

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์ การหาปริมาณของไนโอเปียมและแทนทาลัมในสินแร่
และตะกอนคีย์บุก โดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี

ชื่อผู้เขียน นายพลยุทธ ศุขสมิติ

วิทยานิพนธ์ วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมี
มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ 2527

บทคัดย่อ

ในการศึกษานี้เป็นการใช้ขบวนการทางสเปกโตรโฟโตเมตรี เพื่อหาปริมาณไนโอเปียม (V) และแทนทาลัม (V) ในสินแร่คีย์บุก และตะกอนคีย์บุก หลังจากเตรียมตัวอย่างที่เหมาะสม ขบวนการในการหาปริมาณไนโอเปียม (V) จะเป็นการวัดความยาวคลื่นที่ 550 นม. ของสารประกอบเชิงซ้อนสีส้มแดง ซึ่งเกิดจากปฏิกิริยาระหว่างไนโอเปียม (V) กับ 4-(2-ไพโรโคลาโซ) เรโซซินอด (พาร์) ในสภาวะที่เป็นกรด ค่าโมลาร์แอบซอพทิวิตีของสารประกอบเชิงซ้อนไนโอเปียม (V) -พาร์ เท่ากับ 3.71×10^4 ได้ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการหาปริมาณของสารละลายไนโอเปียม (V) -บริสุทธ์ สารประกอบเชิงซ้อนที่เกิดขึ้นมีเสถียรภาพนาน 6.0 ชั่วโมง เมื่อตั้งทิ้งไว้ในอากาศ ณ อุณหภูมิห้อง การใช้คอมเพลกซ์ซึ่งเอเจนท์ ปริมาณมากเกินไปทำให้เกิดการรบกวน จึงได้ศึกษาการรบกวนอันเนื่องจากออลอนบวกและออลอนลบ ค่าดีเนียร์คาลิเบรชันเคอร์ฟ์ของไนโอเปียม (V) อยู่ในช่วงความเข้มข้น 0.0-5.0 พีพีเอ็ม วิธีนี้พบว่ามีความไวสูงถึง 0.006 พีพีเอ็มของไนโอเปียม (V) ในทำนองเดียวกันได้หาปริมาณแทนทาลัม (V) โดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี โดยอาศัยปฏิกิริยาระหว่างแทนทาลัม (V) กับไฟโรไกลอลในสภาวะที่เป็นกรด พบว่ามีค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดที่ความยาว

คลื่น 400 นม. และเป็นไปตามกฎของเบียร์อยู่ในช่วงความเข้มข้นของแทนทาลัม (V) 0.0-70.0 พีพีเอ็ม มีค่าโมลาร์แอบซอร์ปติวิตีเท่ากับ 3.40×10^3 โดยอัตราส่วนต่อน้ำหนัก (อ็อนรบกวณ : แทนทาลัม (V) ของอาลูมิเนียม (III) บารีเยียม (II), คัลเซียม (II), แมกนีเซียม (II), ลิเซียม (I), โซเดียม (I) โบตัสเซียม (I) (50 : 1) และของเลด (II), ซิงค์ (II), สตรอนเตียม (II) (20 : 1) รบกวณ ในขณะที่โมลิบดีนัม (IV), พลวง (I), ยูเรเนียม (IV), วานาเดียม (V) (1 : 1) รบกวณอย่างมาก ได้พยายามแก้ไขปัญหการรบกวณของอ็อนรบกวณ และอ็อนลบอื่น ๆ ความเข้มข้นต่ำสุดของการวิเคราะห์แทนทาลัม (V) เท่ากับ 0.30 พีพีเอ็ม วิธีการทั้งสองใ้นำมาประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์ไนโอเบียม (V) และแทนทาลัม (V) ในตัวอย่างสินแร่ดีบุกและตะกั่วที่บุกพบว่าในตัวอย่างสินแร่ดีบุกและตะกั่วที่บุกมีปริมาณไนโอเบียม (V) เท่ากับ 0.76-5.10 % และ 1.40-3.16 % ตามลำดับ และมีปริมาณของแทนทาลัม (V) 0.95-12.40 % และ 4.07-10.55 % ตามลำดับ การรบกวณสามารถลดลงโดยใช้มาสค์กึ่งเอเจนท์ที่เหมาะสมร่วมกับวิธีสแตนคาร์คแอคคิชั่นหรือวิธีการแลกเปลี่ยนอ็อนรบกวณกับการใช้มาสค์กึ่งเอเจนท์ วิธีการทั้งสองให้ความว่องไวและมีความแม่นยำสูง โดยเฉพาะอย่างยิ่งเหมาะสมกับการหาปริมาณของไนโอเบียม (V) และแทนทาลัม (V) เป็นปริมาณไมโครกรัม ค่าร้อยละการคืนกลับเฉลี่ยของการวิเคราะห์ไนโอเบียม (V) และแทนทาลัม (V) เท่ากับ 98.8 และ 99.8 ตามลำดับ ทำการเปรียบเทียบการวิเคราะห์โลหะอ็อนทั้งคู่วัยวิธีแกรวิเมตรี พบว่าให้ผลที่ใกล้เคียงกันกับวิธีสเปคโตรโฟโตเมตรี

9

Thesis Title Determination of Niobium and Tantalum
 in Tin Ores and Slag by Spectrophotometry

Name Mr. Ponlayuth Sooksamiti

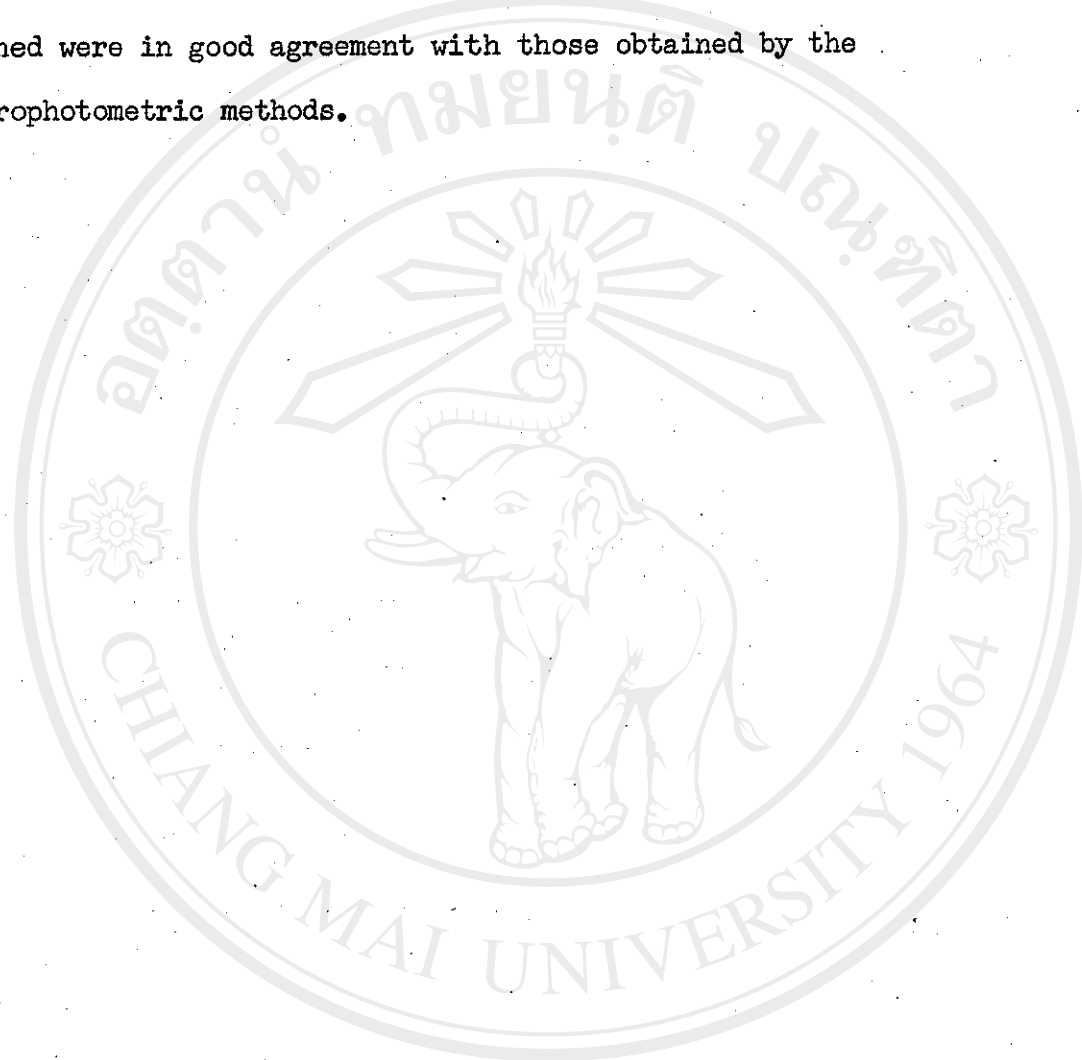
Thesis For Master of Science in Chemistry
 Chiang Mai University 1984

Abstract

In this study, simple spectrophotometric procedures for determining niobium (V) and tantalum (V) in tin ore and tin slag samples were carried out after appropriate sample pretreatments. The procedure for determining niobium (V) involved the measurement at $\lambda_{\text{max}} = 550 \text{ nm}$ of the orange-red complex formed in the reaction under acidic conditions between niobium (V) and 4-(2-pyridylazo) resorcinol (PAR). The molar absorptivity of the Nb(V)-PAR complex was found to be 3.71×10^4 . The optimal conditions for the determination of pure niobium (V) solution were investigated. The complex was stable for up to 6.0 hours in air at room temperature. However, large amounts of complexing agent caused interference. Interference effects from certain cations and anions were also studied. A linear calibration curve over the range 0.0-5.0 ppm of niobium (V) could be established. The method was found to be highly sensitive; as little as 0.006 ppm of niobium (V) could be determined.

Similarly, tantalum (V) was determined spectrophotometrically based on the reaction between tantalum (V) and pyrogallol in an acid medium. The absorbance at $\lambda_{\max} = 400 \text{ nm}$ obeyed Beer's law over the range 0.0-70.0 ppm of tantalum (V). The molar absorptivity was found to be 3.40×10^3 . By weight ratio (interfering ion : tantalum (V) of (50:1) Al(III), Ba(II), Ca(II), Mg(II), Na(I), K(I), Li(I), (20:1) of Pb(II), Zn(II), Sr(II) did not interfere as (1:1) of Mo(IV), Sb(V), U(IV) and V(V) interfered seriously. Attempts to overcome interference effects from possible foreign cations and anions were also made. The detection limit was 0.30 ppm of tantalum (V). Both procedures were applicable to the determination of niobium(V) and tantalum (V) in tin ore and tin slag samples. The niobium (V) and the tantalum (V) contents in tin ore and tin slag samples were found to be 0.76-5.10 % and 1.40-3.16 % respectively for niobium (V); and 0.95-12.40 % and 4.07-10.55 % respectively for tantalum (V). Interference effects could be reduced by using suitable masking agents in conjunction with the method of standard addition or, alternatively, an ion exchange chromatographic method in combination with suitable masking agents could be used. In addition, both methods were sufficiently sensitive and also highly accurate, being particularly suitable for analysing μg amounts of niobium (V) and tantalum (V) by the methods described. The average percentage recoveries for determining niobium (V) and tantalum (V) were

98.8 and 99.8 respectively. A comparison was also made by determining both metal ions gravimetrically. The results obtained were in good agreement with those obtained by the spectrophotometric methods.



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

Copyright© by Chiang Mai University

All rights reserved