

## บทที่ 5

### การทดลอง

#### 5.1 การวิเคราะห์แร่โคลัมไบต์-แทนทาลิต โดยใช้เทคนิคทางนิวตรอนแอกติเวชัน (Neutron Activation Technique)

การวิเคราะห์ด้วยนิวตรอนแอกติเวชันเป็นการวิเคราะห์ธาตุโดยการยิง (bombard) ธาตุด้วยอนุภาคนิวตรอน ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงภายในนิวเคลียส (nuclear transformation) ของอะตอมของธาตุนั้น เกิดเป็นสารกัมมันตภาพรังสีหรือ เรดิโอไอโซโทป ซึ่งมีคุณสมบัติเฉพาะตัว จะทำให้ทราบได้ว่าเป็นเรดิโอไอโซโทปของธาตุใด และจากปริมาณรังสีที่วัดได้เมื่อนำมาเปรียบเทียบกับปริมาณรังสีของสารมาตรฐานของธาตุนั้น ๆ ที่ทราบน้ำหนักแน่นอน จะสามารถคำนวณปริมาณของธาตุที่วิเคราะห์ได้

##### 5.1.1 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพ

นำแร่โคลัมไบต์-แทนทาลิตซึ่งบดละเอียดแล้ว (ขนาด 200 mesh) ประมาณ 100 มิลลิกรัม ใส่ในขวดโพลีเอทิลีน (polyethylene vial) ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 1 เซนติเมตร สูง 1 เซนติเมตร ปิดฝาให้แน่น แล้วนำไปใส่ในภาชนะสำหรับอำบังรังสีซึ่งทำด้วยโพลีเอทิลีน (polyethylene rabbit) ปิดฝา แล้วนำไปอำบังรังสีนิวตรอนเพื่อวิเคราะห์ธาตุครึ่งชีวิตสั้น โดยอำบังนาน 30 วินาที แล้วนำไปวัดรังสีแกมมา (gamma-ray) ของธาตุต่าง ๆ ที่เกิดขึ้นด้วยหัววัดรังสีเจอร์เมเนียมลิเทียม {Ge (Li)} ซึ่งต่ออยู่กับเครื่องวิเคราะห์สัญญาณหลายช่อง (multichannel analyser) โดยปรับเครื่องมือดังนี้

High voltage supply	+2,500 volts
Fine gain	0.7
Coarse gain	50

Conversion gain 1,024

วัดนาน 100 วินาที แล้วบันทึกสเปกตรัมหาพลังงานเฉพาะตัวของรังสีแกมมาจากกราฟมาตรฐาน ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานกับหมายเลขช่องของเครื่องแยกวัดพลังงาน (calibration curve) ดังรูปที่ 5.1 เมื่อได้ค่าพลังงานในแต่ละยอดพีคของสเปกตรัมของแร่ที่ต้องการวิเคราะห์แล้วก็สามารถทราบได้ว่ามีธาตุอะไรบ้าง เนื่องจากธาตุแต่ละธาตุมีค่าพลังงานเฉพาะตัว ผลการวิเคราะห์แสดงในรูปที่ 6.1

