บทที่ ๖

ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง

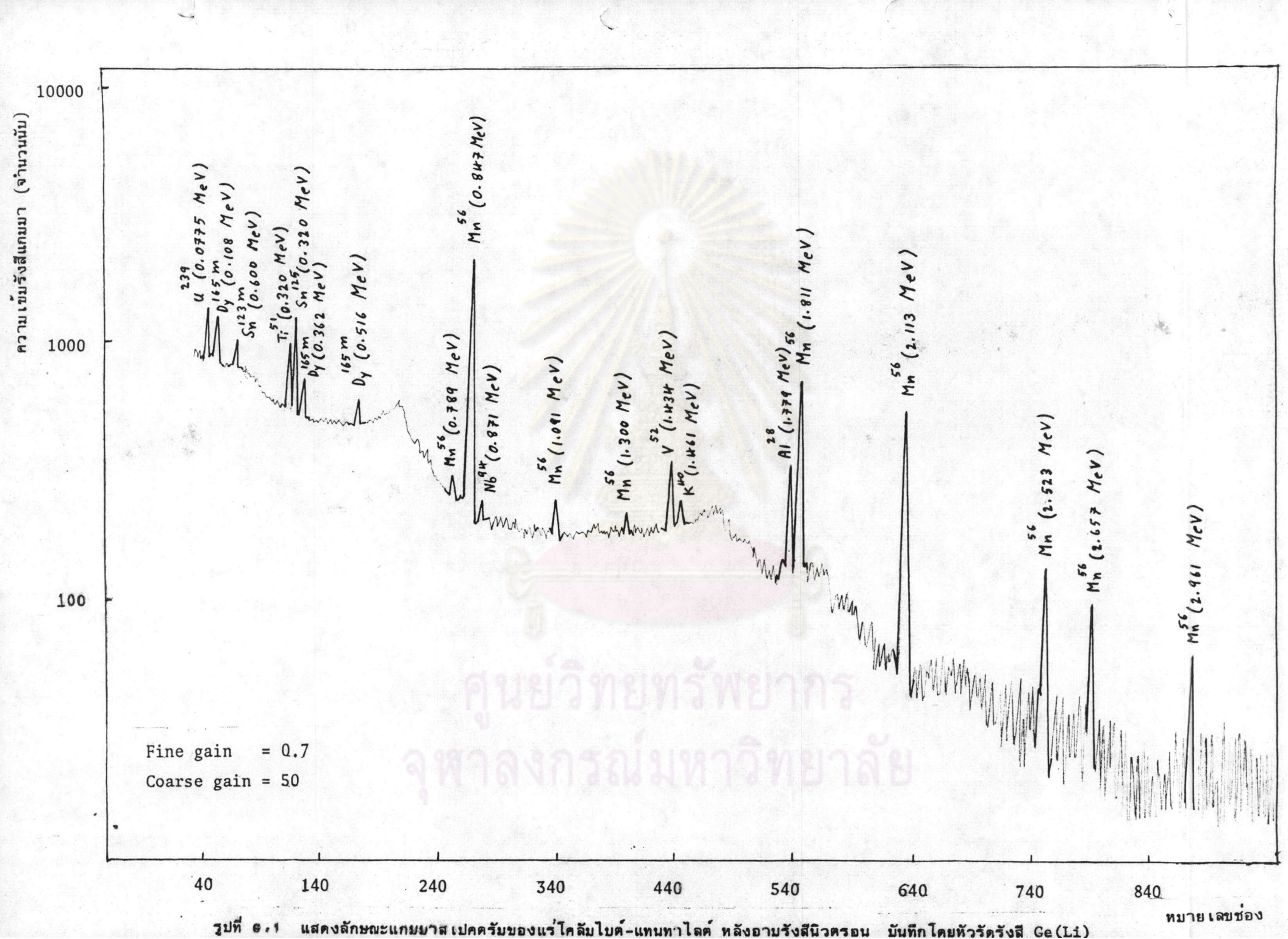
๖.๑ การวิเคราะห์เชิงคุณภาพและเชิงปริมาณของแร่โคลัมไบต์-แทนทาไลต์

จากการศึกษาโดยนำตัวอย่างแร่โคลัมไบต์-แทนทาไลต์ไปอาบรังสีนิวตรอน แล้วนำมาวัดรังสีแกมมา เพื่อวิเคราะห์ว่ามีธาตุอะไรประกอบอยู่ และมีปริมาณเท่าไร ซึ่งผลการบันทึกสเปคตรัมได้ดังรูปที่ ๖.๑ และ ๖.๒ และปริมาณธาตุต่าง ๆ ที่ประกอบอยู่แสดงดังตารางที่ ๖.๑

