของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างแทนทาลัมและไฟโรแกลลอล ซึ่งเตรียมโดยวิธีของไลโซโครเจนกลอสส์ใช้ตามวิธีในข้อ 4.7.1.5 แล้วนำไปวัดค่า Absorbance ที่ความยาวคลื่น 400 นาโนเมตร ทุก ๆ 10 นาที เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยใช้สารละลายไฟโรแกลลอลเป็นตัวแทนเทียบ ปรากฏว่าค่า Absorbance เมื่อเกิดการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนไม่ขึ้นกับเวลาที่ใช้ ที่วัดได้มีการเปลี่ยนแปลงน้อยมาก (เกือบคงที่) ดังแสดงในการร่างที่ 5.8

การร่างที่ 5.8 แสดงค่า Absorbance ของสารละลายของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างแทนทาลัมกับไฟโรแกลลอล

เวลา(นาที)	ค่า Absorbance	เวลา(นาที)	ค่า Absorbance
0	0.448	70	0.458
10	0.448	80	0.455
20	0.458	90	0.456
30	0.460	100	0.456
40	0.459	110	0.455
50	0.458	120	0.450
60	0.458		

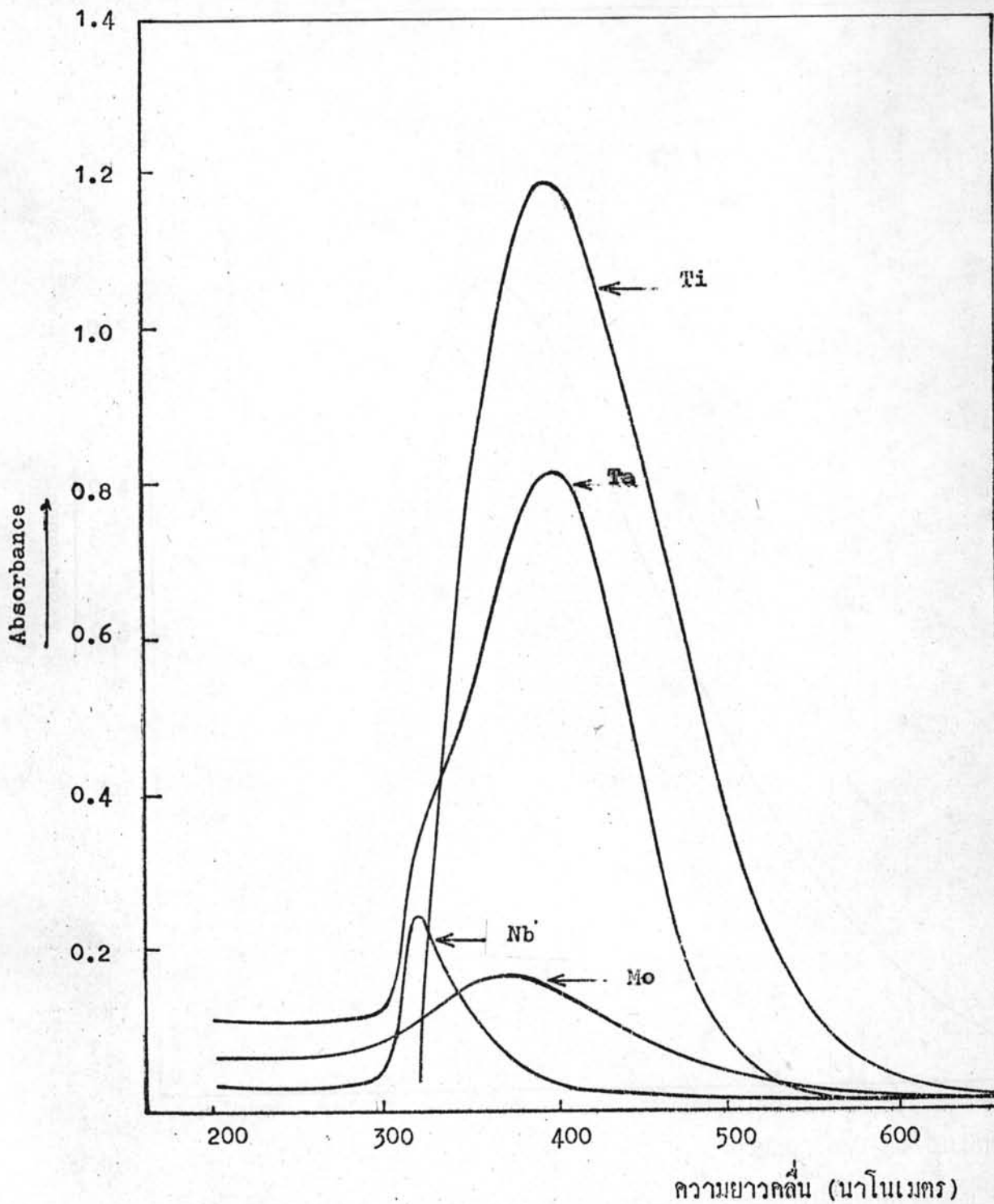
5.3.5 การศึกษาเกี่ยวกับการรบกวน (Interference) จากสารอื่นบางชนิด

ที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง

ผลการศึกษการรบกวนของสารต่าง ๆ ซึ่งอาจทำให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อนกับไฮโดรอกไซด์ ได้เช่นเดียวกับแทนทาลัม ตามวิธีในข้อ 4.7.1.6 มีแสดงไว้ในตารางที่ 5.9 และลักษณะของสเปกตรัมที่เกิดได้แสดงในรูปที่ 5.10 ซึ่งพบว่าไทเทเนียม โมลิบดีนัม มีการรบกวนมาก ไนโอเบียม เหล็ก หังสแทน มีการรบกวนน้อย และเซอร์โคเนียม คอปเปอร์ ซิลิกอน ไม่รบกวน

ตารางที่ 5.9 แสดงค่า Absorbance ของโลหะต่าง ๆ ในสารละลายไฮโดรอกไซด์ วัดที่ความยาวคลื่น 400 นาโนเมตร

สารที่ใช้	ปริมาณที่ใช้ ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$)	Absorbance	ผล
Ti	25	1.201	รบกวน
Mo	100	0.078	รบกวน
Nb	100	0.010	รบกวน เล็กน้อย
W	100	0.015	รบกวน เล็กน้อย
Fe	100	0.012	รบกวน เล็กน้อย
Zr, Sn, Si	100	0.000	ไม่รบกวน



รูปที่ 5.10 แสดงลักษณะของ Absorption spectra ของสารประกอบเชิงซ้อน ระหว่าง Ti, Ta, Mo และ Nb กับไฟโรแกดอลอไลนกรด เมื่อเทียบกับสารละลายไฟโรแกดอล

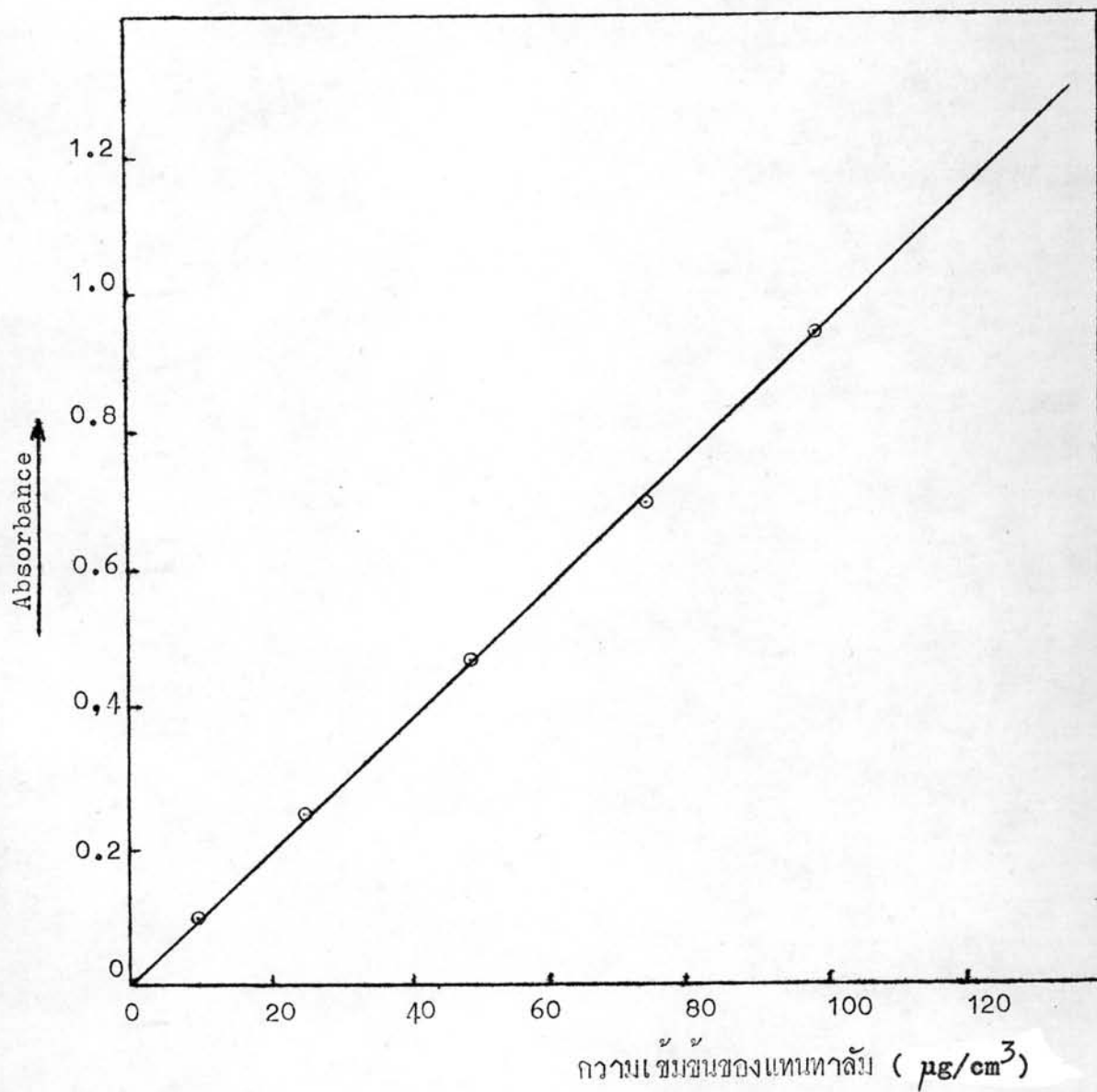
5.3.6 การทำกราฟมาตรฐานสำหรับหาปริมาณแทนทาลัม

ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของแทนทาลัม เพนตะออกไซด์และค่า Absorbance ของสารละลายของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างแทนทาลัมและไฟโรแกลลอล แสดงในตารางที่ 5.10 และรูปที่ 5.11

จากผลการทดลองนี้พบว่า ค่าของ Absorbance จะเป็นปฏิภาคโดยตรงกับความเข้มข้นของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างแทนทาลัมและไฟโรแกลลอล หรือเป็นไปตามกฎของ Beer เมื่อความเข้มข้นของแทนทาลัมอยู่ในช่วง 0 - 100 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

ตารางที่ 5.10 แสดงความสัมพันธ์ของความเข้มข้นของแทนทาลัมกับค่า Absorbance ของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างแทนทาลัมและไฟโรแกลลอล โดยวัดที่ความยาวคลื่น 400 นาโนเมตร

ความเข้มข้นของแทนทาลัม ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$)	ค่า Absorbance
10	0.106
25	0.248
50	0.465
75	0.695
100	0.926



รูปที่ 5.11

กราฟมาตรฐานแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง Absorbance
กับความเข้มข้นของตะกั่ว

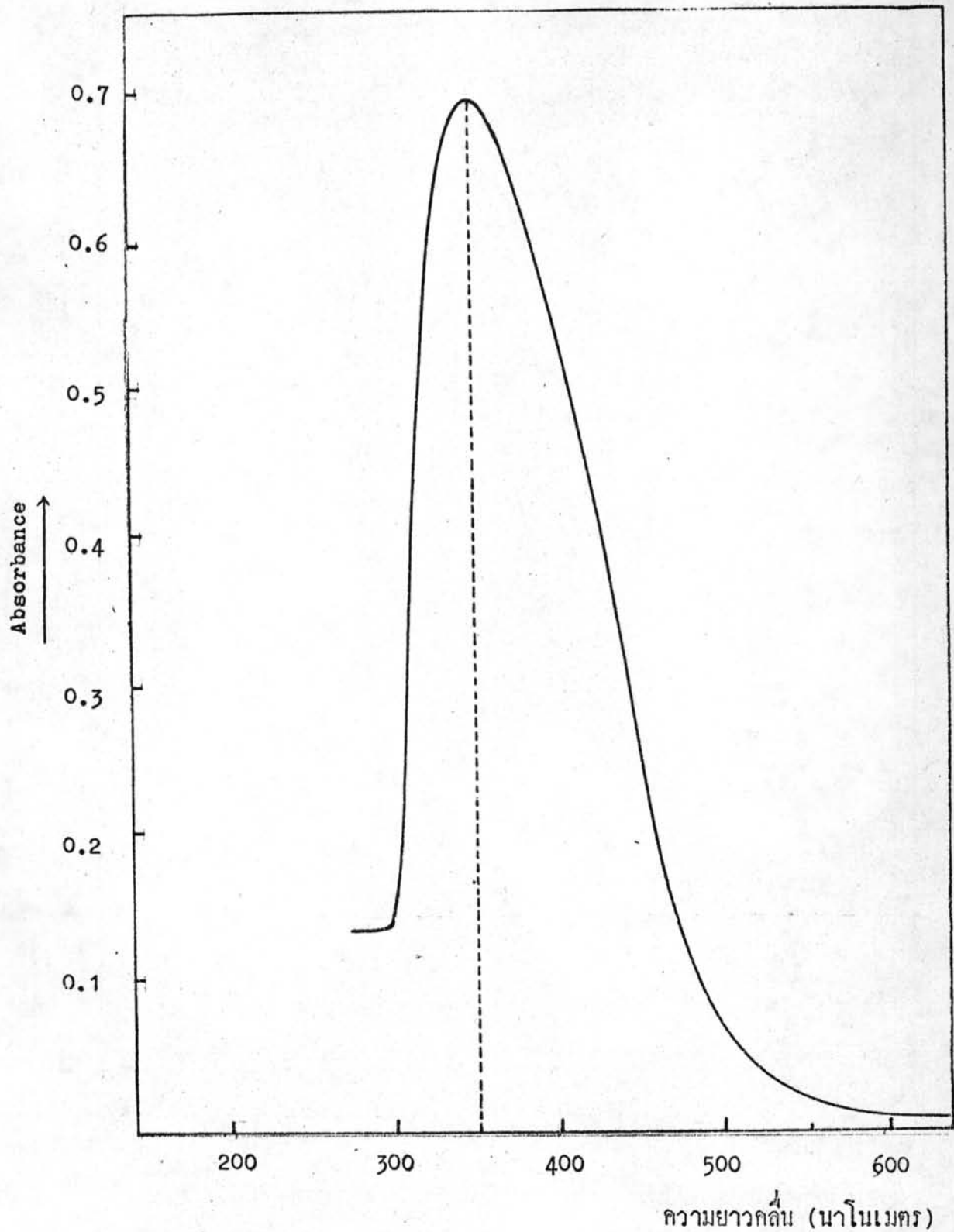
5.4 การศึกษาวิธีหาปริมาณไนโอเบียม

5.4.1 การศึกษาลักษณะของ Absorption Spectra ของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างไนโอเบียมและไทโรกอลลอยด์

เมื่อทำสารละลายของ Absorption Spectra ของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างไนโอเบียมและไทโรกอลลอยด์ในทางที่เตรียมได้โดยข้อ 4.7.2.2 ไปหา Absorption Spectra โดยใช้สารละลายไทโรกอลลอยด์ในถังเป็นแก้วเปรียบเทียบลักษณะของ Absorption Spectra ได้แสดงในรูปที่ 5.12 ซึ่งแสดงให้เห็นว่าสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างไนโอเบียมและไทโรกอลลอยด์ มีการดูดกลืนแสงมากที่สุดที่ความยาวคลื่น 355 นาโนเมตร

5.4.2 การศึกษาผลของ pH ที่มีต่อค่า Absorbance ของสารละลายของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างไนโอเบียมและไทโรกอลลอยด์

