

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์ การหาปริมาณธาตุแอร์ธบางตัวในถ้ำถ่านหินโดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี

ชื่อผู้เขียน นายยิ่งยงค์ สมมิ

วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมี

คณะกรรมการตรวจสอบวิทยานิพนธ์ :

ผศ. ดร. สายสุนีย์	เหลียวเวียงรัตน์	ประธานกรรมการ
ผศ. ดร. ยุทธศักดิ์	วัฒนีสอน	กรรมการ
อ. ดร. มงคล	รายษณาคร	กรรมการ

บทคัดย่อ

ได้ทำการหาปริมาณธาตุแอร์ธ เช่น ซีเรียม แลนทานัม และนีโอโดเมียมในถ้ำถ่านหิน โดยอาศัยวิธีเอกซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ โฟโตเดนซิโตเมตรี และสเปกโทรฟลูออโรเมตรี ถ้ำถ่านหินจากแหล่งถ่านหินภาคเหนือของประเทศไทย ได้ใช้เทคนิคทางเอกซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ที่ไม่ต้องทำลายสารตัวอย่างและใช้ภาชนะสำหรับวางสารตัวอย่างที่ทำขึ้น ในการวิเคราะห์แลนทานัม ซีเรียมและนีโอโดเมียมในถ้ำถ่านหินตัวอย่างพร้อมกัน ได้ผสมสารตัวอย่างกับแป้งเป็นเนื้อเดียวกัน เพื่อสะดวกในการอัดเม็ดซึ่งสามารถนำไปวิเคราะห์โดยวิธีทางเอกซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ต่อไป แสงเอกซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ที่จำเพาะของธาตุแต่ละตัวได้จากการกระตุ้นด้วยแหล่งผลิตกัมมันตภาพรังสี ซึ่งใช้ธาตุอเมรีเซียม โดยวิธีนี้พบว่าปริมาณของธาตุแอร์ธอยู่ในช่วง 10.1-50.3 ไมโครกรัมต่อกรัม 50.3-318.0 ไมโครกรัมต่อกรัม และ 77.7-109.3 ไมโครกรัมต่อกรัม ของธาตุแลนทานัม ซีเรียมและนีโอโดเมียมตามลำดับ สำหรับการวิเคราะห์ธาตุแอร์ธบางตัวในถ้ำถ่านหินตัวอย่าง โดยใช้โครมาโทกราฟีชั้นบาง-โฟโตเดนซิโตเมตรี และสเปกโทรฟลูออโรเมตรีต้องเตรียมสารตัวอย่างให้อยู่ในรูปที่เหมาะสมคือ การย่อยสลายสารตัวอย่าง และเทคนิคทางการแยกนั้นได้ศึกษากรดผสม ซึ่งประกอบด้วยอัตราส่วนต่าง ๆ ของกรดไนตริก กรดเปอร์คลอริก และกรดไฮโดรฟลูออริกที่เหมาะสมสำหรับย่อยสลายถ้ำถ่านหินตัวอย่างพบว่ากรดผสมที่เหมาะสมคือ สารผสมที่ประกอบด้วยกรดไนตริก กรดเปอร์คลอริก และกรด

ไฮโดรฟลูออริกในอัตราส่วน 1:1:1 โดยปริมาตรเพราะว่าสารผสมนี้ใช้ย่อยสลายสารตัวอย่างได้ค่อนข้างรวดเร็ว และให้ค่าร้อยละการกลับคืนเฉลี่ยของซีเรียมเท่ากับ 97.94 % กลุ่มธาตุแรเออิร์ธสามารถแยกออกจากธาตุอื่น โดยใช้เทคนิคทางโครมาโทกราฟีแบบแลกเปลี่ยนไอออนซึ่งอาศัยเกรเดียนต์ของกรดไนตริก และกรดไฮโดรคลอริก ธาตุแลนทานัม ซีเรียม และนีโอโดเมียมในสารละลายที่แยกได้สามารถวิเคราะห์ได้พร้อม ๆ กัน โดยวิธีเอกซ์เรย์-ฟลูออเรสเซนซ์ ผลที่ได้สอดคล้องกับวิธีที่ใช้การอัดเม็ด อีกทางหนึ่งธาตุแรเออิร์ธแต่ละตัวในสารละลายที่แยกได้สามารถแยกออกจากกันได้โดยวิธีโครมาโทกราฟีชั้นบาง ที่มีสารละลายผสมของ 1.0 ไมลาร์ ไตรเฮนออกทิล ฟอสเฟต ออกไซด์ในพาราลดีไฮด์กับกรดไนตริกเข้มข้นในอัตราส่วน 9:1 โดยปริมาตรเป็นระบบตัวทำละลาย ในการแยกธาตุแรเออิร์ธในจุดต่าง ๆ ที่แยกได้หาปริมาณโดยสเปกโทรฟลูออโรเมตรีและเตนซิโตเมตรี ผลที่ได้สอดคล้องกับวิธีเอกซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ หลังจากเตรียมตัวอย่างให้อยู่ในรูปที่เหมาะสม ซีเรียม(III) ในถ้ำถ่านหินตัวอย่าง สามารถวิเคราะห์โดยวิธีสเปกโทรฟลูออโรเมตรี ซึ่งทำการวัดที่ความยาวคลื่น 350 นาโนเมตร ใช้ลำแสงกระตุ้นที่ 260 นาโนเมตร วิธีนี้มีความไวสูงมาก สามารถวิเคราะห์ซีเรียมได้ถึง 2.5×10^{-7} ไมลาร์ ด้วยค่าสัมประสิทธิ์แห่งการเบี่ยงเบนเป็น 1.72 %

Thesis Title Determination of Some Rare Earth Elements in Coal Ash by Spectrophotometry

Author Mr. Yingyong Sommi

M.S. Chemistry

Examining Committee :

Assist. Prof. Dr. Saisumee	Liawruangrath	Chairman
Assist. Prof. Dr. Yuthsak	Vaneeson	Member
Lecturer Dr. Mongkon	Rayanakorn	Member

Abstract

The determination of some rare earth elements such as lanthanum, cerium and neodymium in coal ash samples has been carried out by utilizing various spectroscopic techniques, namely X-ray fluorescence spectrometry, photodensitometry and spectrofluorimetry. The coal ash samples originated from coal mines in the northern part of Thailand. A non-destructive X-ray fluorescence spectrometric technique, employing a home-made sample holder, was employed for the simultaneous determination of lanthanum, cerium and neodymium. Each sample was mixed thoroughly with starch (as a binder) to facilitate the making of a pressed pellet which could be analysed by X-ray fluorescence spectrometry. The characteristic X-rays emitted from the samples were obtained by irradiating the samples with a radioactive source, americium. By this technique, the rare earth element contents were found to be in the ranges of 10.1-50.3 $\mu\text{g/g}$, 50.3-318.0 $\mu\text{g/g}$ and 77.7-109.3 $\mu\text{g/g}$ for lanthanum, cerium and neodymium, respectively.

Analysis of the rare earth elements in the coal ash samples by TLC-photodensitometry and spectrofluorometry required appropriate sample-pretreatments, i.e., sample dissolution and separation technique.

Acid mixtures containing various ratios of concentrated nitric acid, hydrochloric acid and hydrofluoric acid were investigated as digesting reagents for determining traces of lanthanum, cerium and neodymium in the coal ash samples. The most suitable acid mixture was found to be a mixture consisting of concentrated nitric acid, perchloric acid and hydrofluoric acid in the ratio of 1:1:1 by volume, on the basis that it provided a relatively rapid means for decomposing the sample and gave an average recovery of the added cerium of 97.94 %. The rare earth element group could be separated from other elements by means of an ion-exchange chromatographic technique based on a gradient of nitric and hydrochloric acids. Lanthanum, cerium and neodymium in the eluate could be simultaneously determined by X-ray fluorescence spectrometry. The results obtained were in good agreement with the pellet method. Alternatively, individual rare earth elements in the eluate could be separated by thin layer chromatography using a mixture containing 1.0 M tri-n-octyl phosphine oxide in paraldehyde and concentrated nitric acid in a 9:1 ratio by volume as developing solvent. The rare earth element contents in the spots were determined by photodensitometry. The results obtained compared favourably with those obtained by X-ray fluorescence spectrometry. After appropriate sample pretreatments, cerium(III) in the coal ash samples could be determined by spectrofluorometry. Measurements of fluorescence intensities were made at 350 nm, exciting at 260 nm. The method was very sensitive, with as little as 2.5×10^{-7} M of Ce(III) determinable with the coefficient of deviation of 1.72 %.