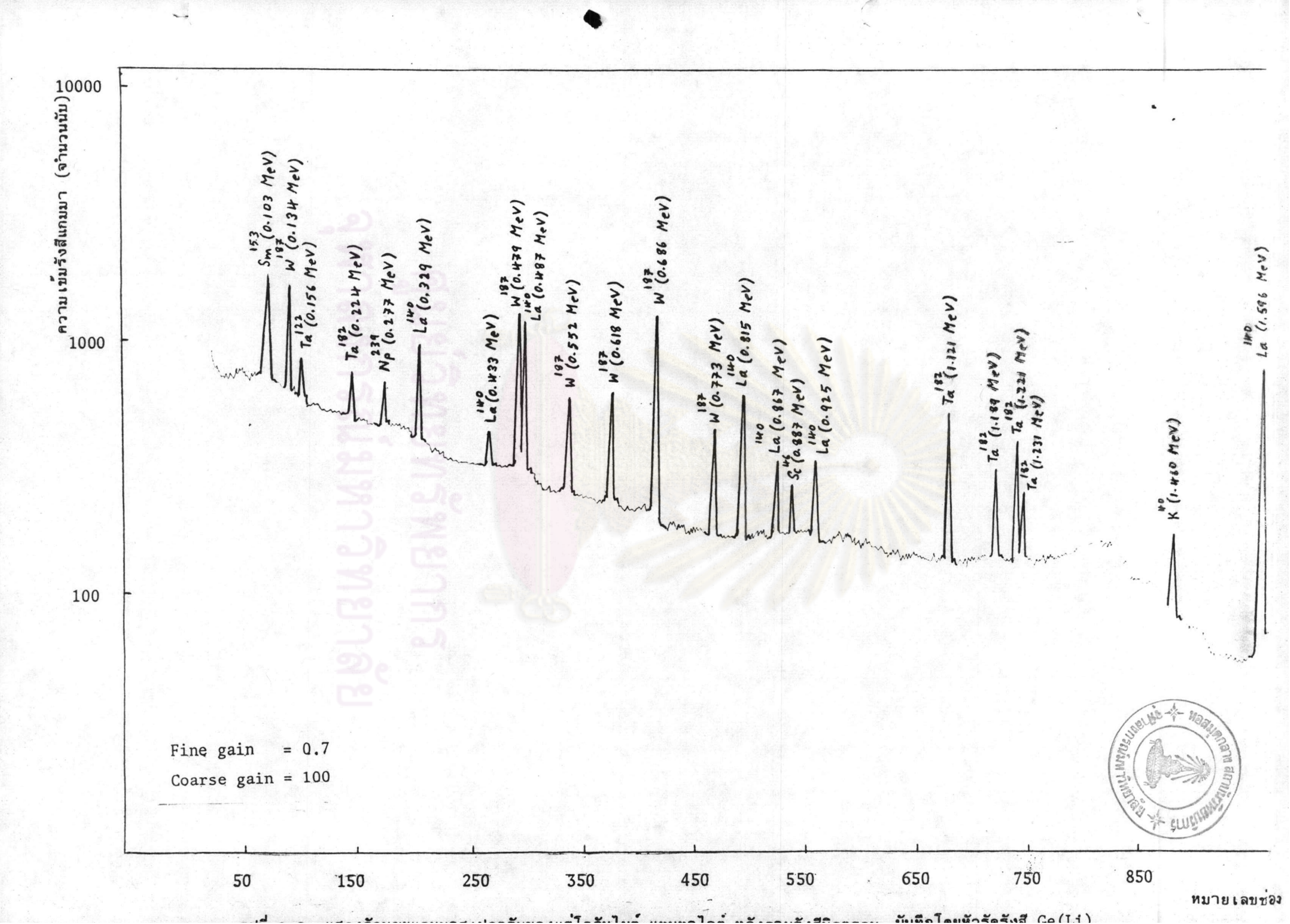
ตารางที่ ๖.๑ แสดงผลการวิเคราะห์หาปริมาณธาตุต่าง ๆ ในแร่โคลัมไบต์-แทนทาไลต์

ส่วนประกอบ	ปริมาณ (%)
Nb_2O_5	5.5313
Ta_2O_5	3.8449
MnO_2	3.1587
V_2O_5	0.0126
U_3O_8	0.2031
La_2O_3	0.5761
WO_3	1.0017
Sm_2O_3	0.1300
TiO_2	19.1706
SnO_2	49.7736
ThO_2	0.3706
Al_2O_3	1.1233
Sc_2O_3	0.4198
Yb_2O_3	0.0768
SiO_2	4.6839
รวม	90.0770

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ ๔.๑ แสดงลักษณะแกมมาสเปคตรัมของแร่โคลัมไบต์-แทนทาไลต์ หลังอาบรังสีนิวตรอน มันทึกโดยหัวรัดรังสี Ge(Li)



รูปที่ ๔.๒ แสดงตัวอย่างของสเปกตรัมของแร่ไอรันไนท์ ของหลวงพระบาง ประเทศลาว ที่ได้จากการวัดด้วยหัวรับรังสี Ge(Li)

