

3

ศึกษาวิธีการสกัดด้วย TBP

TBP เป็นชื่อย่อของ Tri-n-Butyl-Phosphate ซึ่งเป็นสารอินทรีย์ มีสถานะเป็นของเหลวที่อุณหภูมิปกติ เป็นสารที่นิยมใช้กันมากในการเป็นตัวทำละลายสำหรับสกัดอนุมูลโลหะออกจากสารละลายของแร่หลายชนิด²⁵ ได้ทดลองศึกษาความเป็นไปได้ในการนำ TBP มาสกัดแมกนีเซียมออกจากสารละลาย พบว่าแม้ TBP จะสกัด Mg^{2+} ออกมาได้จริงแต่ก็สกัดออกมาได้ในปริมาณที่น้อยมาก

วัสดุและอุปกรณ์

สารเคมี

สารเคมีเหล่านี้นำมาใช้โดยตรง ไม่มีการนำไปผ่านกระบวนการอื่นใดเพิ่มเติมอีก

Tri-n-Butyl Phosphate (TBP) (LR, Fluka Ag , Chemische Fabrik CH-9470 Buchs)

EDTA (AR , J.T.Baker Chemicals Co., Phillipsburg , N.J.)

$MgCl_2 \cdot 6H_2O$ (LR, E.Merck , A.G. Darmstadt , Germany)

$MgSO_4 \cdot 7H_2O$ (AR , Mallinckrodt , Inc., St.Louis , Missouri)

NH_4Cl (AR , Riedel - de Haen ag Seelze , Hannover)

ครุภัณฑ์

Atomic absorption spectrophotometer (Perkin Elmer 305B)

วิธีการทดลอง

1. สกัด Mg^{2+} ออกจากสารละลายด้วย TBP

- 1.1 ใช้ $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ ประมาณ 1 กรัม ละลายในน้ำกลั่นทำปริมาตรให้เป็น 250 ml แบ่งสารละลายมา 75 ml ใส่ในกรวยแยก (separatory funnel) แล้วเติม TBP ลงไป 25 ml เขย่าประมาณ 15 - 20 นาที วางทิ้งไว้ให้แยกชั้น ชั้นบนจะเป็น organic phase (TBP) และชั้นล่างเป็น aqueous phase (สารละลายในน้ำ) แยกชั้นสารละลายออกโดยการเปิดก๊อกให้ไหลลงด้านล่างชั้นบนที่เป็น TBP ที่ค้างอยู่ในกรวยแยกเก็บแยกไว้ต่างหาก สำหรับนำไปวิเคราะห์หาปริมาณ Mg^{2+} ส่วนนี้เป็นส่วนสกัดครั้งที่ 1
- 1.2 ส่วนที่เป็นสารละลายที่แยกได้ในข้อ 1.1 แบ่งไว้ส่วนหนึ่ง (10 ml) สำหรับวิเคราะห์หาปริมาณ Mg^{2+} และส่วนที่เหลือนำมาสกัดซ้ำครั้งที่ 2 ด้วย TBP ใหม่อีก 25 ml เขย่า และแยกชั้นที่เป็น TBP ออกจากสารละลายเหมือนในข้อ 1.1 ส่วนที่เป็น TBP นี้เป็นส่วนสกัดครั้งที่ 2
- 1.3 ส่วนที่เป็นสารละลายที่แยกได้ในข้อ 1.2 แบ่งไว้ส่วนหนึ่ง (10 ml) สำหรับวิเคราะห์หาปริมาณ Mg^{2+} และส่วนที่เหลือนำมาสกัด ซ้ำครั้งที่ 3 ด้วย

TBP ใหม่อีก 25 ml เขย่า และแยกชั้นที่เป็น TBP ออกจากสารละลาย เหมือนในข้อ 1.2 ส่วนที่เป็น TBP นี้ เป็นส่วนสกัดครั้งที่ 3

2. ทดสอบเชิงคุณภาพอนุมูล Mg^{2+} ใน TBP

แบ่งสารละลาย TBP ที่เป็นส่วนสกัดที่ได้จากข้อ 1 มาเล็กน้อยใส่ขวดวัด ปริมาตรขนาด 100 ml เติมสารละลายบัฟเฟอร์ (pH 10) ปริมาตร 25 ml แล้วเติม สารละลาย 1 % Eriochrome Black T ให้ปริมาตรครบ 100 ml สังเกตดูสีของสารละลาย ถ้ามีสีแดง แสดงว่ามีอนุมูล Mg^{2+} ผล การทดลองในขั้นนี้สรุปได้ว่าใน TBP เหล่านี้มีอนุมูล Mg^{2+} เพราะได้สารละลายเป็นสีแดงทุกกรณี (เปรียบเทียบกับ TBP บริสุทธิ์จะเป็นสีน้ำเงิน)

3. วิเคราะห์หาปริมาณ Mg^{2+} ในสารละลาย(น้ำ)และใน TBP

3.1 การวิเคราะห์หาปริมาณ Mg^{2+} ในสารละลาย(น้ำ) ใช้วิธีไตเตรตกับสารละลาย EDTA

3.2 การวิเคราะห์หาปริมาณ Mg^{2+} ใน TBP ใช้ AAS

ผลการทดลอง

จากการนำส่วนสกัดครั้งที่ 1 , 2 และ 3 ซึ่งเป็น TBP มาทดสอบเชิงคุณภาพพบว่าทั้งหมดให้สีแดงซึ่งแสดงว่ามีอนุมูล Mg^{2+} อยู่ จึงกล่าวได้ว่า TBP สามารถสกัดอนุมูล Mg^{2+} ออกมาจากสารละลายเดิม (ที่มีน้ำเป็นตัวทำละลาย)ได้ ในขั้นต่อไปจึงเป็นการวิเคราะห์เชิงปริมาณโดยวิเคราะห์ทั้งในส่วนที่เป็นสารละลายน้ำว่าจะมี Mg^{2+} เหลืออยู่มากน้อยเพียงใด

และส่วนที่เป็น TBP ว่าจะมี Mg^{2+} อยู่เล็กน้อยเพียงใด

ในส่วนที่เป็นสารละลายในน้ำนั้นวิเคราะห์หาปริมาณ Mg^{2+} โดยวิธีไตเตรตด้วยสารละลาย EDTA พบว่าปริมาณ Mg^{2+} แทบจะไม่เปลี่ยนแปลงเลย เมื่อเปรียบเทียบกับก่อนและหลังสกัดด้วย TBP แสดงว่า Mg^{2+} แม้จะถูกสกัดด้วย TBP ได้แต่ประสิทธิภาพในการสกัดก็ต่ำมากเพราะส่วนใหญ่ของ Mg^{2+} (หรือเกือบทั้งหมด) ยังคงอยู่ในน้ำ และส่วนที่ถูกสกัดเข้าไปในชั้น TBP นั้นควรจะมีปริมาณน้อยมาก

จากข้อสรุปข้างบนที่ชี้ว่า Mg^{2+} ในส่วนสกัด TBP นี้ควรจะมีน้อยมาก จึงได้ใช้ AAS ในการวิเคราะห์หาปริมาณ Mg^{2+} ใน TBP ซึ่งได้ข้อมูลดังนี้

ตารางที่ 3.1 ปริมาณ Mg^{2+} ใน TBP

ส่วนสกัด TBP	Mg^{2+} (mg)
ครั้งที่ 1	0.015
ครั้งที่ 2	0.0016
ครั้งที่ 3	0.00075

จากผลที่แสดงในตารางที่ 3.1 นี้จึงเห็นได้ว่า TBP นั้นแม้จะสามารถสกัด Mg^{2+} ออกจากสารละลายเดิมได้ (ที่มีน้ำเป็นตัวทำละลาย) แต่ ประสิทธิภาพในการสกัดนั้นต่ำมาก เพราะมี Mg^{2+} เพียงเล็กน้อยเท่านั้นที่ถูกสกัดเข้ามาอยู่ในชั้น TBP ได้ การทดลองในประเด็นนี้จึงยุติไว้เพียงเท่านี้