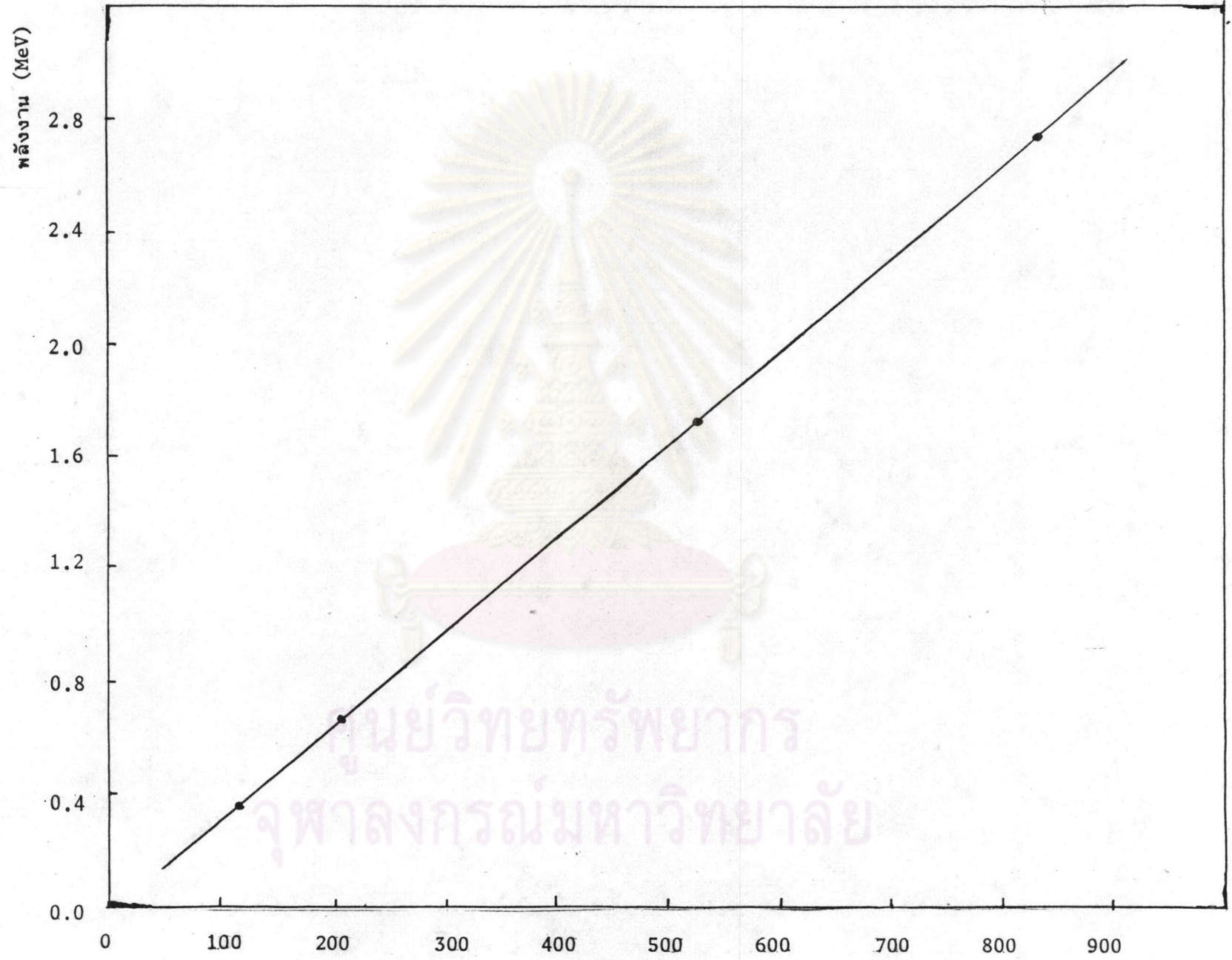
สำหรับการวิเคราะห์ธาตุที่มีครึ่งชีวิตยาวนานนั้นทำได้โดยเตรียมสารตัวอย่างเหมือนกับการวิเคราะห์ธาตุที่มีครึ่งชีวิตสั้น แต่นำไปอบรังสีนิวตรอนนาน 10 นาที ทิ้งไว้ 1 วัน นำไปวัดรังสีแกมมานานาน 300 วินาที โดยปรับเครื่องมือดังนี้

High voltage supply	+2,500 volts
Fine gain	0.7
Coarse gain	100
Conversion gain	1,024

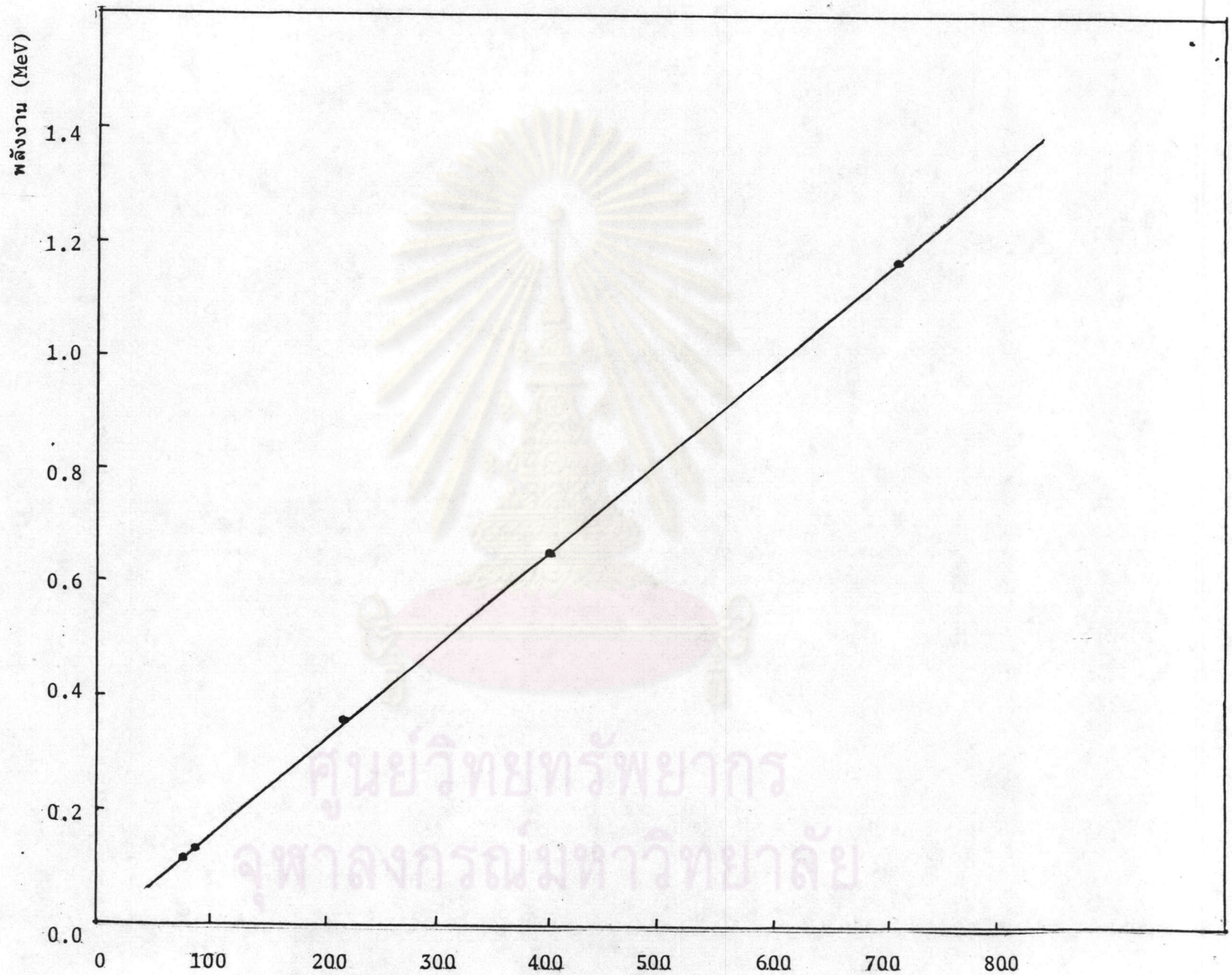
แล้วบันทึกสเปกตรัมหาพลังงานเฉพาะตัวของรังสีแกมมาจากกราฟมาตรฐานรูปที่ 5.2 เพื่อวิเคราะห์ว่ามีธาตุอะไรบ้าง ผลการวิเคราะห์ดังรูปที่ 6.2

#### 5.1.2 การวิเคราะห์เชิงปริมาณ

หลังจากที่ทราบแล้วว่าตัวอย่างแร่โคลัมไบต์-แทนทาลอต์ประกอบด้วยธาตุอะไรบ้าง จึงนำมาวิเคราะห์ปริมาณ โดยชั่งสารตัวอย่างใส่ขวดโพลีเอทิลีนหนักประมาณ 50 มิลลิกรัม ปิดฝาให้แน่น และชั่งสารมาตรฐานปริมาณใกล้เคียงกับที่ควรมีในสารตัวอย่าง บรรจุในขวดโพลีเอทิลีน ปิดฝาให้แน่น นำไปอบรังสีนิวตรอนพร้อมกันทั้งสารมาตรฐานและสารตัวอย่าง แล้วนำมาวัดความแรงรังสีแกมมาที่เกิดขึ้นด้วยเครื่องมือชนิดเดียวกับที่วิเคราะห์เชิง



รูปที่ 5.1 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานแกมมาของธาตุกับหมายเลขช่อง



หมายเลขช่อง

ภาพที่ 5.2 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานแกมมาของธาตุกับหมายเลขช่อง

คุณภาพ โดยปรับเครื่องมือให้พอเหมาะ บันทึกอัตราการนับของสารมาตรฐานและสารตัวอย่างไว้ แล้วนำค่าของพื้นที่ใต้พิภพที่คำนวณได้มาแก้ค่าการสลายตัวของรังสีเพื่อหาความแรงรังสีที่เวลาเดียวกันของสารตัวอย่างและสารมาตรฐานด้วยสมการ 5.1

$$N_0 = \frac{N}{(e^{-\lambda t_1} - e^{-\lambda t_2})} \quad 5.1$$

$N$  = ความแรงรังสีที่วัดได้ระหว่างเวลาวัด  $t_1 \rightarrow t_2$

$N_0$  = ความแรงรังสีที่วัด ณ เวลาเริ่มต้น  $t = 0$

$t_1$  = เวลาที่เริ่มทำการวัดนับจากเวลา  $t = 0$

$t_2$  = เวลาที่สิ้นสุดการวัดนับจากเวลา  $t = 0$

แล้วนำไปคำนวณหาปริมาณธาตุต่าง ๆ ที่มีในสารตัวอย่างด้วยสมการที่ 5.2

$$\frac{\text{น้ำหนักของธาตุในสารตัวอย่าง}}{\text{น้ำหนักของธาตุในสารมาตรฐาน}} = \frac{\text{ความแรงรังสีของสารตัวอย่าง}}{\text{ความแรงรังสีของสารมาตรฐาน}} \quad 5.2$$

ผลการวิเคราะห์หาปริมาณธาตุต่าง ๆ แสดงดังตารางที่ 6.1

## 5.2 การเตรียมสารมาตรฐานแทนทาลัมและไนโอเบียม

5.2.1 เตรียมสารละลายมาตรฐานของแทนทาลัม โดยชั่งแทนทาลัมเพนทอกไซด์บริสุทธิ์ 99.9 เปอร์เซ็นต์มา 1.00006 กรัม ใส่ในบีกเกอร์เพฟลอน (teflon beaker) ขนาด 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมกรดไฮโดรฟลูออริกลงไป 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร ปิดด้วยแผ่นโพลีเอทิลีนซึ่งเจาะรูไว้ตรงกลาง ต่อท่อขึ้นไปสำหรับให้อากาศความแน่นตกลงมาในบีกเกอร์ได้ นำบีกเกอร์พร้อมเครื่องความแน่นซึ่งทำด้วยโพลีเอทิลีนไปตั้งบนเตาไฟฟ้าซึ่งกวนด้วยแม่เหล็ก (magnetic stirrer with hot plate) โดยปรับให้ได้อุณหภูมิประมาณ 80°ซ ใช้เวลาย่อย 8 ชั่วโมง ทิ้งไว้ให้เย็น นำสารละลายมาตรฐานมากรองแล้วเติมน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตรทั้งหมดเป็น 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร ไซเตรทหาความ

เข้มข้นของกรดในสารละลายมาตรฐานด้วยค่าไอเดียมไฮดรอกไซด์  $0.0995 \text{ N}$  พบว่ามีความเข้มข้นของกรด =  $3.94 \text{ N}$  วิเคราะห์ความเข้มข้นของแทนทาลัมในสารละลายมาตรฐานโดยดูดสารละลายมา  $1$  ลูกบาศก์เซนติเมตรใส่ในขวดโพลิเอทิลีน แล้วนำไประเหยให้แห้งด้วยหลอดไฟอินฟราเรด (infrared lamp) ปิดฝาให้แน่น ซึ่งสารมาตรฐานแทนทาลัมบริสุทธิ์ประมาณ  $5$  มิลลิกรัมใส่ขวดโพลิเอทิลีน แล้วนำไปอบรังสีพร้อมกัน นำมาวัดความแรงรังสีแกมมา (ที่พลังงาน  $1.121$  และ  $1.221 \text{ Mev}$ ) บันทึกอัตราการนับแล้วนำไปคำนวณหาปริมาณแทนทาลัมในสารละลายมาตรฐาน พบว่าสารละลายมาตรฐานของแทนทาลัมมีความเข้มข้นของ  $\text{Ta}_2\text{O}_5 = 5.5997$  กรัมต่อลิตร

5.2.2 เตรียมสารละลายมาตรฐานไนโอเบียม โดยชั่งไนโอเบียมเพนทอกไซด์บริสุทธิ์  $99.9$  เปอร์เซ็นต์ ประมาณ  $2.5121$  กรัม ใส่ในบีกเกอร์เทฟลอนขนาด  $100$  ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมกรดไฮโดรฟลูออริกลงไป  $50$  ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วย่อยด้วยเครื่องมือชนิดเดียวกับการย่อยสารมาตรฐานแทนทาลัม โดยใช้เวลาย่อย  $2$  ชั่วโมง ทิ้งไว้ให้เย็น นำมากรองแล้วเติมน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตรรวม  $200$  ลูกบาศก์เซนติเมตร ไตรเคราะห์หาความเข้มข้นของกรดในสารละลายมาตรฐานด้วยค่าไอเดียมไฮดรอกไซด์  $0.0998 \text{ N}$  พบว่ามีความเข้มข้นของกรด =  $2.67 \text{ N}$  วิเคราะห์หาความเข้มข้นของไนโอเบียมในสารละลายมาตรฐาน โดยดูดสารละลายมา  $1$  ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ในขวดโพลิเอทิลีน แล้วนำไประเหยให้แห้งด้วยหลอดไฟอินฟราเรด ปิดฝาให้แน่น ซึ่งสารมาตรฐานไนโอเบียมบริสุทธิ์ประมาณ  $10$  มิลลิกรัมใส่ขวดโพลิเอทิลีน นำไปอบรังสีพร้อมกันแล้วนำมาวัดความแรงรังสีแกมมา (ที่พลังงาน  $0.871 \text{ Mev}$ ) บันทึกอัตราการนับ แล้วนำไปคำนวณหาปริมาณไนโอเบียมในสารละลายมาตรฐาน พบว่าสารละลายมาตรฐานของไนโอเบียมเข้มข้น  $12.3685$  กรัมต่อลิตร

### 5.3 การศึกษาการย่อยแร่โคลัมไบต์-แทนทาลไซด์ ด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก

5.3.1 การศึกษาถึงความเข้มข้นของกรดไฮโดรฟลูออริกและเวลาที่ใช้ในการย่อยในไอเบียมและแทนทาลัมออกจากแร่ตัวอย่าง

โดยใช้เครื่องมือย่อยชนิดเดียวกับการย่อยสารมาตรฐานในไอเบียมและแทนทาลัมย่อยที่อุณหภูมิเดียวกันหมดคือ 60 องศาเซลเซียส ( $^{\circ}\text{C}$ ) และใช้ตัวอย่างแร่ประมาณ 3 กรัม แล้วเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของกรดไฮโดรฟลูออริกและเวลาที่ใช้ย่อย

5.3.1.1 ใช้กรดไฮโดรฟลูออริก 24% นำแร่ตัวอย่างใส่บีกเกอร์ เพลลอนขนาด 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติม HF 24% ลงไป 10.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใช้เวลาย่อย 2 ชั่วโมง ทิ้งไว้ให้เย็น กรองล้างตะกอนด้วย HF 4% หลาย ๆ ครั้ง ทำให้สารละลายมีปริมาตรรวม 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร เก็บสารละลายไว้วิเคราะห์หาปริมาณในไอเบียมและแทนทาลัมต่อไป

ทำซ้ำอีกโดยเพิ่มเวลาในการย่อยเป็น 4, 6, 8 และ 10 ชั่วโมงตามลำดับ

5.3.1.2 ใช้กรดไฮโดรฟลูออริก 40% โดยย่อยวิธีเดียวกับที่กล่าวข้างบน ใช้เวลาในการย่อย 2, 4, 6, 8 และ 10 ชั่วโมงตามลำดับ แต่ใช้ความเข้มข้นของ HF 40% แทน HF 24%

5.3.1.3 ใช้กรดไฮโดรฟลูออริก 48% โดยย่อยวิธีเดียวกับที่กล่าวข้างต้น ใช้เวลาในการย่อย 2, 4, 6, 8 และ 10 ชั่วโมงตามลำดับ แต่ใช้ความเข้มข้นของ HF 48% แทน HF 24%

นำสารละลายของแร่ตัวอย่างมาวิเคราะห์หาปริมาณในไอเบียมและแทนทาลัมที่ถูกย่อยออกจากแร่ตัวอย่างด้วยวิธีนิวตรอนแอคติเวชัน โดยใช้สารละลาย 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ขวดโพลีเอทิลีนบีดฝาให้แน่น และใช้สารละลายมาตรฐานของในไอเบียมและ

แทนทาลัม เจือจางให้พอเหมาะกับสารละลายของแร่ตัวอย่าง นำมาอย่างละ 1 ลูกบาศก์ เซนติเมตร นำไปอาบรังสีพร้อมกัน แล้วนำมาวัดความแรงรังสีแกมมา บันทึกอัตราการนับ แล้วนำไปคำนวณหาปริมาณไนโอเบียมและแทนทาลัมในสารละลายของแร่ตัวอย่าง ผลการวิเคราะห์แสดงดังตารางที่ 6.2 และรูปแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลา กับ เปอร์เซ็นต์การย่อย แสดงดังรูปที่ 6.3 และ 6.4

### 5.3.2 การศึกษาถึงอุณหภูมิที่มีผลต่อการย่อยไนโอเบียมและแทนทาลัมออกจากแร่ตัวอย่าง

จากการศึกษาถึง เวลาและความเข้มข้นของกรดไฮโดรฟลูออริกที่มีผลต่อการย่อยไนโอเบียมและแทนทาลัมออกจากแร่ตัวอย่างนั้น พบว่าเงื่อนไขที่เหมาะสมที่สุดคือใช้ HF 48% ใช้เวลาในการย่อย 8 ชั่วโมง ดังนั้นในการศึกษาผลของอุณหภูมินั้นจึงทำการทดลองแบบเดียวกัน ใช้ HF 48% ใช้เวลาย่อย 8 ชั่วโมง แต่เพิ่มอุณหภูมิเป็น 80 และ 100°ซ ตามลำดับ แล้วนำสารละลายไปวิเคราะห์ไนโอเบียมและแทนทาลัมแบบเดียวกัน ผลการวิเคราะห์ดังแสดงในตารางที่ 6.3 และรูปแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลา กับ เปอร์เซ็นต์การย่อยแสดงดังรูปที่ 6.5 และ 6.6

### 5.4 การศึกษาการสกัดไนโอเบียมและแทนทาลัมด้วยตัวทำละลาย

#### 5.4.1 การศึกษาการสกัดแทนทาลัมด้วยตัวทำละลาย

นำสารละลายมาตรฐานของแทนทาลัมมาทำให้มีความเข้มข้นของกรดไฮโดรฟลูออริกและซัลฟูริกต่าง ๆ กัน แล้วนำมาสกัดด้วยตัวทำละลายคือ 50 เปอร์เซ็นต์ไตรบิวทิลฟอสเฟตในน้ำมันก๊าด โดยใช้ปริมาตรสารละลายต่อตัวทำละลาย 1:1 ใช้เวลาเขย่า 20 นาที ทิ้งไว้ให้แยกชั้น แล้วนำไปวิเคราะห์หาปริมาณแทนทาลัมที่ถูกรสกัดออกมาด้วยวิธีนิวตรอนแอคติเวชัน ผลการสกัดแทนทาลัมที่ความเข้มข้นของกรด  $\text{HF} + \text{H}_2\text{SO}_4$  ต่าง ๆ กัน แสดงดัง



ตารางที่ 6.4 รูปแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสมมูล ของกรด  $\text{HF} + \text{H}_2\text{SO}_4$  (equivalent in normal of  $\text{HF} + \text{H}_2\text{SO}_4$ ) กับเปอร์เซ็นต์การสกัดดังรูปที่ 6.7