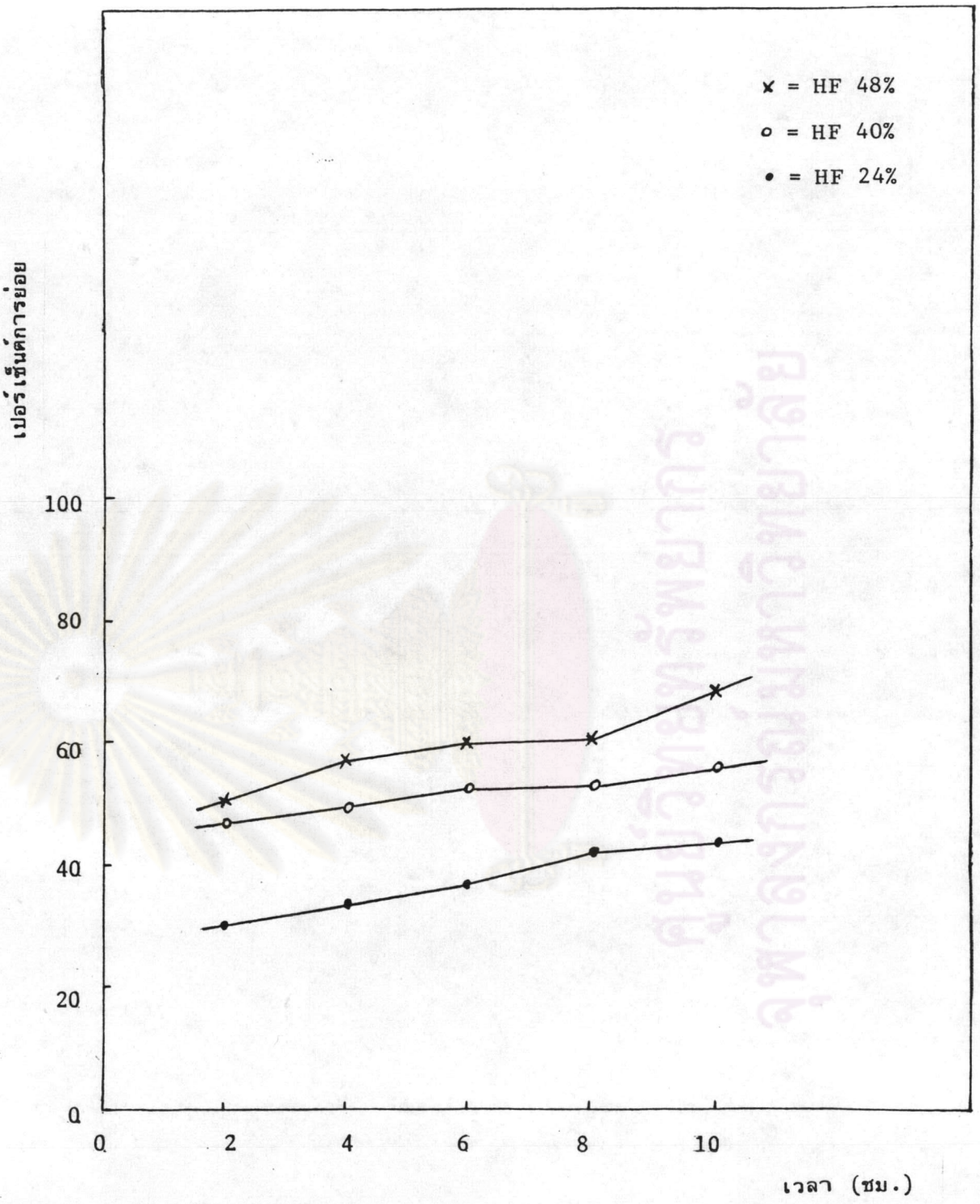
6.2 การศึกษาการย่อยแร่โคลัมไบต์-แทนทาไลต์ด้วยกรดไฮโดรฟลูออริค

จากการทดลองโดยการย่อยแร่โคลัมไบต์-แทนทาไลต์ด้วยกรดไฮโดรฟลูออริคนั้น ได้ทำการย่อยโดยใช้อุณหภูมิคงที่คือ 60°ซ แล้วใช้ความเข้มข้นของกรด HF = 24, 40 และ 48% ตามลำดับ ใช้เวลาในการย่อย 2, 4, 6, 8 และ 10 ชั่วโมงตามลำดับ ซึ่งผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 6.2 เมื่อนำความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์การถูกย่อยของแทนทาลัมและไนโอเบียมออกไซด์กับเวลาที่ใช้ย่อยมาเขียนกราฟ จะได้ดังรูปที่ 6.3 และ 6.4 ซึ่งพบว่าเปอร์เซ็นต์การย่อยแปรผันโดยตรงกับเวลาที่ใช้และความเข้มข้นของกรดไฮโดรฟลูออริค

