บทที่ 3

วิธีดำเนินงานวิจัย

การศึกษาและเปรียบเทียบวิธีการแยกโลหะอินเดียมที่ได้จากการชะย่อยเค้กจาโรไซต์ด้วยสารละลายกรดซัลฟิวริกและวิธีการเพิ่มความเข้มข้นของโลหะอินเดียมด้วยวิธีการสกัดด้วยตัวทำละลาย (Solvent extraction) และการสกัดด้วยตัวดูดซับของแข็ง (Solid-phase extraction) มีอุปกรณ์ สารเคมีและขั้นตอนการดำเนินงานวิจัยดังนี้

อุปกรณ์

1. Hot plate และ Magnetic stirrer ยี่ห้อ Heidolph, MR Hei-Standard รุ่น MR Hei-Standard, Germany
2. เครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง ยี่ห้อ Sartorius รุ่น BSA224S-CW, Germany
3. เครื่องชั่งทศนิยม 2 ตำแหน่ง ยี่ห้อ Percisa รุ่น XB 3100C, Switzerland
4. เครื่อง pH meter ยี่ห้อ Mettler-Toledo รุ่น Gmblt 8603, USA
5. Ultrasonic bath ยี่ห้อ Elma รุ่น Transonic 460/H, Germany
6. Atomic Absorption Spectrometer, SpectraAA 220, Varian, USA
7. Scanning Electron Microscope/Energy Dispersive X-ray Spectrometer, Leo 1455 VP, Angstrom Scientific Inc, USA
8. เตาอบ ยี่ห้อ Memmert รุ่น Model UFE-500, Germany
9. เครื่องหมุนเหวี่ยง ยี่ห้อ Hettich EBA 3S, Germany

สารเคมี

1. Di-(2-ethylhexyl) phosphate $(C_8H_{17}O)_2POOH$ 97%, Sigma-Aldrich, Switzerland
2. Kerosene, Reagent grade, Sigma-Aldrich, Switzerland
3. Ammonium hydroxide (NH_4OH) 28.0-30.0%, AR grade, J.T.Baker, USA
4. Hydrochloric acid (HCl) 36.5-38.0%, AR grade, J.T.Baker, USA
5. Nitric acid (HNO_3) 69.0-70.0%, AR grade, J.T.Baker, USA
6. Indium solution standard for FAAS, 1000 ppm, Sigma-Aldrich, Switzerland
7. Sulfuric acid (H_2SO_4) 96.6%, AR grade, J.T.Baker, USA

8. *N*-Cetyl-*N*,*N*,*N*-trimethylammoniumbromide ($C_{16}H_{33}N(CH_3)_3Br$, AR grade, Merck, Germany

9. Acetylacetone ($CH_3COCH_2COCH_3$), 98.0%, AR grade, Sigma-Aldrich, Switzerland

10. Titanium diisopropoxide bis(acetylacetonate) 75 wt. % in isopropanol, $[(CH_3)_2CHO]_2Ti(C_5H_7O_2)_2$, Sigma-Aldrich, Switzerland (ใช้ในขั้นตอนการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์)

11. Pentaerythritol ($C(CH_2OH)_4$), 98%, ALDRICH, Germany

การเตรียมสารละลายมาตรฐานอินเดียม

นำสารละลายมาตรฐานอินเดียม 1000.00 มิลลิกรัมต่อลิตร เจือจางให้มีความเข้มข้น 4.00 มิลลิกรัมต่อลิตร ด้วยน้ำปราศจากไอออน

การเตรียมสารละลายบัฟเฟอร์

1. เตรียมสารละลายกรดไฮโดรคลอริก ความเข้มข้น 0.20 โมลต่อลิตร โดยปิเปตกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น ปริมาตร 0.83 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรเป็น 50 มิลลิลิตร ด้วยน้ำปราศจากไอออน

2. เตรียมสารละลายโพแทสเซียมคลอไรด์ความเข้มข้น 0.20 โมลต่อลิตร โดยชั่งโพแทสเซียมคลอไรด์ 7.45 กรัม ละลายปรับปริมาตรเป็น 50 มิลลิลิตร ด้วยน้ำปราศจากไอออน

3. เตรียมสารละลายกรดอะซิติกความเข้มข้น 0.10 โมลต่อลิตร โดยปิเปตกรดอะซิติก 0.60 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตร ด้วยน้ำปราศจากไอออน

4. เตรียมสารละลายโซเดียมอะซิเตท ความเข้มข้น 0.10 โมลต่อลิตร โดยชั่งโซเดียมอะซิเตท 0.82 กรัม ละลายและปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตร ด้วยน้ำปราศจากไอออน

5. เตรียมสารละลายโพแทสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต ความเข้มข้น 0.01 โมลต่อลิตร โดยชั่งโพแทสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต 0.14 กรัม ละลายและปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตร ด้วยน้ำปราศจากไอออน

6. เตรียมสารละลายไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟต ความเข้มข้น 0.01 โมลต่อลิตร โดยชั่งไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟต 0.14 กรัม ปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตร ด้วยน้ำปราศจากไอออน

7. นำสารละลายที่ได้จากข้อ 3.4.1-3.4.6 มาผสมกันตามอัตราส่วนดังแสดงในตาราง 3. และ 4 เพื่อเตรียมสารละลายบัฟเฟอร์ pH 2.0-6.0

ตาราง 3 อัตราส่วนการเตรียมสารละลายบัฟเฟอร์ pH 2.0 **จากสารละลาย** 0.20 **โมลต่อลิตรกรดไฮโดรคลอริก และ** 0.20 **โมลต่อลิตร โพแทสเซียมคลอไรด์** [42]

pH	สารละลายกรดไฮโดรคลอริก (มิลลิลิตร)	สารละลายโพแทสเซียมคลอไรด์ (มิลลิลิตร)
2.0	13.00	50.00

ตาราง 4 อัตราส่วนการเตรียมสารละลายบัฟเฟอร์ pH 3.0-6.0 **จากสารละลาย** 0.10 **โมลต่อลิตรกรดอะซิติก และ** 0.10 **โมลต่อลิตรโซเดียมอะซิเตท ปริมาตร** 1000 **มิลลิลิตร** [42]

pH	สารละลายกรดอะซิติก (มิลลิลิตร)	สารละลายโซเดียมอะซิเตท (มิลลิลิตร)
3.0	982.30	17.70
4.0	847.00	153.00
5.0	357.00	643.00

ตาราง 5 อัตราส่วนการเตรียมสารละลายบัฟเฟอร์ pH 6.0 **จากสารละลาย** 0.01 **โมลต่อลิตรไดไฮโดรเจนฟอสเฟต และ** 0.01 **โมลต่อลิตร ไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟตปริมาตร** 100 **มิลลิลิตร** [42]

pH	สารละลายไดไฮโดรเจนฟอสเฟต (มิลลิลิตร)	สารละลายไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟต (มิลลิลิตร)
6.0	88.00	12.00

การเตรียมสารละลายรีเอเจนต์

1. การเตรียมสารละลายอะเซติลอะซิโตน ความเข้มข้นร้อยละ 3.00 โดยปริมาตร โดยปิเปตอะเซติลอะซิโตน ปริมาตร 3.00 มิลลิลิตร และปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนให้เป็น 100 มิลลิลิตร

2. การเตรียมสารละลาย *N*-Cetyl-*N*,*N*,*N*-trimethylammoniumbromide (CTAB) เข้มข้นร้อยละ 0.05 โดยมวลต่อปริมาตร โดยชั่ง CTAB 0.05 กรัม ละลายลงในน้ำปราศจากไอออนและปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตร

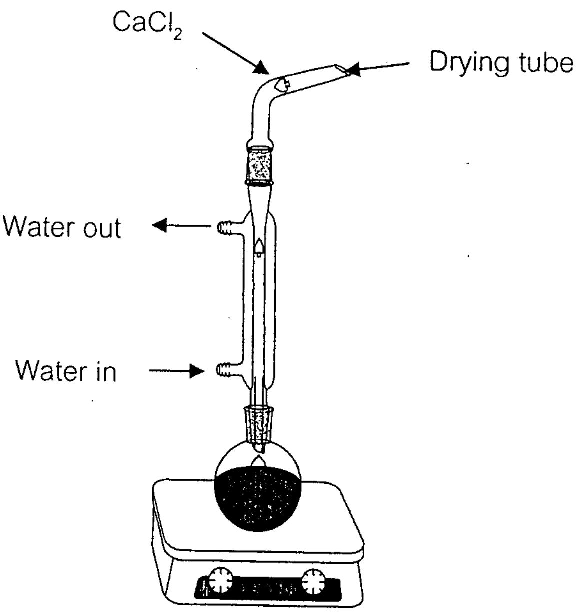
การสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์

ปิเปต Titanium diisopropoxide bis(acetylacetonate) 75 wt. % .ใน 2-isopropanol มา 4.61 มิลลิลิตร และ ชั่ง Pentaerythritol มา 0.68 กรัม ใส่ขวดก้นกลมให้ความร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จนละลายเป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นเพิ่มความร้อนจนถึงประมาณ 130-150 องศาเซลเซียส พร้อมกับดูดด้วยสุญญากาศ จนตัวทำละลายระเหยออกไปหมดเป็นเวลา 3 ชั่วโมง ผลิตภัณฑ์ที่ได้จะมีลักษณะเป็นเจลสีเหลืองที่แห้ง นำสารสีเหลืองที่แห้งมาบดให้ละเอียด แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง นำสารที่ได้มาบดให้ละเอียดอีกครั้งและนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-ray diffraction pattern (XRD) แสดงผลการทดลองที่ภาคผนวก ง

1. การหาสภาวะที่เหมาะสมของการสกัดด้วยตัวทำละลาย

1.1 การหาค่า pH ในการสกัดอินเดียมด้วย D2EHPA

เติมสารละลายมาตรฐานอินเดียมเข้มข้น 4.00 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 25 มิลลิลิตร ลงในขวดก้นกลมปริมาตร 250 มิลลิลิตร จากนั้นเติมกรดซัลฟิวริก ความเข้มข้น 5.00 โมลต่อลิตร ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ลงในขวดก้นกลมที่มีสารละลายมาตรฐานอินเดียม ตั้งชุดกลั่นไหลกลับ (Reflux) ดังภาพ 10 โดยให้อุณหภูมิประมาณ 100-120 องศาเซลเซียส และคนสารละลายด้วยแท่งคนแม่เหล็ก (Magnetic bar) ใช้เวลา 4 ชั่วโมง



ภาพ 10 การจัดเตรียมอุปกรณ์ในการกลั่นไหลกลับ (Reflux) [43]

ปรับค่า pH ของสารละลาย โดยใช้ แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 7 โมลต่อลิตร ให้ได้ pH เท่ากับ 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 และ 6.0 ตามลำดับ และเปรียบเทียบกับการไม่ปรับค่า pH เพื่อดูผลของค่า pH มีผลต่อการสกัด

นำสารละลายที่ปรับค่า pH แล้ว ปริมาตร 100 มิลลิลิตร มาสกัดด้วยสารละลาย D2EHPA ความเข้มข้น 0.05 โมลต่อลิตร ในตัวทำละลายเคโรซีน (Kerosene) ปริมาตร 60.00 มิลลิลิตร โดยสกัดซ้ำ 3 ครั้ง ใช้เวลาในการเขย่าครั้งละ 5 นาที ที่อุณหภูมิห้อง จะได้ชั้นตัวทำละลายเคโรซีน (Organic phase) และสารละลายชั้นกรดซัลฟิวริก (Aqueous phase)

นำชั้นตัวทำละลายเคโรซีน (Organic phase) มากลั่นด้วยเครื่องระเหยตัวทำละลายแบบหมุนภายใต้สภาวะลดความดัน ล้างคราบของแข็งและของเหลวที่ได้ด้วยกรดไนตริก ความเข้มข้น 0.50 โมลต่อลิตร และปรับปริมาตรให้เป็น 25 มิลลิลิตร ด้วยขวดปรับปริมาตร ตรวจวัดด้วยเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโกปี (AAS) ที่ความยาวคลื่น 303.9 นาโนเมตร

1.2 **การหาความเข้มข้นของ D2EHPA ที่เหมาะสมต่อการสกัดอินเดียม**

ขั้นตอนการทดลอง เหมือนกับหัวข้อ 1.1 แต่จะปรับค่า pH ของสารละลายหลังจากการกลั่นไหลกลับให้มีค่า pH เป็น 2.0 ปรับเปลี่ยนความเข้มข้นของ D2EHPA โดยใช้ D2EHPA ความเข้มข้นตั้งแต่ 0.025, 0.050, 0.100, 0.150 และ 0.200 โมลต่อลิตร ในตัวทำละลายเคโรซีน และทุกการทดลองจะใช้ปริมาณสารละลาย D2EHPA ปริมาตร 60.00 มิลลิลิตร

1.3 การหาความเข้มของกรดไฮโดรคลอริก ที่มีผลต่อการสกัดกลับคืน

ขั้นตอนการทดลอง เหมือนกับหัวข้อ 1.1 แต่จะปรับค่า pH ของสารละลายหลังจากการกลั่นไหลกลับให้มีค่า pH เป็น 2.0 สกัดด้วย D2EHPA ความเข้มข้น 0.10 โมลต่อลิตรในตัวทำละลายเคโรซีน จากนั้นจะได้ชั้นตัวทำละลายเคโรซีน (Organic phase) และชั้นสารละลายชั้นกรดซัลฟิวริก (Aqueous phase)

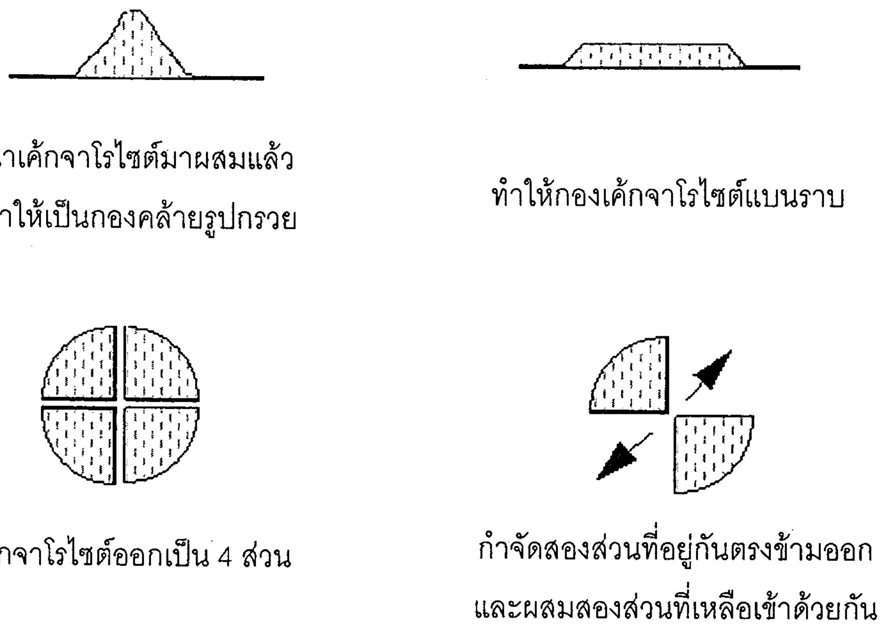
นำชั้นตัวทำละลายเคโรซีน (Organic phase) มาทำการสกัดกลับคืน (Stripping) ด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก ความเข้มข้น 5.00, 6.00, 7.00, 8.00 และ 9.00 โมลต่อลิตร โดยทุกการทดลองจะใช้ปริมาณสารละลายกรดไฮโดรคลอริก ปริมาตร 45.00 มิลลิลิตร ต่อชั้นสารละลายเคโรซีน 60.00 มิลลิลิตร เมื่อสกัดกลับคืนเสร็จแล้ว จะได้ชั้นสารละลายกรดไฮโดรคลอริก (Aqueous phase) นำไปกลั่นด้วยเครื่องระเหยตัวทำละลายแบบหมุนภายใต้สภาวะลดความดัน จากนั้นล้างคราบต่าง ๆ ด้วยกรดไนตริก ความเข้มข้น 0.50 โมลต่อลิตร และปรับปริมาตรให้เป็น 25 มิลลิลิตร ด้วยขวดปรับปริมาตร และตรวจวัดด้วย AAS

2. การแยกอินเดียมจากเค้กจาโรไซต์ โดยการสกัดด้วยตัวทำละลาย

เมื่อทดลองกับสารละลายมาตรฐานอินเดียมจะได้สภาวะที่เหมาะสม นำสภาวะที่เหมาะสมเหล่านั้นมาแยกอินเดียมจากเค้กจาโรไซต์ ซึ่งมีวิธีการทดลองดังนี้

2.1 การสุ่มตัวอย่าง (Sampling) เค้กจาโรไซต์

นำเค้กจาโรไซต์ทั้งหมดมาผสมคลุกเคล้าให้เข้ากันอย่างทั่วถึง แล้วนำเค้กจาโรไซต์มารวมกันเป็นกองคล้ายรูปกรวย หลังจากนั้นทำให้กองเค้กจาโรไซต์แบนราบ แล้วแบ่งเค้กจาโรไซต์ออกเป็นสี่ส่วน กำจัดสองส่วนที่อยู่กันตรงข้ามออก และอีกสองส่วนที่เหลือนำมาผสมเข้าด้วยกัน ทำขั้นตอนนี้ไปเรื่อย ๆ จนได้น้ำหนักของเค้กจาโรไซต์ตามที่ต้องการ ขั้นตอนการสุ่มตัวอย่างแสดงดังภาพ 11



ภาพ 11 การสุ่มตัวอย่าง (Sampling) เค้กจาโรไซต์

2.2 **การชะย่อยด้วยกรดซัลฟิวริก**

นำเค้กจาโรไซต์จากการสุ่มตัวอย่าง มาชั่งประมาณ 2.xxxx กรัม ใส่ลงในขวดก้นกลม ปริมาตร 250 มิลลิลิตร เติมกรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 5.00 โมลต่อลิตร ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ลงไปในขวดก้นกลม ตั้งชุดกลั่นไหลกลับดังภาพ 10 โดยให้อุณหภูมิประมาณ 100-120 องศาเซลเซียส และคนสารละลายด้วยแท่งคนแม่เหล็ก ใช้เวลาในการย่อย 4 ชั่วโมง ทำซ้ำจำนวน 3 ครั้ง

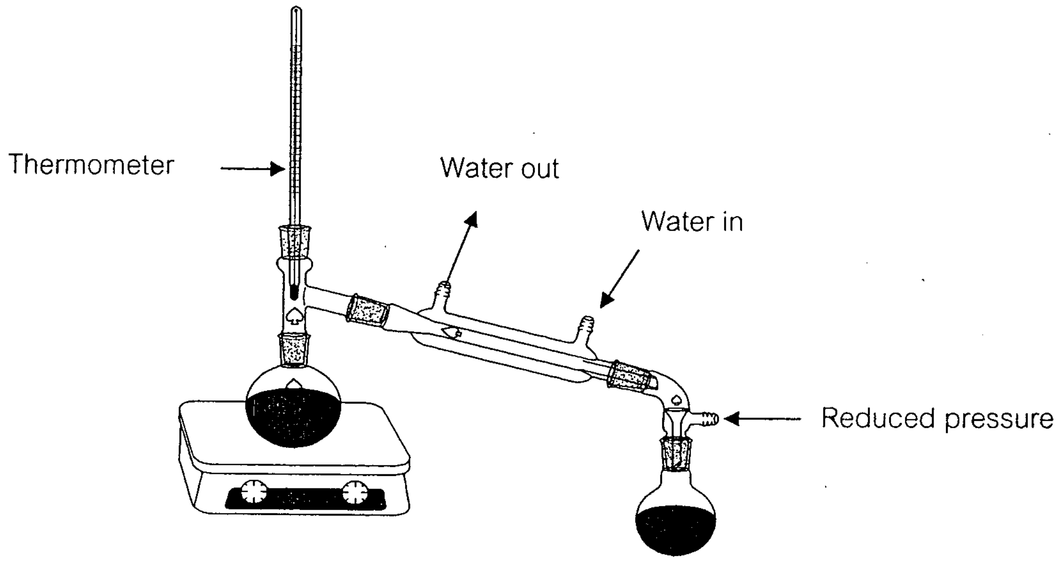
ปรับค่า pH ของสารละลายโดยใช้แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 7.00 โมลต่อลิตรให้ได้ pH เท่ากับ 2.0 กรองตะกอน จากนั้นนำสารละลายกรดซัลฟิวริกมาสกัดด้วย D2EHPA ความเข้มข้น 0.10 โมลต่อลิตร ในตัวทำละลายเคโรซีน (Kerosene)

2.3 **การสกัดด้วย D2EHPA ในตัวทำละลายเคโรซีน**

นำสารละลายกรดซัลฟิวริก จากข้อ 2.2 มาสกัดด้วย D2EHPA ความเข้มข้น 0.10 โมลต่อลิตร ในตัวทำละลายเคโรซีน ปริมาตร 60.00 มิลลิลิตร โดยปิเปตลงไปในสารละลายกรดซัลฟิวริกที่มีปริมาตร 100 มิลลิลิตร โดยสกัดซ้ำ 3 ครั้ง ใช้เวลาในการเขย่าครั้งละ 5 นาที จะได้ชั้นตัวทำละลายเคโรซีน (Organic phase) ปริมาตร 60.00 มิลลิลิตร และสารละลายชั้นกรด (Aqueous phase)

2.4 การสกัดกลับคืนด้วยกรดไฮโดรคลอริก

นำชั้นตัวทำละลายเคโรซีน ปริมาตร 60.00 มิลลิลิตร จากข้อ 2.2 มาสกัดกลับคืน (Stripping) ด้วยกรดไฮโดรคลอริก ความเข้มข้น 7.00 โมลต่อลิตร ปริมาตร 45.00 มิลลิลิตร จะได้ชั้นตัวทำละลายอินทรีย์ (Organic phase) และชั้นสารละลายกรด (Aqueous phase) กลั่นสารละลายชั้นกรด โดยตั้งชุดกลั่นแบบลดความดันดังภาพ 12 จะมีตะกอนสีขาว ชั่งตะกอนสีขาวที่ได้ทั้งหมด

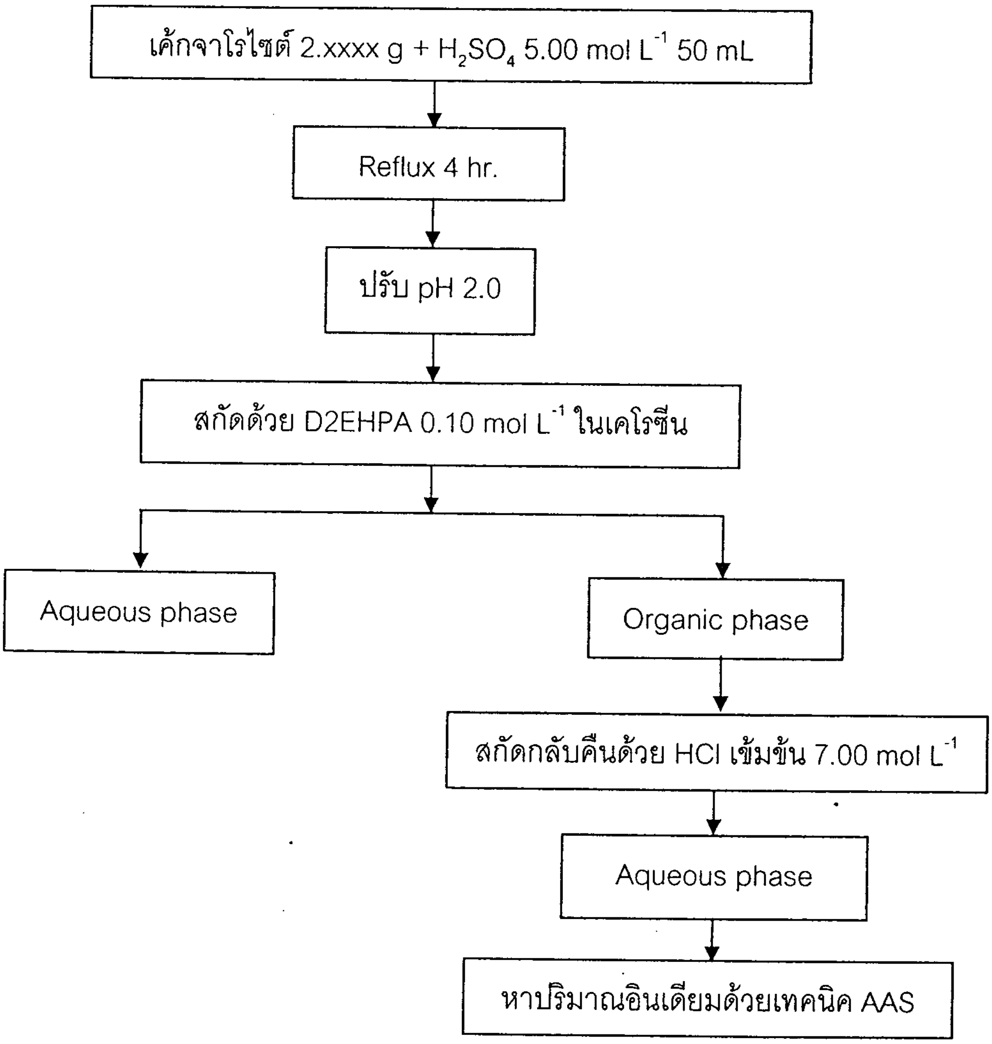


ภาพ 12 การจัดเตรียมอุปกรณ์ในการกลั่นลดความดัน [43]

2.5 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค AAS

ชั่งตะกอนจากหัวข้อ 2.4 ละลายด้วยกรดไนตริกความเข้มข้น 0.50 โมลต่อลิตร ปรับปริมาตรให้เป็น 25 มิลลิลิตร ด้วยขวดปรับปริมาตร นำสารละลายไปตรวจวัดด้วยเทคนิค AAS

ขั้นตอนการแยกอินเดียมจากเค้กจาโรไซต์ด้วยกรดซัลฟิวริกและสกัดด้วย D2EHPA แสดงดังภาพ 13



ภาพ 13 ขั้นตอนการแยกอินเดียมจากเค้กจาโรไซต์ด้วยกรดซัลฟิวริกและสกัดด้วย D2EHPA

3. การหาสภาวะที่เหมาะสมของการสกัดด้วยตัวดูดซับของแข็ง

3.1 การหาค่า pH ที่เหมาะสมในการสกัดอินเดียม

เติมสารละลายมาตรฐานอินเดียมเข้มข้น 4.00 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 15.00 มิลลิลิตร ลงในขวดปรับปริมาตร 50 มิลลิลิตร เติมสารละลายบัพเฟอร์ pH 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 และ 6.0 ปริมาตร 2 มิลลิลิตร ตามลำดับ จากนั้น เติมอะเซติลอะซิโตนมีความเข้มข้นร้อยละ 3.00 โดยปริมาตร ปริมาตร 2.00 มิลลิลิตร และ *N*-Cetyl-*N*,*N*,*N*-trimethylammoniumbromide (CTAB) มีความเข้มข้นร้อยละ 0.20 โดยมวลต่อปริมาตร ปริมาตร 2.00 มิลลิลิตร ลงในขวดปรับปริมาตรที่มีสารละลายมาตรฐานอินเดียม ปรับปริมาตรโดยใช้น้ำปราศจากไอออนด้วยขวดปรับปริมาตรให้เป็น 50 มิลลิลิตร โดยให้อุณหภูมิประมาณ 50 องศาเซลเซียส จากนั้นชั่งไทเทเนียม

ไดออกไซด์มา 200 มิลลิกรัม ใส่ลงบีกเกอร์ที่มีสารละลายมาตรฐานอินเดียม คนสารละลายด้วยแท่งคนแม่เหล็ก ใช้เวลา 25 นาที

เมื่อคนสารแขวนลอยเสร็จ นำสารที่ได้ไปให้คลื่นเสียงที่มีความถี่สูง (Ultrasonic) เป็นเวลา 5 นาที และตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนประมาณ 5 นาที จากนั้นนำสารแขวนลอยที่ได้ไปทำการหมุนเหวี่ยงด้วยเครื่องเซนตริฟิวจ์ (Centrifuge) โดยใช้อัตราเร็วในการหมุนเหวี่ยง 3000 rpm เป็นเวลา 10 นาที จะได้ชั้นสารละลาย (Aqueous phase) และชั้นของแข็ง (Solid phase) จากนั้นนำชั้นของแข็ง (Solid phase) ชะด้วยกรดไนตริก ความเข้มข้น 4.00 โมลต่อลิตร ปริมาตร 5.00 มิลลิลิตร ทำซ้ำจำนวน 3 ครั้ง นำสารละลายที่ได้ไปตรวจวัดด้วยเทคนิค AAS

3.2 การหาความเข้มข้นที่เหมาะสมของอะเซติลอะซิโตนในการสกัดอินเดียม

ขั้นตอนการทดลอง เหมือนกับหัวข้อ 3.1 โดยปรับค่า pH ของสารละลายให้มีค่า pH เป็น 4.0 และเปลี่ยนความเข้มข้นของอะเซติลอะซิโตน โดยใช้ความเข้มข้นร้อยละ 1.00, 2.00, 3.00, 4.00 และ 5.00 โดยปริมาตร ปริมาตร 2.00 มิลลิลิตร ตามลำดับ

3.3 การหาความเข้มข้นที่เหมาะสมของ CTAB ในการสกัดอินเดียม

ขั้นตอนการทดลอง เหมือนกับหัวข้อ 3.1 โดยปรับค่า pH ของสารละลายให้มีค่า pH เป็น 4.0 และเปลี่ยนความเข้มข้นของ CTAB เป็น 0.01, 0.05, 0.20, 0.30 และ 0.40 โดยมวลต่อปริมาตร ตามลำดับ

3.4 การหาชนิดของตัวชะไทเทเนียมไดออกไซด์ในการสกัดอินเดียม

ขั้นตอนการทดลอง เหมือนกับหัวข้อ 3.1 โดยปรับค่า pH ของสารละลายให้มีค่า pH เป็น 4.0 และเปรียบเทียบชนิดของตัวชะระหว่างกรดไฮโดรคลอริกและกรดไนตริก โดยใช้ความเข้มข้น 4.00 โมลต่อลิตร ปริมาตร 5.00 มิลลิลิตร

3.5 การหาความเข้มข้นของตัวชะไทเทเนียมไดออกไซด์ในการสกัดอินเดียม

ขั้นตอนการทดลอง เหมือนกับหัวข้อ 3.1 โดยปรับค่า pH ของสารละลายให้มีค่า pH เป็น 4.0 เพียงแต่ความเข้มข้นของกรดไนตริก ที่ใช้ในการชะเป็น 2.00, 3.00, 4.00, 5.00 และ 6.00 โมลต่อลิตร ตามลำดับ ปริมาตร 5.00 มิลลิลิตร

3.6 การหาปริมาณไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เหมาะสมในดูดซับอินเดียม

ขั้นตอนการทดลอง เหมือนกับหัวข้อ 3.1 โดยปรับค่า pH ของสารละลายให้มีค่า pH เป็น 4.0 ปรับเปลี่ยนปริมาณไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ใช้ในการดูดซับอินเดียมเป็น 50, 100, 200, 300 และ 400 มิลลิกรัม ตามลำดับ

3.7 การหาเวลาที่ใช้ในการคนสารละลายที่เหมาะสม

ขั้นตอนการทดลอง เหมือนกับหัวข้อ 3.1 โดยปรับค่า pH ของสารละลายให้มีค่า pH เป็น 4.0 และเปลี่ยนเวลาที่ใช้ในการคนของผสมเป็น 5, 10, 20, 25, 30, 40 และ 50 นาที ตามลำดับ

4. การแยกอินเดียมจากเค้กจาโรไซต์โดยการสกัดด้วยตัวดูดซับของแข็ง

จากการทดลองกับสารละลายมาตรฐานอินเดียมจะได้สภาวะที่เหมาะสม นำสภาวะที่เหมาะสมเหล่านั้นมาทดลองแยกอินเดียมออกจากเค้กจาโรไซต์ ซึ่งมีวิธีการทดลองดังนี้

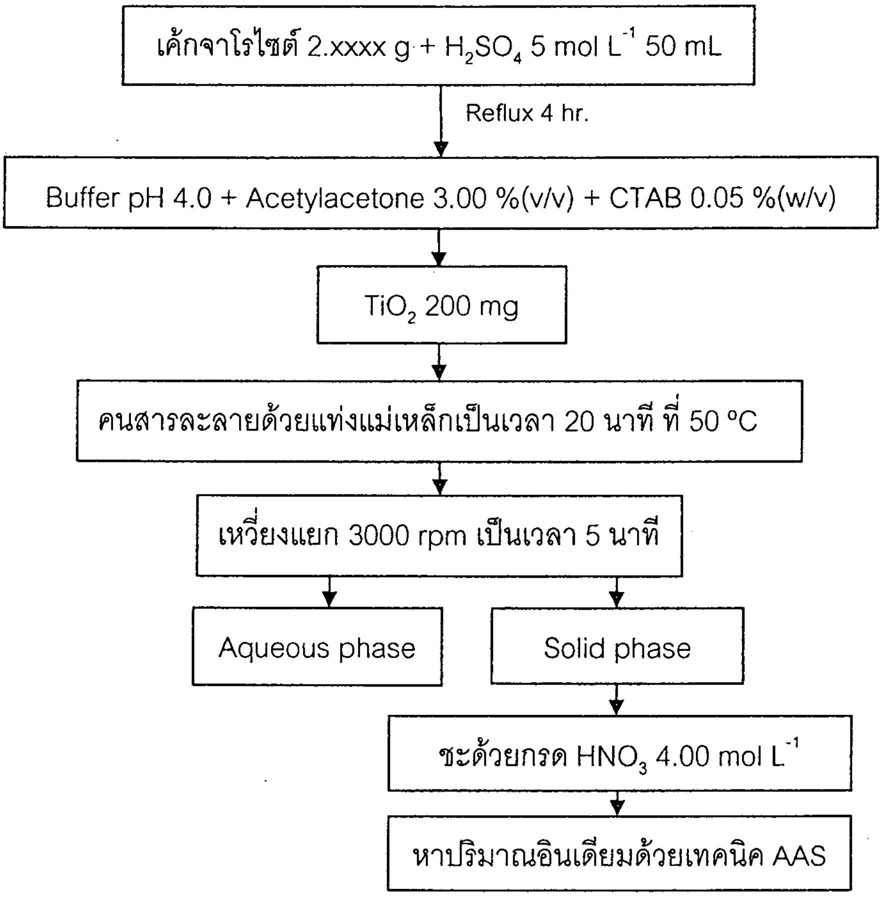
4.1 การชะย่อยด้วยกรดซัลฟิวริก

นำเค้กจาโรไซต์จากการสุ่มตัวอย่าง มาชั่งประมาณ 2.xxxx กรัม ใส่ลงในขวดก้นกลมปริมาตร 250 มิลลิลิตร ทำการเติมกรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 5.00 โมลต่อลิตร ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ลงไปในขวดก้นกลม ตั้งชุดกลั่นไหลกลับแสดงดังภาพ 10 โดยให้อุณหภูมิประมาณ 100-120 องศาเซลเซียส และคนสารละลายด้วยแท่งคนแม่เหล็ก ใช้เวลาในการย่อย 4 ชั่วโมง ทำซ้ำ 3 ครั้ง

4.2 การสกัดด้วยตัวดูดซับของแข็ง

เมื่อชะย่อยเสร็จแล้ว นำสารละลายที่ผ่านการกรองด้วย Sintered glass ปรับค่า pH ด้วยสารละลายบัฟเฟอร์ที่มีค่า pH 4.0 ปริมาตร 2.00 มิลลิลิตร จากนั้นเติมอะเซติลอะซิโตน ความเข้มข้นร้อยละ 3.00 โดยปริมาตร ปริมาตร 2 มิลลิลิตร และ CTAB มีเข้มข้นร้อยละ 0.05 โดยมวลต่อปริมาตร ปริมาตร 2 มิลลิลิตร จากนั้นให้อุณหภูมิประมาณ 50 องศาเซลเซียส ชั่งไทเทเนียมไดออกไซด์ 200 มิลลิกรัมใส่ลงบีกเกอร์ที่มีสารละลายกรดซัลฟิวริก (Aqueous phase) คนสารละลายด้วยแท่งคนแม่เหล็ก ใช้เวลา 20 นาที

เมื่อคนสารละลายเสร็จ นำสารละลายที่ได้ไปตกตะกอนโดยใช้คลื่นเสียงที่มีความถี่สูง เป็นเวลา 5 นาที และตั้งทิ้งไว้ประมาณ 5 นาที จากนั้นนำสารละลายที่ได้ไปหมุนเหวี่ยงด้วยเครื่องเซนตริฟิวจ์ โดยใช้อัตราเร็วในการหมุนเหวี่ยง 3000 rpm เป็นเวลา 10 นาที จะได้ชั้นสารละลาย (Aqueous phase) และชั้นของแข็ง (Solid phase) จากนั้นนำชั้นของแข็ง ชะด้วยกรดไนตริกความเข้มข้น 4.00 โมลต่อลิตร ปริมาตร 5 มิลลิลิตร ทำซ้ำ 3 ครั้ง นำสารละลายที่ได้ไปตรวจวัดด้วยเทคนิค AAS ขั้นตอนการแยกอินเดียมจากเค้กจาโรไซต์โดยการสกัดด้วยตัวดูดซับของแข็งแสดง ดังภาพ 14



ภาพ 14 ขั้นตอนการแยกอินเดียมจากเค้กจาโรไซต์โดยการสกัดด้วยตัวดูดซับของแข็ง