

บทที่ 4

ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง

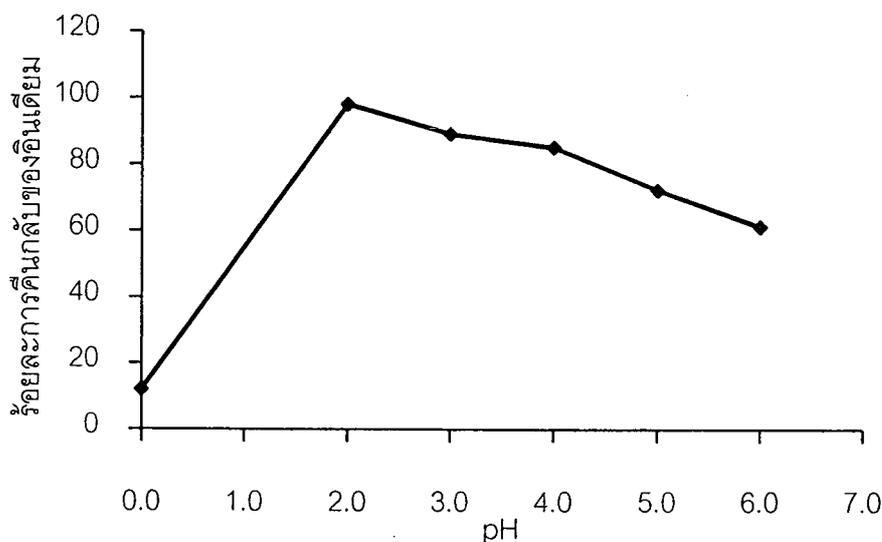
การหาสภาวะที่เหมาะสมของการสกัดด้วยตัวทำละลาย

การหาค่า pH ในการสกัดอินเดียมด้วย D2EHPA

ในการศึกษาผลของ pH ที่ได้ทดลองกับตัวอย่างทั้งหมด 6 ตัวอย่าง ที่มีค่า pH ต่างกัน โดยการใช้สารละลายมาตรฐานอินเดียมที่ความเข้มข้น 4.00 มิลลิกรัมต่อลิตร ด้วยกรดซัลฟิวริก ความเข้มข้น 5.00 โมลต่อลิตร ปริมาตร 50 มิลลิลิตร และใช้เวลา 4 ชั่วโมง และสกัดด้วย D2EHPA ความเข้มข้น 0.05 โมลต่อลิตร ปริมาตร 60 มิลลิลิตร ในตัวทำละลายเคโรซีน และสกัดกลับคืนด้วย กรดไฮโดรคลอริก ความเข้มข้น 7.00 โมลต่อลิตร ปริมาตร 45.00 มิลลิลิตร โดยทดลองซ้ำ 3 ครั้ง จากนั้นนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโกปี (AAS) ผลการทดลองที่ได้แสดงดังตาราง 6 และภาพ 15

ตาราง 6 ปริมาณอินเดียมที่ตรวจพบ จากการใช้สารละลายมาตรฐานอินเดียม ความเข้มข้น 4.00 มิลลิกรัมต่อลิตร ที่ค่า pH ต่าง ๆ กันและไม่ปรับค่า pH

ตัวอย่างที่	ค่า pH สารละลาย กรดซัลฟิวริก	ปริมาณอินเดียมที่ตรวจพบ (มิลลิกรัมต่อลิตร)	ร้อยละการคืนกลับ
1	0 (ไม่ปรับ)	0.4615	12
2	2.0	3.9071	98
3	3.0	3.5705	89
4	4.0	3.3978	85
5	5.0	2.8853	72
6	6.0	2.4444	61



ภาพ 15 การศึกษาความสัมพันธ์ระหว่าง ค่า pH กับร้อยละการคืนกลับของอินเดียม

เมื่อพิจารณาผลการทดลองการสกัดแยกอินเดียมด้วยตัวสกัด D2EHPA โดยใช้ค่า pH ของสารละลายกรดซัลฟิวริกค่าต่าง ๆ โดยผลการศึกษาเป็นดังภาพ 15 พบว่าเมื่อค่า pH ของสารละลายกรดซัลฟิวริกเท่ากับ 2.0 มีค่าร้อยละการคืนกลับของอินเดียมที่สูงที่สุดและเมื่อค่า pH มากกว่า 2.0 ค่าร้อยละการคืนกลับของอินเดียมมีแนวโน้มลดลง ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยเกี่ยวกับการสกัดแยก Ga(III) และ In(III) ออกจากสารละลายซัลเฟต โดยใช้ D2EHPA เข้มข้น 0.05 โมลต่อลิตร ในตัวทำละลายเคโรซีน ที่พบว่าประสิทธิภาพในการสกัดอินเดียมจะเพิ่มขึ้น เมื่อค่า pH ลดลงจนถึงที่ pH 2.0 จะสามารถตรวจพบปริมาณอินเดียมไอออนได้มากที่สุด แต่เมื่อค่า pH มากกว่า 2.0 ประสิทธิภาพในการสกัดจะเริ่มลดลง เนื่องจากมีตะกอนเกิดขึ้นระหว่างขั้นตอนการสกัดทำให้รบกวนการสกัด [4] ดังนั้นจึงพิจารณาค่า pH เท่ากับ 2.0 เป็นค่าที่เหมาะสมในการสกัดแยกอินเดียมออกจากแค้กจาโรไซด์

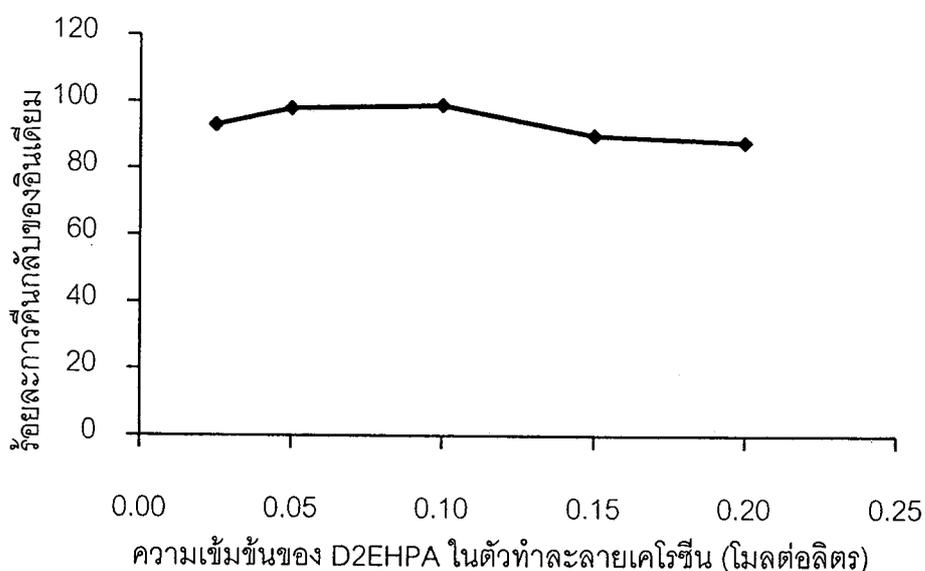
นอกจากนั้นโลหะที่ต้องการสกัดสามารถเกิดสารประกอบเชิงซ้อนได้หลายชนิด ดังนั้นการปรับค่า pH ด้วยสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์และสารละลายกรดไฮโดรคลอริก ซึ่งเป็นการปรับความเข้มข้นของไอออน H^+ , Cl^- และ NH_4^+ จึงมีผลต่อสมดุลการสกัด ทำให้ความสามารถในการสกัดเปลี่ยนแปลงไป [44]

การศึกษาความเข้มข้นของตัวสกัด (D2EHPA) ในตัวทำละลายเคโรซีน ในการสกัดอินเดียมด้วยตัวทำละลาย

ในหัวข้อนี้ได้ศึกษาความเข้มข้นของตัวสกัดในตัวทำละลายเคโรซีน ที่มีผลต่อการสกัดแยกอินเดียมไอออน โดยศึกษาความเข้มข้นของตัวสกัดที่ความเข้มข้น 0.25-0.20 โมลต่อลิตร ตามลำดับ ซึ่งผลการศึกษาที่ได้แสดงดังตาราง 7 และภาพ 16

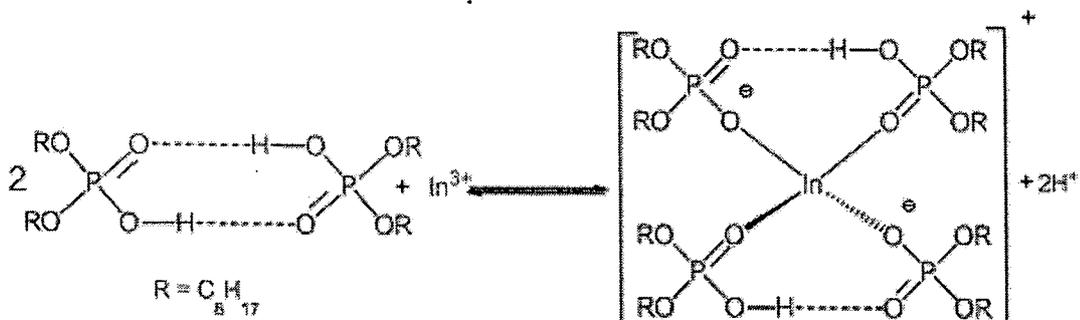
ตาราง 7 ปริมาณอินเดียมที่ตรวจพบในสารละลายกรดไนตริก เมื่อใช้ความเข้มข้นของตัวสกัด (D2EHPA) ต่าง ๆ กัน

ตัวอย่างที่	ความเข้มข้น D2EHPA (โมลต่อลิตร)	ปริมาณอินเดียมที่ตรวจพบ ในสารละลายกรดไนตริก (มิลลิกรัมต่อลิตร)	ร้อยละการคืนกลับ
1	0.025	3.7059	93
2	0.050	3.9071	98
3	0.100	3.9902	99
4	0.150	3.6176	90
5	0.200	3.5392	88



ภาพ 16 กราฟความสัมพันธ์ระหว่าง ค่าความเข้มข้นของ D2EHPA กับร้อยละการคืนกลับของอินเดียม

จากผลการศึกษาค่าความเข้มข้นของตัวสกัด D2EHPA ในตัวทำละลายโครซีนกับร้อยละการคืนกลับของการสกัดแยกอินเดียมแสดงดังภาพ 16 ซึ่งจะเห็นได้ว่าเมื่อใช้ความเข้มข้นของตัวสกัดเข้มข้น 0.10 โมลต่อลิตร พบว่าค่าร้อยละการคืนกลับของอินเดียมได้สูงที่สุด เท่ากับ 99 เมื่อความเข้มข้นของตัวสกัดต่ำกว่า 0.10 โมลต่อลิตร ร้อยละการคืนกลับของอินเดียมจะลดลง และเมื่อความเข้มข้นของตัวสกัดเพิ่มมากกว่า 0.10 โมลต่อลิตร พบว่าร้อยละการคืนกลับของอินเดียมเริ่มมีค่าลดลงเล็กน้อย จากงานวิจัยที่เกี่ยวข้องซึ่งได้อธิบายพฤติกรรมของการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนของอินเดียมในสารละลายซัลเฟต พบว่า อินเดียมมีแนวโน้มที่จะเกิดสารประกอบเชิงซ้อนในสารละลายซัลเฟตได้ดี เมื่อค่า pH ของสารละลายมีความเป็นกรด สำหรับกลไกของการสกัดแยกอินเดียมเมื่อใช้ D2EHPA เป็นตัวสกัดที่เป็นกรด สามารถเกิดคีเลต (chelate) กับไอออนบวกของอินเดียม สารประกอบเชิงซ้อนที่เกิดขึ้นในสารละลายชั้นกรดจะละลายอยู่ในชั้นสารละลายอินทรีย์ได้ [30] กลไกการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนระหว่าง D2EHPA กับไอออนบวกของอินเดียมแสดงดังสมการ