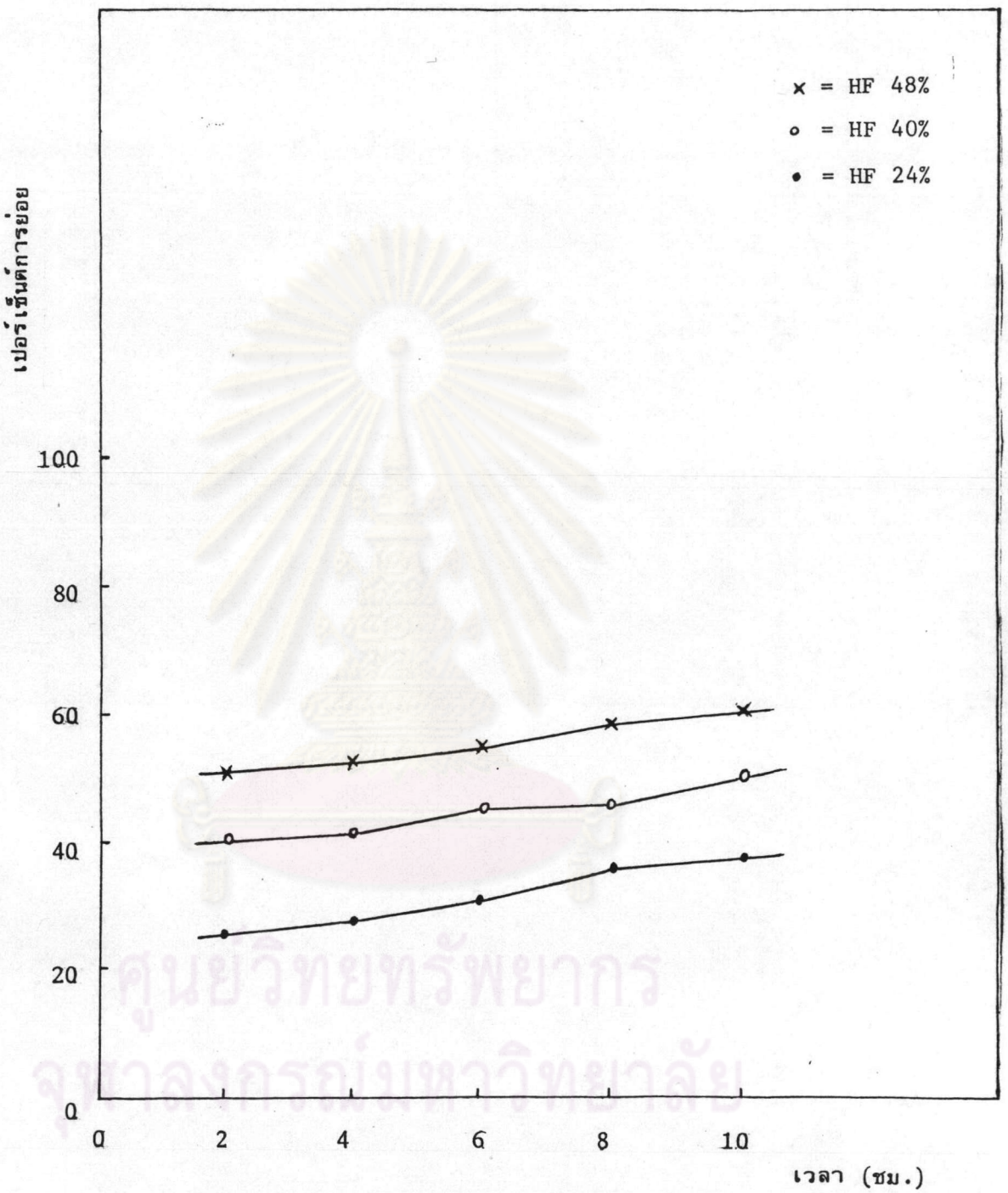
ตารางที่ 6.2 แสดงถึงผลของความเข้มข้นของกรดไฮโดรฟลูออริคและเวลาที่ใช้ในการย่อยแร่โคลัมไบต์-แทนทาไลต์ โดยใช้อุณหภูมิ 60°ซ

ความเข้มข้นของกรด HF (%)	เวลาที่ใช้ย่อย (ชั่วโมง)	เปอร์เซ็นต์ของ Nb_2O_5 ที่ย่อยได้	เปอร์เซ็นต์ของ Ta_2O_5 ที่ย่อยได้
24	2	25.25	30.60
24	4	27.12	33.65
24	6	30.70	36.57
24	8	35.72	41.98
24	10	37.00	43.84
40	2	30.96	46.35
40	4	40.99	49.11
40	6	44.99	51.74
40	8	45.50	52.23
40	10	49.77	55.76
48	2	50.67	50.76
48	4	52.54	56.98
48	6	54.44	58.88
48	8	57.95	60.30
48	10	59.89	68.16

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ ๔.๓ แสดงลักษณะของความสัมพันธ์ระหว่าง เวลากับเปอร์เซ็นต์การย่อยของ Ta_2O_5 ที่อุณหภูมิ ๖๐ °ซ



รูปที่ 6.4 แสดงลักษณะของความสัมพันธ์ระหว่างเวลากับเปอร์เซ็นต์การย่อยของ Nb_2O_5 ที่อุณหภูมิ 60 °ซ