#### 5.4.2 ศึกษาการสกัดในไอเบียมด้วยตัวทำละลาย

นำสารละลายมาตรฐานของในไอเบียมมาทำให้มีความเข้มข้นของกรดไฮโดรฟลูออริกและซัลฟูริกต่าง ๆ กัน แล้วนำมาสกัดด้วยตัวทำละลายวิธีเดียวกับการสกัดแทนทาลัม แล้ววิเคราะห์หาปริมาณในไอเบียมที่ถูกสกัดออกมาด้วยวิธีเดียวกัน ผลการสกัดในไอเบียมที่มีความเข้มข้นของกรด  $\text{HF} + \text{H}_2\text{SO}_4$  ต่าง ๆ กันแสดงดังตารางที่ 6.5 รูปแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสมมูล ของกรด  $\text{HF} + \text{H}_2\text{SO}_4$  กับเปอร์เซ็นต์การสกัดดังรูปที่ 6.7

จากการทดลองพบว่า แทนทาลัมถูกสกัดออกมาได้ดีเมื่อสารละลายมีความเข้มข้นของกรด  $\text{HF}$  1.0 N กรด  $\text{H}_2\text{SO}_4$  2.0 N ส่วนในไอเบียมถูกสกัดออกมาได้ดีเมื่อสารละลายมีความเข้มข้นของกรด  $\text{HF}$  5 N กรด  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ๑ N

#### 5.5 การย่อยและการสกัดในไอเบียมและแทนทาลัมออกจากแร่โคลัมไบต์-แทนทาลอไซต์โดยใช้เจือไนท์ที่เหมาะสม

##### 5.5.1 การย่อยแร่โคลัมไบต์-แทนทาลอไซต์

จากการทดลองข้อ 5.3 นั้นจะเห็นว่า เจือไนท์ที่เหมาะสมที่สุดในการย่อยแร่โคลัมไบต์-แทนทาลอไซต์คือย่อยที่อุณหภูมิ ๘๐°ซ ใช้เวลาย่อย 8 ชั่วโมง ใช้  $\text{HF}$  48% ดังนั้นในการทดลองจึงชั่งแร่ตัวอย่างมา 10.06333 กรัม เติม  $\text{HF}$  48% ลงไป 35 ลูกบาศก์เซนติเมตร นำไปย่อยเป็นเวลา 8 ชั่วโมง ทิ้งไว้ให้เย็น กรองแล้วล้างตะกอนด้วย  $\text{HF}$  4% และทำให้ได้ปริมาตรรวม 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร นำสารละลายมาวิเคราะห์ด้วยโครมาโตกราฟีไฮดรอกซ์ หากความเข้มข้นของกรดไฮโดรฟลูออริกได้ 4.9950 N วิเคราะห์หาความเข้มข้นของ  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  และ  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  ในสารละลายได้ = 0.25599% และ 0.33800% ตามลำดับ

### 5.5.2 การสกัดในไอเบียมและแทนทาลัมออกจากแร่โคลัมไบต์-แทนทาลอิด

5.5.2.1 การสกัดแทนทาลัม นำสารละลายของแร่โคลัมไบต์-แทนทาลอิดที่ย่อยแล้วมาทำให้มีความเข้มข้นของ  $\text{HF} : \text{H}_2\text{SO}_4 = 1:2 \text{ N}$  นำสารละลายมาสกัดด้วย 50 เปอร์เซ็นต์ ไตรบิวทิลฟอสเฟตในน้ำมันก๊าด โดยใช้ปริมาตรสารละลายต่อสารอินทรีย์ = 1:1 ใช้เวลาสกัด 20 นาที ทิ้งไว้ให้แยกชั้น แล้วแยกวัฏภาคน้ำและวัฏภาคอินทรีย์ออกจากกัน นำวัฏภาคอินทรีย์มาล้าง (scrub) ด้วย  $\text{HF} : \text{H}_2\text{SO}_4 = 0.5:2 \text{ N}$  โดยใช้ปริมาตรสารอินทรีย์ต่อสารละลาย = 1:1 ใช้เวลาสกัด 20 นาที ทิ้งไว้ให้แยกชั้น แล้วแยกวัฏภาคอินทรีย์และวัฏภาคน้ำออกจากกัน นำวัฏภาคอินทรีย์มาสกัดกลับ (strip) ด้วยน้ำโดยใช้ปริมาตรสารอินทรีย์ต่อสารละลาย = 1:1 ใช้เวลาสกัด 20 นาที โดยการสกัดวัฏภาคอินทรีย์ด้วยน้ำ 3 ครั้ง แล้วแยกชั้นที่เป็นวัฏภาคน้ำออกจากวัฏภาคอินทรีย์รวมกัน เก็บไว้ตกตะกอนแทนทาลัมต่อไป สำหรับผลการวิเคราะห์แทนทาลัมในชั้นต่าง ๆ แสดงดังตารางที่ 6.6

5.5.2.2 การสกัดในไอเบียม นำสารละลายของแร่โคลัมไบต์-แทนทาลอิดที่มี  $\text{HF} : \text{H}_2\text{SO}_4 = 1:2 \text{ N}$  หลังจากสกัดเอาแทนทาลัมออกไปแล้ว โดยนำชั้นของวัฏภาคน้ำมาทำให้มีความเข้มข้นของ  $\text{HF} : \text{H}_2\text{SO}_4 = 5:9 \text{ N}$  แล้วนำมาสกัดด้วย 50 เปอร์เซ็นต์ ไตรบิวทิลฟอสเฟตในน้ำมันก๊าด โดยใช้ปริมาตรสารละลายต่อสารอินทรีย์ = 1:1 ใช้เวลาสกัด 20 นาที ทิ้งไว้ให้แยกชั้น แล้วแยกวัฏภาคน้ำและวัฏภาคอินทรีย์ออกจากกัน นำวัฏภาคอินทรีย์มาสกัดกลับด้วยน้ำเช่นเดียวกับการสกัดกลับของสารละลายแทนทาลัม สกัดกลับ 1 ครั้ง แล้วแยกชั้นที่เป็นวัฏภาคน้ำออกรวมกันไว้ตกตะกอนในไอเบียม ส่วนผลการวิเคราะห์ในไอเบียมในชั้นต่าง ๆ แสดงดังตารางที่ 6.6

5.5.2.3 การตกตะกอนไนโอเบียมและแทนทาลัม นำวัตถุภาคน้ำของ  
 แทนทาลัมมาตั้งบนเตาไฟฟ้าซึ่งกวนด้วยแม่เหล็ก ใช้อุณหภูมิ  $\sim 50^{\circ}\text{C}$  แล้วค่อย ๆ เติม  
 แอมโมเนียม ไฮดรอกไซด์ (ammonium hydroxide) 20% ลงไปจนกระทั่งสารละลายมี  
 pH  $\sim 8$  จึงหยุดเติมแล้วกวนสารละลายต่อไปอีก  $\sim 1$  ชั่วโมง จะได้ตะกอนสีขาวของ  
 $(\text{NH}_4)_2\text{TaF}_7$  นำตะกอนใส่หลอดเซนต์ปีฟว (centrifuge test tube) ล้างตะกอนด้วย  
 แอมโมเนียม ไฮดรอกไซด์ 3 N เพื่อล้างเอา  $\text{NH}_4\text{F}$  ออก แล้วนำตะกอนไปใส่ในเบ้ากระเบื้อง  
 (crucible) เผาด้วยเตาเผา (furnance) ที่อุณหภูมิ  $\sim 700^{\circ}\text{C}$  จะได้ตะกอนสีขาวของ  
 แทนทาลัม เพนตะออกไซด์ ( $\text{Ta}_2\text{O}_5$ )

สำหรับวัตถุภาคน้ำของไนโอเบียมก็นำไปตกตะกอนและเผาวิธีเดียวกับการตก  
 ตะกอนและเผาแทนทาลัม จะได้ตะกอนสีขาวของไนโอเบียม เพนตะออกไซด์ ( $\text{Nb}_2\text{O}_5$ )

นำผงของแทนทาลัม เพนตะออกไซด์และไนโอเบียม เพนตะออกไซด์มาซึ่งหา  
 น้ำหนักทั้งหมด แล้วนำไปวิเคราะห์หาปริมาณของธาตุอื่น ๆ ที่เจือปน (impurity) ออกมา  
 ด้วย ผลการวิเคราะห์แสดงดังตารางที่ 6.7

ศูนย์วิทยทรัพยากร  
 จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย