

b10890439

**QUALITATIVE AND QUANTITATIVE ANALYSIS OF
MULTIVALENT VANADIUM IONS IN
SULPHURIC ACID ELECTROLYTE**



PATTAMA NOPPARAT

**With compliments
of
MAHIDOL UNIVERSITY**

**A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENTS FOR
THE DEGREE OF MASTER OF SCIENCE
(APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY)
FACULTY OF GRADUTE STUDIES
MAHIDOL UNIVERSITY**

TH

P31598

1998

1998

ISBN 974-661-201-8

COPYRIGHT OF MAHIDOL UNIVERSITY

3836495 SCAI/M : MAJOR : APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY ; M.Sc. (APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY)

KEYWORD : VANADIUM/ SPECIATION/ MULTIVALENT/ ANALYSIS
PATTAMA NOPPARAT : QUALITATIVE AND QUANTITATIVE ANALYSIS OF MULTIVALENT VANADIUM IONS IN SULPHURIC ACID ELECTROLYTE. THESIS ADVISOR : WARET VEERASAI Dr.rer.nat., JUWADEE SHIOWATANA Ph.D., DUANGJAI NACAPRICHA Ph.D. 151 p. ISBN 974-661-201-8

Analytical methodologies for characterization and determination of vanadium in vanadium electrolyte solutions in sulphuric acid media have been developed. Determination of total vanadium over a wide concentration range was performed using atomic absorption spectrometric technique for the ppm region, and by UV-VIS spectrophotometric and potentiometric techniques for the higher concentration region.

Standard addition was required for determination of total vanadium and trace impurities, such as Cu, Fe and Pb, in vanadium electrolyte solution. Influence of matrix or ionic environment of vanadium, e.g. acid content, sulphate ion and trace impurities was carefully studied.

The unique characteristics of UV-VIS absorption spectra of vanadium species with various oxidation states were systematically studied and applied for speciation of vanadium species in standard mixtures and in real samples. The first derivative spectra have the advantages of overcoming overlap of peaks and identifying characteristic wavelengths. Moreover, the stability of V(III) species in H₂SO₄ solution with and without chloride ion was also investigated.

The acid-base and oxidation-reduction behaviours of vanadium species were studied by potentiometric techniques, using combination glass and Pt electrodes, respectively. V(III) and V(IV) species exhibited less proton affinities than V(V) species.

Comparisons between UV-VIS spectrophotometric and potentiometric techniques for speciation of vanadium species with different oxidation states are summarized.

3836495 SCAI/M : สาขาวิชา : เคมีวิเคราะห์และเคมีอนินทรีย์ประยุกต์ :
วท.ม. (เคมีวิเคราะห์และเคมีอนินทรีย์ประยุกต์)

ปัทมา นพรัตน์ : การวิเคราะห์เชิงคุณภาพและปริมาณของวานาเดียมที่มีเลขออกซิเดชัน
ต่าง ๆ ในกรดซัลฟิวริกอิเล็กโทรไลต์ (Qualitative and Quantitative Analysis of Multivalent
Vanadium Ions in Sulphuric Acid Electrolyte). คณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์ : วรศ วีระชัย
Dr.rer.nat., ยุวดี เชี่ยววัฒนา Ph.D., ดวงใจ นาคะปรีชา Ph.D. 151 หน้า. ISBN 974-661-201-8

งานวิจัยนี้ได้พัฒนาวิธีวิเคราะห์เชิงคุณภาพและปริมาณของวานาเดียมในสารละลาย
วานาเดียมอิเล็กโทรไลต์ในกรดซัลฟิวริก โดยทำการศึกษาวานาเดียมในช่วงความเข้มข้นกว้าง
เทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรเมตรี ใช้สำหรับวิเคราะห์ความเข้มข้นของวานาเดียม
ปริมาณน้อยในระดับหนึ่งในล้านส่วน ขณะที่เทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตเมตรี
และโพเทนชิอเมตรีใช้สำหรับวิเคราะห์วานาเดียมที่ระดับความเข้มข้นสูง

การวิเคราะห์ปริมาณของวานาเดียมและสารปนเปื้อนเช่นทองแดง เหล็ก และตะกั่ว ในสาร
ละลายวานาเดียมอิเล็กโทรไลต์ด้วยเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรเมตรี จะใช้วิธีการเติม
สารมาตรฐานลงในสารตัวอย่าง เนื่องจากในตัวอย่างมีสารที่รบกวนการวิเคราะห์เช่น กรดซัลฟิวริก
ซัลเฟต ไอออน และสารปนเปื้อน ในปริมาณที่ต่าง ๆ กัน

ลักษณะเฉพาะของสเปกตรัมในย่านยูวี-วิสิเบิลของวานาเดียมแต่ละสปีชีส์ สามารถนำไป
ประยุกต์ใช้จำแนกชนิดของวานาเดียมที่มีเลขออกซิเดชันต่างกัน ในสารละลายผสมมาตรฐาน และ
สารตัวอย่าง โดยเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์กับเทคนิคโพเทนชิอเมตรี ได้ทำการศึกษาสเปกตรัม
อนุพันธ์อันดับหนึ่งพบว่าสามารถแยกสัญญาณที่ซ้อนทับกันได้ และสามารถบอกความยาวคลื่นที่
ให้ค่าการดูดกลืนสูงสุดได้ชัดเจน นอกจากนี้ได้ศึกษาความเสถียรของวานาเดียม (III) ในสารละลาย
กรดซัลฟิวริกที่มีและไม่มีไอออนของคลอไรด์

การศึกษาคูสมบัติการแลกเปลี่ยนโปรตอน และอิเล็กตรอนของวานาเดียมแต่ละสปีชีส์
ด้วยเทคนิคโพเทนชิอเมตรีโดยใช้ขั้วไฟฟ้าแก้วรวม และขั้วไฟฟ้าแพลทินัมรวม พบว่าวานาเดียม
(III) และวานาเดียม (IV) มีสัมพรรคภาพในการรับโปรตอนน้อยกว่าวานาเดียม (V)

ได้เปรียบเทียบเทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรเมตรี และโพเทนชิอเมตรีในการนำมาใช้
จำแนกชนิดของวานาเดียมที่มีเลขออกซิเดชันต่างกัน