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

6.3 การศึกษาถึงผลของอุณหภูมิที่มีต่อการย่อยแร่โคลัมไบต์-แทนทาไลต์

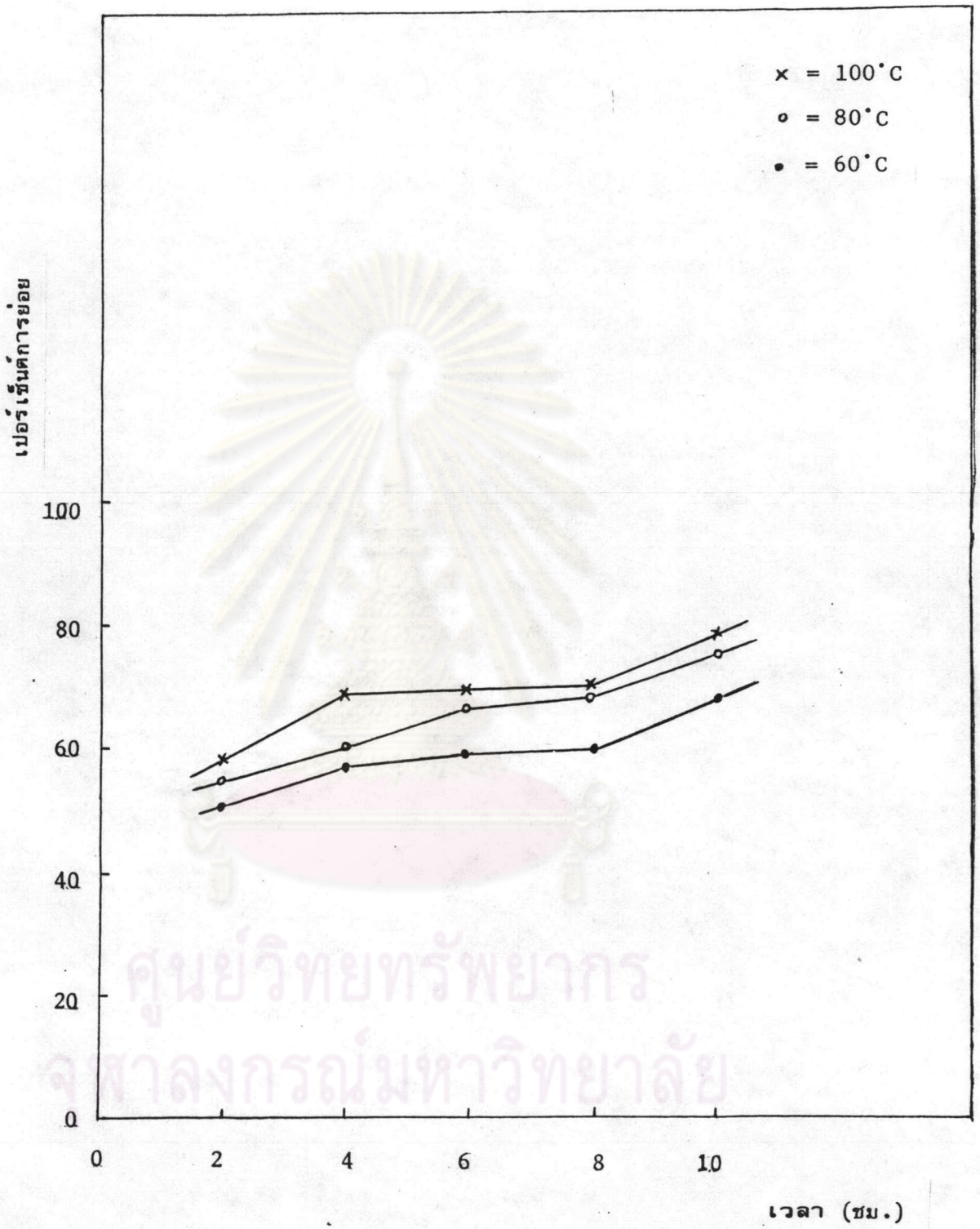
จากการทดลองข้อ 5.3.1 นั้นพบว่าเงื่อนไขที่เหมาะที่สุดในการย่อยแร่ตัวอย่าง คือใช้ HF 48% ใช้เวลาย่อย 8 ชั่วโมง ดังนั้นจึงทดลองโดยย่อยแร่ตัวอย่างโดยใช้ HF 48% ใช้เวลาย่อย 8 ชั่วโมง และเพิ่มอุณหภูมิเป็น 80 และ 100 °ซ ตามลำดับ ผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 6.3 และนำความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์การถูกย่อยของแทนทาลัมและไนโอเบียมออกไซด์กับเวลาที่ใช้ย่อยมาเขียนกราฟได้ดังรูปที่ 6.5 และ 6.6

ผลการทดลองข้อ 5.3.1 และ 5.3.2 นั้นพบว่าเงื่อนไขที่เหมาะที่สุดในการย่อยไนโอเบียมและแทนทาลัมออกจากแร่โคลัมไบต์-แทนทาไลต์นั้น ควรใช้ HF 48% ใช้เวลาย่อย 8 ชั่วโมง ย่อยที่อุณหภูมิ 80 °ซ

ตารางที่ 6.3 แสดงถึงผลของอุณหภูมิที่มีต่อการย่อยแร่โคลัมไบต์-แทนทาไลต์ โดยใช้ความเข้มข้นของกรด HF 48% เวลา 8 ชั่วโมง

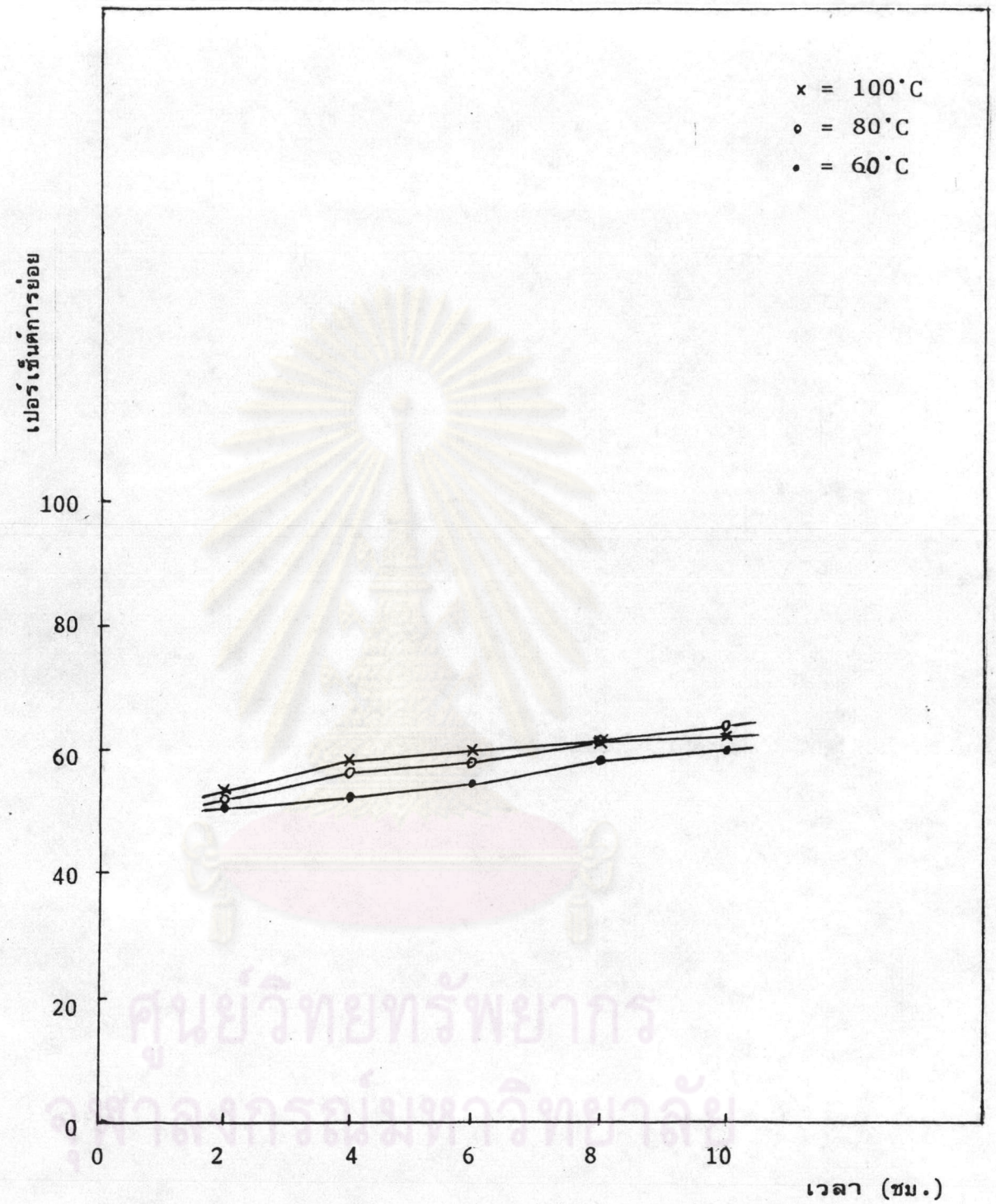
อุณหภูมิที่ใช้ย่อย (°ซ)	เวลาที่ใช้ย่อย (ชั่วโมง)	เปอร์เซ็นต์ของ Nb_2O_5 ที่ย่อยได้	เปอร์เซ็นต์ของ Ta_2O_5 ที่ย่อยได้
80	2	51.19	54.70
80	4	56.79	59.87
80	6	58.26	66.40
80	8	61.18	68.24
80	10	63.72	75.01
100	2	53.43	58.39
100	4	57.55	68.66
100	6	59.47	69.85
100	8	61.75	70.28
100	10	62.94	78.82

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 6.5 แสดงลักษณะของความสัมพันธ์ระหว่างเวลากับเปอร์เซ็นต์การย่อยของ Ta_2O_5 โดยใช้ความเข้มข้นของ HF 48%

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 6.6 แสดงลักษณะของความสัมพันธ์ระหว่างเวลากับเปอร์เซ็นต์การย่อยของ Nb_2O_5 โดยใช้ความเข้มข้นของ HF 48%

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

6.4 การศึกษาการสกัดไนโอเบียมและแทนทาลัมด้วยตัวทำละลาย

จากการนำสารละลายมาตรฐานของแทนทาลัมและไนโอเบียมมาทำให้มีความเข้มข้นของ HF : H_2SO_4 ต่าง ๆ กัน แล้วนำมาสกัดด้วย 50 เปอร์เซ็นต์ไตรบิวทิลฟอสเฟตในน้ำมันก๊าดเป็นเวลา 20 นาที แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยการอาบรังสีนิวตรอน ผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 6.4 และ 6.5 ซึ่งเมื่อนำความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์การสกัดกับสมมูล ของกรด HF + H_2SO_4 มาเขียนกราฟ จะได้ดังรูปที่ 6.7

จากการทดลองพบว่า เงื่อนไขที่เหมาะสมที่สุดในการสกัดแทนทาลัมออกจากสารละลายคือใช้ HF : H_2SO_4 = 1:2 N สำหรับการสกัดไนโอเบียมออกจากสารละลายควรใช้ HF : H_2SO_4 = 5:9 N

ตารางที่ 6.4 แสดงการสกัดแทนทาลัมด้วยตัวทำละลาย ในสารละลายที่มีความเข้มข้นของกรด HF : H_2SO_4 ต่าง ๆ กัน

HF : H_2SO_4 (N)	สมมูล ของกรด HF + H_2SO_4 (N)	เปอร์เซ็นต์ Ta_2O_5 ที่ถูกสกัดออกมา
0.125 : 0.375	0.5	90.65
0.25 : 0.75	1	94.93
0.5 : 1.5	2	95.95
1.0 : 2.0	3	97.54
1 : 3	4	98.50
1.5 : 4.5	6	98.08
2 : 6	8	98.40
2.5 : 7.5	10	98.55
3 : 9	12	98.92

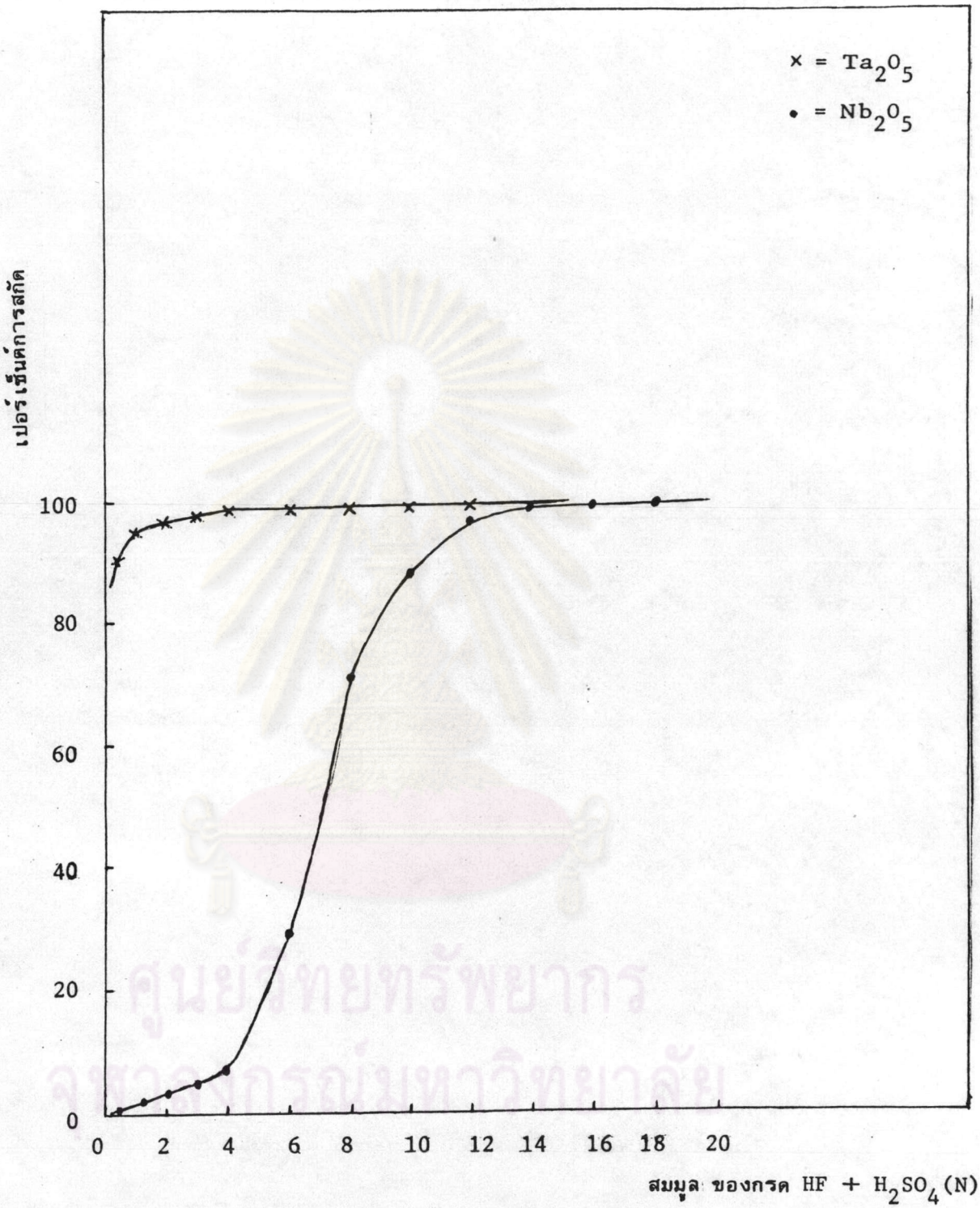
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 6.5 แสดงการสกัดไนโอเบียมด้วยตัวทำละลาย ในสารละลายที่มีความเข้มข้นของกรด HF : H_2SO_4 ต่าง ๆ กัน

HF : N_2SO_4 (N)	สมมูล ของกรด HF + H_2SO_4 (N)	เปอร์เซ็นต์ Nb_2O_5 ที่ถูกสกัดออกมา
0.125 : 0.375	0.5	N.D.*
0.25 : 0.75	1	1.57
0.5 : 1.5	2	3.17
0.75 : 2.25	3	4.00
1 : 3	4	6.62
1.5 : 4.5	6	29.02
2 : 6	8	71.01
2.5 : 7.5	10	88.24
3 : 9	12	96.63
5 : 9	14	98.63
6 : 10	16	98.94
6 : 12	18	98.96

*N.D. = not detected

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 6.7 แสดงลักษณะของความสัมพันธ์ระหว่างค่าสมมูล ของกรด HF + H_2SO_4 กับเปอร์เซ็นต์การสกัด

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

6.6 การสกัดไนโอเบียมและแทนทาลัมออกจากแร่โคลัมไบต์-แทนทาไลต์

จากการนำสารละลายของแร่โคลัมไบต์-แทนทาไลต์ที่ย่อยโดยใช้เงื่อนไขที่เหมาะสม แล้วนำมาทำให้มี HF : H_2SO_4 = 1:2 N เพื่อสกัดแทนทาลัมออกไป แล้วนำชั้นสารละลายมาทำให้มี HF : H_2SO_4 = 6:9 N เพื่อสกัดไนโอเบียมออกไป ผลการทดลองดังตารางที่ 6.6

ตารางที่ 6.6 แสดงถึงผลการสกัดไนโอเบียมและแทนทาลัมออกจากสารละลายแร่โคลัมไบต์-แทนทาไลต์ ด้วยตัวทำละลาย

ตัวอย่างที่มี HF : H_2SO_4 ต่าง ๆ กัน	ปริมาณ Nb_2O_5 (ppm)	ปริมาณ Ta_2O_5 (ppm)
สารละลายที่ย่อยแร่ตัวอย่าง	3,380	2,560
สารละลายแร่ 1:2 N	676	508
1:2 N ชั้นสารอินทรีย์	26	477
1:2 N ชั้นสารละลาย	650	30
1:2 N ชั้นสารอินทรีย์ (scrub)	N.D.	447
1:2 N ชั้นสารละลาย (scrub)	25	10
1:2 N ชั้นสารอินทรีย์ (strip-1)	N.D.	190
1:2 N ชั้นสารละลาย (strip-1)	N.D.	246
1:2 N ชั้นสารอินทรีย์ (strip-2)	N.D.	59
1:2 N ชั้นสารละลาย (strip-2)	N.D.	139
1:2 N ชั้นสารอินทรีย์ (strip-3)	N.D.	7
1:2 N ชั้นสารละลาย (strip-3)	N.D.	32
สารละลายแร่ 6:9 N หลังจากสกัดแทนทาลัมออกแล้ว	390	38
6:9 N ชั้นสารอินทรีย์	380	N.D.
6:9 N ชั้นสารละลาย	10	N.D.
6:9 N ชั้นสารอินทรีย์ (strip-1)	5	N.D.
6:9 N ชั้นสารละลาย (strip-1)	375	N.D.

6.6 การวิเคราะห์ปริมาณธาตุต่าง ๆ ที่ปนมาในผงไนโอเบียมและแทนทาลัมออกไซด์

จากการทดลองโดยการตกตะกอนไนโอเบียมและแทนทาลัมด้วยด่าง NH_4OH 20% แล้วนำไปเผาจนกระทั่งได้ผงออกไซด์สีขาวของไนโอเบียมและแทนทาลัม แล้วชั่งหาน้ำหนักได้เท่ากับ 0.04786 และ 0.050281 กรัม แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยการอาบรังสีนิวตรอน หาปริมาณธาตุต่าง ๆ ที่ปนออกมา ผลการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ ดังแสดงในตารางที่ 6.7

จากผลการวิเคราะห์พบว่า ได้ Nb_2O_5 มีความบริสุทธิ์ = 88.5900% ส่วน Ta_2O_5 บริสุทธิ์ = 90.3010% ซึ่งคิดเป็นผลิตผลได้ร้อยละ 46.67 และ 36.67 ตามลำดับ

ตารางที่ 6.7 ผลการวิเคราะห์ปริมาณธาตุต่าง ๆ ในผงไนโอเบียมและแทนทาลัมออกไซด์ที่เผาได้

ส่วนประกอบ	เปอร์เซ็นต์ ใน Nb_2O_5	เปอร์เซนต์ ใน Ta_2O_5
Ta_2O_5	1.8333	90.3010
Nb_2O_5	88.5900	N.D.
TiO_2	0.1526	5.5594
MnO_2	0.0251	0.0286
Al_2O_3	0.4000	0.4400
SnO_2	N.D.	1.1621
SiO_2	0.0470	0.1000
WO_3	0.2326	0.0169
U_3O_8	< 0.0001	< 0.0001
ThO_2	< 0.0200	< 0.0200
Fe_2O_3	N.D.	N.D.
รวม	91.2806	97.6080

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย