

ผลของการทดลอง

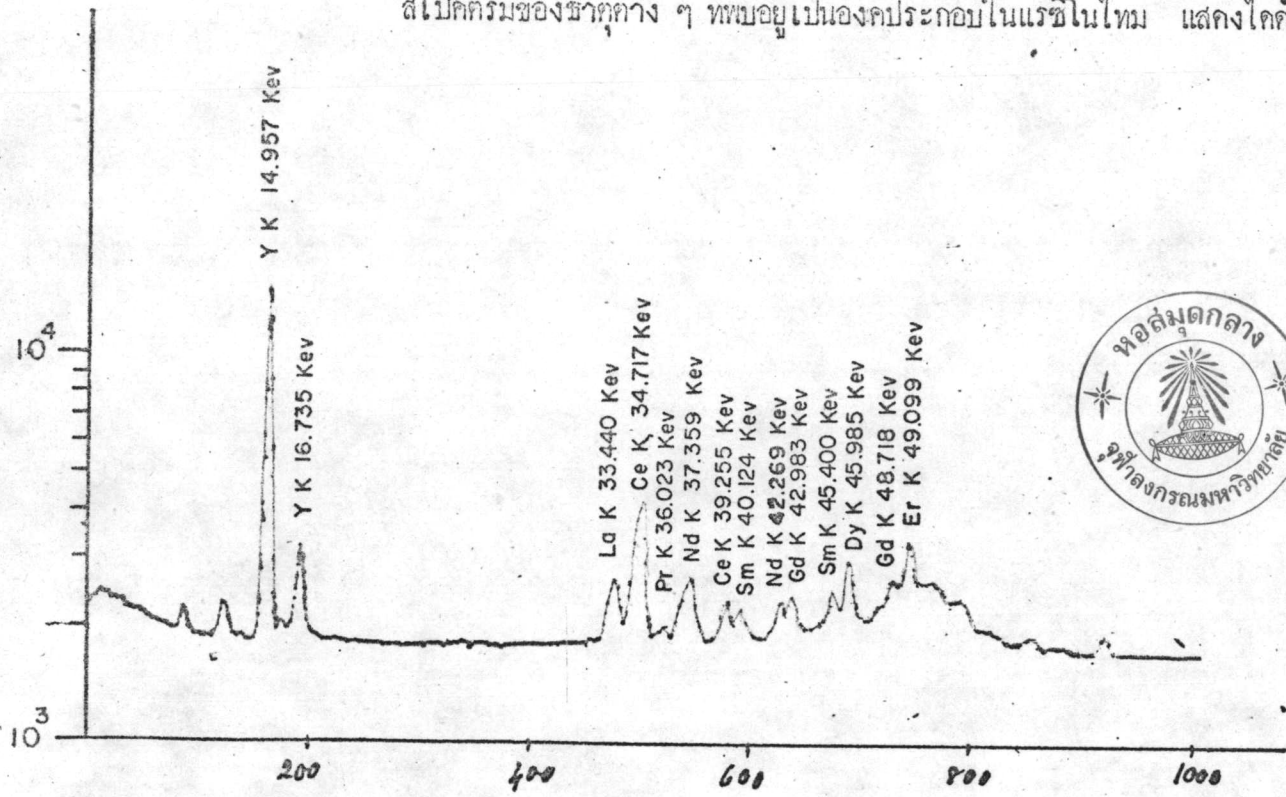
- 5.1 ผลของการทดลองหาปริมาณของธาตุต่าง ๆ ในซีโนไทม์ โดยวิธีการเรืองรังสีเอกซ์
- จากการนำแร่ซีโนไทม์ 11 ตัวอย่าง ซึ่งได้มาจากที่ต่าง ๆ กันมาหาองค์ประกอบ โดยการวิเคราะห์ด้วยวิธีการเรืองรังสีเอกซ์ หาปริมาณโดยเทียบกับสารมาตรฐาน ผลของปริมาณของธาตุต่าง ๆ ที่ได้คิดเป็นเปอร์เซ็นต์

ตารางที่ 5.1 ส่วนประกอบ (%) ของสารตัวอย่างซีโนไทม์โดยวิเคราะห์ด้วยการเรืองรังสีเอกซ์

สารประกอบ	เปอร์เซ็นต์ออกไซด์ของธาตุในสารตัวอย่าง										
	x_1^* (94.1)	x_2^* (78.9)	x_3^* (84.5)	x_4^* (77.3)	x_5^* (85.0)	x_6^* (86.8)	x_7^* (55.5)	x_8^* (58.1)	x_9^* (54.5)	x_{10}^* (80.2)	x_{11}^* (74.8)
Y_2O_3	32.62	32.19	29.38	29.98	35.18	15.76	14.30	15.40	15.38	31.42	27.32
La_2O_3	2.60	.37	.54	.60	1.782	2.26	1.65	1.40	.515	.21	.34
Ce_2O_3	11.06	3.45	2.66	4.98	8.199	18.68	9.76	7.28	3.10	1.27	3.61
Nd_2O_3	2.50	.864	.71	1.31	2.04	4.67	1.81	1.33	.68	.44	.80
Sm_2O_3	.88	.68	.68	.88	1.01	1.63	.80	.68	.54	.56	.59
Gd_2O_3	1.76	2.42	1.76	3.25	1.91	2.88	1.42	1.65	1.24	1.97	2.52
Dy_2O_3	3.61	5.44	4.94	5.56	4.09	2.95	2.89	3.71	3.30	5.41	5.32
Fe_2O_3	2.71	3.54	3.27	2.90	2.97	.76	1.15	1.50	1.63	2.57	2.05
Yb_2O_3	2.42	3.59	3.71	3.92	3.52	.70	1.54	1.65	1.17	2.78	2.92

* เปอร์เซ็นต์รวมของแร่ซีโนไทม์และโมนาไซต์ในสารตัวอย่างจากการวิเคราะห์ของกรมทรัพยากรธรณี โดยวิธี นับเม็ดแร่ (Grain Counting)

สเปกตรัมของธาตุต่าง ๆ ที่พบอยู่ในองค์ประกอบในแร่ซีโนไทม แสดงได้ดังรูป 5.1



รูปที่ 5.1 สเปกตรัมรังสีเอกซ์ของซีโนไทมก่อนการสกัดยูเทรียม

5.2 ผลของการศึกษาสัทธิยิเตรียมโดยโซเดียมไฮดรอกไซด์

5.2.1 ผลของอุณหภูมิต่อการสกัดซินไทม์ควยโซเดียมไฮดรอกไซด์

จากการทดลองที่ 4.4.1 ซึ่งเป็นการทดลองเพื่อหาความสามารถในการสกัดยิเตรียมควยโซเดียมไฮดรอกไซด์ ที่อุณหภูมิต่าง ๆ กัน คือ 120° , 140° , 160° และ 180° ซ หลังจากสกัดแล้วนำมาตกตะกอนควยโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ pH ต่าง ๆ กัน เมื่อวิเคราะห์ปริมาณของยิเตรียมในแต่ละส่วนต่าง ๆ แล้ว คำนวณหาความบริสุทธิ์ของยิเตรียมในแต่ละส่วนน้ำหนักของยิเตรียมในแต่ละส่วน และผลของการสกัดจากสมการต่าง ๆ ข้างล่าง

ความสะอาดของยิเตรียมในแต่ละส่วน (%)

$$= \frac{\text{จำนวนนับของยิเตรียมในสารตัวอย่าง} \times \% \text{ ของยิเตรียมมาตรฐาน}}{\text{จำนวนนับของยิเตรียมในสารมาตรฐาน}}$$

$$\text{น้ำหนักเป็นกรัมของยิเตรียม} = \frac{\text{น้ำหนักตะกอน} \times \text{น้ำหนักของยิเตรียม}}{100} \quad \text{กรัม}$$

$$\text{ผลการสกัด (\%)} = \frac{\text{น้ำหนักเป็นกรัมของยิเตรียมหลังสกัดแล้ว} \times 100}{\text{น้ำหนักเป็นกรัมของยิเตรียมที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง}}$$

ผลของการทดลองแสดงได้โดยตารางที่ 5.2

ตารางที่ 5.2 แสดงปริมาณน้ำหนักและร้อยละของยีสเตรียมออกไซด์หลังจากการสกัดด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ กัน เวลาในการสกัด 3 ชั่วโมง ปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์ 2 : 1 โดยน้ำหนัก

อุณหภูมิ ° C	pH	น้ำหนักของยีสเตรียมออกไซด์ในแรมเอิร์ทออกไซด์ผสม (กรัม)	% ที่ได้จากการสกัดทั้งหมด
120	0 - 3.5	0	0
	3.5 - 7.0	.585	3.4
	7.0 - 12.0	.018	
140	0 - 3.5	0	11.7
	3.5 - 7.0	1.865	
	7.0 - 12.0	.195	
160	0 - 3.5	.288	52.2
	3.5 - 7.0	6.748	
	7.1 - 12.0	.147	
180	0 - 3.5	.496	83.1
	3.5 - 7.0	13.984	
	7.0 - 12.0	.141	

ไฮดรอกไซด์ที่ตกในช่วง pH ต่าง ๆ นี้ นอกจากจะมียีสเตรียมแล้วยังมีแรมเอิร์ทตัวอื่น ๆ องค์ประกอบ (Composition) ของไฮดรอกไซด์ที่ได้ในช่วง pH ต่าง ๆ แสดงไว้ในตารางที่ 5.3

ตารางที่ 5.3 แสดงองค์ประกอบ (%) ของไฮดรอกไซด์ที่ตกในช่วง pH ต่าง ๆ

อุณหภูมิ °C	pH	ส่วนประกอบเป็น % ของแรร์เอิร์ทออกไซด์										
		Y ₂ O ₃	La ₂ O ₃	Ce O ₂	Pr O ₂	Nd ₂ O ₃	Sm ₂ O ₃	Gd ₂ O ₃	Dy ₂ O ₃	Er ₂ O ₃	Th O ₂	U ₃ O ₈
120	0-3.5	0	0	0	0	0	0	0	0	0	12.10	1.18
	3.5-7.0	14.12	.95	26.30	3.31	22.65	5.52	3.66	1.33	1.63	0	0
	7.0-12.0	.96	39.13	40.85	3.67	11.33	.24	0	0	0	0	0
140	0-3.5	0	0	2.28	0	0	0	0	0	0	12.16	2.48
	3.5-7.0	20.19	.60	22.97	2.47	12.91	3.42	4.22	2.05	2.78	0	0
	7.0-12.0	6.13	38.51	31.66	3.12	12.57	.43	0	0	0	0	0
160	0-3.5	6.0	.50	4.43	0	1.30	.58	1.01	2.14	2.17	15.05	2.65
	3.5-7.0	20.78	2.51	10.88	1.00	7.79	1.95	5.53	9.66	2.98	0	0
	7.0-12.0	4.53	43.04	30.24	2.05	5.92	.60	0	0	0	0	0
180	0-3.5	9.35	.56	5.89	0	1.65	1.35	1.26	3.00	2.14	15.14	2.98
	3.5-7.0	24.84	2.00	7.10	.93	4.70	1.40	5.73	14.37	3.68	0	0
	7.0-12.0	10.85	50.33	34.23	1.00	4.44	.41	0	0	0	0	0

หมายเหตุ รอยเย็บออกไซด์ และยูเรเนียมออกไซด์วิเคราะห์โดยวิธีนิวตรอนแอคทีเวชัน

สเปกตรัมของตะกอนไฮดรอกไซด์ที่ตกในช่วง pH ต่าง ๆ แสดงไว้ในรูป 5.2 - 5.4 โดยเปรียบเทียบสเปกตรัมของตะกอนไฮดรอกไซด์ที่ตกในช่วง pH 0-3.5 และ 3.5 - 7.0 กับสารมาตรฐานตัวที่ 1 และตะกอนไฮดรอกไซด์ที่ตกในช่วง pH 7.0 - 12.0 เปรียบเทียบกับสเปกตรัมของสารมาตรฐานตัวที่ 2

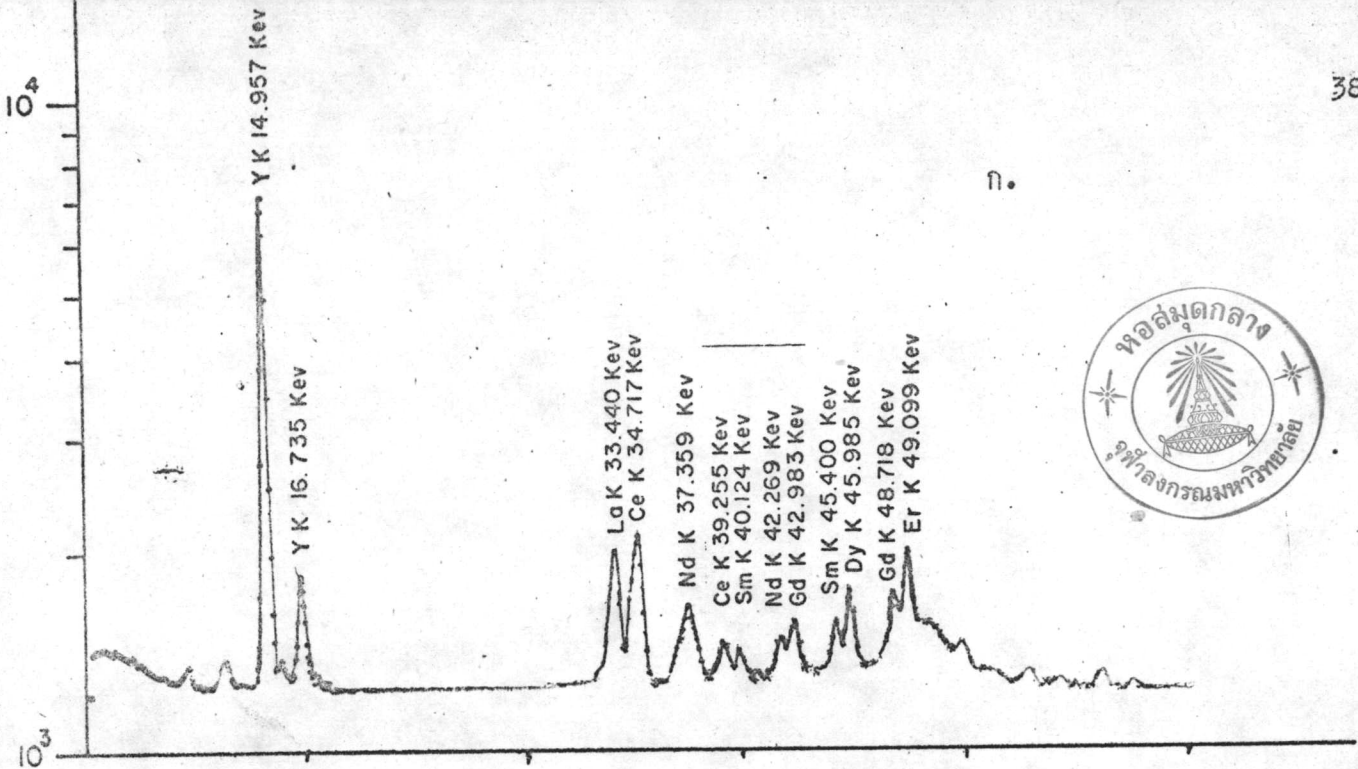
5.2.2 ผลของปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อการสกัดแร่ซีโนไมท์

ผลของการสกัดยิเทรียมจากซีโนไมท์โดยใช้อัตราส่วนแร่ต่อโซเดียมไฮดรอกไซด์แปรผันระหว่าง 1 : 1, 1 : 2, 1 : 3 และ 1 : 4 แสดงไว้ในตารางที่ 5.4

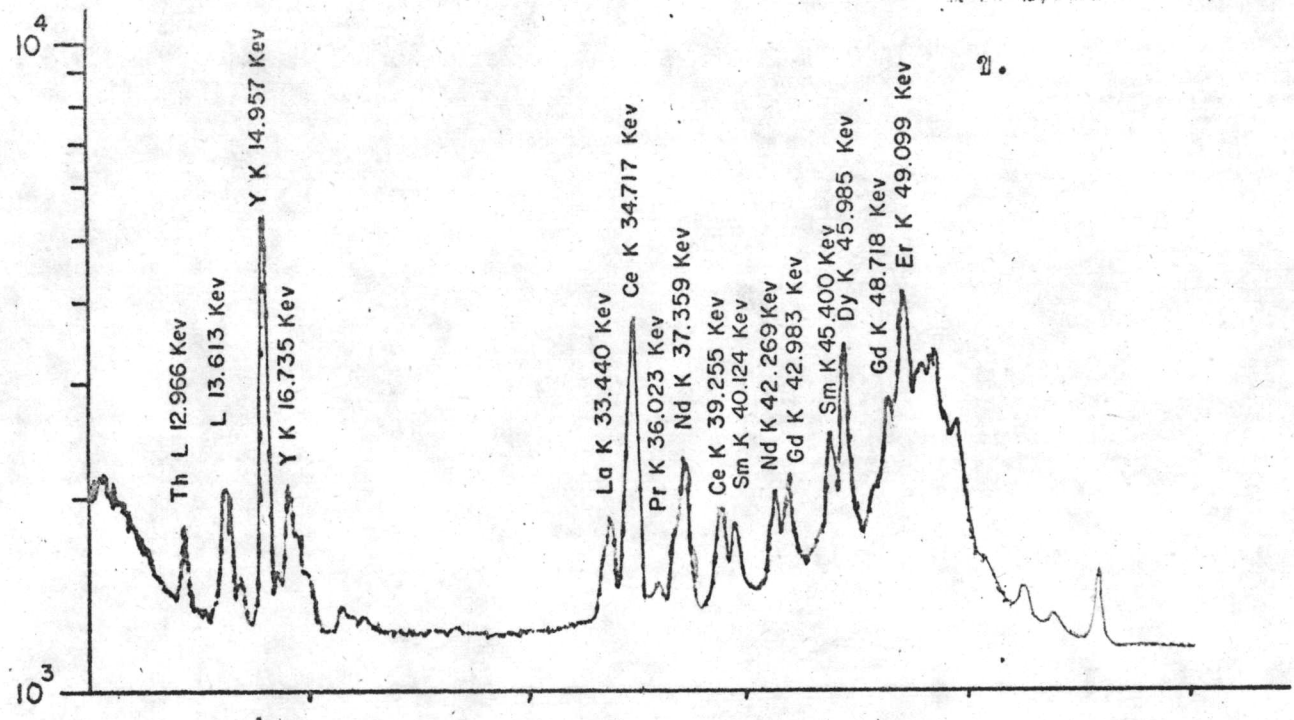
ตารางที่ 5.4 แสดงปริมาณน้ำหนักและร้อยละของยิเทรียมออกไซด์ในการสกัดด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ ปริมาณต่าง ๆ กัน เวลาในการสกัด 3 ชั่วโมง อุณหภูมิ 180° C

ซีโนไมท์ : โซเดียมไฮดรอกไซด์ โดยน้ำหนัก	pH	น้ำหนักยิเทรียมออกไซด์ ในแร่เอิร์ทออกไซด์ผสม คิดเป็นกรัม	% ที่ได้จากการ สกัดทั้งหมด
1 : 1	0 - 3.5	.148	67.2
	3.5 - 7.0	10.15	
	7.0 - 12.0	.652	
1 : 2	0 - 3.5	.835	92.6
	3.5 - 7.0	14.172	
	7.0 - 12.0	.089	
1 : 3	0 - 3.5	.116	87.2
	3.5 - 7.0	14.063	
	7.0 - 12.0	.047	
1 : 4	0 - 3.5	.072	86.1
	3.5 - 7.0	13.408	
	7.0 - 12.0	.565	

ส่วนประกอบของตะกอนไฮดรอกไซด์ที่ตกในช่วง pH ต่าง ๆ แสดงไว้ในตาราง 5.5



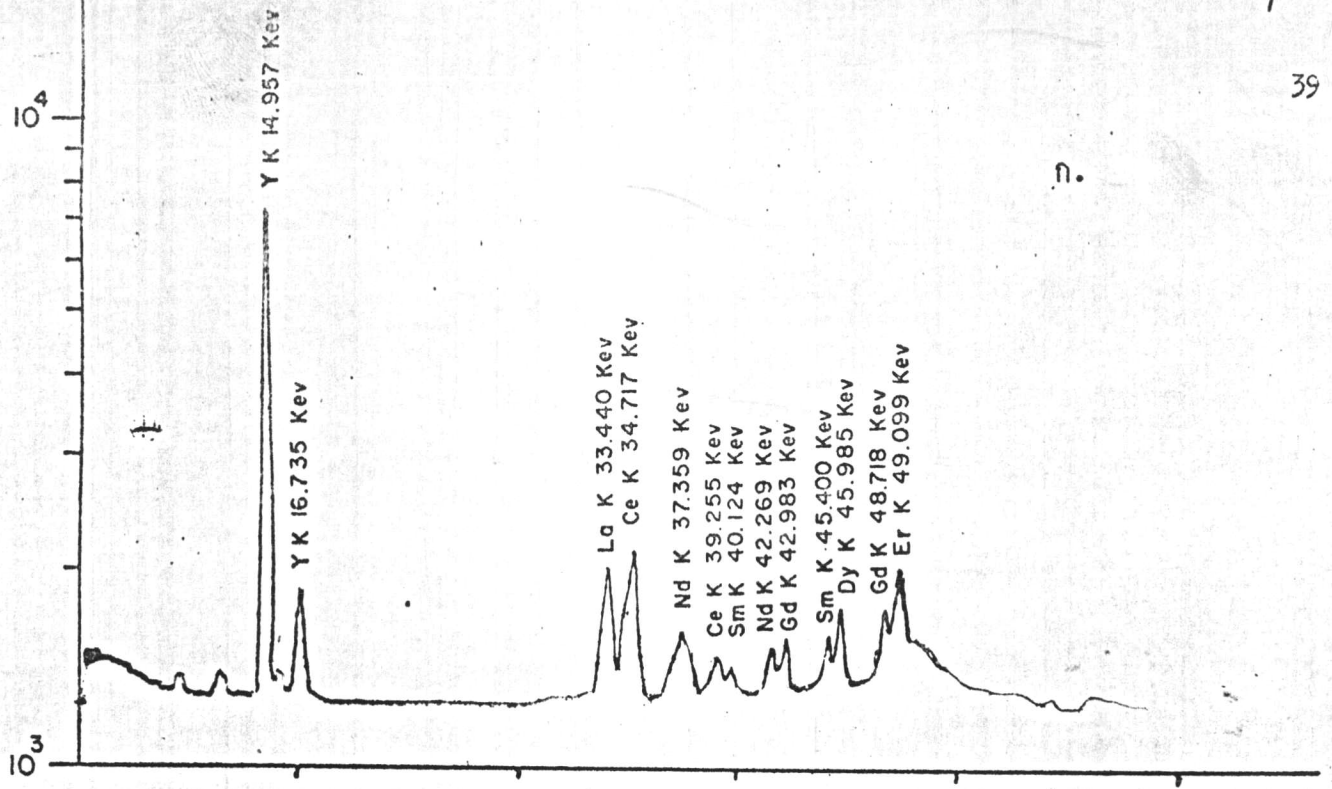
ก.



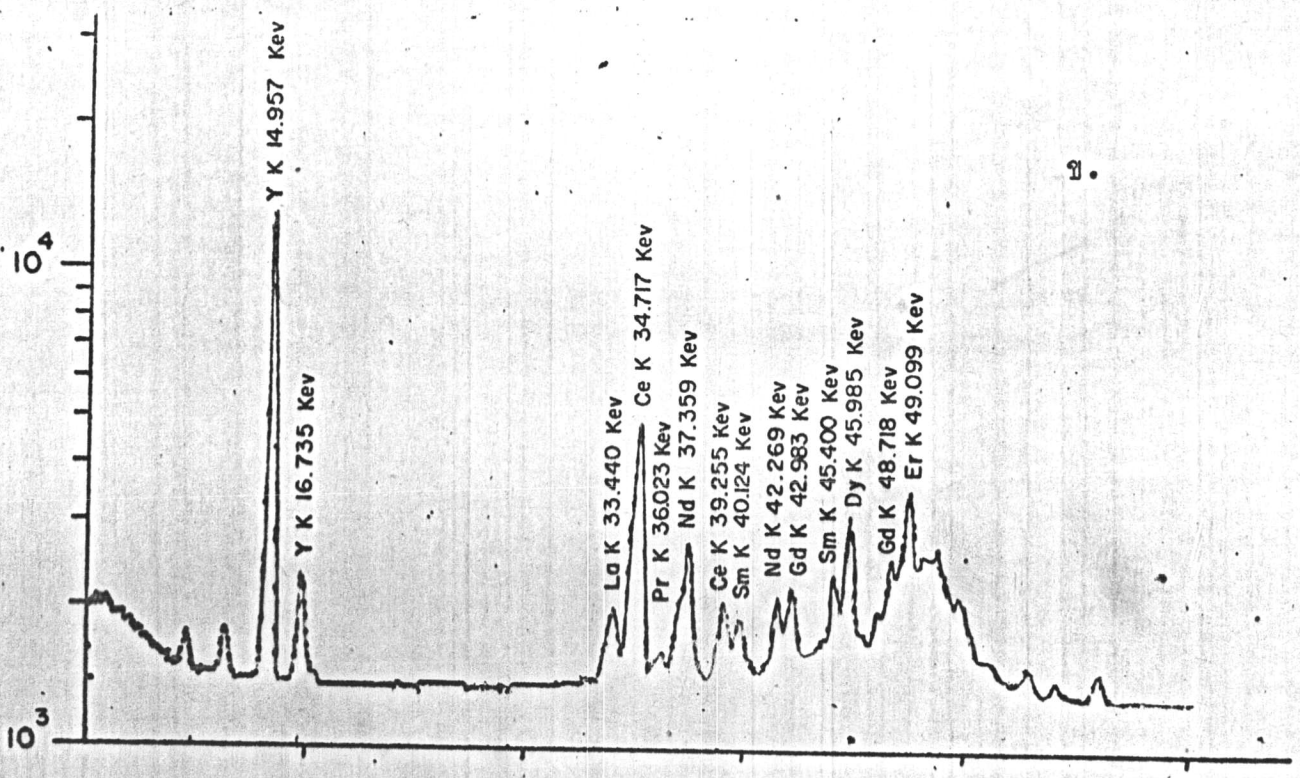
ข.

รูปที่ 5.2 สเปกตรัมรังสีเอกซ์ของยิปซัมและแร่วีรท์ออกไซด์ เปรียบเทียบระหว่าง

- ก. สารมาตรฐานตัวที่ 1
- ข. ตัวอย่างจากการสกัดควยโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ช่วง pH 0-3.5

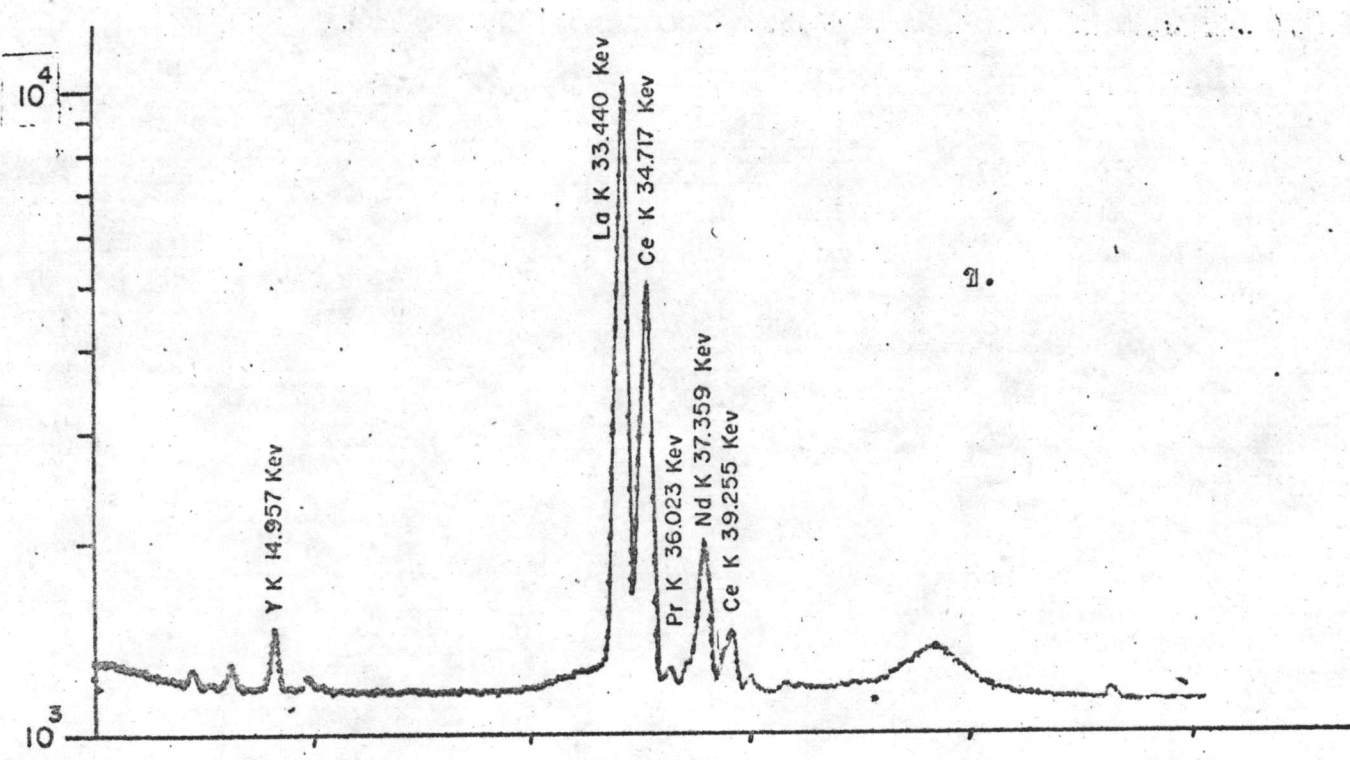
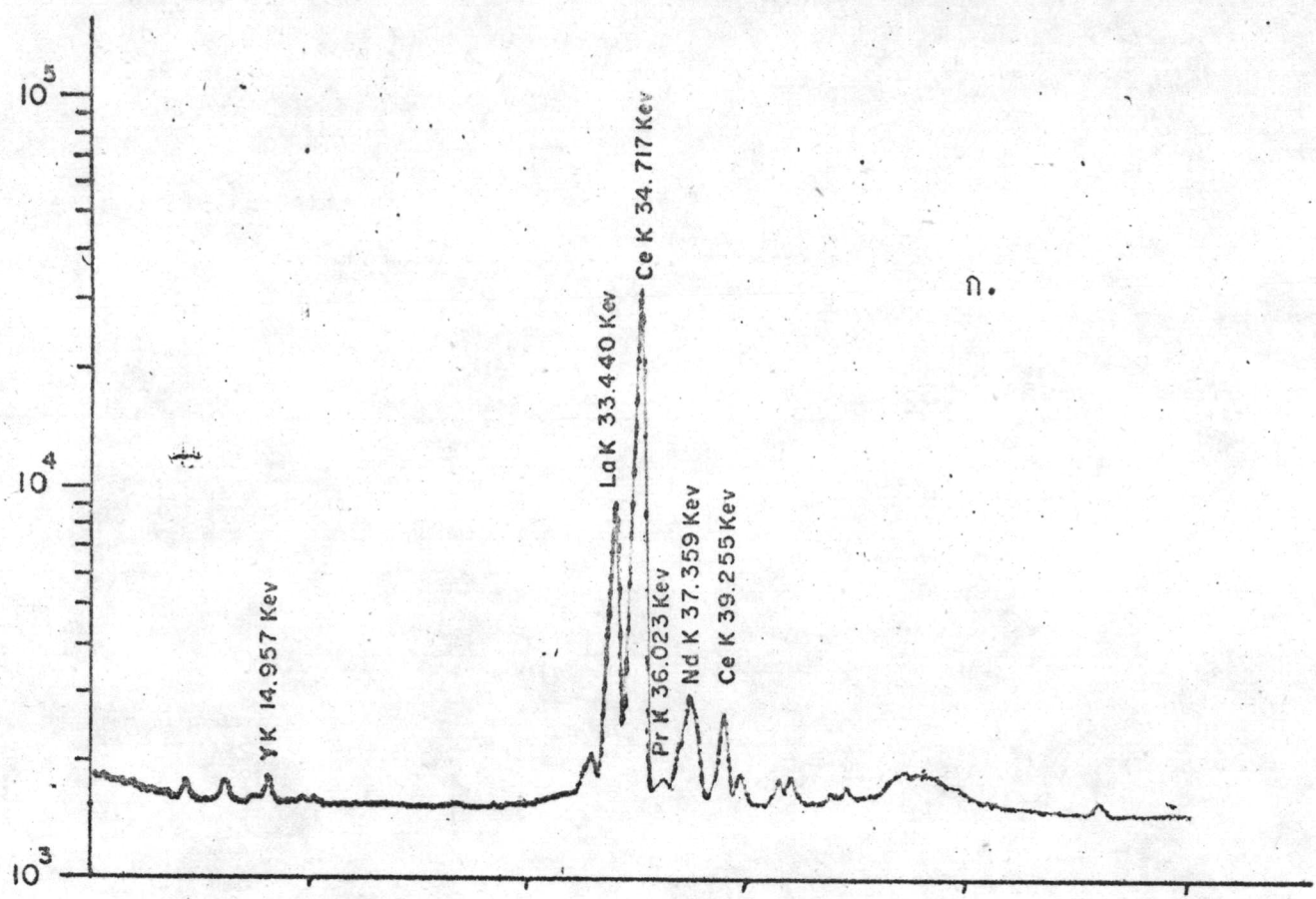


ก.



ข.

รูปที่ 5.3 สเปกตรัมรังสีเอกซ์ของยิเทรียมและแรร์เอิร์ทออกไซด์ เปรียบเทียบระหว่าง
 ก. สารมาตรฐานตัวที่ 1
 ข. ตัวอย่างจากการสกัดด้วยไซเคอิมไฮดรอกไซด์ที่ช่วง pH 3.5 - 7



รูปที่ 5.4 สเปกตรัมรังสีเอกซ์ของยิเทรียมและแรร์เอิร์ทออกไซด์ เปรียบเทียบระหว่าง

- ก. สารมาตรฐานตัวที่ 2
- ข. ตัวอย่างจากการสกัดควยโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ช่วง pH 7 - 12

ตารางที่ 5.5 แสดงองค์ประกอบของตะกอนไฮดรอกไซด์ที่ตกในช่วง pH ต่าง ๆ

ปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อแอมโมเนียม	pH	ส่วนประกอบแรควิลโทออกไซด์ เป็น %										
		Y ₂ O ₃	La ₂ O ₃	Ce O ₂	Pr O ₂	Nd ₂ O ₃	Sm ₂ O ₃	Gd ₂ O ₃	Dy ₂ O ₃	Er ₂ O ₃	Th O ₂	U ₃ O ₈
1 : 1	0-3.5	3.41	.51	2.74	0	.75	.39	.47	.86	1.24	12.15	4.50
	3.5-7.0	20.78	5.41	29.41	3.75	13.35	2.95	4.75	9.46	2.03	0	0
	7.0-12.0	4.53	41.39	36.14	1.56	4.87	0	0	0	0	0	0
2 : 1	0-3.5	10.17	.68	5.22	0	1.56	1.14	1.11	5.34	2.16	16.57	2.19
	3.5-7.0	24.72	2.39	8.27	.81	4.87	1.39	4.45	3.50	2.16	0	0
	7.0-12.0	7.60	39.76	24.40	1.61	4.71	0	0	0	0	0	0
3 : 1	0-3.5	3.13	.37	2.73	0	.86	.55	.60	1.41	1.58	15.17	3.00
	3.5-7.0	19.91	2.86	10.42	1.33	3.30	1.45	3.83	6.52	2.47	0	0
	7.0-12.0	2.43	49.74	21.60	1.14	4.73	0	0	0	0	0	0
4 : 1	0-3.5	1.63	.37	1.95	0	.44	.15	0	0	0	16.80	2.36
	3.5-7.0	19.12	1.78	8.73	.87	3.46	1.50	3.45	9.08	3.02	0	0
	7.0-12.0	7.65	25.11	27.67	1.29	5.36	0	0	0	0	0	0

5.2.3 ผลของการสกัดซีโนไมด์ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ เวลาต่าง ๆ กัน

ผลของการสกัดยี่เตรียมจากซีโนไมด์ด้วยเวลาต่าง ๆ กันแสดงไว้ใน
ตารางที่ 5.6

ตารางที่ 5.6 แสดงปริมาณน้ำหนักและร้อยละของยี่เตรียมในการสกัดด้วย
โซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เวลาต่าง ๆ กัน อุณหภูมิในการสกัด
180°ซ ปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อซีโนไมด์ 2 : 1



เวลาในการสกัด เป็นชั่วโมง	pH	น้ำหนักยี่เตรียม ออกไซค์ในแรร์เอิร์ท ออกไซค์ผสมคิดเป็น กรัม	% ที่ได้จากการ สกัดทั้งหมด
1	0 - 3.5	.074	33.9
	3.5 - 7.0	4.723	
	7.0 - 12.0	.739	
2	0 - 3.5	.036	46.5
	3.5 - 7.0	6.479	
	7.0 - 12.0	.037	
3	0 - 3.5	1.164	90.7
	3.5 - 7.0	13.402	
	7.0 - 12.0	.225	
4	0 - 3.5	.170	91.4
	3.5 - 7.0	14.097	
	7.0 - 12.0	.632	

ส่วนประกอบของตะกอนไฮดรอกไซด์ที่ตกในช่วง pH ต่าง ๆ แสดงไว้ในตาราง

ที่ 5.7

ตารางที่ 5.7 แสดงส่วนประกอบของตะกอนไฮดรอกไซด์ที่ตกในช่วง pH ต่าง ๆ

เวลาในการ สกัด ชั่วโมง	pH	ส่วนประกอบแร่เจีร์ทออกไซด์เป็นเปอร์เซ็นต์										
		Y ₂ O ₃	La ₂ O ₃	Ge O ₂	Pr O ₂	Nd ₂ O ₃	Sm ₂ O ₃	Gd ₂ O ₃	Dy ₂ O ₃	Er ₂ O ₃	Th O ₂	U ₃ O ₈
1	0-3.5	2.17	.54	3.87	0	1.03	.53	.46	.52	0	13.48	2.07
	3.5-7.0	13.28	2.22	17.75	2.34	5.32	1.67	3.95	7.01	2.08	0	0
	7.0-12.0	2.08	46.07	39.00	1.97	6.64	.55	0	0	0	0	0
2	0-3.5	1.15	0	2.00	0	0	0	0	0	0	15.33	1.57
	3.5-7.0	14.33	2.72	19.68	1.60	5.44	2.10	3.51	10.06	0.85	0	0
	7.0-12.0	.83	42.65	43.48	2.50	7.35	.40	0	0	0	0	0
3	0-3.5	9.93	1.07	6.11	0	1.53	.71	1.00	2.49	2.38	14.45	2.41
	3.5-12.0	26.09	2.39	10.31	1.08	4.50	2.26	5.32	2.85	2.64	0	0
	7.0-12.0	5.29	47.65	39.26	2.33	5.69	1.25	0	0	0	0	0
4	0-3.5	2.88	.91	5.57	1.00	1.47	.57	.97	1.97	2.95	16.71	2.39
	3.5-7.0	21.57	1.85	3.21	1.62	3.37	1.94	4.74	3.36	3.69	0	0
	7.0-12.0	8.63	28.81	32.48	2.39	6.28	.98	0	0	0	0	0

5.3 อภิปรายผลการทดลอง

ในการศึกษาเพื่อหาวิธีสกัดยีส์เตรียมออกจากแอสซีโนไมน์นั้น จากการทดลองต่าง ๆ อาจสรุปได้ว่า สภาวะที่เหมาะสมที่สุดคือที่อุณหภูมิ 130°C เวลา 3 ชั่วโมง และปริมาณของโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อแอสซีโนไมน์ 2 ต่อ 1 ในการใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์มากขึ้น หรือเวลาในการสกัดนานขึ้นไม่ได้ทำให้ได้ยีส์เตรียมมากขึ้นตามไปด้วย เมื่อใช้เวลาในการสกัดมากขึ้นคือเวลา 4 ชั่วโมง โซเดียมไฮดรอกไซด์จะเริ่มแข็งตัว เพราะในการทำการทดลองนี้ถึงแม้จะพยายามป้องกันไม่ให้ไอระเหยออกไปก็ตาม แต่ก็ยังมีบ้างเป็นจำนวนน้อยที่ระเหยออกไป ฉะนั้นเมื่อสกัดเป็นเวลานานจึงทำให้โซเดียมไฮดรอกไซด์เกิดการแข็งตัว จึงทำให้ยีส์เตรียมออกมาไม่ได้มากขึ้น

สำหรับการตกตะกอนยีส์เตรียมนั้น พบว่าในช่วง pH 3.5 - 7.0 การตกตะกอนจะสมบูรณ์ที่สุด การตกตะกอนไฮดรอกไซด์ที่ pH ต่าง ๆ กัน (Gradient precipitation) ไม่สามารถแยกยีส์เตรียมจากแอสซีโนไมน์อื่น ๆ ได้ แต่สามารถแยกยีส์เตรียมจากยูเรเนียมและธอเรียมได้

ในการวิเคราะห์ปริมาณของยีส์เตรียมที่สกัดแล้วด้วยการเรืองรังสีเอกซ์นี้ เป็นวิธีที่สะดวกรวดเร็ว และเหมาะสม เพราะว่ายีส์เตรียมในแอสซีโนไมน์มีปริมาณมาก และพลังงานของยีส์เตรียมตรง K_{α} - line ห่างจากพวกแอสซีโนไมน์ไฮดรอกไซด์อื่น ๆ จะมีพลังงานของธอเรียมและยูเรเนียมตรง L - line มากวนบ้าง แต่เนื่องจากธอเรียมและยูเรเนียมมีเปอร์เซ็นต์น้อยมากเมื่อเทียบกับเปอร์เซ็นต์ของยีส์เตรียม จึงไม่ทำให้ไปรบกวน energy peak ของยีส์เตรียม ถ้าจะใช้หาปริมาณของยีส์เตรียมโดยวิธีนิวตรอนแอคทีเวชันไม่ค่อยเหมาะ เพราะยีส์เตรียมมีครึ่งชีวิต 63 ชั่วโมง⁽⁹⁾ cross section 1.28 barns ซึ่งต่ำมาก ต้องใช้เวลาการรออบนิวตรอนนานจึงไม่สะดวก

สำหรับธอเรียมและยูเรเนียมนั้น ใช้วิธีนิวตรอนแอคทีเวชันสะดวก เนื่องจากมีเครื่องมือวัดพลังงานแกมมาต่ำ ครึ่งชีวิตของทั้งธอเรียมและยูเรเนียมก็สั้น จึงเหมาะที่จะใช้หาปริมาณโดยวิธีนิวตรอนแอคทีเวชัน

แรร่เอิร์ทอื่น ๆ ซึ่งเป็นผลพลอยได้นั้น ในการทดลองนี้หาปริมาณอย่างหยาบ ๆ
โดยวิธีการเรื่อรงสีเอกซ์ การที่จะหาปริมาณที่แน่นอน โดยวิธีนี้จำต้องศึกษาเรื่อรง

Matrix effects อย่างละเอียดเสียก่อน