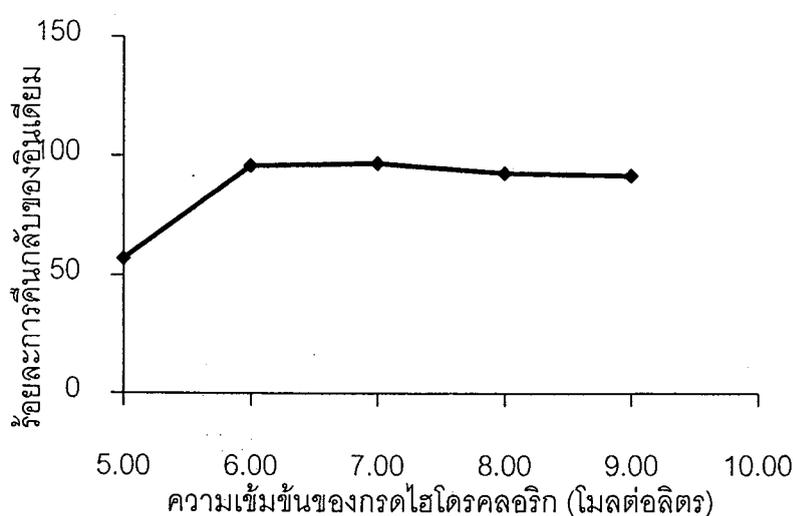
จะเห็นได้ว่าตัวสกัดชนิดนี้มีความสามารถในการสกัดอินเดียมไอออนได้ดี ทำให้ค่าร้อยละการคืนกลับของอินเดียมสูง สอดคล้องกับงานวิจัยที่เกี่ยวข้องในการสกัดแยกอินเดียมและแกลเลียมออกจากสารละลายซัลเฟต ตัวสกัดชนิดนี้เลือกที่จะแยกอินเดียม เมื่ออินเดียมกระจายตัวอยู่ในสารละลายมีความเป็นกรดสูง [4] เพราะฉะนั้นในงานวิจัยนี้ จึงเลือกที่จะปรับค่า pH ของสารละลายกรดซัลฟิวริกให้เท่ากับ 2.0 และใช้ความเข้มข้นของตัวสกัด 0.10 โมลต่อลิตร ในตัวทำละลายโครซีน เมื่อคิดเป็นสัดส่วนปริมาณสารละลายกรดซัลฟิวริก 100 มิลลิลิตรต่อปริมาณตัวสกัด D2EHPA 60 มิลลิลิตร

การศึกษาความเข้มข้นของการสกัดกลับคืนด้วยกรดไฮโดรคลอริก

ในงานวิจัยนี้ได้สกัดกลับคืนโดยใช้กรดไฮโดรคลอริก ซึ่งอ้างอิงจากงานวิจัยการสกัดแยก แกลเลียมและอินเดียม โดยใช้ D2EHPA ในตัวทำละลายเคโรซีนสกัดแยกอินเดียมออกจาก สารละลายซัลเฟต [4] ซึ่งใช้สารละลายสกัดกลับคืนปริมาณอินเดียมไอออนไว้หลายชนิดและจาก ผลการทดลอง พบว่ากรดไฮโดรคลอริกมีประสิทธิภาพในการสกัดกลับคืนปริมาณอินเดียมไอออน ได้มากที่สุด ทำให้ในงานวิจัยนี้จึงเลือกใช้เฉพาะกรดไฮโดรคลอริกสำหรับการหาสภาวะที่เหมาะสม ในการสกัดแยกอินเดียม ศึกษาการสกัดกลับคืนด้วยกรดไฮโดรคลอริกที่ความเข้มข้น 5.00-9.00 โมลต่อลิตร ตามลำดับ ซึ่งผลการทดลองที่ได้แสดงดังตาราง 8 และภาพ 17

ตาราง 8 ปริมาณอินเดียมที่ตรวจพบ เมื่อใช้ความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริกต่าง ๆ กัน

ตัวอย่างที่	ความเข้มข้นกรดไฮโดรคลอริก (โมลต่อลิตร)	ปริมาณอินเดียมที่ตรวจพบ (มิลลิกรัมต่อลิตร)	ร้อยละการคืนกลับ
1	5.00	2.2424	56
2	6.00	3.8181	95
3	7.00	3.9494	99
4	8.00	3.7070	93
5	9.00	3.6868	92



ภาพ 17 กราฟความสัมพันธ์ระหว่าง ค่าความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริก กับร้อยละ

การคืนกลับของอินเดียม

จากผลการทดลองการสกัดกลับคืนอินเดียมออกจากชั้นตัวทำละลายเคโรซีนด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 7.00 โมลต่อลิตร ดังภาพ 17 และตาราง 8 พบว่าค่าร้อยละของการสกัดกลับคืนอินเดียมมีค่าถึงร้อยละ 99 ที่ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 7.00 โมลต่อลิตร และลดลงเล็กน้อย เมื่อความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกมากกว่า 7.00 โมลต่อลิตร ดังนั้น เมื่อพิจารณาจากค่าร้อยละการคืนกลับของอินเดียมค่าความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่เหมาะสมสำหรับงานวิจัยนี้คือ 7.00 โมลต่อลิตร

ทั้งนี้ การแยกไอออนของโลหะในสารละลายของกรดไฮโดรคลอริกสามารถนำมาประยุกต์ใช้ได้เป็นอย่างดี มีงานวิจัยที่เกี่ยวข้องได้ศึกษาความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอออนระหว่างธาตุหมู่ต่าง ๆ ที่สามารถเกิดสารประกอบเชิงซ้อนของคลอไรด์ไอออนในสารละลายที่มีความเข้มข้นของไฮโดรคลอริกต่าง ๆ กัน ซึ่งสรุปได้ว่า อินเดียมไอออนสามารถจับกับคลอไรด์ไอออนได้ดีที่ความเข้มข้นของไฮโดรคลอริกที่เหมาะสม ถ้าความเข้มข้นมากกว่าหรือน้อยกว่าความเข้มข้นที่เหมาะสมนั้นจะทำให้ค่าร้อยละการคืนกลับลดลง ทั้งนี้ เพราะเมื่อมีความเข้มข้นของไฮโดรคลอริกต่ำไอออนต่าง ๆ ในสารละลายจะมีประจุเฉลี่ยในทางบวกทำให้มีผลต่อค่าร้อยละการคืนกลับของอินเดียมไอออน แต่เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของไฮโดรคลอริกสูงเกินไปคลอไรด์ไอออนที่เหลืออยู่จำนวนมากจะแย่งทำหน้าที่ในการแลกเปลี่ยนประจุได้ ทำให้ค่าร้อยละการคืนกลับที่ความเข้มข้นของไฮโดรคลอริกที่มากเกินไปมีค่าลดน้อยลง [45]

การหาปริมาณอินเดียมในแค้จาโรไซต์ โดยการย่อยด้วยกรดซัลฟิวริกและสกัดด้วย D2EHPA ในตัวทำละลายเคโรซีน

จากการหาสภาวะที่เหมาะสมจึงนำผลมาใช้กับแค้จาโรไซต์ ด้วยวิธีการเติมสารละลายมาตรฐานอินเดียมที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ กัน (Standard addition method) แต่เติมในปริมาตรที่เท่ากันลงในตัวอย่างแค้จาโรไซต์ โดยจะย่อยแค้จาโรไซต์ 2.0000 กรัม ด้วยกรดซัลฟิวริก ความเข้มข้น 5.00 โมลต่อลิตร ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ใช้เวลาในการย่อยแค้จาโรไซต์ 4 ชั่วโมง ปรับค่า pH ของสารละลายกรดซัลฟิวริก ก่อนการสกัดเป็น 2.0 และสกัดด้วย D2EHPA ความเข้มข้น 0.10 โมลต่อลิตร ในตัวทำละลายเคโรซีน จากนั้นนำชั้นตัวทำละลายเคโรซีน (Organic phase) มากลั่นด้วยเครื่องระเหยตัวทำละลายแบบหมุนภายใต้สภาวะลดความดัน ล้างคราบของแข็งและของเหลวที่ได้ด้วยกรดไนตริก ความเข้มข้น 0.50 โมลต่อลิตร และปรับปริมาตรให้เป็น 25 มิลลิลิตร ด้วยขวดปรับปริมาตร ทำการตรวจวัดด้วยเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโกปี (AAS) ที่ความยาวคลื่น 303.9 นาโนเมตร ซึ่งผลการทดลองที่ได้แสดง ดังตาราง 9

ตาราง 9 ผลการย่อยแค้กจาโรไซด์ด้วยกรดซัลฟิวริกและการสกัดแยกอินเดียมด้วยตัวสกัดด้วย D2EHPA ในตัวทำละลายเคโรซีน

ตัวอย่างที่	แค้กจาโรไซด์ที่ใช้ (กรัม)	ของแข็งที่เหลือจากการย่อย		% การย่อย	อินเดียมที่ตรวจพบ (มิลลิกรัมต่อลิตร)	
		กรัม	%ของแข็ง		ก่อนย่อย	หลังย่อย
1	2.0007	0.2223	11.11	55.94	3.2500	1.8180
2	2.0009	0.3258	16.29	55.55	3.2727	1.8180
3	2.0006	0.3763	18.81	55.81	3.2576	1.8180
ค่าเฉลี่ย	2.0007	0.3081	15.40	55.77	3.2601	1.8180

หมายเหตุ: ข้อมูลปริมาณอินเดียมก่อนย่อยและหลังย่อยจากภาคผนวก ข

จากผลการทดลองการย่อยด้วยกรดซัลฟิวริก พบว่ากรดซัลฟิวริกไม่สามารถย่อยแค้กจาโรไซด์ได้หมด โดยจะมีของแข็งที่เหลือโดยเฉลี่ย 15.40% ดังนั้นปริมาณอินเดียมที่วิเคราะห์ได้โดยการย่อยด้วยกรดซัลฟิวริกจะขึ้นกับความสามารถของกรดซัลฟิวริกที่ใช้ย่อยแค้กจาโรไซด์และความสามารถในการดึงอินเดียมไอออนออกจากแค้กจาโรไซด์ได้ จากการศึกษาพบว่าปริมาณอินเดียมมีค่าใกล้เคียงกับงานวิจัยก่อนหน้านี้ [46]

การหาปริมาณอินเดียมในแค้กจาโรไซด์ โดยการย่อยด้วยกรดซัลฟิวริกและสกัดด้วย D2EHPA ในตัวทำละลายเคโรซีนและสกัดกลับคืนด้วยกรดไฮโดรคลอริก

จากขั้นตอนการหาปริมาณอินเดียมในแค้กจาโรไซด์ โดยการย่อยด้วยกรดซัลฟิวริกและสกัดด้วย D2EHPA ในตัวทำละลายเคโรซีน จะได้ชั้นตัวทำละลายเคโรซีน (Organic phase) และชั้นสารละลายชั้นกรดซัลฟิวริก (Aqueous phase) จากนั้นนำชั้นตัวทำละลายเคโรซีน (Organic phase) มาทำการสกัดกลับคืน (Stripping) ด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก ความเข้มข้น 7.00 โมลต่อลิตร โดยทำการทดลองซ้ำ 3 ครั้ง ซึ่งผลการทดลองที่ได้แสดงดังตาราง 10

ตาราง 10 ผลการสกัดแยกอินเดียมออกจากแค้กจาโรไซต์ด้วย D2EHPA ในตัวทำละลายเคโรซีนและสกัดกลับคืนด้วยกรดไฮโดรคลอริก

ตัวอย่างที่	อินเดียมที่ตรวจพบในสาละลาย		อินเดียมในแค้กจาโรไซต์		ร้อยละการคืนกลับ
	กรดไฮโดรคลอริก (มิลลิกรัมต่อลิตร)		ร้อยละโดยน้ำหนัก	กรัมต่อตัน	
	ก่อนสกัด	หลังสกัด			
1	3.2500	3.2346	5.11×10^{-3}	51.10	99.53
2	3.2727	3.0526	4.95×10^{-3}	49.52	93.27
3	3.2576	3.2043	4.00×10^{-3}	40.04	98.36
เฉลี่ย	3.2601	3.1638	4.68×10^{-3}	46.89	97.05

หมายเหตุ: ข้อมูลปริมาณอินเดียมก่อนย่อยและหลังย่อยจากภาคผนวก ข

ผลปรากฏว่าปริมาณอินเดียมไอออนที่ตรวจพบด้วยเทคนิค AAS มีค่าร้อยละโดยน้ำหนักคือ 5.11×10^{-3} , 4.95×10^{-3} และ 4.00×10^{-3} ตามลำดับ และคิดเป็นน้ำหนักกรัมต่อตัน มีค่าดังนี้ 51.10, 49.52 และ 40.04 กรัมต่อตันตามลำดับ และจากผลการทดลองมีค่าร้อยละการคืนกลับเท่ากับ 99, 93 และ 98 ตามลำดับ

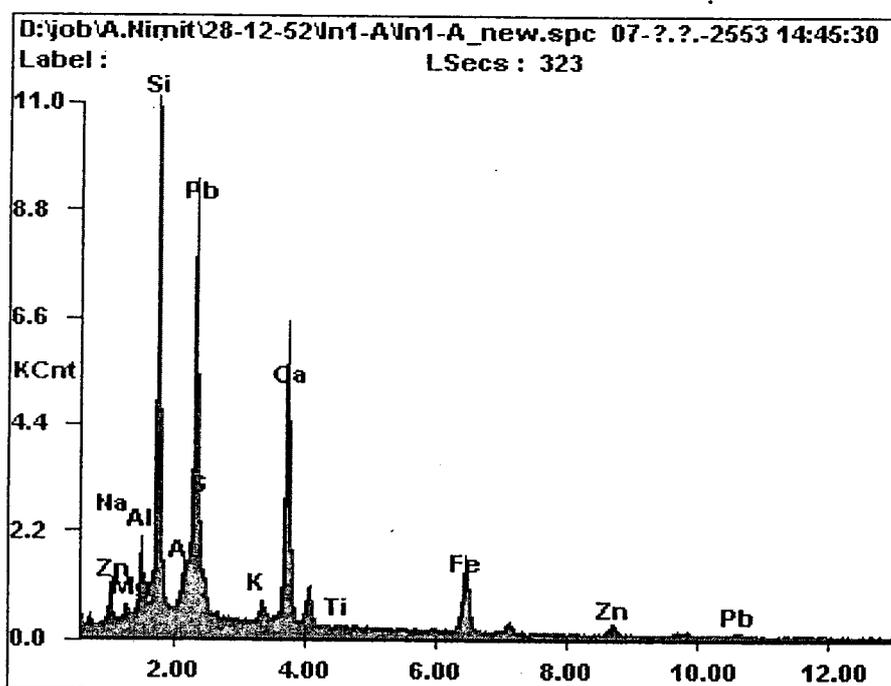
จากการทดลองซ้ำ 3 ครั้งในแค้กจาโรไซต์ พบเปอร์เซ็นต์ของแข็งที่เหลือจากการย่อยด้วยกรดซัลฟิวริกเหลืออยู่เฉลี่ย 15.40 % กล่าวคือ กรดซัลฟิวริกไม่สามารถย่อยแค้กจาโรไซต์ได้หมด ทำให้ปริมาณอินเดียมไอออนที่อยู่ในแค้กจาโรไซต์ไม่สามารถแลกเปลี่ยนไอออนให้อยู่รูปของสารละลายซัลเฟตได้ทั้งหมด ส่งผลให้ปริมาณอินเดียมที่ชะออกจากแค้กจาโรไซต์ตรวจพบปริมาณที่ไม่เท่ากันและเมื่อพิจารณาค่าร้อยละการคืนกลับในตาราง 10 พบว่าค่าร้อยละการคืนกลับของปริมาณอินเดียมที่มีค่าไม่เท่ากัน เนื่องจากในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการสกัดด้วยตัวทำละลายอาจจะมีการรบกวนจากไอออนของโลหะชนิดอื่น ที่มีขนาดของไอออนใกล้เคียงกับขนาดไอออนของอินเดียมมารบกวนในการวิเคราะห์หรืออาจมีการกระจายตัวของอินเดียมในตัวอย่างแค้กจาโรไซต์ที่ได้จากการสุ่ม (Sampling) ที่ไม่สม่ำเสมอ

การตรวจสอบและการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscope/Energy Dispersive X-ray Spectrometer (SEM/EDS)

การวิเคราะห์ธาตุที่มีอยู่ในตัวอย่างที่ได้ในแต่ละขั้นตอนด้วยเครื่อง SEM/EDS ในงานวิจัยนี้ตัวอย่างแต่ละขั้นตอนส่วนมากจะเป็นของแข็งและมีลักษณะเป็ยกขึ้น จึงต้องทำการอบตัวอย่างที่อุณหภูมิ 100-120 °C ใช้เวลาประมาณ 5-6 ชั่วโมง จากนั้นจึงตัวอย่างที่ได้ในแต่ละขั้นตอนให้มีน้ำหนักประมาณ 70 mg และนำไปอัดเป็นเม็ดได้เป็นแผ่นที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 13 mm หนาประมาณ 0.1 mm จากนั้นนำไปอบอีกครั้งที่อุณหภูมิประมาณ 60-80 °C และนำตัวอย่างไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM/EDS

ผลการวิเคราะห์ในแค๊กจาโรไซด์เริ่มต้น (Jarosite)

ในการวิเคราะห์แค๊กจาโรไซด์เริ่มต้นนั้น พบว่ามีธาตุอยู่หลายชนิด ซึ่งธาตุที่พบมากที่สุด ในแค๊กจาโรไซด์คือ ออกซิเจน ซิลิกอน แคลเซียม และกำมะถัน โดยพบค่าเฉลี่ย (จากการวิเคราะห์ทั้งหมด 3 ครั้ง) ของเปอร์เซ็นต์น้ำหนัก (wt%) เท่ากับ 41.99, 12.78, 10.00 และ 9.93 ตามลำดับ ซึ่งผลการทดลองที่ได้แสดงดังภาพ 18 และตาราง 11



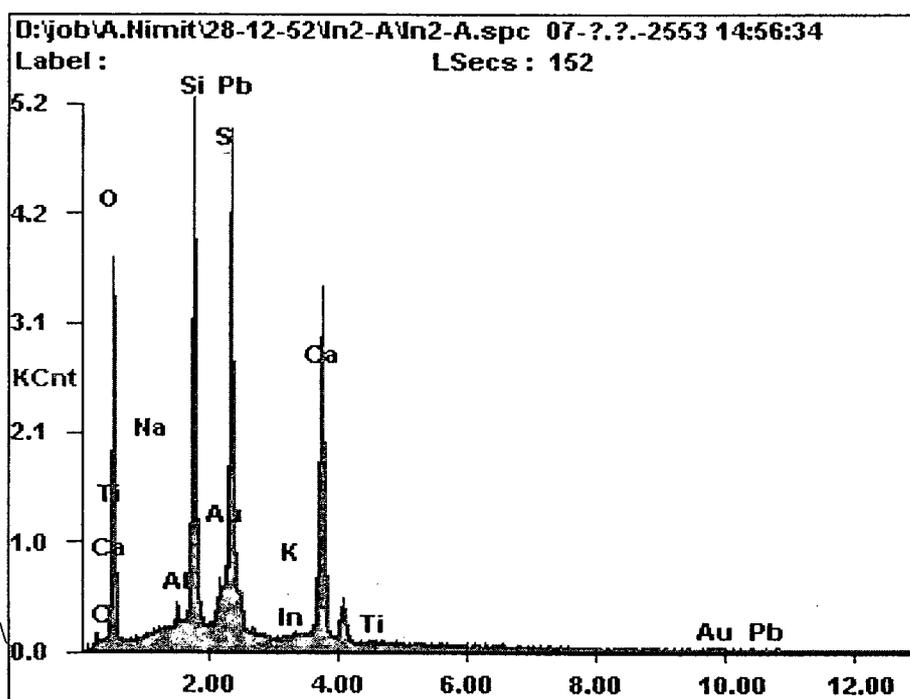
ภาพ 18 SEM/EDS สเปกตรัมของแค๊กจาโรไซด์เริ่มต้น

ตาราง 11 ชนิดของธาตุที่พบ ค่าต่ำสุด-สูงสุดและค่าเฉลี่ยของร้อยละโดยน้ำหนัก (wt%) ในเค้กจาโรไซด์เริ่มต้น

ลำดับที่	ธาตุ (Element)	ค่าต่ำสุด (wt%) (Minimum)	ค่าสูงสุด (wt%) (Maximum)	ค่าเฉลี่ย (wt%) ± SD (Mean)
1	คาร์บอน	0.00	5.72	1.91 ± 2.68
2	ออกซิเจน	41.45	42.57	41.99 ± 0.08
3	โซเดียม	0.22	1.39	1.00 ± 0.19
4	แมกนีเซียม	0.79	0.85	0.83 ± 0.03
5	อะลูมิเนียม	2.57	2.64	2.61 ± 0.08
6	ซิลิกอน	12.42	13.22	12.78 ± 0.15
7	กำมะถัน	8.04	13.34	9.93 ± 0.12
8	โพแทสเซียม	0.70	1.04	0.86 ± 5.31
9	แคลเซียม	9.81	10.34	10.00 ± 0.07
10	สังกะสี	1.79	2.25	1.96 ± 0.10
11	ไทเทเนียม	0.00	0.08	0.05 ± 3.46
12	เหล็ก	0.00	5.78	3.81 ± 0.20
13	ตะกั่ว	0.00	3.61	1.20 ± 1.16

จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM/EDS ในเค้กจาโรไซด์ ยังพบธาตุ แมกนีเซียม โพแทสเซียม สังกะสี ไทเทเนียม เหล็ก ตะกั่ว อะลูมิเนียม และปนอยู่บ้างในปริมาณไม่สูง จากปริมาณธาตุที่พบมากในเค้กจาโรไซด์ น่าจะเกิดจากมีสารประกอบของซิลิเกตและแคลเซียมซิลเฟต เป็นจำนวนมาก

ผลการวิเคราะห์ในภาคตะกอน (Residue) จากขั้นตอนการย่อยด้วยกรดซัลฟิวริก หลังจากขั้นตอนการย่อยด้วยกรดซัลฟิวริก (Reflux) เป็นเวลา 4 ชั่วโมงด้วย 5.00 มิลลิลิตร ของกรดซัลฟิวริก จะพบว่ามีการเกิดตะกอนเกิดขึ้น ซึ่งตะกอนที่ได้นั้นจะมีลักษณะสีขาวขุ่นคล้ายผงแป้ง เมื่อนำมาวิเคราะห์พบว่ามีธาตุอยู่หลายชนิด ซึ่งธาตุที่พบมากที่สุดคือ ออกซิเจน ซิลิกอน แคลเซียม และกำมะถัน โดยพบค่าเฉลี่ย (จากการวิเคราะห์ 3 ครั้ง) ของร้อยละโดยน้ำหนัก (wt%) เท่ากับ 48.47, 14.44, 14.20 และ 13.39 ตามลำดับ ซึ่งแสดงดังภาพ 19 และตาราง 12



ภาพ 19 SEM/EDS สเปกตรัมของภาคตะกอน (Residue) หลังขั้นตอนการ Reflux เป็นเวลา 4 ชั่วโมงด้วยกรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 5.00 มิลลิลิตร

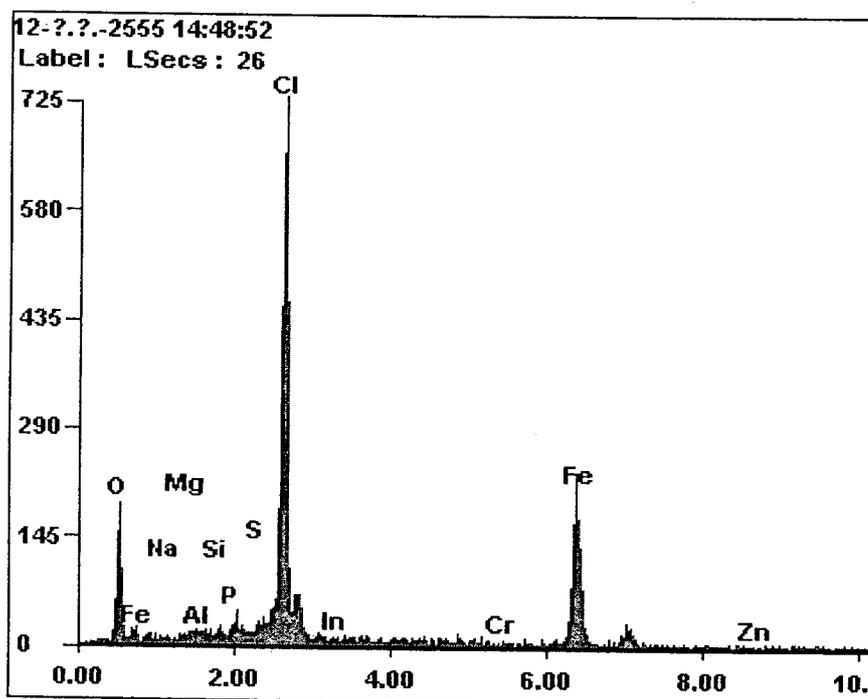
ตาราง 12 ชนิดของธาตุที่พบ ค่าต่ำสุด-สูงสุดและค่าเฉลี่ยของเปอร์เซ็นต์น้ำหนัก (wt%) ของกากตะกอน (Residue) หลังขั้นตอนการ Reflux เป็นเวลา 4 ชั่วโมงด้วยกรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 5.00 โมลต่อลิตร

ลำดับที่	ธาตุ (Element)	ค่าต่ำสุด (wt%) (Minimum)	ค่าสูงสุด (wt%) (Maximum)	ค่าเฉลี่ย (wt%) ± SD (Mean)
1	ออกซิเจน	47.56	49.14	48.47 ± 0.82
2	อะลูมิเนียม	0.92	1.19	1.03 ± 0.14
3	ซิลิกอน	13.78	14.89	14.44 ± 0.59
4	กำมะถัน	10.93	17.38	13.39 ± 3.43
5	แคลเซียม	13.75	14.59	14.20 ± 0.42
6	โซเดียม	0.00	0.22	0.07 ± 0.13
7	ไทเทเนียม	0.00	0.16	0.10 ± 0.09
8	ตะกั่ว	0.00	2.40	0.80 ± 1.39
9	คาร์บอน	0.00	4.62	1.54 ± 2.67

จากผลการวิเคราะห์ด้วย SEM/EDS จะเห็นว่าชนิดของธาตุที่พบในกากตะกอน (Residue) หลังขั้นตอนการ Reflux เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ด้วยกรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 5.00 โมลต่อลิตร จะมีชนิดของธาตุลดลง โดยพบเพียงธาตุ อะลูมิเนียม โซเดียม ไทเทเนียม ตะกั่ว และคาร์บอน ที่มีปริมาณน้อยที่เหลืออยู่

ดังนั้นกากตะกอนที่เกิดขึ้นในขั้นตอนนี้ ส่วนใหญ่จะประกอบด้วยสารประกอบซิลิเกต และแคลเซียมซัลเฟต

ผลการวิเคราะห์ในกากของแข็งที่เกิดขึ้นจากการสกัดกลับคืนด้วยกรดไฮโดรคลอริก หลังจากนำสารละลายกรดซัลฟิวริกมาสกัดด้วย D2EHPA ความเข้มข้น 0.10 โมลต่อลิตร ในตัวทำละลายเคโรซีน (Kerosene) นำสารละลายชั้นเคโรซีนมาสกัดกลับคืนด้วยกรดไฮโดรคลอริก ความเข้มข้น 7.00 โมลต่อลิตร จะได้สารละลายชั้นกรดไฮโดรคลอริก (Aqueous phase) ดังภาพ 14 จากนั้น กลั่นสารละลายชั้นกรดจะมีกากของแข็ง ซึ่งเป็นส่วนที่มีโลหะและเมื่อนำไปวิเคราะห์แล้ว พบว่า ยังมีธาตุของ คลอไรด์ เหล็กและออกซิเจน มากที่สุดโดยพบค่าเฉลี่ย (จากการวิเคราะห์ 3 ครั้ง) ร้อยละโดยน้ำหนัก (wt%) ของแต่ละธาตุเท่ากับ 40.51, 27.81, 22.12 ตามลำดับ ส่วนธาตุชนิดอื่น ๆ ที่พบนั้น แสดงดังภาพ 20 และตาราง 13



ภาพ 20 SEM/EDS สเปกตรัมของกากของแข็งที่เกิดขึ้นจากการสกัดกลับคืนด้วยกรดไฮโดรคลอริก

ตาราง 13 ชนิดของธาตุที่พบ ค่าต่ำสุด-สูงสุดและค่าเฉลี่ยของร้อยละโดยน้ำหนัก (wt%) ของกากของแข็งที่เกิดจากการสกัดกลับคืนด้วยกรดไฮโดรคลอริก

ลำดับที่	ธาตุ (Element)	ค่าต่ำสุด (wt%) (Minimum)	ค่าสูงสุด (wt%) (Maximum)	ค่าเฉลี่ย (wt%) ± SD (Mean)
1	ออกซิเจน	18.45	24.65	22.12 ± 2.68
2	ไฮโดรเจน	1.17	1.36	1.24 ± 0.08
3	แมกนีเซียม	0.64	1.06	0.91 ± 0.19
4	อะลูมิเนียม	1.09	1.16	1.11 ± 0.03
5	ซิลิกอน	0.69	0.88	0.80 ± 0.08
6	ฟอสฟอรัส	1.08	1.40	1.29 ± 0.15
7	กำมะถัน	1.19	1.48	1.35 ± 0.12
8	คลอไรด์	35.74	47.92	40.51 ± 5.31
9	อินเดียม	1.42	1.57	1.47 ± 0.07
10	โครเมียม	0.19	0.43	0.29 ± 0.10
11	เหล็ก	24.80	32.66	27.81 ± 3.46
12	สังกะสี	0.00	0.48	0.27 ± 0.20
13	ตะกั่ว	0.00	2.40	0.82 ± 1.16

จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM/EDS ของกากของแข็งในชั้นกรดไฮโดรคลอริกที่ได้จากการสกัดกลับคืน พบว่าสารประกอบส่วนใหญ่จะเป็นเกลือคลอไรด์และยังมีเกลือของซัลเฟตของโลหะเหลืออยู่ด้วย และในชั้นตอนนี้จะเห็นว่าพบปริมาณของธาตุอินเดียมสูงขึ้นด้วย (เฉลี่ย 1.47 wt%) และยังพบปริมาณของซิลิกอนและฟอสฟอรัสที่มีค่าลดลง

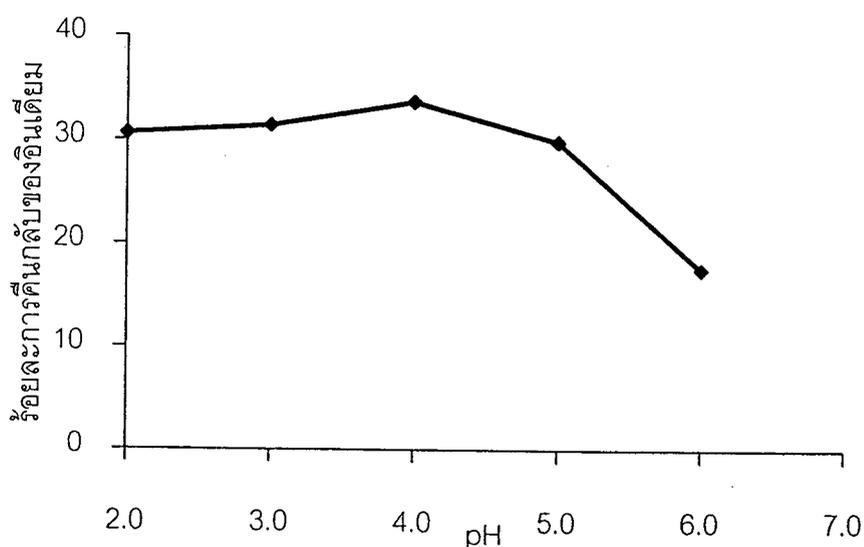
การหาสภาวะที่เหมาะสมของการสกัดด้วยตัวดูดซับของแข็ง

ผลของค่า pH ที่มีผลต่อการสกัดแยกอินทรีย์ไอออน

จากการศึกษาผลของ pH ที่ได้ทดลองกับตัวอย่างทั้งหมด 5 ตัวอย่าง ซึ่งมีวิธีการทดลองดังหัวข้อ 3.1 ผลการหาค่า pH ที่เหมาะสมในการสกัดอินทรีย์ไอออนโดยเทคนิคการสกัดด้วยตัวดูดซับของแข็งและหาปริมาณอินทรีย์ไอออนด้วยเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโกปี (AAS) ผลการทดลองแสดงดังตาราง 14 และภาพ 21

ตาราง 14 ผลการศึกษา pH ที่เหมาะสมของการสกัดด้วยตัวดูดซับของแข็ง จากการใช้สารละลายมาตรฐานอินทรีย์ไอออนความเข้มข้น 4.00 มิลลิกรัมต่อลิตร

ตัวอย่างที่	ค่า pH ของสารละลาย	ปริมาณอินทรีย์ไอออนที่ตรวจพบใน	
		สารละลายกรดไนตริก (มิลลิกรัมต่อลิตร)	ร้อยละการคืนกลับ
1	2.0	12.26	30.65
2	3.0	12.57	31.43
3	4.0	13.48	33.70
4	5.0	11.19	27.98
5	6.0	7.02	17.55