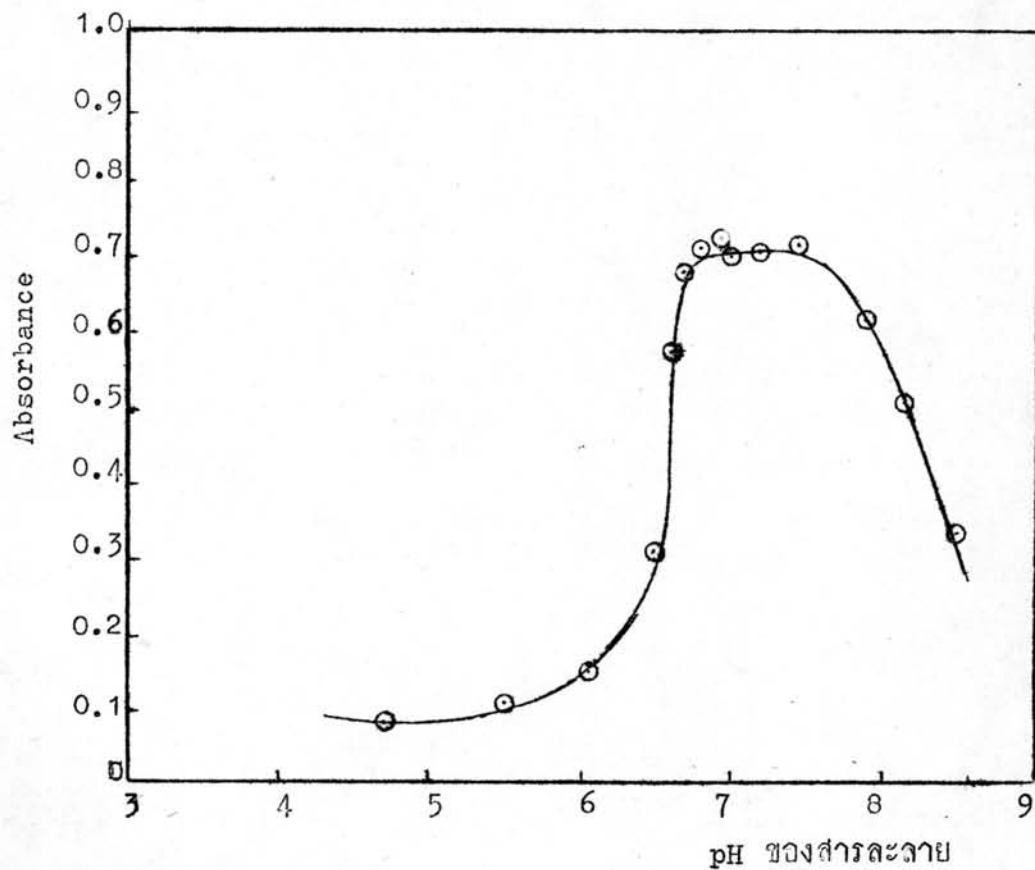
เมื่อ pH ของสารละลายของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างไนโอเบียมและไทโรกอลลอยด์เปลี่ยนแปลงจาก 4.7 ถึง 8.5 ค่า Absorbance ที่ความยาวคลื่น 355 นาโนเมตร มีการเปลี่ยนแปลงดังแสดงในตารางที่ 5.11 และรูปที่ 5.13 กล่าวคือในช่วง ที่น้อย ๆ ค่า Absorbance จะเพิ่มขึ้นเมื่อ pH เพิ่มขึ้น และ pH ในช่วง 6.7 ถึง 7.5 ค่า Absorbance จะคงที่ และเมื่อ pH มากกว่า 7 ค่า Absorbance ก็จะลดลงอีก ดังนั้นในการหาปริมาณของไนโอเบียมโดยวิธีนี้จะคงความถูกต้องของสารละลายอยู่ในช่วง 6.7 - 7.5 ซึ่งในการทดลองนี้ได้เลือกใช้วิธีวัดค่า Absorbance ของสารละลายของสารประกอบเชิงซ้อนของไนโอเบียมกับไทโรกอลลอยด์ที่ pH ประมาณ 7



รูปที่ 5.12 แสดงลักษณะของ Absorption spectra ของสารประกอบเชิงซ้อน ระหว่างไนโอเบียมและไฟโรแกดอลที่ pH ของสารละลายเป็น 7.45.

ตารางที่ 5.11 แสดงค่า Absorbance ของสารประกอบเชิงซ้อน
ระหว่างโบโลเนียมกับไฟโรแคดอลที่ pH 4.7 - 8.5
โดยวัดที่ความยาวคลื่น 355 นาโนเมตร

pH ของสารละลาย	ค่า Absorbance
4.7	0.085
5.5	0.110
6.1	0.150
6.5	0.310
6.6	0.570
6.7	0.680
6.8	0.705
6.9	0.725
7.0	0.700
7.2	0.700
7.5	0.715
7.9	0.615
8.2	0.505
8.5	0.323



รูปที่ 5.13

แสดงค่า Absorbance ของสารละลายของสารประกอบ
เชิงซ้อนระหว่างไนโอเบียมกับไทโรแกดอลที่ pH ต่าง ๆ กัน

5.4.3 การศึกษาความสัมพันธ์ของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างไนโอเบียมกับ

ไฟโรกลดอด

ในการศึกษาความสัมพันธ์ของสารประกอบเชิงซ้อนนั้น ตามวิธีการทดลอง
ข้อ 4.7.2.4 ได้ทำการวัดค่า Absorbance ที่ความยาวคลื่น 355 นาโนเมตร ที่เวลา
ต่าง ๆ กัน โดยวัดทุก ๆ 5 นาที ผลการทดลองพบว่าค่า Absorbance จะคงที่จนถึง
เวลา 50 นาที หลังจากนั้นจะเริ่มเกิดตะกอนขึ้น ดังแสดงในตารางที่ 5.12

ตารางที่ 5.12 แสดงค่า Absorbance ของสารละลายของ
สารประกอบเชิงซ้อนระหว่างไนโอเบียมและไฟโร-
กลดอด ที่ pH ประมาณ 7 โดยวัดที่ความยาว
คลื่น 355 นาโนเมตร กับเวลาที่เปลี่ยนไป

เวลา (นาที)	ค่า Absorbance
5	0.740
10	0.740
15	0.735
20	0.740
25	0.750
30	0.750
35	0.755
40	0.760
45	0.760
50	0.790
55	0.770
60	0.770

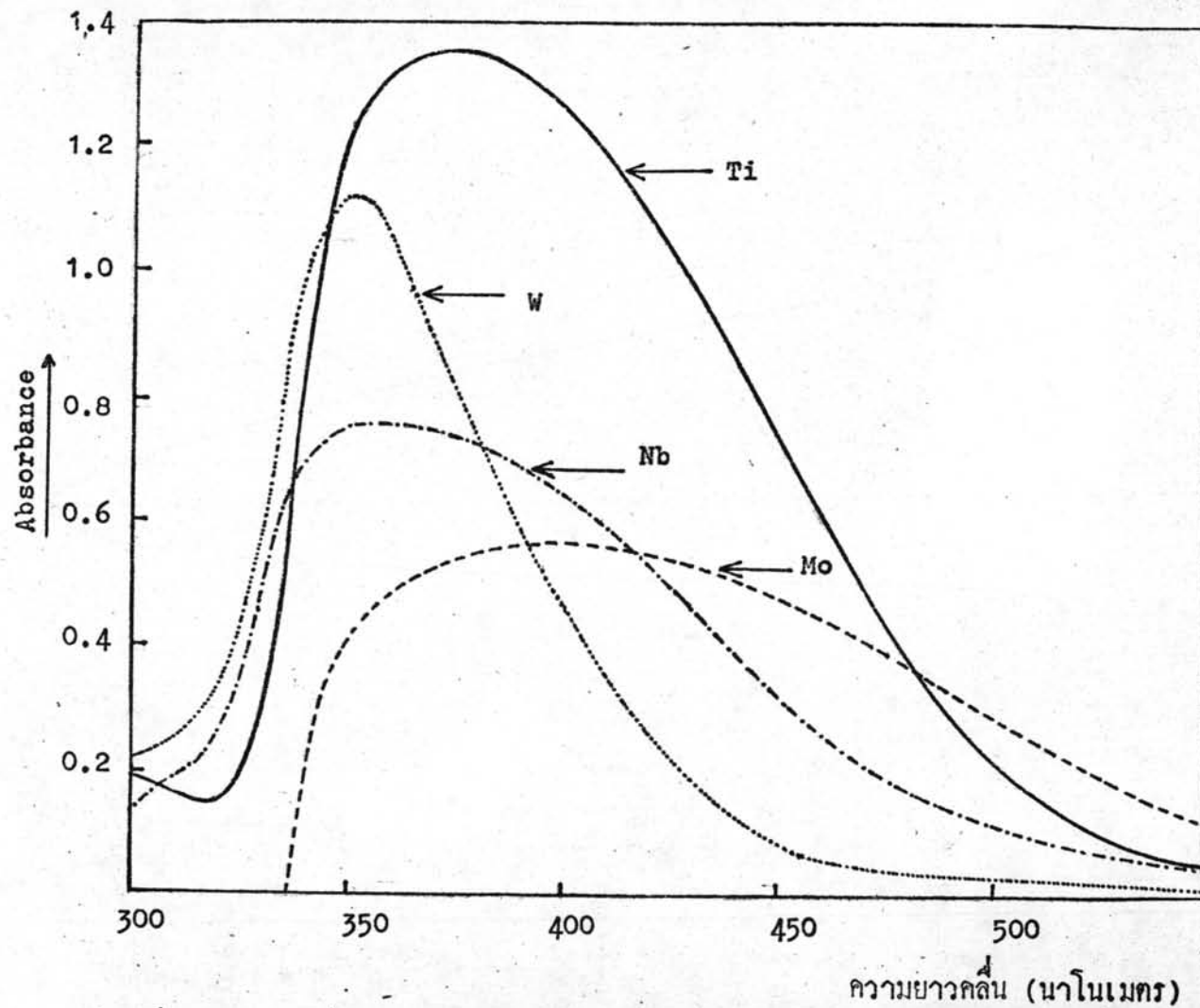
5.4.4 การศึกษาเกี่ยวกับการรบกวน (Interference) จากสารอื่น ๆ ใน วิธีหาปริมาณไนโอเบียม

ผลการศึกษาเกี่ยวกับการรบกวนจากสารอื่น ๆ ที่มีต่อวิธีหาปริมาณไนโอเบียม ซึ่งได้แก่ แทนทาลัม ทังสเตน โมลิบดีนัม และไทเทเนียม โดยทำให้ธาตุเหล่านี้เกิดสารประกอบเชิงซ้อนกับไฟโรแคดอลในสภาวะเดียวกันกับการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างไนโอเบียมและไฟโรแคดอล ตามการทดลองข้อ 4.7.2.5 ลักษณะของ Absorption Spectra และความสัมพันธ์ของค่า Absorbance ของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างโลหะต่าง ๆ กับไฟโรแคดอล แสดงในรูปที่ 5.14 และตารางที่ 5.13 ปรากฏว่าไทเทเนียม โมลิบดีนัม และทังสเตนรบกวนค่า Absorbance ที่ความยาวคลื่น 355 นาโนเมตร

ตารางที่ 5.13 แสดงค่า Absorbance ของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างธาตุไนโอเบียม แทนทาลัม ทังสเตน โมลิบดีนัม และไทเทเนียม กับไฟโรแคดอล โดยวัดที่ความยาวคลื่น 355 นาโนเมตร

ชนิดของธาตุ	ความเข้มข้น ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$)	Absorbance	ผล
Nb	10	0.745	-
Ti	10	1.300	รบกวน
Mo	10	0.500	รบกวน
W	50	1.088	รบกวน
Ta	50	0.0	ไม่รบกวน

ปรากฏว่าไทเทเนียม โมลิบดีนัม และทังสเตน รบกวน ค่า Absorbance ของสารละลายของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างไนโอเบียมและไฟโรแคดอล ที่ความยาวคลื่น 355 นาโนเมตร



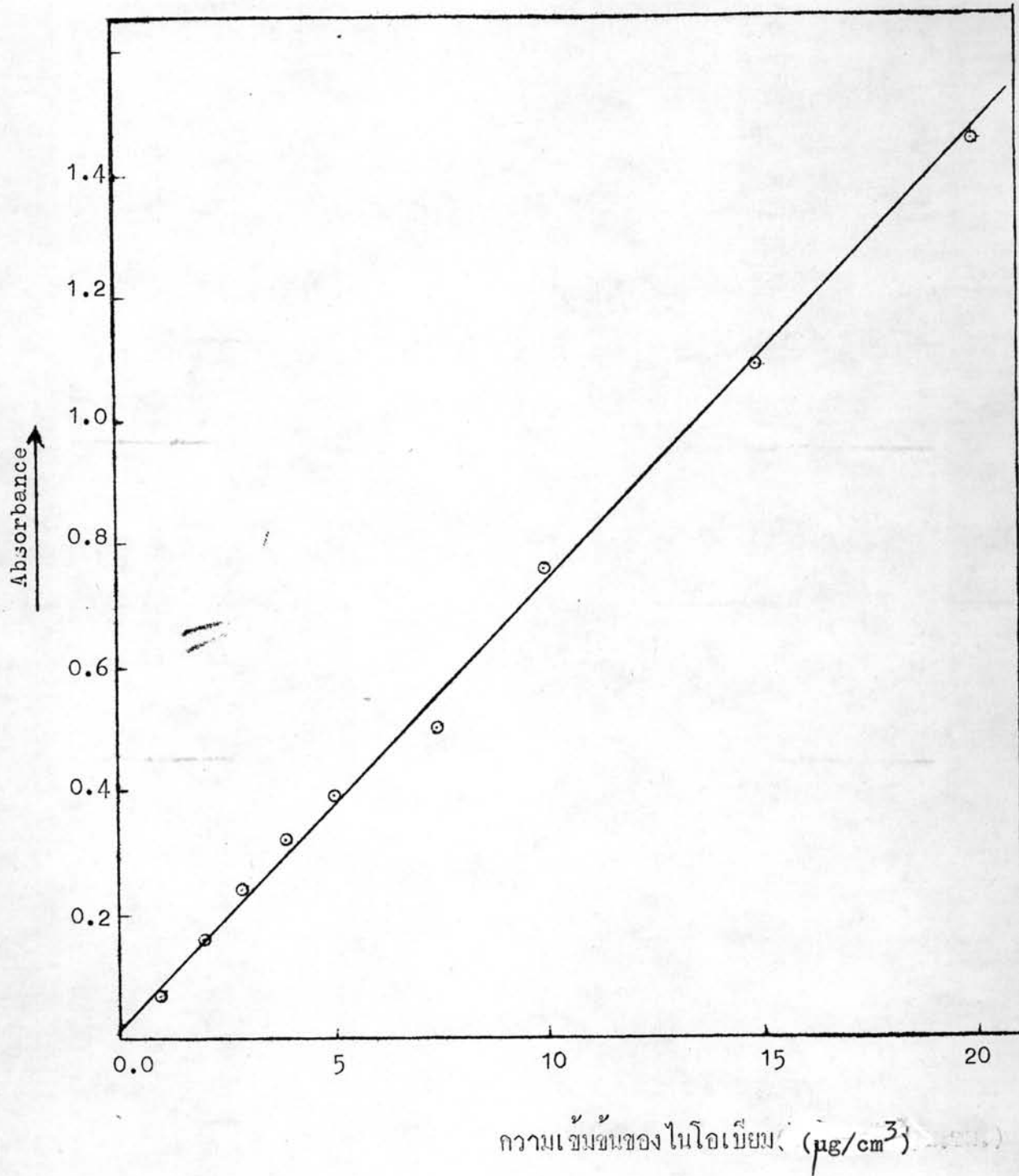
รูปที่ 5.14 แสดงลักษณะของ Absorption Spectra ของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่าง Ti, Mo, W และ Nb กับไฟโรแกลลอลที่ pH ประมาณ 7 เมื่อเทียบกับสารละลายไฟโรแกลลอล

5.4.5 การทำกราฟมาตรฐานสำหรับหาปริมาณไนโอเมียม

ความสัมพันธ์ระหว่างค่า Absorbance ของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างไนโอเมียมและไฮโรแกดอลด์ กับความเข้มข้นของไนโอเมียม ซึ่งได้ทำการทดลองตามวิธีในข้อ 4.7.2.6 แสดงในตารางที่ 5.14 และรูปที่ 5.15 ซึ่งแสดงให้เห็นว่าค่า Absorbance ที่วัดได้เป็นฟังก์ชันโดยตรงกับความเข้มข้นของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างไนโอเมียมและไฮโรแกดอลด์ หรือเป็นไปตามกฎของเบียร์ (Beer's Law) เมื่อความเข้มข้นอยู่ในช่วง 0 - 20 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

ตารางที่ 5.14 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Absorbance ของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างไนโอเมียมกับไฮโรแกดอลด์ วัดที่ความยาวคลื่น 355 นาโนเมตร กับความเข้มข้นของไนโอเมียม

ความเข้มข้นของสารละลายไนโอเมียม ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$)	ค่า Absorbance
1.0	0.068
2.0	0.160
3.0	0.240
4.0	0.320
5.0	0.392
10.0	0.756
15.0	1.103
20.0	1.460



รูปที่ 5.15

กราฟมาตรฐานแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง Absorbance
กับความเข้มข้นของไนโตรเจนไดออกไซด์

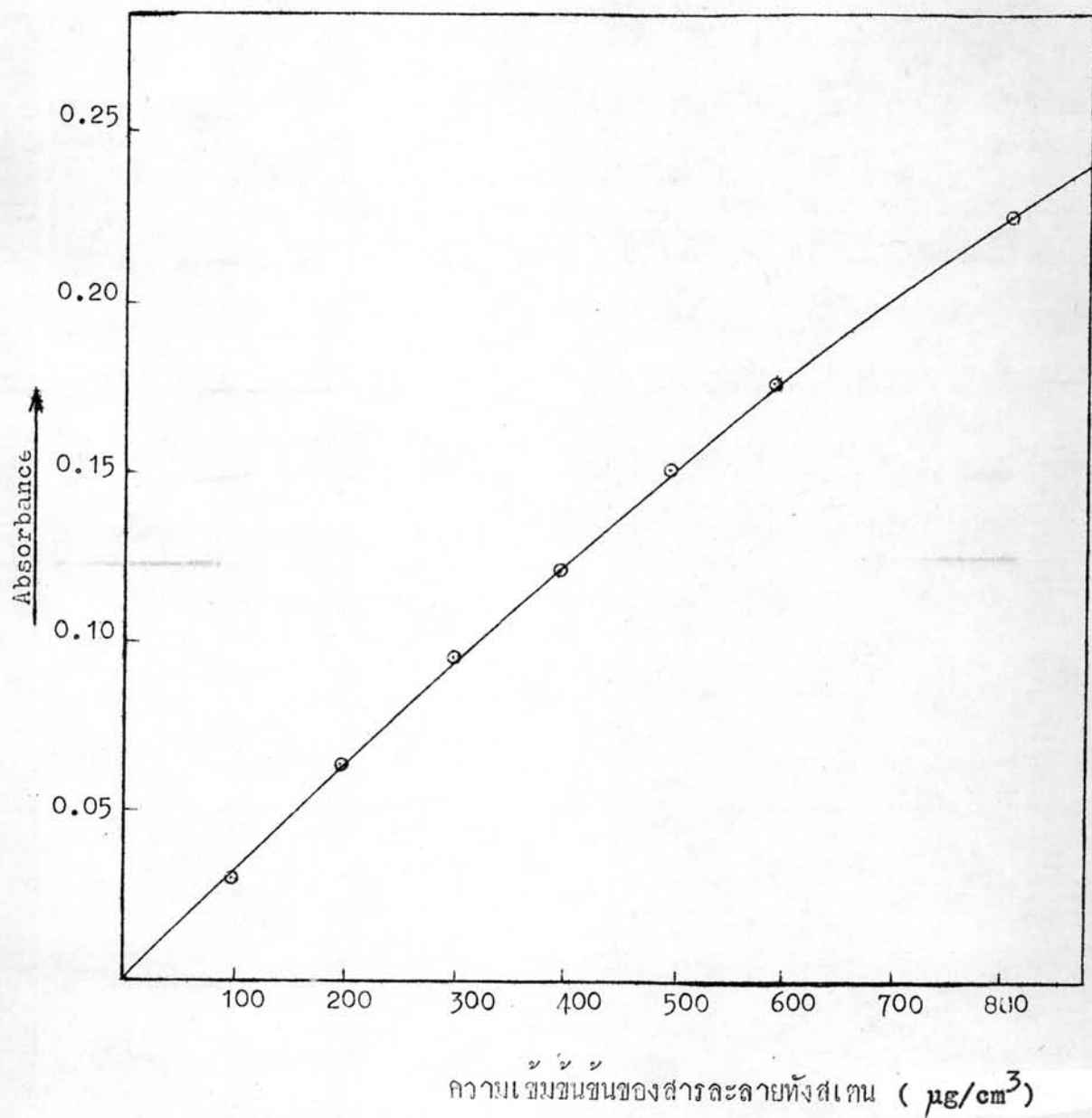
5.5 การศึกษาวิธีหาปริมาณทั้งสแกน

5.5.1 การศึกษาหาปริมาณของธาตุทั้งสแกนโดยวิธีอะตอมมิกแอปซอร์ปชันสเปกโตรโฟโตเมตรี

ผลการศึกษาดังชี้ความสามารถในการวัดหาปริมาณของธาตุทั้งสแกนของเครื่องอะตอมมิกแอปซอร์ปชันโดยใช้ความเข้มข้นของทั้งสแกนตั้งแต่ 100 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร จนถึง 800 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ดังแสดงในการร่างที่ 5.15 ซึ่งแสดงถึงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Absorbance ที่วัดได้กับความเข้มข้นต่าง ๆ แสดงในรูปที่ 5.16 ซึ่งผลการศึกษานี้พบว่า ความสามารถในการวัดของเครื่องอะตอมมิกแอปซอร์ปชันที่ความเข้มข้นน้อยกว่า 100 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ค่า Absorbance อาจได้้น้อยมาก และมีความคลาดเคลื่อนได้ และเส้นกราฟจะโค้งลงเล็กน้อย เมื่อความเข้มข้นของทั้งสแกนเพิ่มมากขึ้น

ตารางที่ 5.15 แสดงค่า Absorbance ของทั้งสแกนที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ในการหาปริมาณทั้งสแกนโดยเครื่องอะตอมมิกแอปซอร์ปชัน

ความเข้มข้นของทั้งสแกน ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$)	ค่า Absorbance
100	0.031
200	0.064
300	0.095
400	0.120
500	0.150
600	0.175
800	0.229



รูปที่ 5.16

กราฟมาตรฐานแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Absorbance
กับความเข้มข้นของสารละลายทั้งหมด

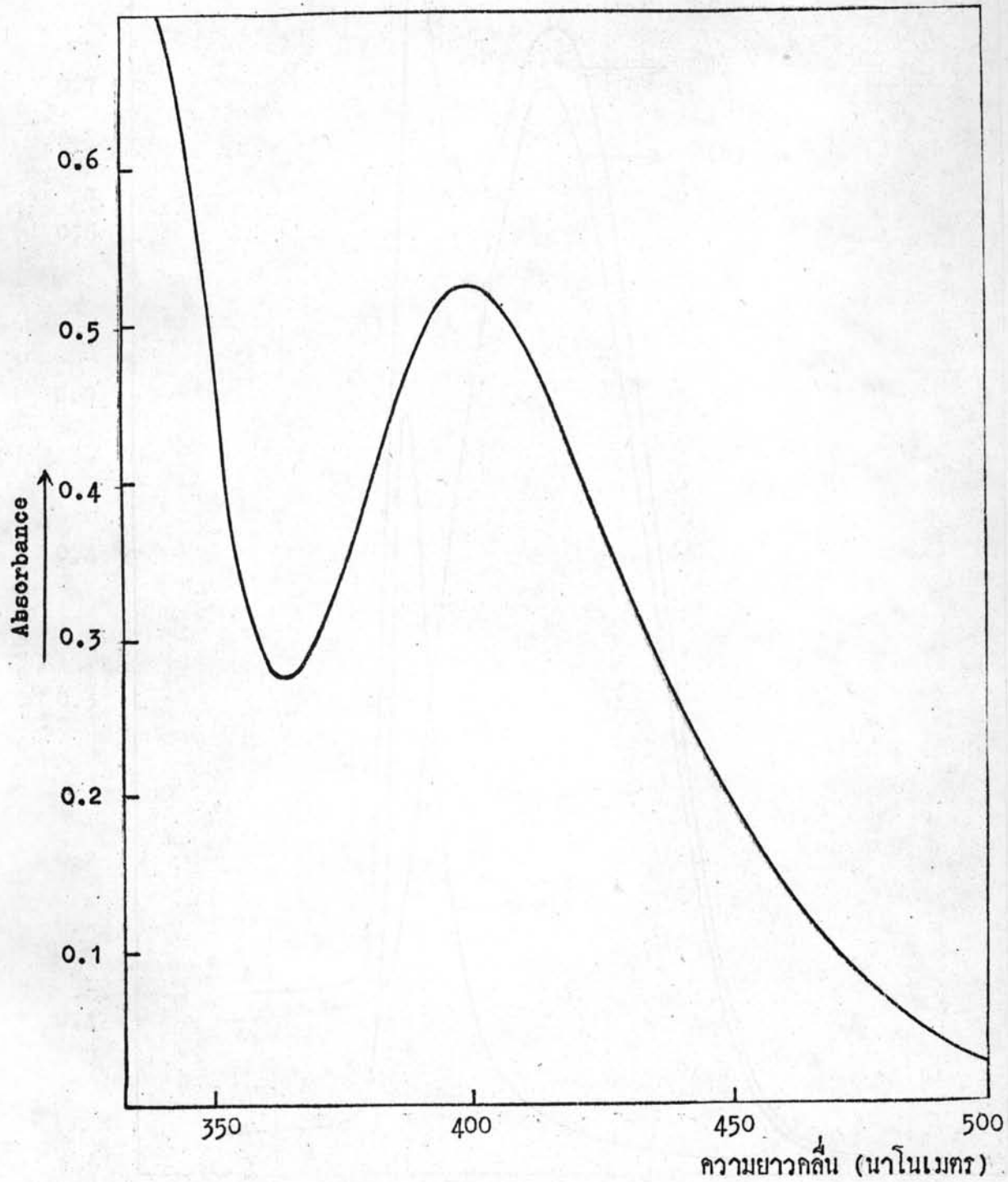
5.5.2 การศึกษาหาปริมาณทั้งสเต็มโดยวิธีทางสเปกโตรโฟโตเมตรี

5.5.2.1 การศึกษาลักษณะของ Absorption Spectra ของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างทั้งสเต็มกับไทโอไซยาเนต เมื่อใช้น้ำเป็นตัวเปรียบเทียบ แสดงให้เห็นว่าสารประกอบเชิงซ้อนนี้สามารถดูดกลืนแสงได้มากที่สุดที่ความยาวคลื่น 400 นาโนเมตร ดังรูปที่ 5.17

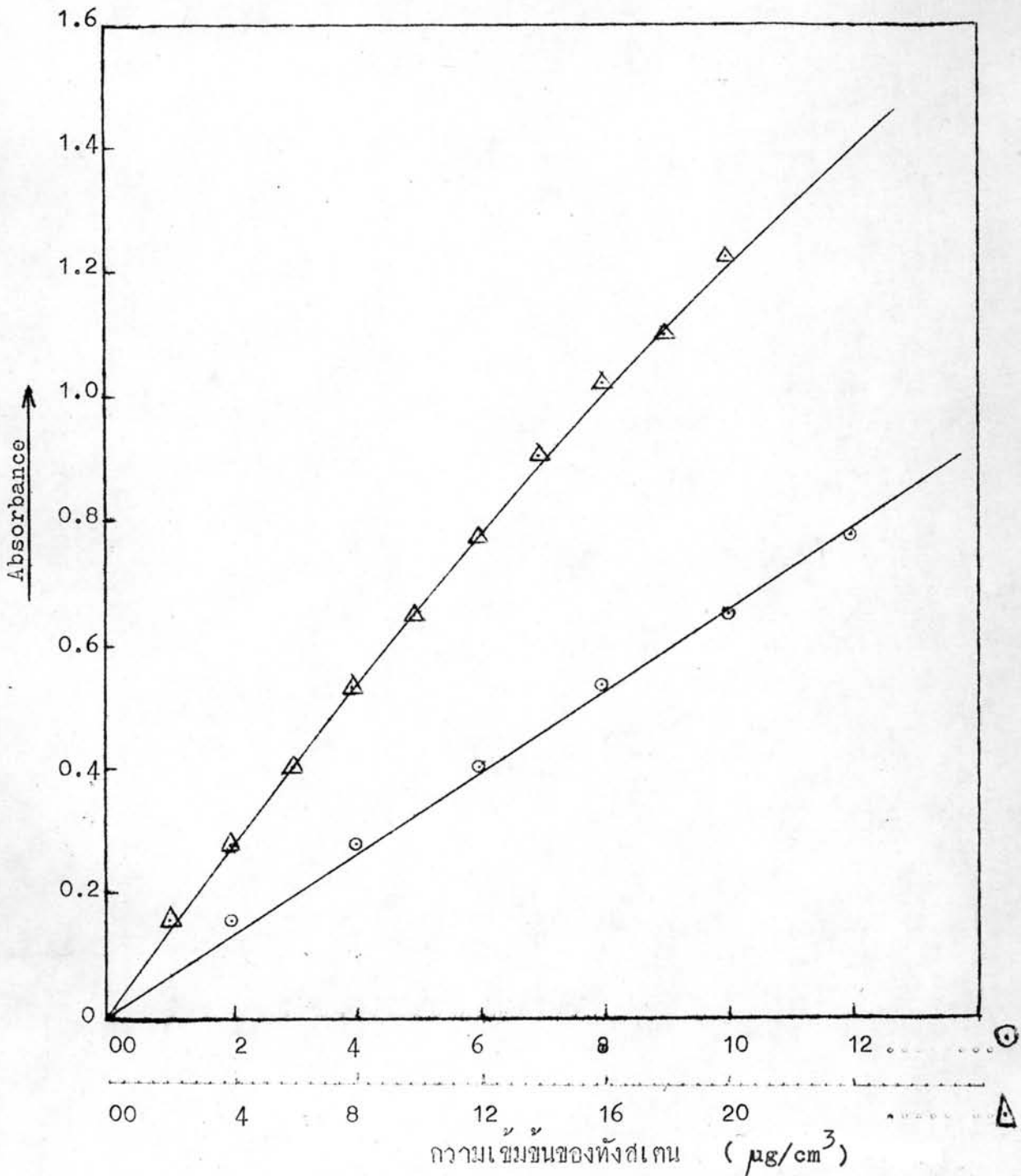
5.5.2.2 การทำกราฟมาตรฐานสำหรับหาปริมาณทั้งสเต็ม - เพื่อหาความเข้มข้นที่เหมาะสมที่จะใช้หาปริมาณทั้งสเต็มพบว่า ในช่วงความเข้มข้น 0 - 12 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ค่า Absorbance ของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างทั้งสเต็มและไทโอไซยาเนต จะเป็นปฏิภาคโดยตรงกับความเข้มข้นของทั้งสเต็ม หรือเป็นไปตามกฎของเบียร์ (Beer's Law) ดังแสดงในตารางที่ 5.16 และรูปที่ 5.18

ตารางที่ 5.16 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Absorbance ของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างทั้งสเต็มและไทโอไซยาเนตกับความยาวคลื่น 400 นาโนเมตร กับความเข้มข้นของทั้งสเต็ม

ความเข้มข้นของทั้งสเต็ม ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$)	ค่า Absorbance
2	0.149
4	0.274
6	0.394
8	0.531
10	0.640
12	0.771
14	0.899
16	1.027
18	1.099
20	1.217



รูปที่ 5.17 แสดงลักษณะของ Absorption Spectra ของสารประกอบเชิงซ้อน ระหว่างทั้งสแตนกับไทโอไซยาเนต เมื่อเทียบกับน้ำ



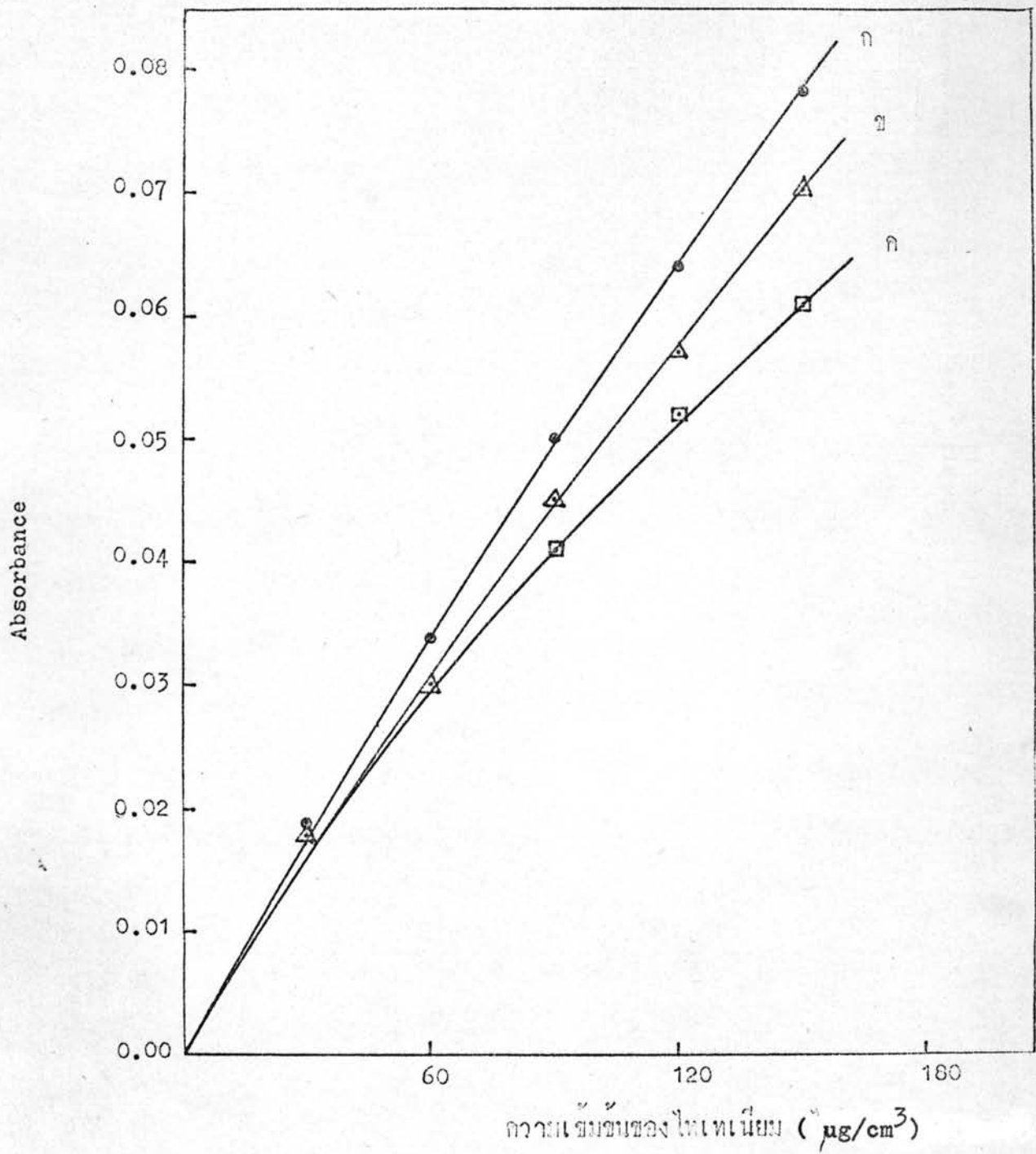
รูปที่ 5.18 กราฟมาตรฐานแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Absorbance ของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างทั้งสแกนและไทโอไฮยานेट กับความเข้มข้นของทั้งสแกน

5.6 การศึกษาวิธีหาปริมาณไทเทเนียม

ผลการทดลองวัดค่า Absorbance ของสารละลายมาตรฐานไทเทเนียมในน้ำ และสารละลายมาตรฐานไทเทเนียมในสารละลายกรดไฮโดรคลอริก-กรดออกซาลิก และ ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ตามวิธีการหาปริมาณไทเทเนียมในข้อ 4.7.4.1 ปรากฏว่า ความสัมพันธ์ระหว่างค่า Absorbance และปริมาณไทเทเนียม เขียนเป็นกราฟได้ดังแสดง ในรูปที่ 5.19 และตารางที่ 5.17 ซึ่งกราฟ ก. แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Absorbance และความเข้มข้นของสารละลายไทเทเนียมในน้ำ กราฟ ข. และ ค. เป็นความสัมพันธ์ระหว่างค่า Absorbance และความเข้มข้นของสารละลายไทเทเนียมในกรดไฮโดรคลอริก 2.0 โมลาร์-กรดออกซาลิก 0.5 โมลาร์ -ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 0.01 โมลาร์ และใน กรดไฮโดรคลอริก 3.0 โมลาร์ กรดออกซาลิก 0.5 โมลาร์ -ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 0.01 โมลาร์ ตามลำดับ

ตารางที่ 5.17 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Absorbance และความเข้มข้นของไทเทเนียมในสารละลายต่าง ๆ

ความเข้มข้นของไทเทเนียม ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$)	ค่า Absorbance ของสารละลายมาตรฐานไทเทเนียมใน		
	น้ำ	2.0 M HCl- 0.5 $\text{MH}_2\text{C}_2\text{O}_4^-$ 0.01 MH_2O_2	3.0 M HCl- 0.5 $\text{MH}_2\text{C}_2\text{O}_4^-$ 0.01 MH_2O_2
30	0.019	0.018	0.018
60	0.034	0.030	0.030
90	0.050	0.045	0.041
120	0.064	0.057	0.052
150	0.078	0.070	0.061



รูปที่ 5.17 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Absorbance กับความเข้มข้นของ โพลีเอทิลีนในสารละลาย

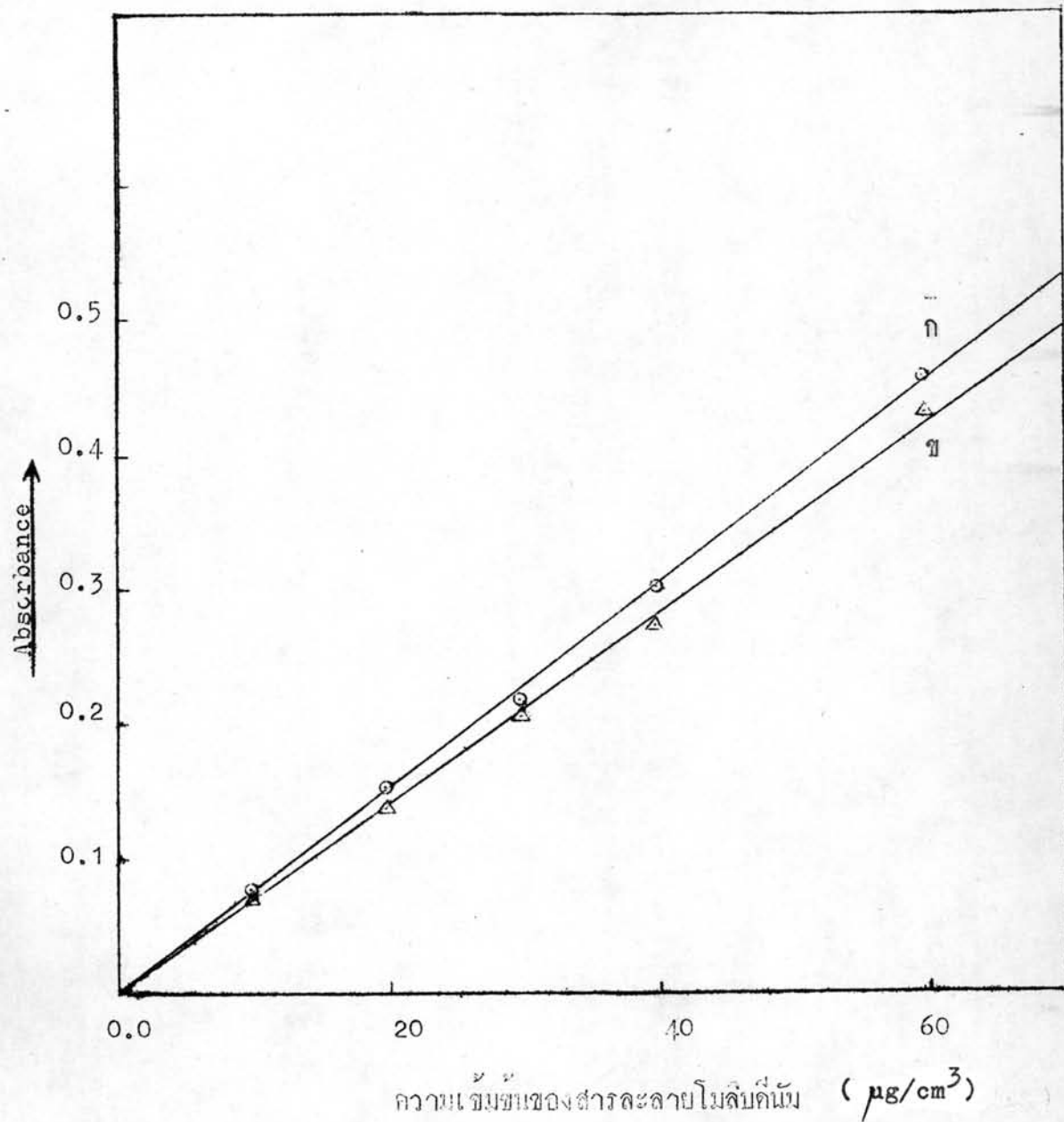
- ก. น้ำ
- ข. 2.0 โมลาร์กรดไฮโดรคลอริก - 0.5 โมลาร์กรดออกซาลิก
- 0.01 โมลาร์ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์
- ค. 3.0 โมลาร์กรดไฮโดรคลอริก - 0.5 โมลาร์กรดออกซาลิก
- 0.01 โมลาร์ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์

5.7 การศึกษาวิธีหาปริมาณโมลิบดินัม

ผลการวัด Absorbance ของสารละลายมาตรฐานโมลิบดินัมในน้ำ และ สารละลายมาตรฐานโมลิบดินัมในสารละลาย 10 % แอมโมเนียมซัลเฟต- 10 % แอมโมเนียมคลอไรด์ ได้แสดงในตารางที่ 5.18 และกราฟในรูปที่ 5.20 ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Absorbance และความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานโมลิบดินัม ผลปรากฏว่า สารละลายของโมลิบดินัมใน 10 % แอมโมเนียมซัลเฟต - 10 % แอมโมเนียมคลอไรด์ มีค่า Absorbance ต่ำกว่าสารละลายมาตรฐานโมลิบดินัมในน้ำเล็กน้อย เส้นกราฟจะมีความชันน้อยกว่า

ตารางที่ 5.18 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Absorbance และความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานโมลิบดินัมในสารละลายต่างๆกัน

ความเข้มข้นของ โมลิบดินัม ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$)	ค่า Absorbance ของสารละลายมาตรฐานโมลิบดินัมใน	
	น้ำ	10 % แอมโมเนียมซัลเฟต -10 % แอมโมเนียมคลอไรด์
10	0.075	0.070
20	0.146	0.140
30	0.219	0.205
40	0.299	0.292
60	0.454	0.430



รูปที่ 5.20 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Absorbance กับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานโมลิบดีนัมในสารละลายต่าง ๆ

ก. ในน้ำ

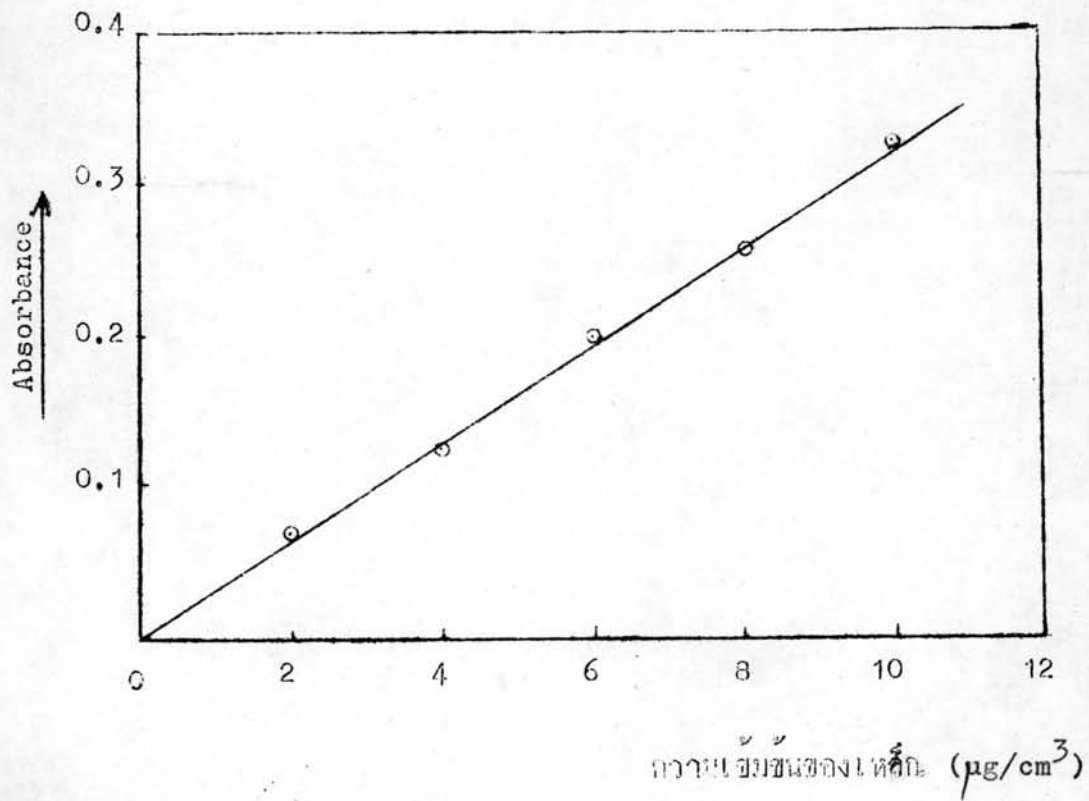
ข. ใน 10 % แอมโมเนียมซัลเฟต-10 % แอมโมเนียมคลอไรด์

5.8 การศึกษาวิธีหาปริมาณเหล็ก

ผลการทดลองวัดค่า Absorbance ของสารละลายมาตรฐานเหล็กเจือจาง ซึ่งมีความเข้มข้นตั้งแต่ 2 - 10 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ซึ่งเป็นไปตามกฎของเบียร์ (Beer's Law) ได้แสดงในตารางที่ 5.19 และกราฟในรูปที่ 5.21 พบว่าค่า Absorbance เป็นปฏิภาคโดยตรงกับความเข้มข้นของเหล็ก เมื่อเหล็กมีความเข้มข้น ตั้งแต่ 2 ถึง 10 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

ตารางที่ 5.19 แสดงความสัมพันธ์ของค่า Absorbance กับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานเหล็ก

ความเข้มข้นของเหล็ก ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$)	ค่า Absorbance
2	0.068
4	0.123
6	0.197
8	0.251
10	0.325



รูปที่ 5.21

แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Absorbance กับความเข้มข้น
ของสารละลายมาตรฐานตะกั่ว

5.9 การศึกษาเทคนิคการแลกเปลี่ยนไอออนของโลหะกับเรซิน

5.9.1 การหาค่าสัมประสิทธิ์การกระจาย (K_d) ของโลหะไอออนในเรซินและในสารละลายต่าง ๆ

เมื่อนำสารละลายของโลหะไอออนที่ศึกษา ซึ่งได้แก่ แพนทาลัม ไนโอเบียม โทเทเนียม โมลิบดีนัม และทังสเตนมาใส่ในขวดซึ่งมีสารละลายต่าง ๆ กัน และมีเรซิน Amberlite IRA - 400 อยู่ เพื่อจะศึกษาถึงการกระจายของโลหะไอออนเหล่านี้ในเรซินและสารละลายต่าง ๆ นั้น การทดลองในข้อ 4.8.2 ซึ่งเมื่อเขย่าและทิ้งไว้เป็นเวลานาน 24 ชั่วโมงแล้ว นำมาวิเคราะห์หาปริมาณโลหะไอออนที่เหลืออยู่ในสารละลายแต่ละชนิด แล้วนำไปคำนวณหาค่าสัมประสิทธิ์การกระจายของโลหะไอออนในเรซินและในสารละลายต่าง ๆ ได้ดังนี้

$$K_d = \frac{\text{ปริมาณของโลหะไอออนในเรซินที่แห้งหนัก 1 กรัม}}{\text{ปริมาณของโลหะไอออนในสารละลายปริมาตร 1 ลบ. ซม.}}$$

ผลการทดลองหาค่าสัมประสิทธิ์การกระจายของโลหะต่าง ๆ ในเรซินและในสารละลายต่าง ๆ แสดงในตารางที่ 5.20 ถึง 5.27 และรูปที่ 5.22 ถึง 5.27

ตารางที่ 5.20 แสดงค่าสัมประสิทธิ์การกระจายของโลหะอินออนใน 0.5 ไมลาร์
กรรอกออกซาลิดกับกรรอกไฮโดรคลอริก ซึ่งมีความเข้มข้นต่าง ๆ กัน

ความเข้มข้นของ กรรอกไฮโดรคลอริก (ไมลาร์)	ค่าสัมประสิทธิ์การกระจาย (ka) ของโลหะอินออน				
	Ti	Nb	Ta	Mo	W
0.0	670.2	10 ⁴	10 ⁴	9136	6566
0.5	113.0	750.0	7866.0	1054	787
1.0	90.0	55.0	692.0	461	433
1.5	47.3	22.0	72.0	308	360
2.0	44.4	12.0	46.0	243	225
3.0	40.9	8.5	9.6	192	203
4.0	39.2	10.0	2.6	120	225

ตารางที่ 5.21 แสดงค่าสัมประสิทธิ์การกระจายของโลหะอินออนในสารละลาย
0.5 ไมลาร์กรรอกออกซาลิด - 0.01 ไมลาร์ไฮโดรเจนเปอร์-
ออกไซด์ และกรรอกไฮโดรคลอริก ที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ กัน

ความเข้มข้นของ กรรอกไฮโดรคลอริก (ไมลาร์)	ค่าสัมประสิทธิ์การกระจาย (ka) ของโลหะอินออน				
	Ti	Nb	Ta	Mo	W
0.0	95.4	10 ⁴	10 ⁴	10 ⁴	10 ⁴
0.5	22.0	715	10 ⁴	2332.0	10 ⁴
1.0	9.8	70.3	687.0	1868.0	10 ⁴
1.5	8.2	28.0	202.0	704.0	1232.0
2.0	7.4	22.5	86.0	467.4	769.6
3.0	6.6	13.0	24.0	278.0	566.0
4.0	9.0	15.0	38.0	198.0	588.0



ตารางที่ 5.22 แสดงค่าสัมประสิทธิ์การกระจายของโลหะอิกอนในสารละลาย 0.1 โมลาร์กรดซัลฟูริก และกรดไฮโดรคลอริกซึ่งมีความเข้มข้นต่าง ๆ กัน

ความเข้มข้นของ กรดไฮโดรคลอริก (โมลาร์)	ค่าสัมประสิทธิ์การกระจาย(Kd) ของโลหะอิกอน				
	Ti	Nb	Ta	Mo	W
0.0	10^4	10^4	10^4	525.0	768.0
0.5	442.3	503.9	109.0	613.0	393.0
1.0	181.5	58.6	51.0	326.0	184.0
1.5	74.6	23.0	50.0	233.0	149.0
2.0	56.8	11.0	76.0	208.0	72.3
3.0	48.9	6.7	81.0	207.0	42.8
4.0	41.0	16.0	87.0	440.0	48.8

ตารางที่ 5.23 แสดงค่าสัมประสิทธิ์การกระจายของโลหะอิกอนในสารละลาย 0.1 โมลาร์กรดซัลฟูริก - 0.01 โมลาร์ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ และกรดไฮโดรคลอริก ซึ่งมีความเข้มข้นต่าง ๆ กัน

ความเข้มข้นของ กรดไฮโดรคลอริก (โมลาร์)	ค่าสัมประสิทธิ์การกระจาย(Kd) ของโลหะอิกอน				
	Ti	Nb	Ta	Mo	W
0.0	850.0	10^4	10^4	1071.0	10^4
0.5	32.0	300.0	1359.0	1803.0	10^4
1.0	19.0	119.0	193.0	566.0	1450.0
1.5	18.5	50.3	24.0	376.0	898.0
2.0	17.6	22.2	54.0	245.0	344.0
3.0	15.6	11.1	145.0	245.0	245.0
4.0	17.0	18.5	107.0	285.0	104.1

ตารางที่ 5.24 แสดงค่าสัมประสิทธิ์การกระจายของโลหะดิออนในสารละลาย
0.1 โมลาร์กรทาร์ทริก และกรดไฮโครคลอริก ซึ่งมีความ
เข้มข้นต่าง ๆ กัน

ความเข้มข้นของ กรดไฮโครคลอริก (โมลาร์)	ค่าสัมประสิทธิ์การกระจาย (Ka) ของโลหะดิออน				
	Ti	Nb	Ta	Mo	W
0.0	680.0	10 ⁴	10 ⁴	2403.0	10 ⁴
0.5	213.0	655.0	852.6	787.0	566.0
1.0	115.0	95.0	238.0	383.0	299.0
1.5	84.0	34.0	133.4	257.0	182.0
2.0	65.0	17.0	88.6	179.0	153.0
3.0	40.0	8.0	102.0	166.0	125.0
4.0	42.0	13.0	102.0	376.0	150.0

ตารางที่ 5.25 แสดงค่าสัมประสิทธิ์การกระจายของโลหะดิออนในสารละลาย
0.1 โมลาร์กรทาร์ทริก - 0.01 โมลาร์ไฮโครเจนเปอร์-
ออกไซด์ และกรดไฮโครคลอริก ซึ่งมีความเข้มข้นต่าง ๆ กัน

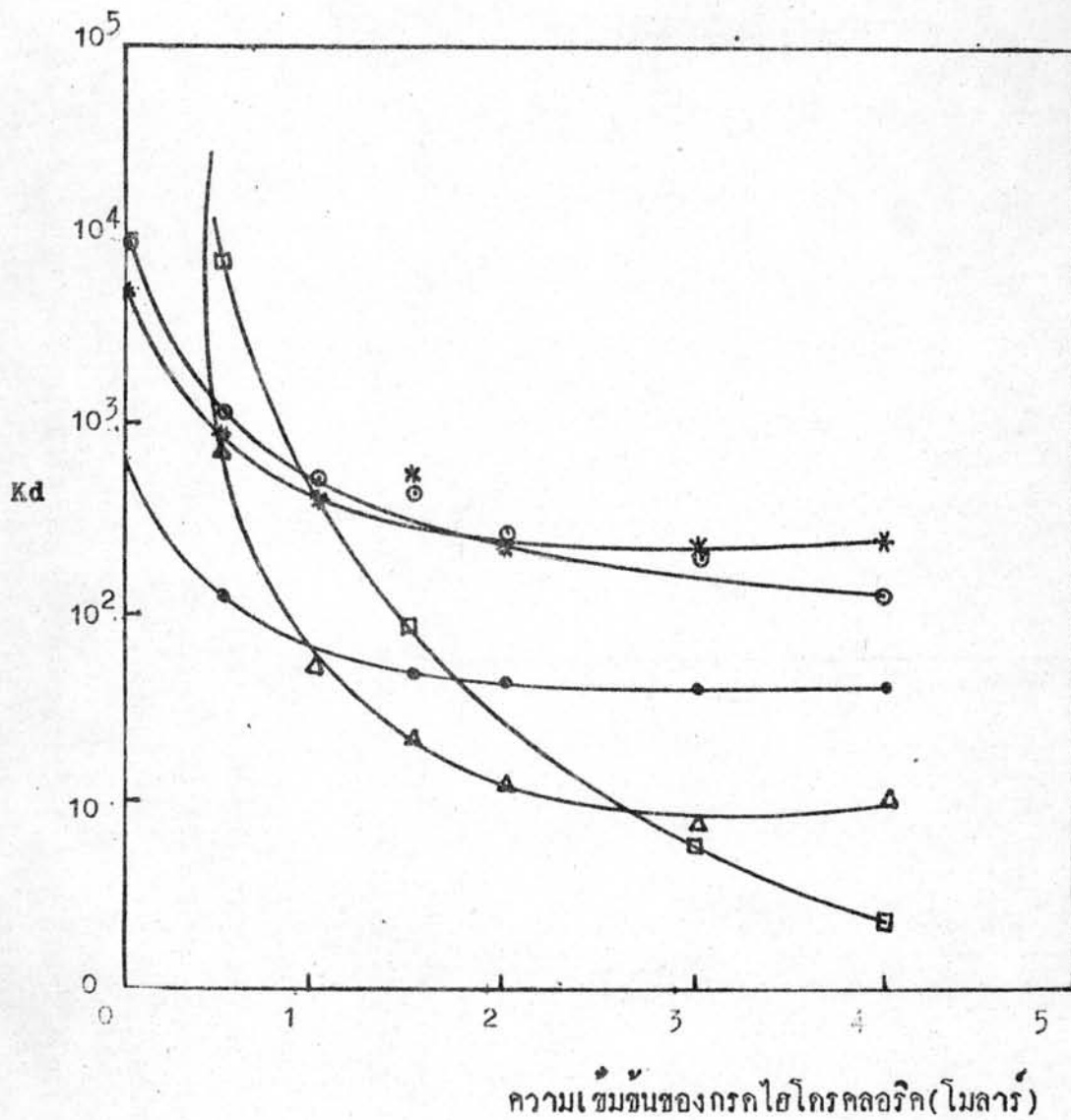
ความเข้มข้นของ กรดไฮโครคลอริก (โมลาร์)	ค่าสัมประสิทธิ์การกระจาย (Ka) ของโลหะดิออน				
	Ti	Nb	Ta	Mo	W
0.0	150.0	10 ⁴	10 ⁴	4891.0	10 ⁴
0.5	48.0	415.0	10 ⁴	1328.0	6553.0
1.0	23.0	55.0	809.0	567.0	1895.0
1.5	19.5	20.3	376.0	376.0	1499.0
2.0	16.7	12.0	299.0	250.0	730.0
3.0	14.3	13.0	113.0	170.0	371.0
4.0	12.4	10.3	121.0	254.0	190.0

ตารางที่ 5.26 แสดงค่าสัมประสิทธิ์การกระจายของโมเมนต์โมเมนต์อินเฉินในสารละลาย แอมโมเนียมซัลเฟต, แอมโมเนียมคลอไรด์ และในสารละลาย โปแตสเซียมซัลเฟต ซึ่งมีความเข้มข้นต่าง ๆ กัน

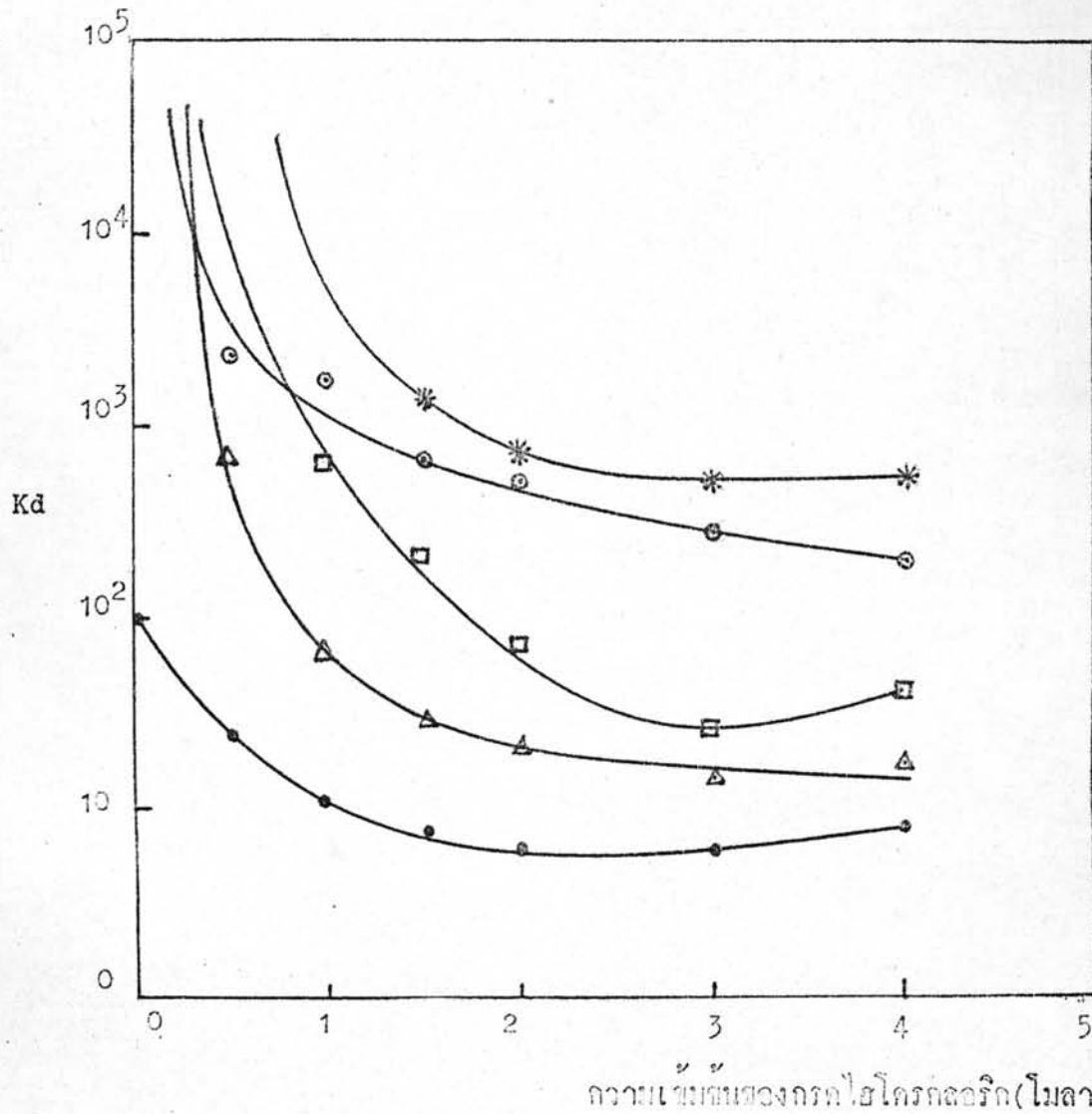
ความเข้มข้นของ สารละลาย(%)	ค่าสัมประสิทธิ์การกระจายของ M_o อินเฉินในสารละลาย		
	แอมโมเนียมซัลเฟต	แอมโมเนียมคลอไรด์	โปแตสเซียมซัลเฟต
2	1866.0	734.0	2719.0
4	471.0	104.0	534.0
6	249.0	58.0	316.0
8	233.0	41.0	164.0
10	134.0	32.0	131.0
12	97.0	21.0	113.0

ตารางที่ 5.27 แสดงค่าสัมประสิทธิ์การกระจายของโมเมนต์โมเมนต์อินเฉินในสารละลายผสมของ 10 % แอมโมเนียมคลอไรด์ และแอมโมเนียมซัลเฟต ที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ กัน

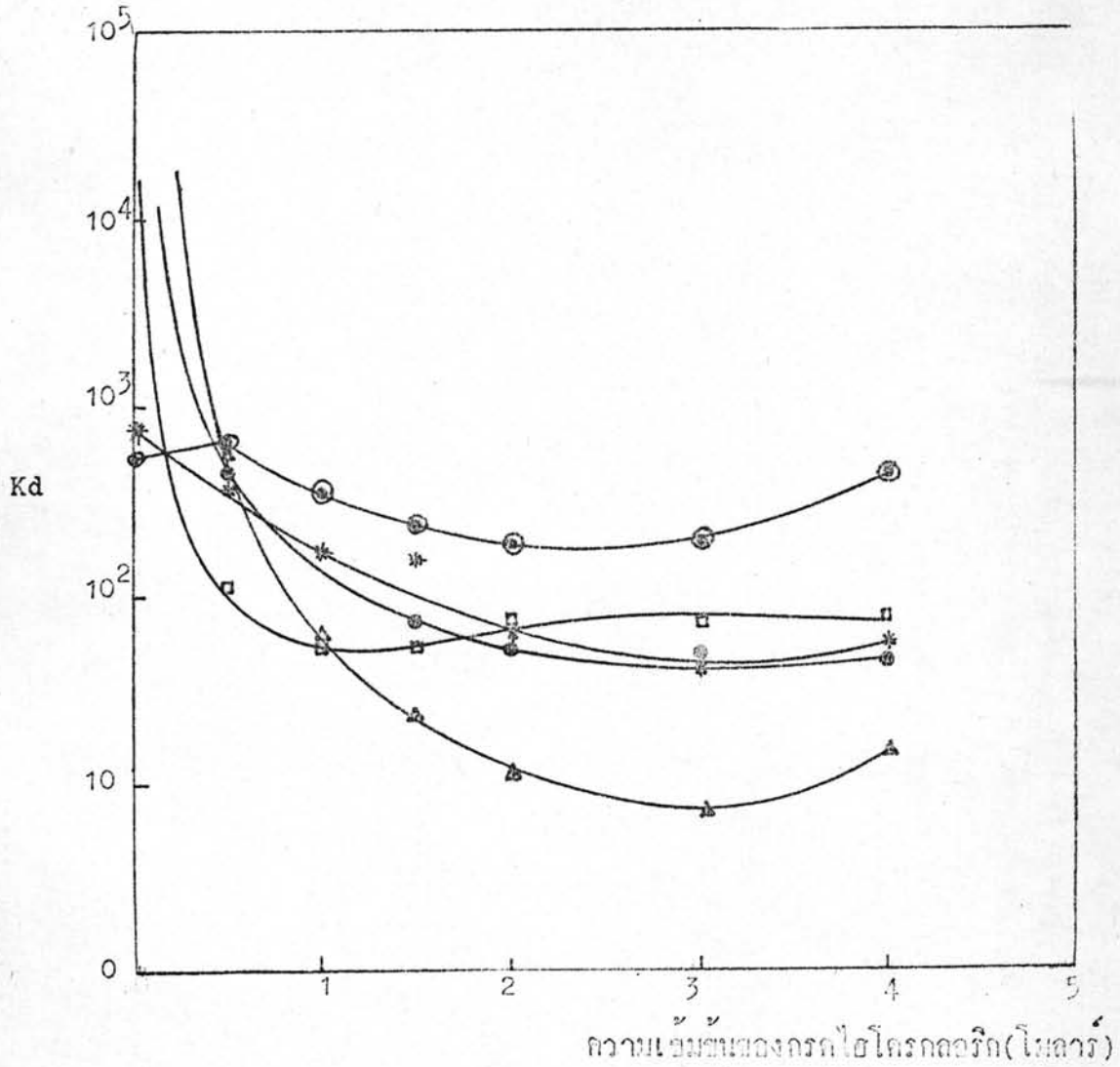
ความเข้มข้นของสารละลาย แอมโมเนียมซัลเฟต(%)	ค่าสัมประสิทธิ์การกระจาย (k_d) ของ M_o อินเฉิน
2	10.0
4	9.4
6	10.0
8	6.0
10	3.0
12	5.0



รูปที่ 5.22 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสัมประสิทธิ์การกระจายของโลหะอินทรีย์ต่างๆ ในสารละลายผสมกรดไฮโดรคลอริก-กรดออกซาลิกกับความเข้มข้นต่างๆกัน ของกรดไฮโดรคลอริก (•) ไทยเหนือ (Δ) ไนโอเหนือ (◻) แทนทาลัม (○) โมลิกคัม (*) ทั้งสทน

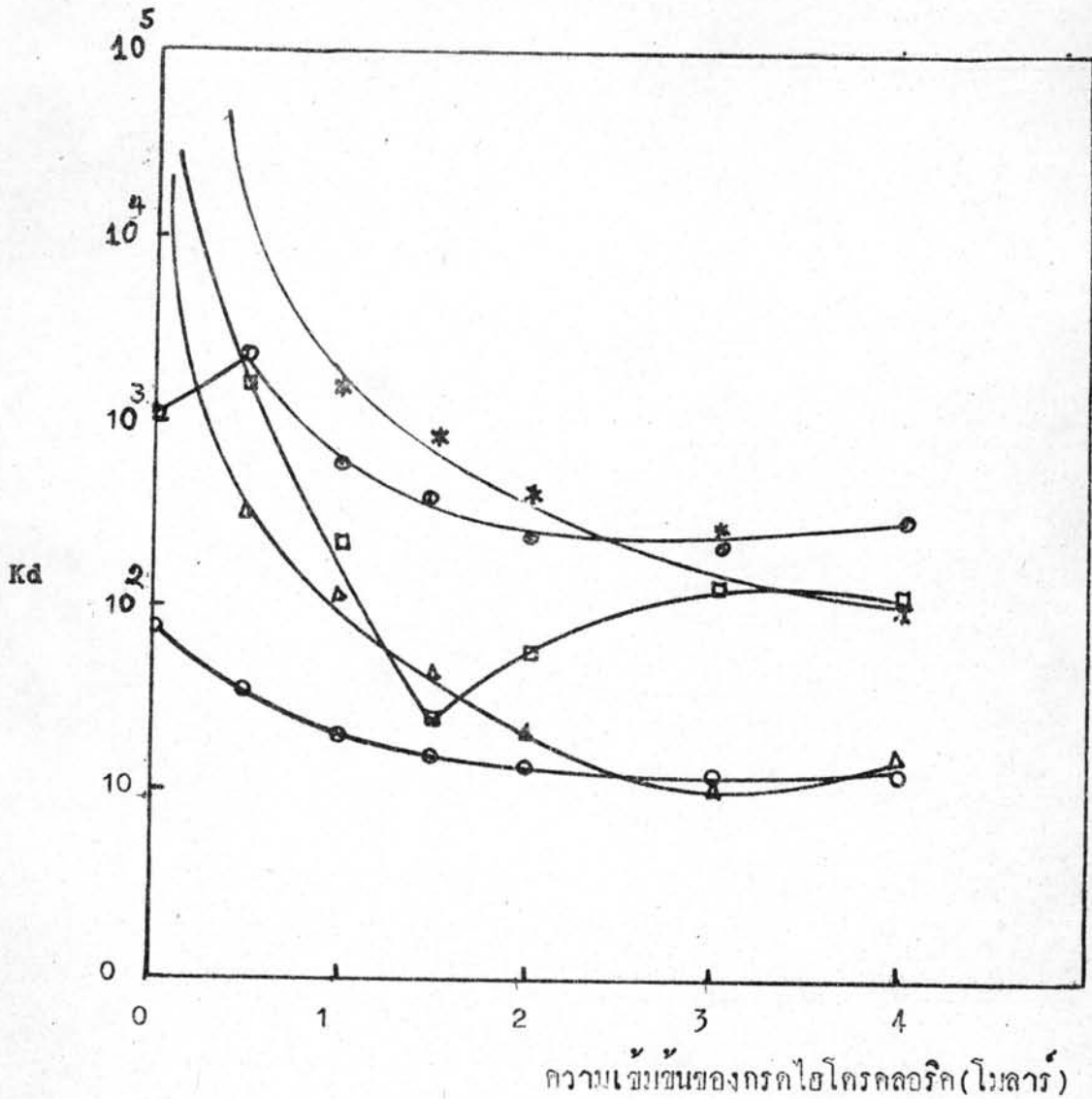


รูปที่ 5.23 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสัมประสิทธิ์การกระจายของโลหะอีกตลต่างๆ ในสารละลายของกรดไฮโดรคลอริก-กรดออกซาลิก-ไฮโดรเจน-เปอร์ออกไซด์กับความเข้มข้นต่างๆ กับของกรดไฮโดรคลอริก
 (●) ไทเทเนียม (Δ) โพลีเมียม (◻) แวนาเดียม
 (○) โพลีเมียม (*) หังสแทน

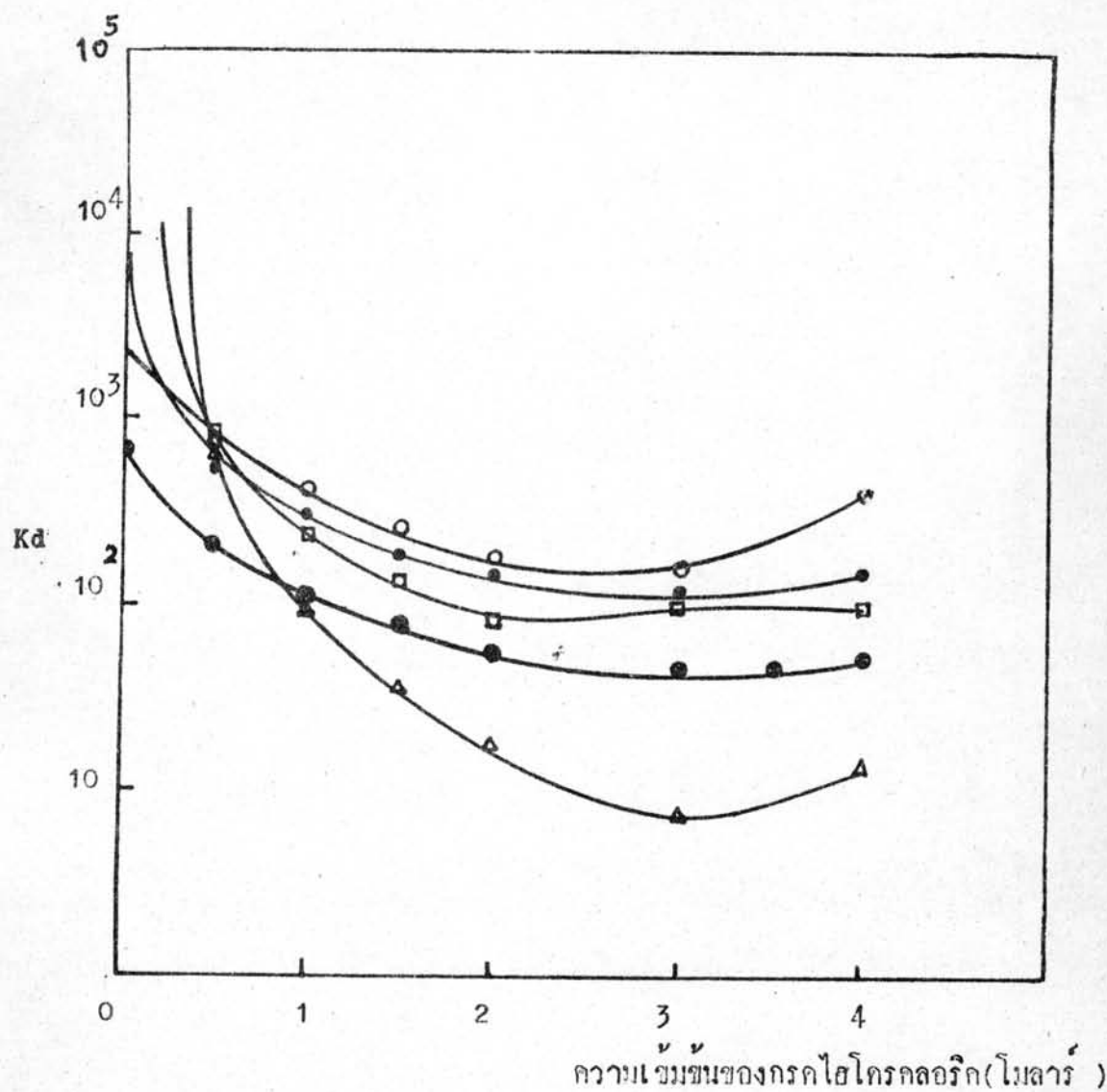


รูปที่ 5.24

แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสัมประสิทธิ์การกระจายของโพลีเมอร์ต่างๆ ในสารละลายผสมกรดไฮโดรคลอริก-กรดซัลฟูริกกับความเข้มข้นต่างๆ กับของกรดไฮโดรคลอริก (●) โพลีเอทิลีน (Δ) โพลีโพรพิลีน (◻) เพทาธาอิลีน (⊙) โพลีเมทิลีน (*) พังสเทน

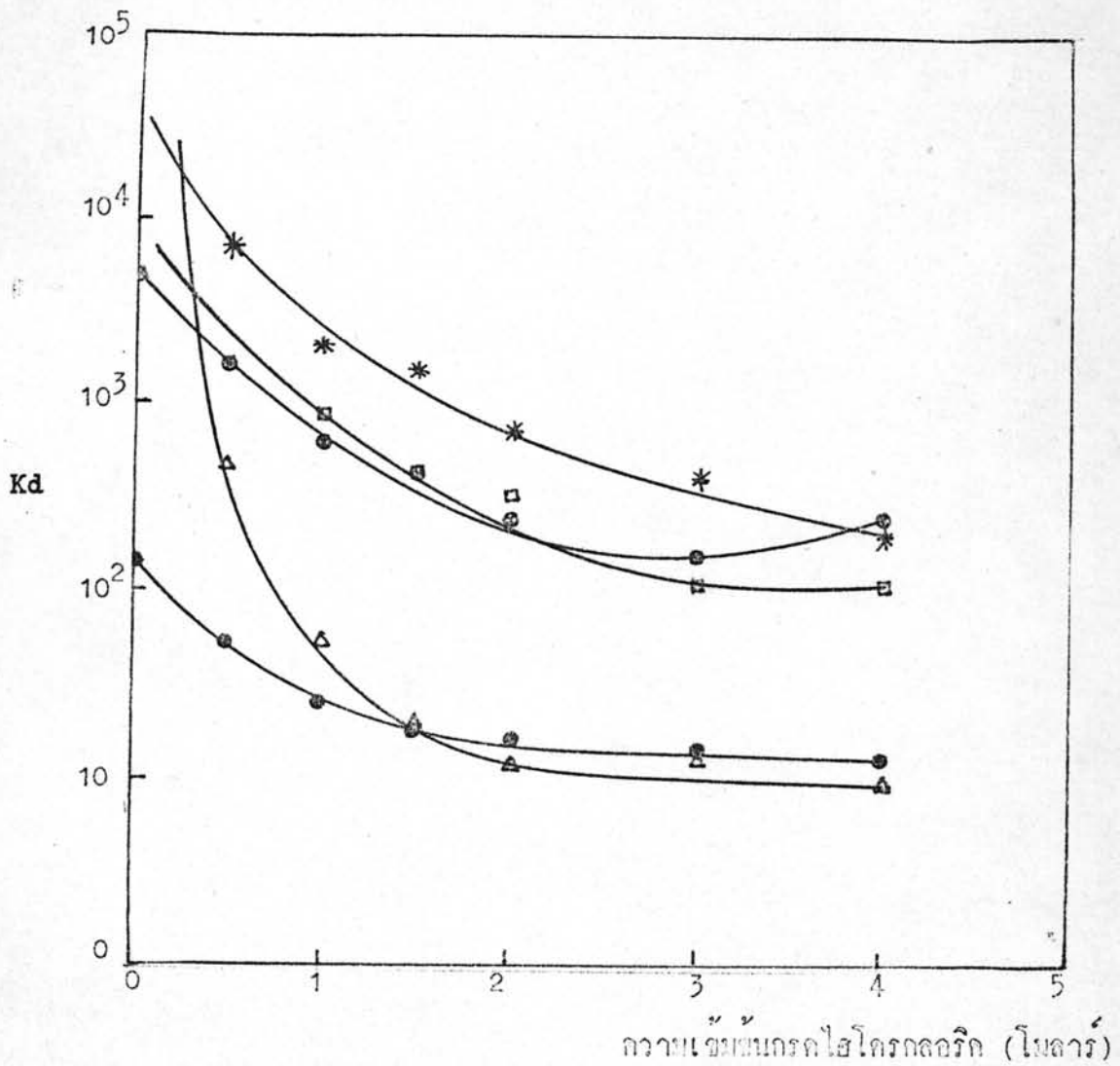


รูปที่ 5.25 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสัมประสิทธิ์การกระจายของโลหะไอออนต่างๆ ในสารละลายผสมของกรดไฮโดรคลอริก-กรดทริคลอริก 0.1 โมลาร์-ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 0.01 โมลาร์ กับความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริก (•) ไทเทเนียม (Δ) นีโอเบียม (\square) แวนาเดียม (\diamond) โมลิบดีนัม (*) ทั้งสแกน



รูปที่ 5.26

แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสัมประสิทธิ์การกระจายของโลหะอินทรีย์ต่างๆ ในสารละลายผสมของกรดไฮโดรคลอริก-กรดทาร์ตริกกับความเข้มข้นต่างๆกันของกรดไฮโดรคลอริก (●) โทเนเนียม (Δ) ไนโอเบียม (◻) แทนทาลัม (○) โมลิบดีนัม (✱) ทั้งสี่แทน



รูปที่ 5.27 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสัมประสิทธิ์การกระจายของโลหะอีกตยต่าง ๆ ในสารละลายของกรดไฮโดรคลอริก-กรดคาร์บอริก-ไฮโดรเจน-เปอร์ออกไซด์กับความเข้มข้นต่าง ๆ กันของกรดไฮโดรคลอริก
 (●) โทเทเนียม (Δ) ไนโคเบียม (◻) แวนทาดัม
 (⊙) โมลิบดีนัม (*) ทังสเตน

5.9.2 การศึกษาลักษณะกราฟของการล้างถูกซึม (Elution graph)

ผลการศึกษานี้เกี่ยวกับลักษณะกราฟของการล้างถูกซึมของโลหะอัลลอยด์ต่าง ๆ ในระบบของกรดไฮโดรคลอริก-กรดออกซาลิก-ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ระบบของแอมโมเนียมคลอไรด์-แอมโมเนียมซัลเฟต และระบบของกรดไฮโดรคลอริก-อะซิโตน ได้แสดงเป็นกราฟในรูปที่ 5.28 ถึงรูปที่ 5.33 และจากลักษณะกราฟของการล้างถูกซึมของโลหะอัลลอยด์ต่าง ๆ นี้ ได้นำมาใช้ในการแยกโลหะต่าง ๆ ที่จะศึกษาตลอดจากสารละลายผสมของโลหะอัลลอยด์ต่าง ๆ ซึ่งได้ทำการทดลองหลายวิธีด้วยกัน และพบว่า วิธีที่เหมาะสมที่สุดคือ ใช้สารละลายผสมของ 0.3 โมลาร์กรดไฮโดรคลอริก- 85 % อะซิโตน เป็นสารละลายในการล้างเอาเหล็กออกจากกอลด์ ในขณะที่โลหะอัลลอยด์ต่าง ๆ ยังไม่ออก และเมื่อเหล็กหมดแล้วจึงใช้สารละลายผสมของ 0.8 โมลาร์ กรดไฮโดรคลอริก - 0.5 โมลาร์ กรดออกซาลิก - 0.01 โมลาร์ ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ เป็นสารละลายในการแยกเอาไทเทเนียมออกมาในการศึกษาต่อมาแรกใช้สารละลายผสมของ 1.0 โมลาร์ กรดไฮโดรคลอริก - 0.5 โมลาร์ กรดออกซาลิก - 0.01 โมลาร์ ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ปรากฏว่าไนโอเบียมยังไม่ออกมาบ้าง จึงได้ลดปริมาณความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริกลงเป็น 0.8 โมลาร์ จึงจะแยกไทเทเนียมออกได้ดีขึ้นโดยที่ไนโอเบียมจะไม่ออกมารบกวน ต่อไปจึงใช้สารละลายผสมของ 1.5 โมลาร์ กรดไฮโดรคลอริก-0.5 โมลาร์ กรดออกซาลิก-0.01 โมลาร์ ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ เป็นสารละลายในการล้างไนโอเบียมออกมา ซึ่งแทนทาลัมจะยังไม่ออกมา เมื่อไนโอเบียมออกมาหมดแล้ว ได้ทดลองใช้สารละลายผสมของ 3.0 โมลาร์ กรดไฮโดรคลอริก - 0.5 โมลาร์ กรดออกซาลิกเป็นกั้วล้างแทนทาลัม ส่วนหังสเทน และโมลิบดีนัมยังคงอยู่บนกอลด์ แทนทาลัมเลือกใช้สารละลาย 3.0 โมลาร์ กรดไฮโดรคลอริก - 0.5 โมลาร์ กรดออกซาลิก - 0.01 โมลาร์ ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ในการแยกเอาแทนทาลัมออกมาเพราะปรากฏว่าก่อนเก็บสารละลายส่วนที่เป็นของหังสเทนปริมาณที่ออกมามีน้อยมาก และเมื่อแทนทาลัมออกมาหมด ใช้สารละลายผสมของ 10 % แอมโมเนียมคลอไรด์- 10% แอมโมเนียมซัลเฟต หังหังสเทน และโมลิบดีนัมจะออกมาในสารละลายส่วนนี้ เนื่องจากพบว่าในสารตัวอย่างถูกแรกนี้ไม่ปรากฏว่ามีโมลิบดีนัมอยู่ จึงไม่ได้ทำการแยกโลหะทั้งสองนี้ออกจากกัน และลักษณะกราฟของการล้างถูกซึมของสารละลายผสมของโลหะอัลลอยด์ต่าง ๆ ที่ศึกษานี้ ถึงรูปที่ 5.34 และปริมาณร้อยละของโลหะที่แยกแสดงในการร่างที่ 5.28

ตารางที่ 5.28 แสดงปริมาณร้อยละของโลหะอโลหะต่าง ๆ ที่แยกออกมาได้
โดยใช้เทคนิคการแลกเปลี่ยนไอออน

ธาตุ	ปริมาณธาตุ ที่ใช้ (mg)	ปริมาณที่แยกออกมา		
		ปริมาณที่แยกได้ (mg)	%	% ค่าเฉลี่ย
Fe	10.0	9.7	97.00	95.0 ± 2.0
		9.3	93.00	
		9.5	95.00	
Ti	10.0	9.2	92.00	93.7 ± 1.5
		9.5	95.00	
		9.4	94.00	
Nb	10.0	8.5	85.00	82.3 ± 2.5
		8.2	82.00	
		8.0	80.00	
Ta	10.0	9.7	97.00	91.0 ± 3.0
		9.1	91.00	
		9.4	94.00	
W	10.0	8.3	83.00	81.6 ± 1.5
		8.0	80.00	
		8.2	82.00	
Mo	10.0	9.1	91.00	91.3 ± 1.5
		9.0	90.00	
		9.3	93.00	

หมายเหตุ : สารละลายที่ใช้ในการแยกโลหะต่าง ๆ

เหล็ก	ใช้ 0.3 โมลาร์กรดไฮโดรคลอริก - 85 % อะซิโตน
ไทเทเนียม	ใช้ 0.8 โมลาร์กรดไฮโดรคลอริก - 0.5 โมลาร์ กรดออกซาลิก - 0.01 โมลาร์ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์
ไนโอเบียม	ใช้ 1.5 โมลาร์กรดไฮโดรคลอริก - 0.5 โมลาร์ กรดออกซาลิก - 0.01 โมลาร์ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์
แทนทาลัม	ใช้ 3.0 โมลาร์กรดไฮโดรคลอริก - 0.5 โมลาร์ กรดออกซาลิก
ทังสเตน, โมลิบดีนัม	ใช้ 10 % แอมโมเนียมคลอไรด์ - 10 % แอมโมเนียมซัลเฟต

5.10 การแยกโลหะอโลหะที่ศึกษาจากสารละลายสารตัวอย่างกากแร่ที่บด โดยใช้เทคนิค-
โครมาโตกราฟีในการแลกเปลี่ยนไอออน

ผลการวิเคราะห์หาปริมาณธาตุที่สำคัญต่าง ๆ ในตัวอย่างกากแร่ที่บด โดยการแยกเป็นโลหะเดี่ยว ด้วยสารละลายต่าง ๆ ดังการทดลองข้อ 4.9 แสดงในตารางที่ 5.29 และตารางที่ 5.30

ตารางที่ 5.29

แสดงผลการวิเคราะห์หาปริมาณธาตุที่สำคัญในกากแร่ดีบุก

(LOT TIN SLAG)

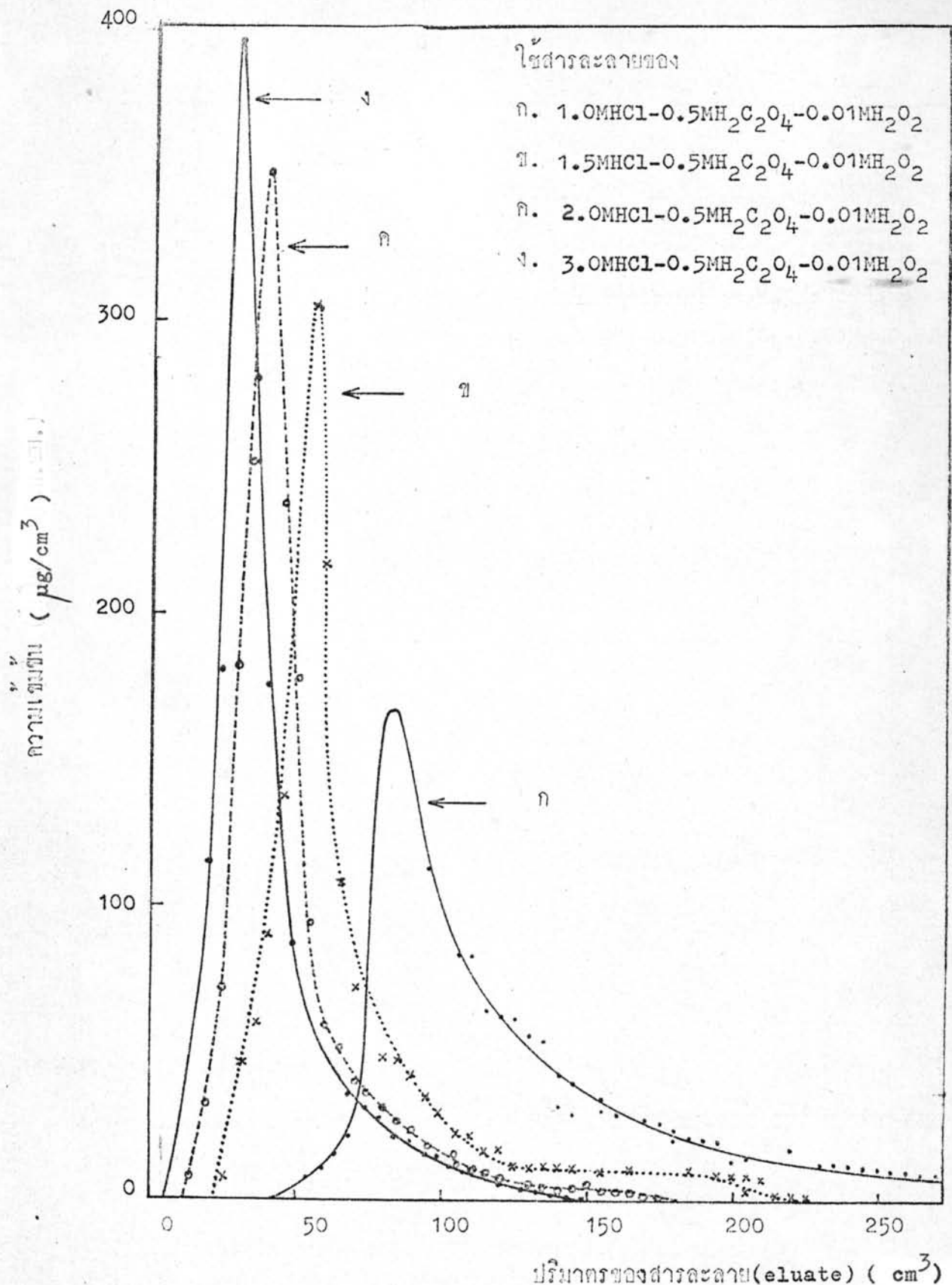
โดยใช้เทคนิคการแลกเปลี่ยนไอออน

ธาตุ	น.น. ของกากแร่ (mg)	ปริมาณออกไซด์ ของธาตุที่ออกมา(mg)	ปริมาณที่พบ	
			%	% ค่าเฉลี่ย
Fe_2O_3	127	6.4	5.04	5.42 ± 0.36
	126	6.9	5.48	
	125	7.2	5.75	
TiO_2	127	13.0	10.24	11.96 ± 1.51
	126	15.9	12.61	
	125	16.3	13.04	
Nb_2O_5	127	11.8	9.30	9.76 ± 0.47
	126	12.3	9.76	
	125	12.8	10.24	
Ta_2O_5	127	13.8	10.87	11.57 ± 0.61
	126	14.9	11.83	
	125	15.0	12.00	
WO_3	127	0.7	0.55	0.48 ± 0.08
	126	0.6	0.48	
	125	0.5	0.40	

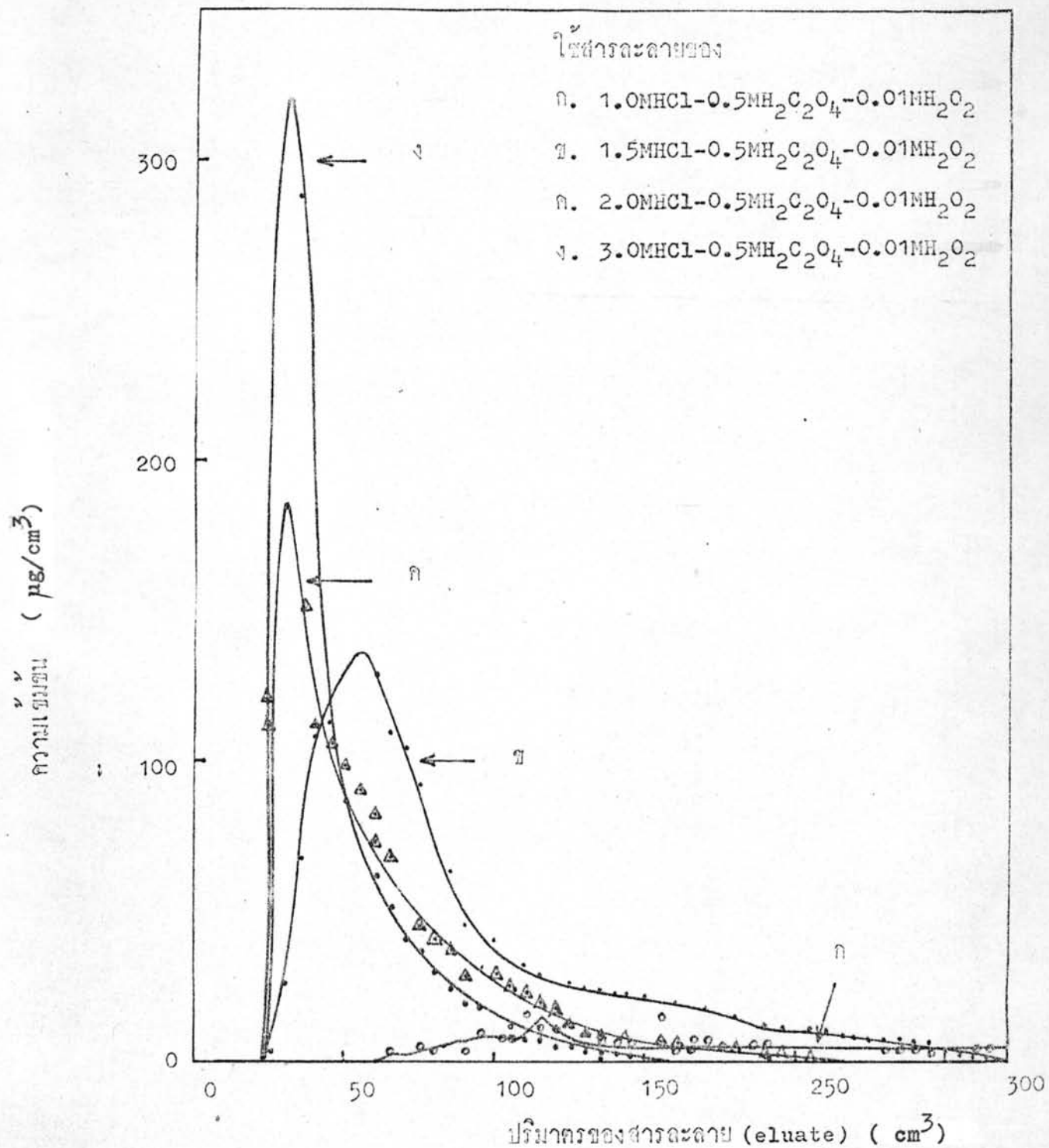
ตารางที่ 5.30

แสดงผลการวิเคราะห์หาปริมาณธาตุที่สำคัญในกากแร่ที่มี
(LOW TIN SLAG) โดยใช้เทคนิคการแลกเปลี่ยนไอออน

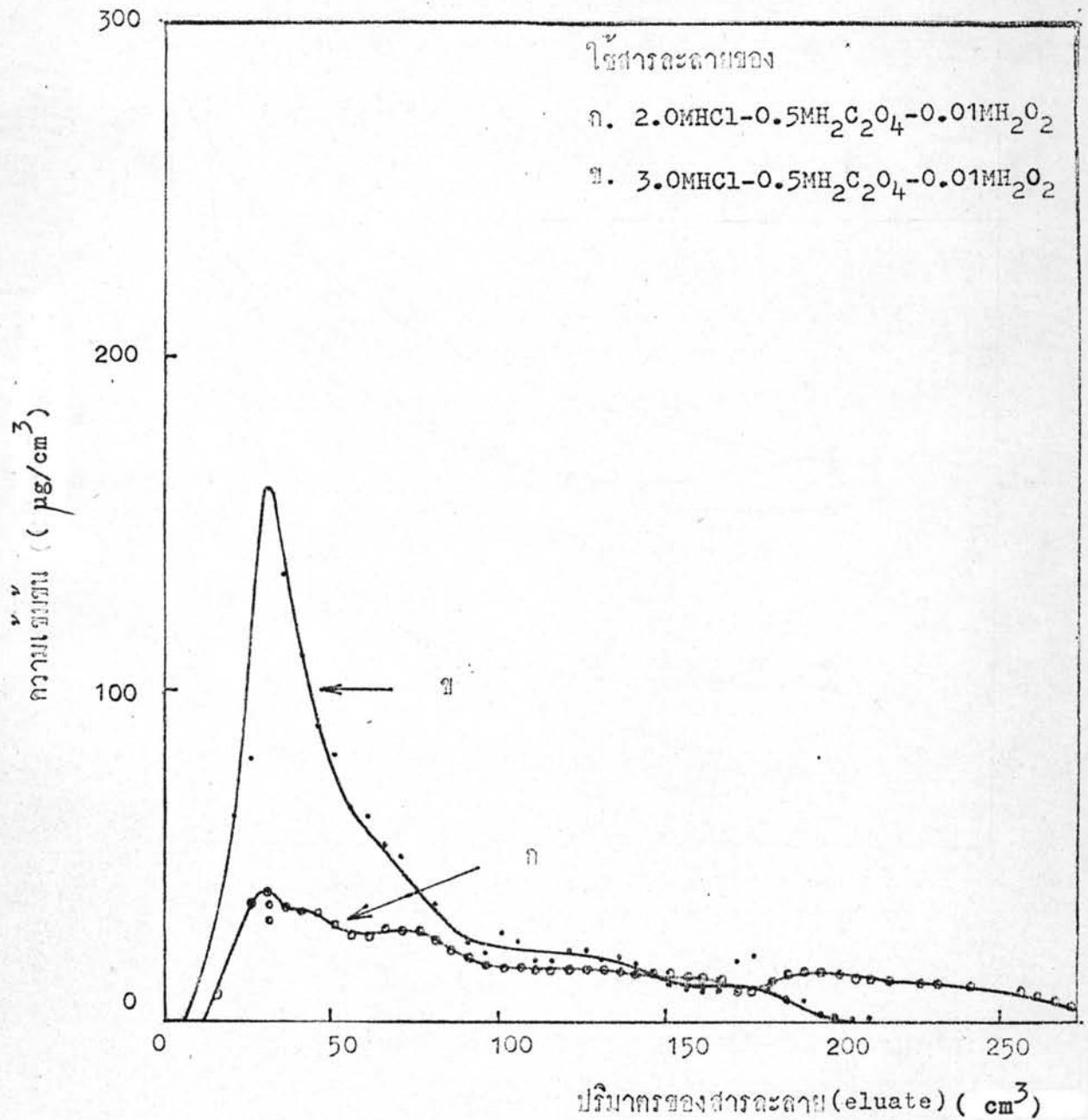
ธาตุ	น.น. ของ กากแร่ (mg)	ปริมาณออกไซด์ ของธาตุที่ออกมา (mg)	ปริมาณที่พบ	
			%	% ค่าเฉลี่ย
Fe ₂ O ₃	128	13.3	10.39	10.81 ± 0.53
	128	13.6	10.63	
	129	14.7	11.40	
TiO ₂	128	2.4	1.87	1.92 ± 0.04
	128	2.5	1.95	
	129	2.5	1.94	
Nb ₂ O ₅	128	0.8	0.63	0.65 ± 0.04
	128	0.8	0.63	
	129	0.9	0.70	
Ta ₂ O ₅	128	1.1	0.86	1.06 ± 0.18
	128	1.5	1.17	
	129	1.5	1.16	
WO ₃	128	2.3	1.80	1.77 ± 0.05
	128	2.3	1.80	
	129	2.2	1.71	



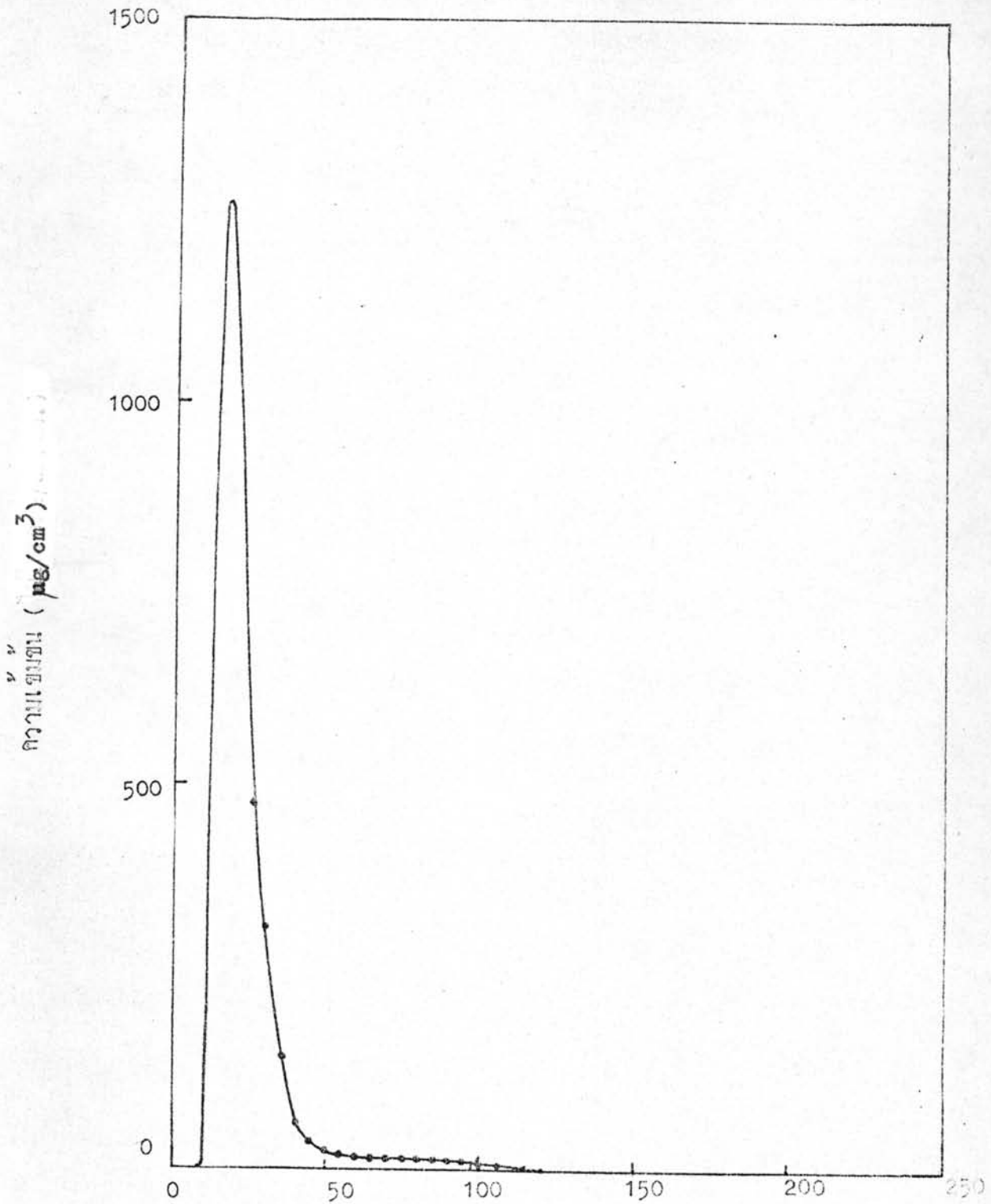
รูปที่ 5.28 แสดงลักษณะกราฟการล้างตะกั่ว (elution graph) ของไทเทเนียมออกจากเรซินด้วยสารละลายต่าง ๆ กัน



รูปที่ 5.29 แสดงลักษณะกราฟการล้างถูกรับ (elution graph) ของไนโคเป็นขี้นอกจากเรซินด้วยสารละลายต่าง ๆ กัน



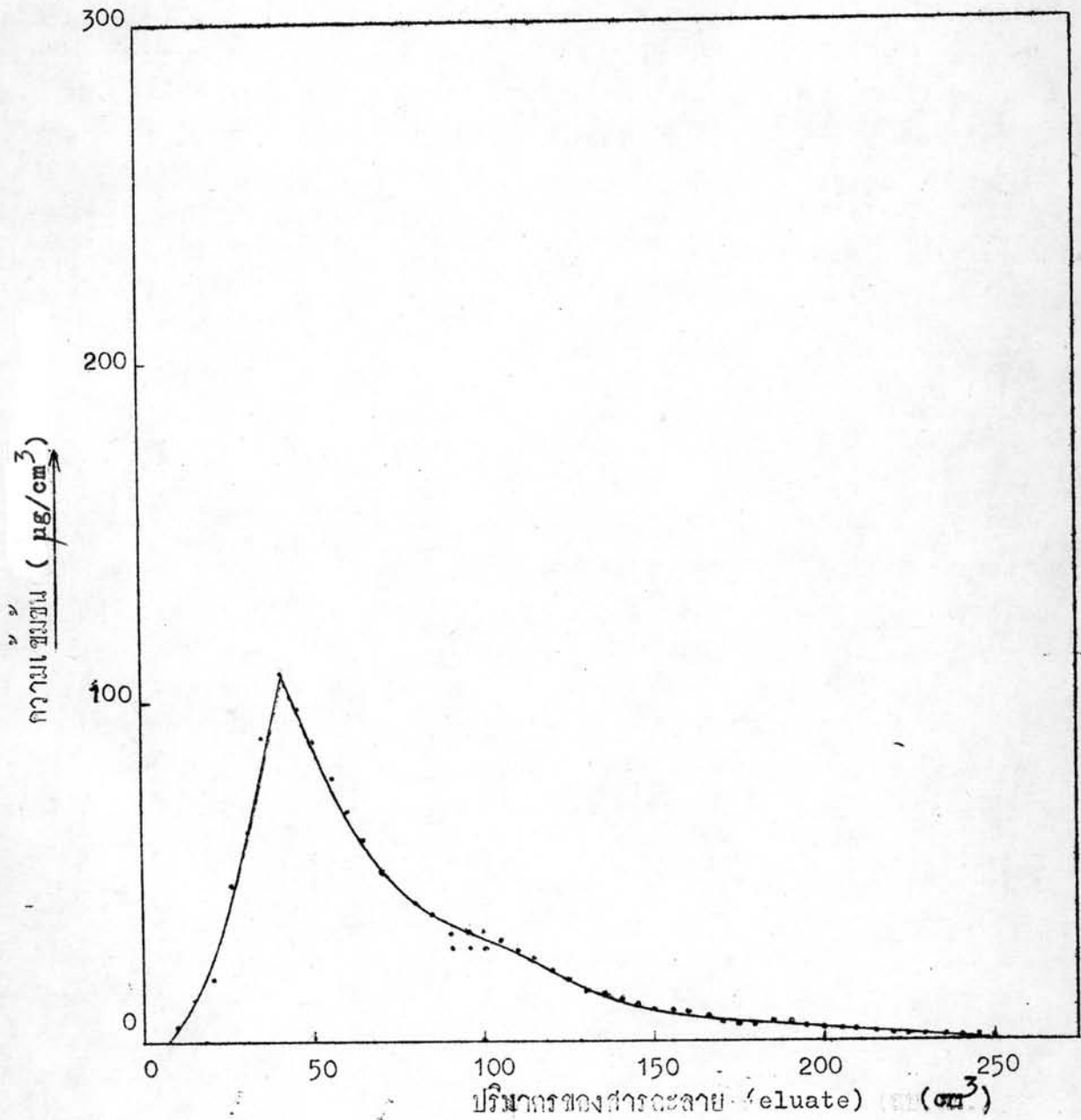
รูปที่ 5.30 แสดงลักษณะกราฟการล้างคูลัม(elution graph) ของแทนทาลัม
ออกจากเรซินด้วยสารละลายต่าง ๆ กัน



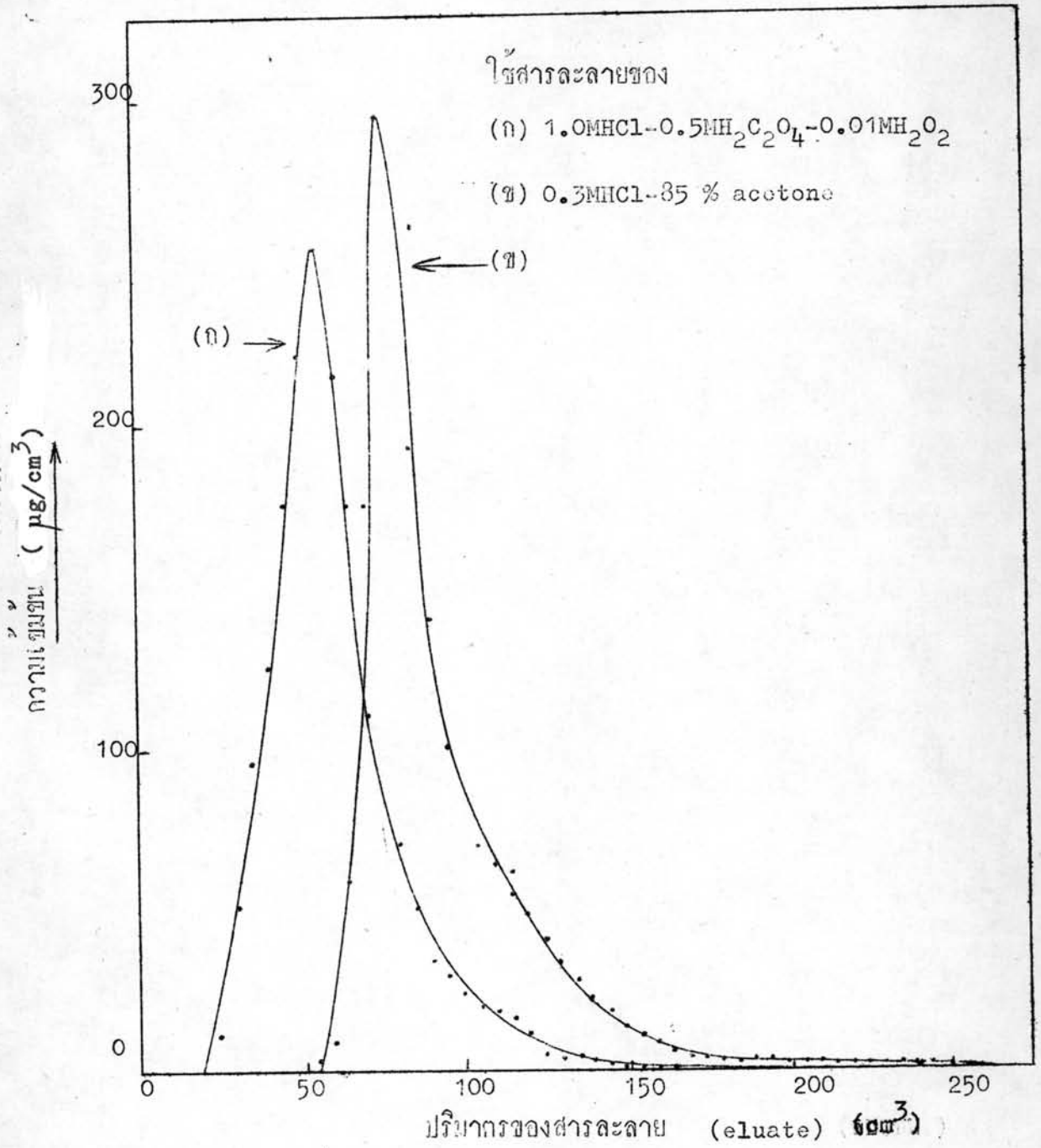
ปริมาตรของสารละลาย (eluate) (cm³)

รูปที่ 5.31 แสดงลักษณะกราฟการล้างกุกซ์ (elution graph) ของโมลลิบดัม

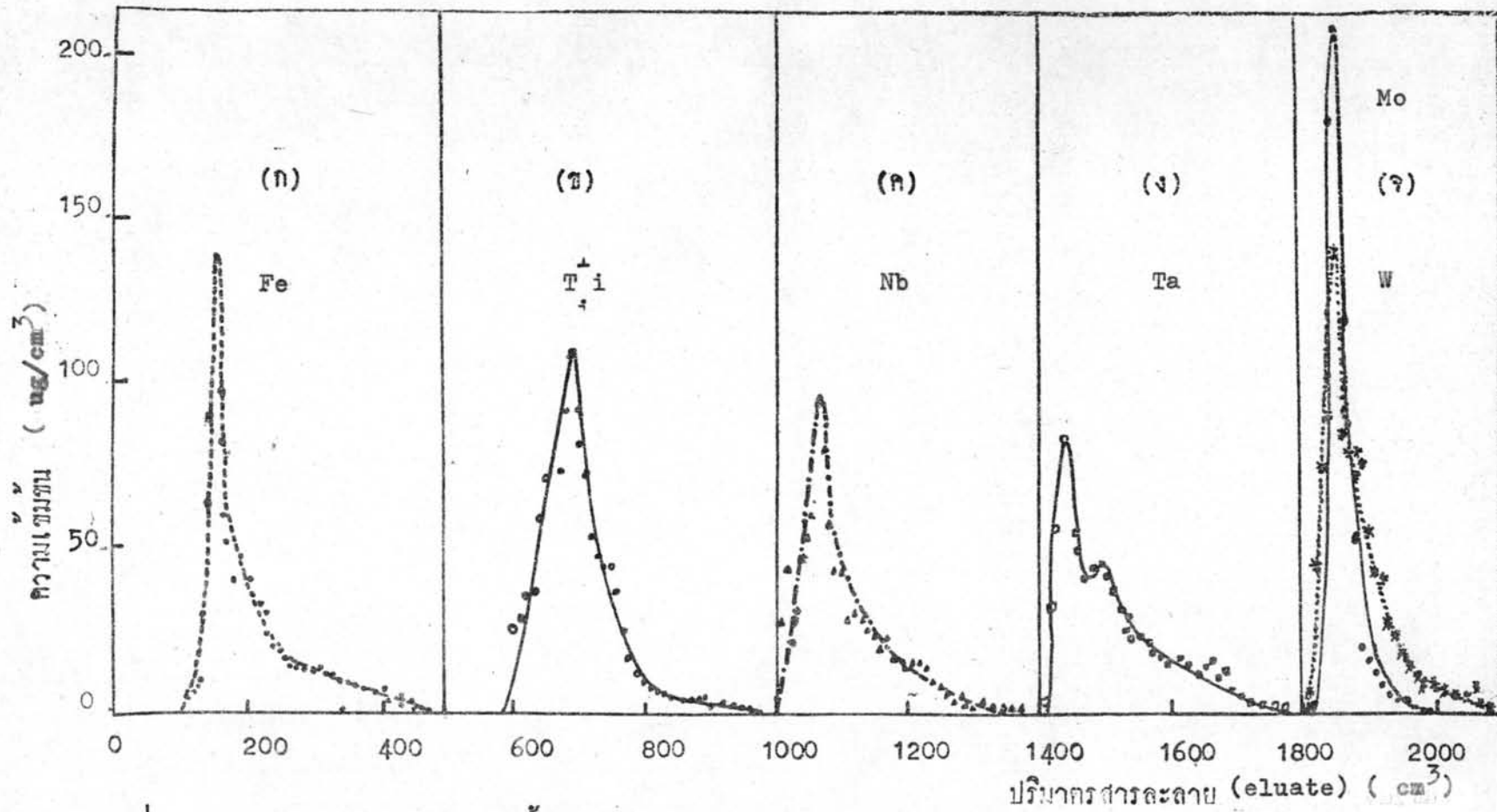
ออกจากเรซินในสารละลาย 10%แอมโมเนียมคลอไรด์-10%แอมโมเนียมซัลเฟต



รูปที่ 5.32 แสดงลักษณะกราฟการล้างออก (elution graph) ของทั้งสี่แทน 10 มิลลิกรัม ออกจากเรซินกักสารละลาย 10 % แอมโมเนียมคลอไรด์ - 10 % แอมโมเนียมซัลเฟต



รูปที่ 5.33 แสดงลักษณะกราฟการล้างกักเก็บ (elution graph) ของเหล็กออกจากเรซินด้วยสารละลายต่าง ๆ กัน



รูปที่

- แสดงลักษณะกราฟของการล้างกักขั้ม (elution graph) ของเหล็ก, โทเทเนียม, นีโอเบียม, แทนทาลัม, ทังสเตน และโมลิบดีนัมอย่างละ 10 มิลลิกรัมด้วยสารละลายต่าง ๆ กัน
- (ก) 0.3 โมลาร์กรดไฮโดรคลอริก-85% อะซีโตน ปริมาตร 500 ลบ.ซม
 - (ข) 0.8 โมลาร์กรดไฮโดรคลอริก-0.5 โมลาร์กรดออกซาลิก-0.01 โมลาร์ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ปริมาตร 500ลบ.ซม.
 - (ค) 1.5 โมลาร์กรดไฮโดรคลอริก-0.5 โมลาร์กรดออกซาลิก-0.01 โมลาร์ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ปริมาตร 400 ลบ.ซม
 - (ง) 3.0 โมลาร์กรดไฮโดรคลอริก-0.5 โมลาร์กรดออกซาลิก ปริมาตร 400 ลบ.ซม
 - (จ) 10 %แอมโมเนียมคลอไรด์- 10 % แอมโมเนียมซัลเฟต ปริมาตร 300 ลบ.ซม