ภาพ 21 กราฟความสัมพันธ์ระหว่าง ค่า pH กับร้อยละการคืนกลับของอินทรีย์ไอออน

จากการศึกษาผลของค่า pH ที่มีต่อการสกัดแยกอินทรีย์ โดยได้ทำการปรับค่า pH ก่อนการสกัดแยกอินทรีย์ด้วยเทคนิคการสกัดด้วยตัวดูดซับของแข็ง ผลปรากฏว่า ค่าร้อยละของการสกัดกลับคืนของอินทรีย์สูงที่สุด เมื่อค่า pH เท่ากับ 4.0 และเมื่อค่า pH มากกว่า 4.0 ค่าร้อยละของการสกัดกลับคืนของอินทรีย์จะลดลง ดังนั้นค่า pH เท่ากับ 4.0 จึงเป็นค่าที่เหมาะสมในการสกัดแยกอินทรีย์ในงานวิจัยนี้ สรุปได้ว่าการสกัดแยกอินทรีย์ที่มีค่า pH ต่าง ๆ พบว่า pH ที่เหมาะสมอยู่ระหว่าง 3.5-4.0 ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยที่มีการศึกษาโดยการใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์ เป็นตัวดูดซับอินทรีย์ไอออนจากตัวอย่างธรรมชาติ [38] ซึ่งกลไกการดูดซับอินทรีย์เกิดจากการแลกเปลี่ยนไอออนระหว่างบริเวณพื้นที่ผิวสัมผัสของไททานเนียมไดออกไซด์ เมื่อค่า pH มีค่ามากกว่า 4.0 จะทำให้ In^{3+} รวมตัวกับ OH^- เกิดเป็นตะกอน $\text{In}(\text{OH})_3$ ทำให้รบกวนการทดลองในขั้นตอนการสกัดแยก ส่งผลต่อค่าร้อยละการคืนกลับของอินทรีย์ที่ลดลง แม้ว่าจะมีปริมาณการดูดซับที่สูงแต่อาจเกิดตะกอนของไฮดรอกไซด์ของโลหะที่ไม่สามารถละลายน้ำ [47]

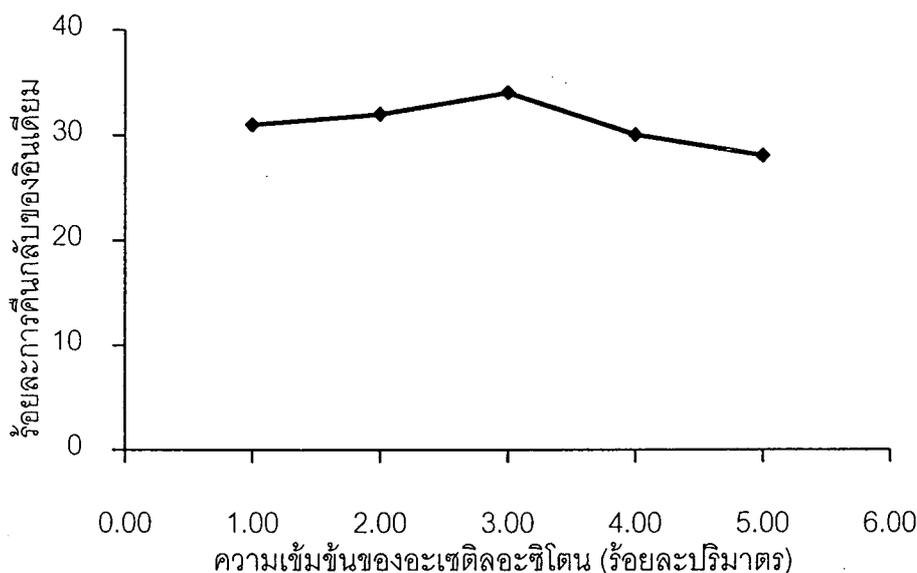
ผลของความเข้มข้นที่เหมาะสมของอะเซติลอะซิโตนในการสกัดแยกอินทรีย์

ในการศึกษาผลของความเข้มข้นของอะเซติลอะซิโตน ได้ทดลองกับตัวอย่างทั้งหมด 5 ตัวอย่าง ปรับค่า pH ของสารละลายเป็น 4.0 เติม CTAB ความเข้มข้นร้อยละ 0.20 โดยมวลต่อปริมาตร ปริมาตร 2.00 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรจนครบ 50 มิลลิลิตร โดยใช้น้ำปราศจากไอออน จากนั้นแยกอินทรีย์ด้วยเทคนิคการสกัดด้วยตัวดูดซับของแข็ง และวิเคราะห์ปริมาณอินทรีย์ด้วยเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์ปชันสเปกโทรสโกปี (AAS) ผลที่ได้แสดงดังตาราง 15 และภาพ 22

ตาราง 15 ปริมาณอินทรีย์ที่ตรวจพบ จากการใช้สารละลายมาตรฐานอินทรีย์

ความเข้มข้น 4.00 มิลลิกรัมต่อลิตร และสกัดด้วยเทคนิคการสกัดด้วยตัวดูดซับของแข็งที่ค่าความเข้มข้นของอะเซติลอะซิโตนต่าง ๆ กัน

ตัวอย่างที่	ความเข้มข้นร้อยละโดยปริมาตรของอะเซติลอะซิโตน	ปริมาณอินทรีย์ที่ตรวจพบในสารละลายกรดไนตริก (มิลลิกรัมต่อลิตร)	ร้อยละการคืนกลับ
1	1.00	12.43	31
2	2.00	12.94	32
3	3.00	13.48	34
4	4.00	12.00	30
5	5.00	11.26	28



ภาพ 22 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้มข้นของอะเซทิลอะซีโตนกับร้อยละการคืนกลับของอินเดียม

จากการศึกษาความเข้มข้นของอะเซทิลอะซีโตนที่ความเข้มข้นร้อยละ 1.00, 2.00, 3.00, 4.00 และ 5.00 โดยปริมาตร ตามลำดับ ทำการปรับค่า pH ของสารละลายให้เท่ากับ 4.0 พบว่าที่ความเข้มข้นร้อยละ 3.00 โดยปริมาตร เป็นความเข้มข้นที่เหมาะสมที่เติมลงไปในการละลายที่มีอินเดียมไอออนเข้มข้น 4.00 มิลลิกรัมต่อลิตรและ CTAB มีความเข้มข้นร้อยละ 0.20 โดยมวลต่อปริมาตร ผลการทดลองสามารถตรวจพบปริมาณอินเดียมไอออนได้มากที่สุด แต่เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของอะเซทิลอะซีโตนมากขึ้นเรื่อยๆ พบว่าปริมาณอินเดียมไอออนเริ่มมีค่าร้อยละการคืนกลับที่ลดลง จากผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าความเข้มข้นของอะเซทิลอะซีโตนมีผลต่อการหาปริมาณอินเดียมไอออน

อะเซทิลอะซีโตนเป็นสารคอมเพลกซ์ซิงเอเจนต์ (Complexing agents) มีผลต่อสมดุลของการแลกเปลี่ยนไอออน เพราะทำหน้าที่เป็นเบสของลิวอิส (Lewis base) จะถูกโปรตอนเนต (Protonate) และอยู่ในสภาพที่แลกเปลี่ยนไอออนได้ดี เมื่อมีค่า pH ที่ต่ำ ๆ อย่างไรก็ตาม เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของอะเซทิลอะซีโตน จะมีผลทำให้ค่า pH ของสารละลายสูงขึ้น ส่งผลให้ความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอออนมีค่าลดลง ไฮดรอกไซด์ไอออนเกิดการตกตะกอนในรูปของแข็งไฮดรอกไซด์ ส่งผลให้การดูดติดผิวกับไททาเนียมไดออกไซด์ลดน้อยลง ทำให้ประสิทธิภาพในการดูดติดผิวบนตัวดูดซับที่ได้จากการทดลองคลาดเคลื่อนไป และค่า pH มีอิทธิพลต่อการแตกตัวของไอออนและค่าการละลายของสารละลายต่าง ๆ โดยทั่วไปแล้วการดูดจับโลหะหนักจะมีค่าเพิ่มขึ้น

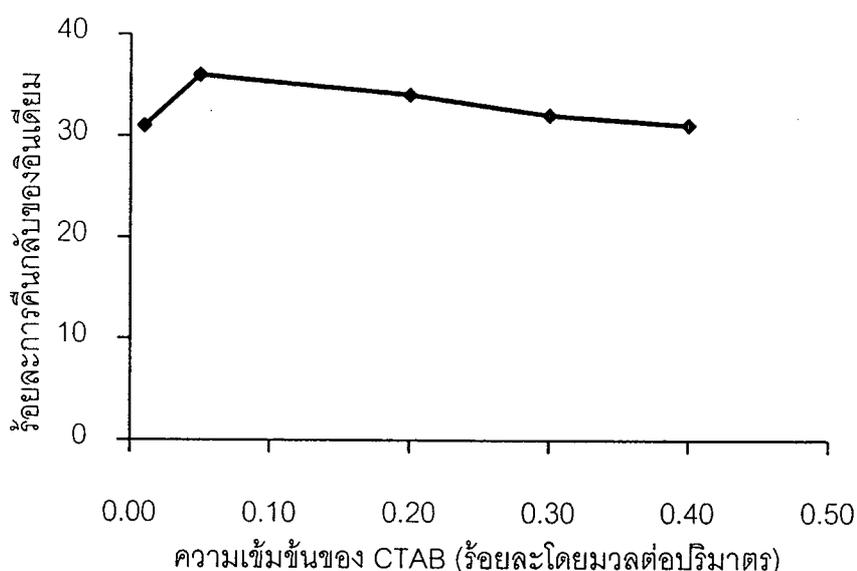
เมื่อ pH ของสารละลายมีค่าลดลง [45] ดังนั้น จึงพิจารณาเลือกค่าความเข้มข้นของอะเซทิลอะซิโตน ร้อยละ 3.00 โดยปริมาตรสำหรับใช้ในการทดลองขั้นตอนต่อไป

ความเข้มข้นที่เหมาะสมของ *N*-Cetyl-*N,N,N*-trimethylammoniumbromide (CTAB) ในการสกัดแยกอินดิเคียมไอออน

ในการศึกษาผลของความเข้มข้นของ CTAB ได้ปรับค่า pH ของสารละลายเป็น 4.0 ใช้อะเซทิลอะซิโตนมีความเข้มข้นร้อยละ 3.00 โดยปริมาตร และใช้ CTAB มีความเข้มข้นร้อยละ 0.01-0.40 โดยปริมาตร ตามลำดับ ปริมาตร 2.00 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรจนครบ 100 มิลลิลิตร โดยใช้น้ำปราศจากไอออน จากนั้นนำไปแยกอินดิเคียมด้วยเทคนิคการสกัดด้วยตัวดูดซับของแข็ง และวิเคราะห์หาปริมาณอินดิเคียมด้วยเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโกปี (AAS) ผลการทดลองแสดงดังตาราง 16 และภาพ 23

ตาราง 16 ปริมาณอินดิเคียมที่ตรวจพบ จากการใช้สารละลายมาตรฐานอินดิเคียม ความเข้มข้น 4.00 มิลลิกรัมต่อลิตร และสกัดด้วยเทคนิคการสกัด ด้วยตัวดูดซับของแข็ง ที่ค่าความเข้มข้นของ CTAB ต่าง ๆ กัน

ตัวอย่างที่	ความเข้มข้นร้อยละโดยมวล ต่อปริมาตรของ CTAB	ปริมาณอินดิเคียมที่ตรวจพบใน สารละลายกรดไนตริก (มิลลิกรัมต่อลิตร)	ร้อยละ การคืนกลับ
1	0.01	12.12	30
2	0.05	14.20	36
3	0.20	13.48	34
4	0.30	12.84	32
5	0.40	12.35	31



ภาพ 23 กราฟความสัมพันธ์ระหว่าง ค่าความเข้มข้นของ CTAB กับร้อยละการคืนกลับของอินเดียม

จากภาพ 23 กราฟแสดงค่าร้อยละการคืนกลับของสารละลายที่มีค่าความเข้มข้นของ CTAB ที่แตกต่างกัน เนื่องจากพื้นผิวของไททาเนียมไดออกไซด์ในสภาวะที่ค่า pH เท่ากับ 4.0 จะเป็นประจุลบ [47] จึงเลือกใช้สารลดแรงตึงผิวชนิดประจุบวก (Cationic surfactant) เพื่อให้อินเดียมไอออนยึดเกาะที่ผิวของไททาเนียมไดออกไซด์ได้ โดยคาดว่าจะมีส่วนโซ่ตรงของ CTAB จะล้อมรอบโมเลกุล $[\text{In}(\text{acac})_3]$ ซึ่งแสดงดังรูป 9 จากผลการทดลอง พบว่าความเข้มข้นที่เหมาะสมของ CTAB ที่ร้อยละ 0.01-0.05 โดยมวลต่อปริมาตร เริ่มมีการเปลี่ยนแปลง และมีค่าร้อยละการคืนกลับเพิ่มสูงขึ้นอย่างรวดเร็ว หลังจากนั้นที่ความเข้มข้นร้อยละ 0.20-0.40 โดยมวลต่อปริมาตร มีค่าลดลงเรื่อย ๆ และเกิดการเปลี่ยนแปลงของค่าร้อยละการกลับคืนเพียงเล็กน้อย ดังนั้นจากผลการทดลองหาความเข้มข้นที่เหมาะสมของ CTAB จึงเลือกใช้ที่ความเข้มข้นร้อยละ 0.05 โดยมวลต่อปริมาตร เพื่อนำไปใช้ในการหาสภาวะที่เหมาะสมต่อไป

การศึกษาชนิดของตัวชะ (Eluent) ที่เหมาะสมในการสกัดแยกอินเดียม

จากผลการศึกษาทำให้ทราบถึงชนิดของตัวชะที่เหมาะสมในการชะอินเดียมไอออนออกจากตัวดูดซับ โดยสารละลายกรดที่นำมาศึกษาได้แก่ กรดไนตริกและกรดไฮโดรคลอริก ซึ่งมีความสามารถในการเกิดสารประกอบกับโลหะที่ถูกชะออกมาจากตัวดูดซับได้ ทั้งนี้จะใช้ความเข้มข้นของตัวชะทั้งสองชนิด 4.00 โมลต่อลิตร ซึ่งผลการศึกษแสดงถึงร้อยละการคืนกลับของปริมาณอินเดียมไอออนด้วยเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโกปี (AAS) ดังตาราง 17

ตาราง 17 ปริมาณอินเดียมที่ตรวจพบ จากการศึกษานินทรีย์ของตัวชะ (Eluent) โดยให้
ความเข้มข้นของตัวชะที่ 4.00 โมลต่อลิตร ปริมาตร 5 มิลลิลิตร

ตัวอย่างที่	ชนิดของกรดที่ใช้เป็นตัวชะ (Eluent)	ปริมาณอินเดียมที่ตรวจพบใน สารละลายกรด (มิลลิกรัมต่อลิตร)	ร้อยละ การคืนกลับ
1	กรดไนตริก	12.12	36
2	กรดไฮโดรคลอริก	12.35	25

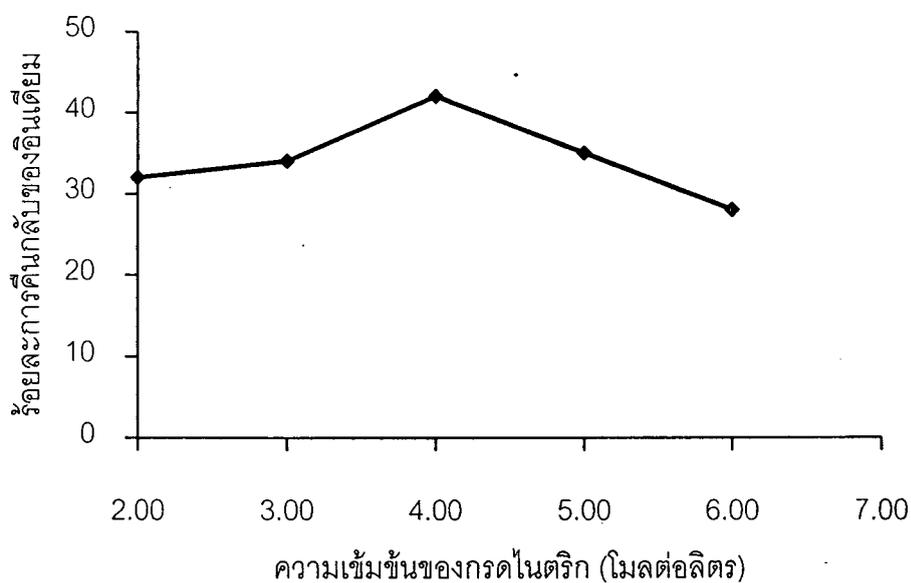
ผลของตัวชะที่มีผลต่อค่าร้อยละการคืนกลับของปริมาณอินเดียมไอออน พบว่าค่าร้อยละการคืนกลับของปริมาณอินเดียมไอออนที่ชะด้วยกรดไนตริกที่มีความเข้มข้น 4.00 โมลต่อลิตร ที่ชะออกจากผิวของไททานเนียมไดออกไซด์ มีค่าร้อยละการคืนกลับมากกว่าการชะด้วยกรดไฮโดรคลอริกที่มีความเข้มข้นเดียวกัน จากผลการศึกษาแสดงให้เห็นว่าอินเดียมไอออนสามารถชะออกจากตัวดูดซับได้ดีในสารละลายกรดไนตริก เนื่องจากไอออนของโลหะส่วนใหญ่สามารถเกิดสารประกอบได้ง่ายในสารละลายกรดที่มีความเข้มข้นสูง และมักพบว่าส่วนใหญ่จะอยู่ในรูปของเกลือในเตรตและยังสามารถพิจารณาได้จากความแรงของกรดและเบส พบว่า ไนเตรตไอออนมีความแรงที่จะแย่งจับกับไอออนของโลหะได้ดีกว่าคลอไรด์ไอออน ทำให้การชะไอออนของอินเดียมออกจากตัวดูดซับด้วยสารละลายกรดไนตริก จึงเหมาะสมที่สุดในการนำมาใช้เป็นตัวชะในการหาปริมาณอินเดียมไอออนออกจากผิวของไททานเนียมไดออกไซด์ในการทดลองขั้นต่อไป

ผลของความเข้มข้นของกรดไนตริกที่มีผลต่อการสกัดแยกอินเดียมไอออน

จากศึกษานินทรีย์ของตัวชะออกจากผิวของไททานเนียมไดออกไซด์ด้วยกรดชนิดต่าง ๆ พบว่าสารละลายกรดไนตริกเป็นตัวชะอินเดียมไอออนที่เหมาะสม ลำดับต่อมาจึงศึกษาเพื่อหาความเข้มข้นของกรดไนตริกที่มีผลต่อการสกัดแยกอินเดียมไอออนออกจากผิวของไททานเนียมไดออกไซด์ ปรับค่า pH เป็น 4.0 ด้วยสารละลายบัฟเฟอร์ ใช้ความเข้มข้นของตัวชะ 2.00-6.00 โมลต่อลิตร ตามลำดับ ปริมาตร 2.00 มิลลิลิตร ชะของแข็งที่ได้จากการทดลอง จากนั้นนำสารละลายที่ชะออกจากผิวของไททานเนียมไดออกไซด์เทลงในขวดปรับปริมาตร ปรับปริมาตรให้เป็น 5 มิลลิลิตร โดยใช้น้ำปราศจากไอออน จากนั้นนำไปวิเคราะห์หาปริมาณอินเดียมไอออนด้วยเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรสโกปี (AAS) ผลที่ได้แสดงดังตาราง 18 และภาพ 24

ตาราง 18 ปริมาณอินเดียมที่ตรวจพบ จากการศึกษาความเข้มข้นของกรดไนตริกที่ใช้เป็น ตัวชี้วัดค่าความเข้มข้นต่าง ๆ กัน

ตัวอย่างที่	ความเข้มข้นกรดไนตริก (โมลต่อลิตร)	ปริมาณอินเดียมที่ตรวจพบใน สารละลายกรดไนตริก (มิลลิกรัมต่อลิตร)	ร้อยละ การคืนกลับ
1	2.00	12.85	32
2	3.00	13.54	34
3	4.00	16.95	42
4	5.00	13.95	35
5	6.00	11.24	28



ภาพ 24 ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของกรดไนตริก (โมลต่อลิตร) กับค่าร้อยละการคืนกลับของอินเดียม

จากภาพ 24 พบว่าค่าร้อยละการคืนกลับของปริมาณอินเดียมไอออนที่ความเข้มข้นของกรดไนตริก 2.00-4.00 โมลต่อลิตร ปริมาตร 5 มิลลิลิตร มีค่าร้อยละการคืนกลับเพิ่มขึ้น จนมีค่าร้อยละการคืนกลับคืนสูงสุด เมื่อใช้กรดไนตริกเข้มข้น 4.00 โมลต่อลิตร จากนั้นที่ความเข้มข้นของกรดไนตริก 5.00-6.00 โมลต่อลิตร จะมีค่าร้อยละการคืนกลับคืนลดลงอย่างต่อเนื่อง เพราะเมื่อความเข้มข้น

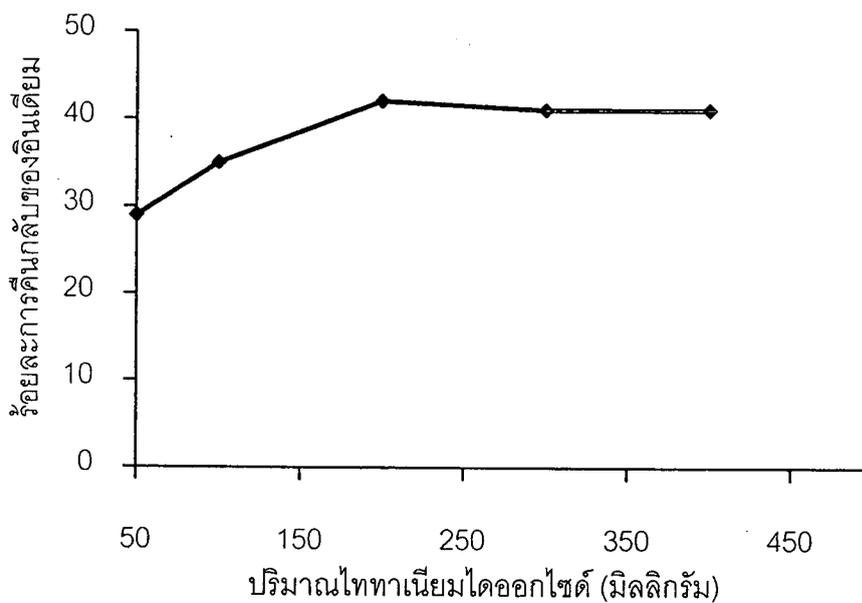
ของกรดไนตริกเพิ่มขึ้นทำให้ค่า pH เกิดการเปลี่ยนแปลงไป ส่งผลให้การจับกับอินเดียมไอออนที่ชะออกจากผิวของไททาเนียมไดออกไซด์เกิดขึ้นเพียงเล็กน้อยหรือลดต่ำลง [47] เนื่องจากที่สภาวะที่เป็นกรดสูง ๆ สารละลายจะมีโปรตอน (H^+) เหลืออยู่จำนวนมาก ทำให้การเกิดสารประกอบเชิงซ้อนของโลหะมีประสิทธิภาพลดลง มีผลต่อสมดุลของการสกัดแยกอินเดียมไอออน ดังนั้นความเข้มข้นที่เหมาะสมของกรดไนตริกที่ใช้เป็นตัวชะหาปริมาณอินเดียมไอออน จึงเลือกใช้ที่ความเข้มข้น 4.00 โมลต่อลิตร

การศึกษาปริมาณไททาเนียมไดออกไซด์ ที่มีผลต่อการหาปริมาณอินเดียมไอออน

ปริมาณของไททาเนียมไดออกไซด์เป็นปัจจัยหนึ่งที่มีอิทธิพลต่อประสิทธิภาพในการแลกเปลี่ยนไอออนกันระหว่างอินเดียมไอออนกับไฮดรอกไซด์ไอออนที่อยู่บนผิวของไททาเนียมไดออกไซด์ เนื่องจากปริมาณไททาเนียมไดออกไซด์นั้นจะสัมพันธ์กับปริมาณและความเข้มข้นของไอออนที่อยู่ในสารละลาย การศึกษาผลของปริมาณของไททาเนียมไดออกไซด์ต่อประสิทธิภาพการจับกับอินเดียมไอออน ทำให้ทราบถึงปริมาณไททาเนียมไดออกไซด์ที่เหมาะสม เพื่อใช้ในการจับอินเดียมไอออนออกจากสารละลาย โดยผลการศึกษาปริมาณของไททาเนียมไดออกไซด์ที่เหมาะสม แสดงดังตาราง 19 และภาพ 25

ตาราง 19 ปริมาณอินเดียมที่ตรวจพบ เมื่อมีไททาเนียมไดออกไซด์เป็นตัวดูดซับ
ในปริมาณต่างกัน

ตัวอย่างที่	ปริมาณไททาเนียมไดออกไซด์ (มิลลิกรัม)	ปริมาณอินเดียมที่ตรวจพบ ในสารละลายกรดไนตริก (มิลลิกรัมต่อลิตร)	ร้อยละ การคืนกลับ
1	50	11.45	29
2	100	13.81	35
3	200	16.95	42
4	300	16.47	41
5	400	16.34	41



ภาพ 25 ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณไททาเนียมไดออกไซด์ (มิลลิกรัม) กับค่าร้อยละการคืนกลับของอินเดียม

ภาพ 25 แสดงปริมาณไททาเนียมไดออกไซด์ที่ใช้ในการดูดซับอินเดียมไอออนโดยควบคุมสภาวะอื่น ๆ ให้คงที่ จากการศึกษาพบว่าเมื่อปริมาณไททาเนียมไดออกไซด์เพิ่มขึ้นในช่วง 50-200 มิลลิกรัม ค่าร้อยละการคืนกลับของอินเดียมเพิ่มมากขึ้นเรื่อยๆ เนื่องจากการเพิ่มปริมาณไททาเนียมไดออกไซด์จะเป็นการเพิ่มปริมาณและความเข้มข้นของหมู่ไฮดรอกไซด์ไอออน ซึ่งเป็นหมู่ที่ใช้ในการแลกเปลี่ยนไอออนกับอินเดียมไอออนที่อยู่ในสารละลาย ปริมาณไททาเนียมไดออกไซด์ที่เพิ่มขึ้นมีโอกาสทำให้ไฮดรอกไซด์ไอออนจับกับอินเดียมไอออนได้มากขึ้นและปริมาณของหมู่แลกเปลี่ยนไอออนมากขึ้น ส่งผลให้ค่าร้อยละการคืนกลับเพิ่มมากขึ้น

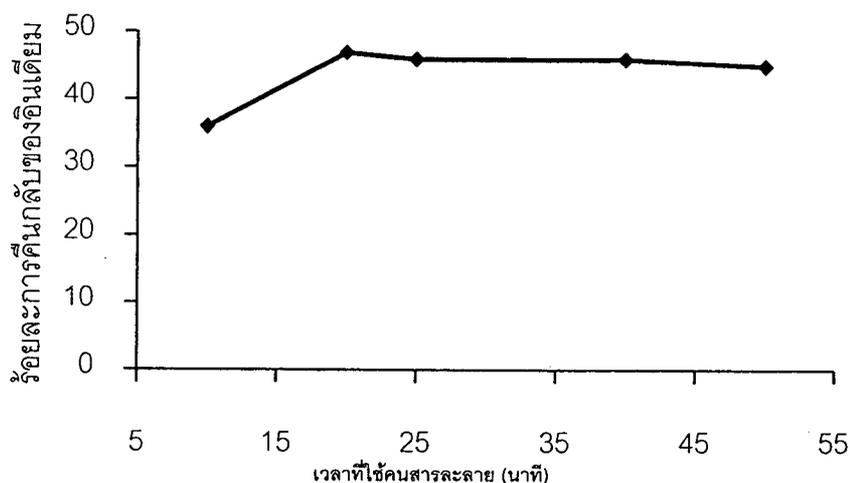
ในงานวิจัยนี้ มีการเพิ่มปริมาณของไททาเนียมไดออกไซด์จนถึง 200 มิลลิกรัม พบค่าร้อยละการคืนกลับของอินเดียมเพิ่มขึ้นไปด้วย จนในที่สุดค่าร้อยละการคืนกลับจะเริ่มคงที่ เมื่อเพิ่มปริมาณไททาเนียมไดออกไซด์มากกว่า 200 มิลลิกรัม พบว่าปริมาณอินเดียมที่ตรวจพบมีค่าลดลงและไม่ค่อยเกิดการเปลี่ยนแปลง เพราะในการทดลองนั้นปริมาณไททาเนียมไดออกไซด์ที่เพิ่มมากขึ้นมีผลต่อค่า pH ของสารละลายอินเดียมไอออน เมื่อค่า pH สูงขึ้นจะทำให้ประจุบนพื้นผิวของไททาเนียมไดออกไซด์เกิดการเปลี่ยนแปลงไป ทำให้ประสิทธิภาพของการดูดซับอินเดียมไอออนมีค่าลดต่ำลงและที่ pH ที่สูงขึ้นอาจทำให้สารละลายเกิดการตกตะกอน เมื่อไอออนของโลหะหนักเกิดการตกตะกอน อาจไม่ถูกดูดซับลงบนพื้นผิวของไททาเนียมไดออกไซด์ [48]

การศึกษาเวลาที่ใช้ในการคนสารละลายที่เหมาะสม ในการสกัดแยกอินเดียม

การศึกษาผลของเวลาต่อประสิทธิภาพการจับอินเดียมไอออน ทำให้เราทราบถึงระยะเวลาที่เหมาะสมในการดูดจับอินเดียมไอออนของบนบริเวณพื้นที่ผิวของไททาเนียมไดออกไซด์ ซึ่งประสิทธิภาพในการดูดจับอินเดียมไอออนนั้น จะใช้เวลามากหรือน้อยขึ้นอยู่กับขนาดของไททาเนียมไดออกไซด์ ชนิดของโลหะหนักและสภาวะต่าง ๆ ในระหว่างการทดลอง ซึ่งการทดลองนี้สามารถนำไปประยุกต์ใช้ได้จริง ผลการศึกษาเวลาที่ใช้คนสารละลายที่เหมาะสม แสดงดังตาราง 20 และภาพ 26

ตาราง 20 ปริมาณอินเดียมที่ตรวจพบ จากการศึกษเวลาที่ใช้ในการคนสารละลาย ที่ต่าง ๆ กัน

ตัวอย่างที่	เวลาที่ใช้คนสารละลาย (นาที)	ปริมาณอินเดียมที่ตรวจพบในสารละลายกรดไนตริก (มิลลิกรัมต่อลิตร)	ร้อยละการคืนกลับ
1	10	14.42	36
2	20	18.70	47
3	25	18.49	46
4	40	18.37	46
5	50	18.10	45



ภาพ 26 ความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการคนสารละลาย กับ ค่าร้อยละการคืนกลับของอินเดียมที่พบ

จากภาพ 26 แสดงการหาเวลาที่ใช้ในการคนสารละลายที่เหมาะสมที่มีผลต่อประสิทธิภาพการดูดซับอินเดียมไอออนที่เวลาในการคนสารละลายที่ต่าง ๆ กัน พบว่าในช่วง 20 นาทีแรกร้อยละของการคืนกลับของอินเดียมจะเพิ่มขึ้นและสูงสุดที่เวลาการใช้คนสารละลาย 20 นาที เมื่อเวลาที่ใช้คนสารละลายเพิ่มมากขึ้นเกิน 20 นาที พบว่ามีอัตราการเพิ่มขึ้นของร้อยละการคืนกลับของอินเดียม น้อยมากจนเกือบคงที่จนไม่ค่อยมีความแตกต่าง เพราะในกระบวนการสกัดด้วยตัวดูดซับของแข็ง จะเกิดการถ่ายเทมวลระหว่างสารละลายกับบริเวณพื้นที่ผิวสัมผัส จึงจำเป็นต้องสร้างสภาวะที่มีพื้นที่ผิวสัมผัสเพื่อให้เกิดการถ่ายเทมวลได้มากที่สุด ดังนั้นในการศึกษาจึงต้องการเพิ่มพื้นที่ผิวสัมผัสระหว่างสารละลายกับบริเวณผิวสัมผัสของตัวดูดซับด้วยการเพิ่มเวลาในการคนสารละลาย [48] ในงานวิจัยนี้จึงเลือกใช้เวลาในการคนสารละลายที่ 20 นาที เป็นเวลาที่เหมาะสมและเพียงพอ การศึกษาผลของเวลาที่ใช้คนสารละลายสามารถนำมาประยุกต์ใช้ได้จริง คือ ถ้าใช้เวลาในการดูดซับอินเดียมไอออนน้อย จะทำให้ไอออนอินเดียมหลงเหลืออยู่ในสารละลายมาก แต่ถ้าใช้เวลามากไปจะเป็นการสิ้นเปลืองเวลาและเป็นการสิ้นเปลืองค่าใช้จ่ายในการดำเนินงาน

การหาปริมาณอินเดียมในแค้จาโรไซด์ โดยการย่อยด้วยกรดซัลฟิวริกและใช้อะเซติลอะซิโตนร่วมกับไทเทเนียมไดออกไซด์

จากการหาสภาวะที่เหมาะสมจึงนำผลมาใช้กับแค้จาโรไซด์ ด้วยวิธีการเติมสารละลายมาตรฐานอินเดียมที่ความเข้มข้นต่าง ๆ กัน (Standard addition method) แต่เติมในปริมาตรที่เท่ากันลงในตัวอย่างแค้จาโรไซด์ โดยจะชะย่อยแค้จาโรไซด์ 2.000 กรัม ด้วยกรดซัลฟิวริก ความเข้มข้น 5.00 โมลต่อลิตร ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ใช้เวลาในการชะย่อยแค้จาโรไซด์ 4 ชั่วโมง นำสารละลายที่ผ่านการกรองด้วย sintered glass เบอร์ 3.3 (ROBU Glasfilter-Gerate GmbH, Germany) ทำการปรับค่า pH ด้วยสารละลายบัฟเฟอร์ที่มีค่า pH 4.0 ปริมาตร 2 มิลลิลิตร จากนั้นเติมอะเซติลอะซิโตนเข้มข้นร้อยละ 3.00 โดยปริมาตร ปริมาตร 2 มิลลิลิตร และ CTAB เข้มข้นร้อยละ 0.05 โดยมวลต่อปริมาตร ปริมาตร 2 มิลลิลิตร โดยให้อุณหภูมิประมาณ 50 องศาเซลเซียส จากนั้นชั่งไททาเนียมไดออกไซด์ 200 มิลลิกรัมใส่ลงบีกเกอร์ คนสารละลายด้วยแท่งคนแม่เหล็ก (Magnetic bar) ใช้เวลา 20 นาที

เมื่อคนสารละลายเสร็จ นำสารละลายที่ได้นำไปทำให้ตกตะกอนโดยใช้คลื่นเสียงที่มีความถี่สูง (Ultrasonic) เป็นเวลา 5 นาที และตั้งทิ้งไว้ประมาณ 5 นาที จากนั้นนำสารละลายที่ได้ไปหมุนเหวี่ยงด้วยเครื่องเซนตริฟิวจ์ โดยใช้อัตราเร็วในการหมุนเหวี่ยง 3000 rpm เป็นเวลา 10 นาที จะได้ชั้นสารละลาย (Aqueous phase) และชั้นของแข็ง (Solid phase) จากนั้นนำชั้นของแข็ง (Solid phase) ชะด้วยกรดไนตริกความเข้มข้น 4.00 โมลต่อลิตร ปริมาตร 5.00 มิลลิลิตร ทำซ้ำจำนวน 3 ครั้ง

นำสารละลายที่ได้ไปตรวจวัดด้วยเทคนิค AAS ซึ่งผลการทดลองนี้จะทำการศึกษาเพียงร้อยละ การคืนกลับของการหาปริมาณอินเดียมในเค็จจาโรไซด์ด้วยเทคนิคการสกัดด้วยตัวดูดซับของแข็ง ด้วยวิธีการเติมสารละลายมาตรฐานอินเดียมที่ความเข้มข้นต่าง ๆ กัน (Standard addition method) เนื่องจากใช้สภาวะในการชะยอยเค็จจาโรไซด์เหมือนกัน จึงแสดงผลการศึกษาหาค่าของ ร้อยละการคืนกลับของปริมาณอินเดียมในตัวอย่างเค็จจาโรไซด์แสดงดังตาราง 21

ตาราง 21 ผลการสกัดแยกอินเดียมจากเค็จจาโรไซด์ โดยใช้อะเซติลอะซิโตนร่วมกับ ไทเทเนียมไดออกไซด์

ตัวอย่างที่	เค็จจาโรไซด์ที่ ใช้ (กรัม)	อินเดียม (มิลลิกรัมต่อลิตร)		อินเดียมในเค็จจาโรไซด์		ร้อยละ การคืนกลับ
		ก่อนสกัด	หลังสกัด	ร้อยละโดย น้ำหนัก	กรัมต่อตัน	
1	2.0006	3.2500	0.3340	8.3475×10^{-5}	0.83	10.28
2	2.0003	3.2727	0.3045	7.6110×10^{-5}	0.76	9.30
3	2.0002	3.2576	0.3636	9.0891×10^{-5}	0.91	11.16
เฉลี่ย	2.0004	3.2601	0.3340	4.1767×10^{-4}	3.94	10.24

หมายเหตุ: *ข้อมูลปริมาณอินเดียมก่อนย่อยและหลังย่อยจากภาคผนวก ก.

จากการทดลองวิเคราะห์หาปริมาณอินเดียมในตัวอย่างเค็จจาโรไซด์ โดยทดลองซ้ำ 3 ครั้ง ผลปรากฏว่าปริมาณอินเดียมไอออนที่ตรวจพบด้วยเทคนิค AAS มีค่าร้อยละการคืนกลับเท่ากับ 9, 10 และ 11 ตามลำดับ

จากการทดลองซ้ำ 3 ครั้งในตัวอย่างเค็จจาโรไซด์ด้วยเทคนิคการสกัดด้วยตัวดูดซับของแข็ง ผลปรากฏว่าพบปริมาณอินเดียมน้อยมาก เนื่องจากปริมาณอินเดียมไอออนในตัวอย่างเค็จจาโรไซด์ที่ดูดซับลงบนพื้นผิวของไททาเนียมไดออกไซด์ได้น้อย อาจเกิดจากขั้นตอนการชะเอาปริมาณอินเดียมไอออนออกจากตัวดูดซับนั้นไม่สามารถชะออกมาได้หมด เมื่อเปรียบเทียบค่าร้อยละการคืนกลับของอินเดียมระหว่างเทคนิคการสกัดด้วยตัวทำละลายและเทคนิคการสกัดด้วยตัวดูดซับของแข็ง พบว่าค่าร้อยละการคืนกลับของอินเดียมที่สกัดแยกด้วยเทคนิคการสกัดด้วยตัวทำละลาย มีค่าร้อยละการคืนกลับที่สูงกว่าเทคนิคการสกัดด้วยตัวดูดซับของแข็ง

ประมาณการต้นทุนสารเคมีในการสกัดแยกอินเดียม

ในการศึกษาความเป็นไปได้ในการลงทุนของการสกัดแยกอินเดียมออกจากตัวอย่างแค้กจาโรไซต์ที่ได้มาจาก บริษัท ผาแดง อินดัสทรี จำกัด (มหาชน) อำเภอเมือง จังหวัดตาก โดยศึกษาเปรียบเทียบกระบวนการสกัดแยกโลหะอินเดียมออกจากแค้กจาโรไซต์ 2 วิธีคือ 1) การใช้ Di-(2-ethylhexyl)phosphate (D2EHPA) ในตัวทำละลายเคโรซีน และ 2) การใช้อะเซติลอะซิโตน ร่วมกับไทเทเนียมไดออกไซด์เพื่อนำมาใช้เป็นตัวดูดซับอินเดียมไอออน ในขั้นตอนการวิเคราะห์ จำเป็นต้องใช้เวลาและเงินทุนในการดำเนินงานต่าง ๆ ซึ่งส่งผลต่อต้นทุนในการวิเคราะห์ ดังนั้นการพัฒนาเทคนิคการสกัดแยกอินเดียมเพื่อนำไปใช้งานจริง จำเป็นต้องคำนึงถึงเรื่องความเหมาะสมกับงานและความคุ้มค่าในด้านประสิทธิภาพการใช้งานเมื่อเทียบกับต้นทุนการผลิต โดยเทคนิคที่จะนำไปประยุกต์ใช้ได้จริงจะต้องไม่มีความซับซ้อน มีต้นทุนการในการวิเคราะห์ที่ต่ำ และประหยัดเวลาแต่ได้ปริมาณของอินเดียมไอออนที่สูง ค่าร้อยละการคืนกลับที่เพิ่มมากขึ้น และกระบวนการสกัดแยกจะต้องส่งผลกระทบต่อมนุษย์และสิ่งแวดล้อมให้น้อยที่สุดอีกด้วย จากผลการทดลองที่ทำการศึกษา จึงเปรียบเทียบต้นทุนสารเคมีของการสกัดแยกอินเดียมไอออนออกจากตัวอย่างแค้กจาโรไซต์ ซึ่งแสดงดังตาราง 22 และ ตาราง 23

ตาราง 22 ต้นทุนสารเคมีการสกัดแยกอินเดียมไอออนด้วยเทคนิคการสกัดตัวทำละลาย

สารเคมี	ความเข้มข้นที่ใช้ โมลต่อลิตร	ปริมาณที่ใช้ (มิลลิลิตร)ต่อ แค้กจาโรไซต์ 2.xxxx กรัม	ต้นทุนต่อแค้กจาโรไซต์ 2.xxxx กรัม (บาท)
กรดซัลฟิวริก	5.00	50.00	2.20
แอมโมเนียม ไฮดรอกไซด์	7.00	45.00	10.82
D2EHPA	0.10	60.00	76.32
Kerosene	-	58.00	65.40
กรดไฮโดรคลอริก	7.00	45.00	5.21
		รวมค่าใช้จ่ายทั้งสิ้น	159.95

ถ้าพิจารณาถึงต้นทุนของสารเคมีที่ใช้จากตาราง 22 จะพบว่าต้นทุนในการวิเคราะห์ส่วนใหญ่มาจากขั้นตอนการสกัดในชั้นสารละลายอินทรีย์ (Organic phase) เนื่องจากเป็นขั้นตอนที่ใช้ปริมาณของสารเคมีเป็นจำนวนมาก ดังนั้นถ้าสามารถนำตัวทำละลายเคโรซีนจากขั้นตอนการสกัดด้วย D2EHPA มากล้นให้บริสุทธิ์ก่อนและนำไปใช้ซ้ำในครั้งต่อ ๆ ไป ต้นทุนด้านสารเคมีในขั้นตอนการสกัดในครั้งต่อ ๆ ไป จะเหลือเพียงต้นทุนของตัวสกัด (D2EHPA) เท่านั้น ทำให้ต้นทุนสารเคมีเฉลี่ยต่อครั้งจะลดลงอีกด้วย

ตาราง 23 ต้นทุนสารเคมีการสกัดแยกอินเดียมไอออนด้วยเทคนิคการสกัดด้วยตัวดูดซับของแข็ง

สารเคมี	ความเข้มข้นที่ใช้			ปริมาณที่ใช้ต่อ		รวมต้นทุนต่อ เค็กจาโรไซด์ 2. xxxx กรัม (บาท)
	โมลต่อ ลิตร	% (v/v)	% (w/v)	เค็กจาโรไซด์ 2. xxxx กรัม		
				มิลลิลิตร	กรัม	
กรดซัลฟิวริก	5.00	-	-	50.00	-	2.20
บัฟเฟอร์ pH 4.0	-	-	-	2.00	-	0.68
acacH	-	3.00	-	2.00	-	0.17
TiO ₂	-	-	-	-	0.2	69.23
CTAB	-	-	0.05	2.00	-	4.41
กรดไนตริก	4.00	-	-	5.00	-	0.36
รวมค่าใช้จ่ายทั้งสิ้น						77.05

เมื่อพิจารณาเฉพาะต้นทุนสารเคมี จากตาราง 23 จะแบ่งต้นทุนเป็นสองส่วน คือ ส่วนของการสังเคราะห์ไททาเนียมไดออกไซด์ และอีกส่วนคือสารเคมีที่ใช้เพื่อทำให้ไอออนของอินเดียมเกิดสารประกอบเชิงซ้อนกับอะเซติลอะซิโตน จากผลการศึกษาด้านต้นทุนของสารเคมีส่วนใหญ่จะมาจากขั้นตอนการการสังเคราะห์ไททาเนียมไดออกไซด์ เนื่องจากสร้างตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์มีราคาค่อนข้างสูง อย่างไรก็ตามไททาเนียมไดออกไซด์ถ้าสามารถเปลี่ยนมาใช้เป็นเกรดที่มีอยู่ตามท้องตลาดจะสามารถช่วยลดต้นทุนในการสกัดแยกได้และเทคนิคนี้ยังสามารถลดเวลาในการสกัดแยกและลดต้นทุนสารเคมี นอกจากนี้ตัวดูดซับที่สังเคราะห์ขึ้นมาได้นั้นถ้าสามารถนำกลับมาใช้อีกยังสามารถลดต้นทุนการสกัดแยกอินเดียมได้อีกด้วย [48]

ดังนั้นในงานวิจัยนี้ กระบวนการสกัดแยกอินทรีย์ไฮออนโดยใช้เทคนิคการสกัดด้วยตัวทำละลาย จะมีต้นทุนสารเคมีและใช้เวลานานกว่าการสกัดด้วยตัวดูดซับของแข็ง เพราะมีการใช้ปริมาณตัวทำละลายที่ค่อนข้างมากและมีราคาค่อนข้างสูงกว่าเท่าตัว จึงเห็นว่าควรมีการศึกษาและพัฒนาการสกัดหาอินทรีย์ไฮออนโดยใช้เทคนิคการสกัดด้วยตัวดูดซับของแข็งต่อไป