



ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง

6.1 ผลการวิเคราะห์แร่ซามาสโคทจากหางแรดื่บูกเชิงปริมาณ และคุณภาพ โดยวิธี- ทางเอกซเรย์ ฟลูออเรสเซนซ์

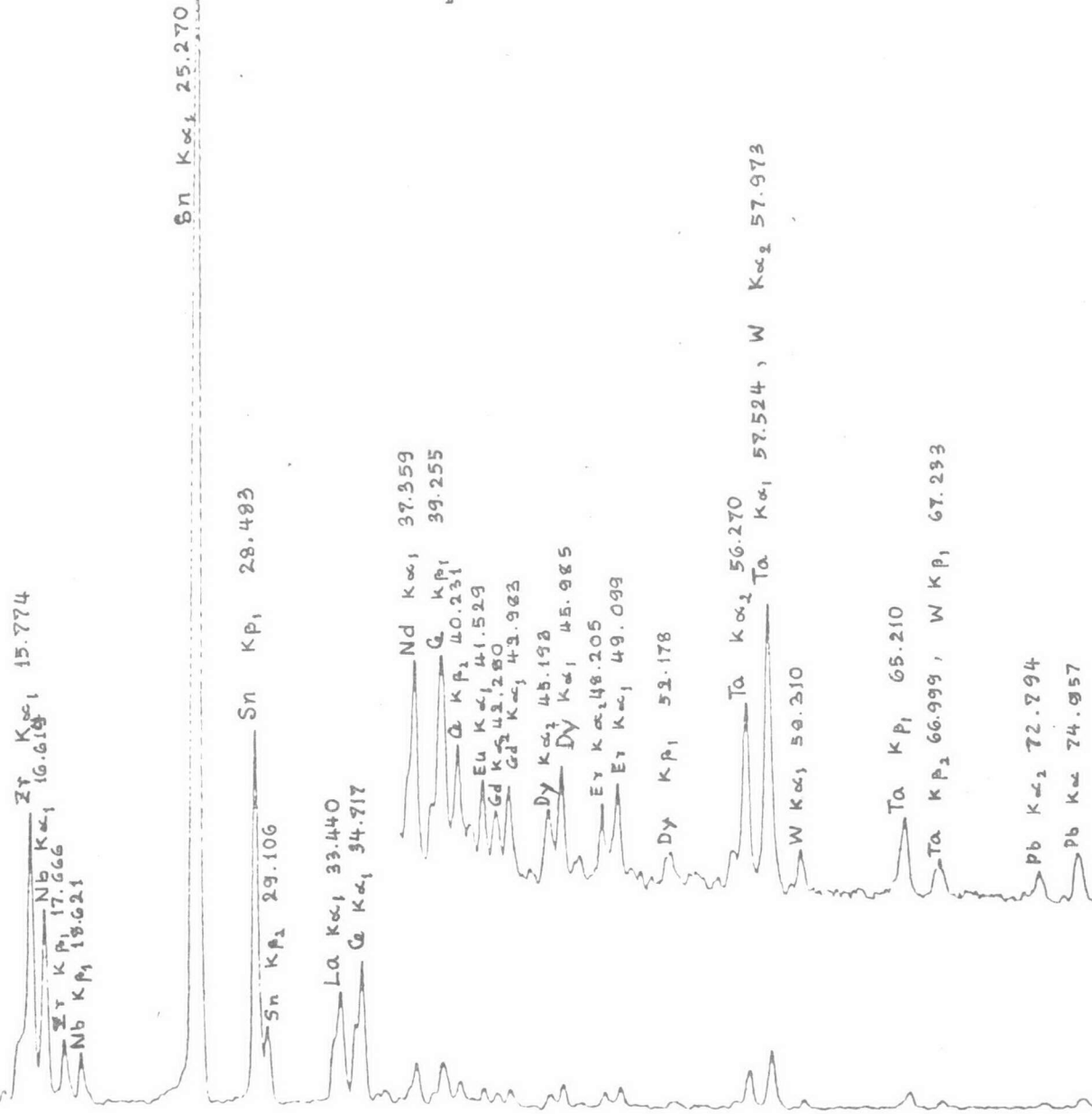
จากการทดลองนำแร่ซามาสโคทมาวิเคราะห์ทั้งเชิงปริมาณและคุณภาพ โดยวิธีทางเอกซเรย์ ฟลูออเรสเซนซ์ ดังข้อที่ 5.1.1 และ ข้อที่ 5.1.2 ได้แสดงไว้ในตารางที่ 6.1 และรูปที่ 6.2 ซึ่งจะเห็นได้ว่าในแร่ซามาสโคท มีธาตุต่าง ๆ คือ Ta, Nb, W, Ti, Sn, U, Th, Mn, Fe, La, Ce, Pr, Nd, Sm, Gd, Dy, Er, Y และผลของการทดลองในการหาปริมาณได้เปรียบเทียบให้เห็นถึงความแตกต่างจากผลของการวิเคราะห์จากประเทศยูเมเนีย ซึ่งไม่มีรายละเอียดให้ สำหรับธาตุบางชนิดที่ไม่มีผลการทดลองนั้นเพราะว่าผู้ทำการทดลองไม่ได้ตรวจสอบปริมาณประกอบกับเครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์มีขีดจำกัด และบางครั้งก็พบว่ามันน้อย การหาปริมาณทำได้ยาก เนื่องจากมีการรบกวนอื่น ๆ เข้าไปเกี่ยวข้อง และเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์ก็เป็นเทคนิคทาง X-ray fluorescence เท่านั้น

ตารางที่ 6.1 แสดงผลการวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ ในแร่ซามาสโคท* เปรียบเทียบกับผลการวิเคราะห์แร่ซามาสโคทจากแหล่งเดียวกัน ซึ่งได้ผลการวิเคราะห์จากประเทศโรมาเนีย

ธาตุที่ตรวจสอบได้	ปริมาณที่วิเคราะห์ได้ (%)	ปริมาณที่วิเคราะห์ได้จากโรมาเนีย (%)
Ta ₂ O ₅	7.50 ± 0.64	6.60
Nb ₂ O ₅	6.59 ± 0.38	7.30
WO ₃	-	0.25
TiO ₂	-	2.90
SnO ₂	46.60 ± 0.56	35.00
U ₃ O ₈	1.44 ± 0.05	-
ThO ₂	1.06 ± 0.01	1.17
MnO ₂	-	1.73
Fe ₂ O ₃	-	3.00
La ₂ O ₃	1.29 ± 0.01	0.55
Ce ₂ O ₃	2.97 ± 0.03	3.2
Pr ₂ O ₃	0.29 ± 0.02	-
Nd ₂ O ₃	0.59 ± 0.04	0.14
Sm ₂ O ₃	0.37 ± 0.04	0.014
Gd ₂ O ₃	0.31 ± 0.04	0.068
Dy ₂ O ₃	0.56 ± 0.02	0.25
Er ₂ O ₃	0.44 ± 0.01	0.25
Y ₂ O ₃	-	2.60

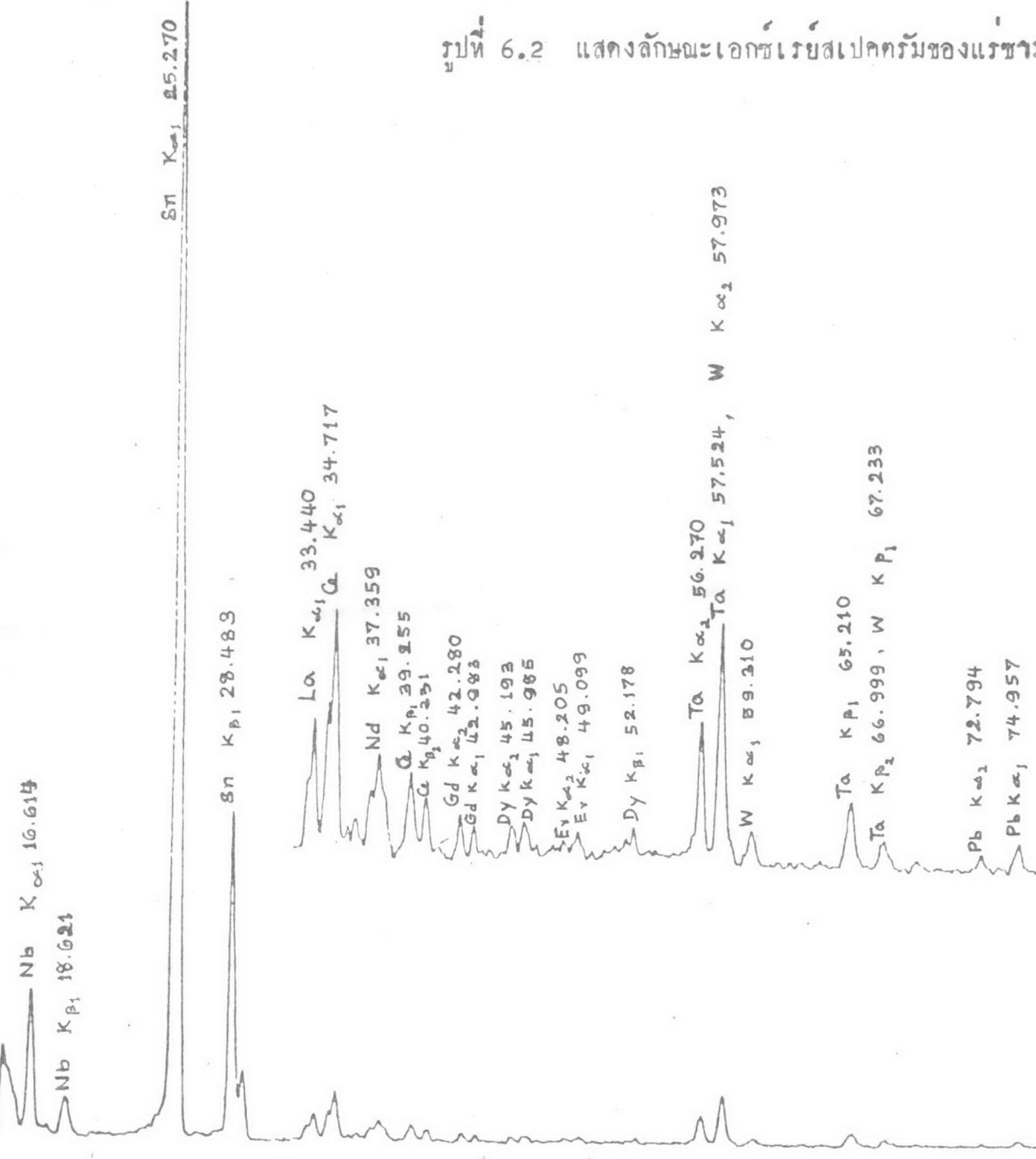
* แร่ซามาสโคทได้มาจาก อ. ตะกั่วป่า จ. พังงา

รูปที่ 6.1 แสดงลักษณะเอกซเรย์สเปกตรัมของสารมาตรฐานที่สังเคราะห์ขึ้น



X 5

รูปที่ 6.2 แสดงลักษณะเอกซเรย์สเปกตรัมของแร่ซามาสโคท



X 5

6.2 ผลการศึกษาการหลอมแร่ซามาสโคท

จากการทดลองในข้อที่ 5.2.2 ได้นำแร่ปริมาณ 0.5 กรัม มาหลอมกับ KHSO_4 โดยใช้เวลาต่าง ๆ กันดังนี้ 55 นาที 90 นาที 120 นาที และ 180 นาที แล้วนำสารละลายไปวิเคราะห์หาปริมาณแทนทาลัม โดยวิธีนิวตรอนแอกติเวชัน และไนโอเบียมหาโดยวิธี เอกซ์เรย์ ฟลูออเรสเซนซ์ ดังผลที่แสดงไว้ในตารางที่ 6.2 และตารางที่ 6.3 จะเห็นได้ว่า การที่จะสกัดแทนทาลัมและไนโอเบียม ออกจากแร่โดยการหลอมด้วย KHSO_4 โดยใช้อุณหภูมิประมาณ 700°C นั้น ต้องใช้เวลาในการหลอมถึง 3 ชั่วโมง จึงจะสามารถเอาธาตุทั้งสองออกมาได้เกือบ 100 % เมื่อละลายส่วนที่หลอมด้วยกรดผสมของ $\text{HCl} : \text{HF} : \text{H}_2\text{O}$ เป็นอัตราส่วน 5 : 4 : 11 ส่วนที่บ่มจะหลอมละลายออกมาบ้างเล็กน้อย

ตารางที่ 6.2 แสดงผลการสกัดแทนทาลัมออกจากแร่ โดยใช้วิธีหลอมด้วย KHSO_4 ที่เวลาต่าง ๆ กัน

เวลาในการหลอมแร่ (นาที)	ปริมาณ Ta_2O_5 ที่ใช้ ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$)	ปริมาณ Ta_2O_5 ที่หาได้ ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$)				% ที่สกัดได้
		1	2	3	เฉลี่ย	
55	183.1	171.9	176.1	179.1	175.7	96
80	201.8	197.2	196.4	203.2	198.9	98.6
120	199.6	191.3	198.1	193.9	195.1	97.8
180	200.6	195.1	219.0	210.6	208.2	103.7



ตารางที่ 6.3 แสดงผลการสกัดไนโอเบียมออกจากแร่ โดยใช้วิธีหลอมด้วย KHSO_4 ที่เวลาต่าง ๆ กัน

เวลาในการหลอมแร่	ปริมาณ Nb_2O_5 ที่ไซ ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$)	ปริมาณ Nb_2O_5 ที่หาได้ ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$)	% ที่สกัดได้	หมายเหตุ
55	187.7	145.8	85.6	
80	185.7	183.0	97.6	
120	199.6	186.1	101.2	
180	186.1	185.6	99.7	

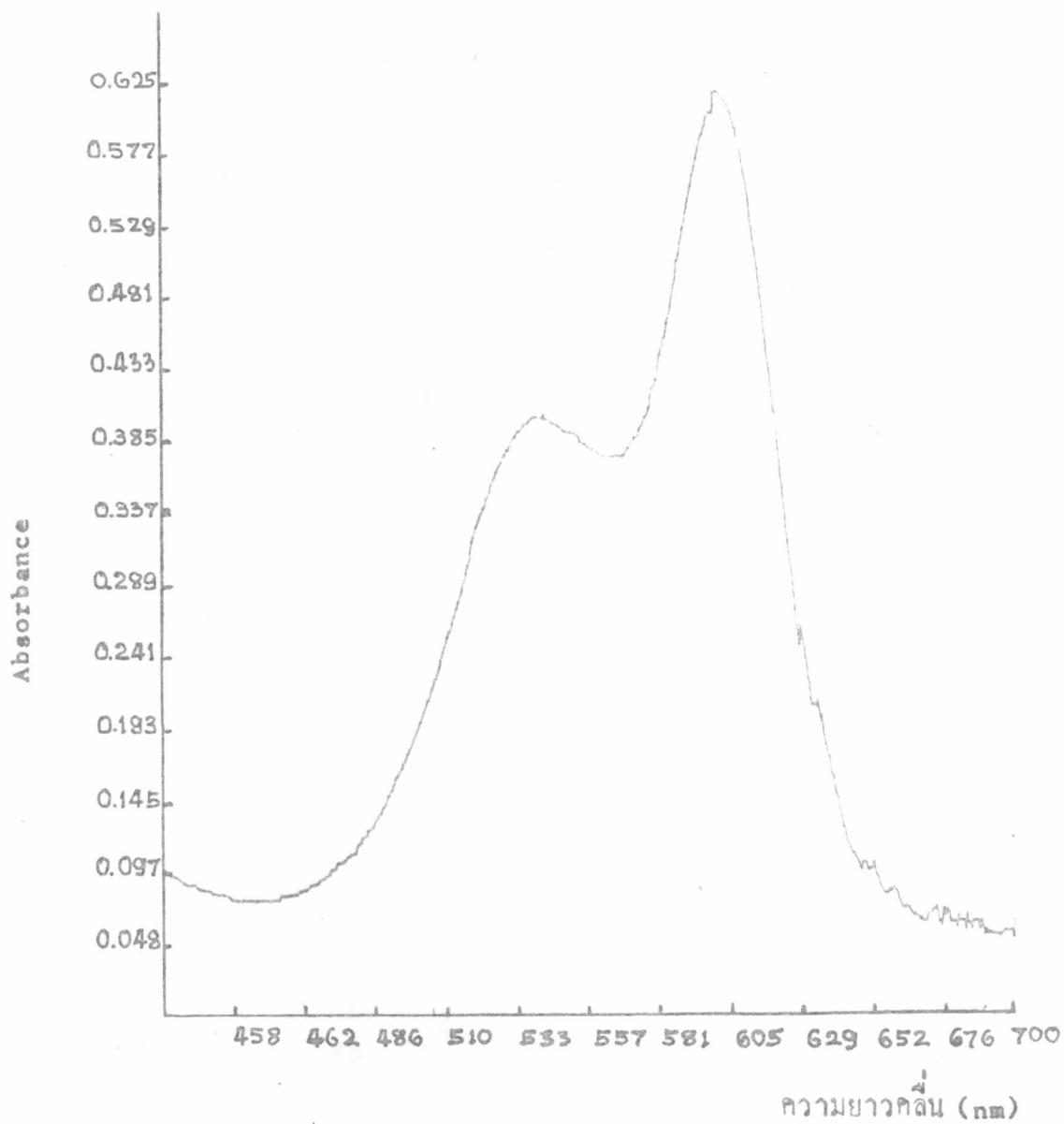
6.3 ผลการศึกษาการหาปริมาณแทนทาลัม ไนโอเบียม และดีบุก โดยใช้วิธีทางสเปกโตรโฟโตเมตรี

6.3.1 ผลการหาปริมาณแทนทาลัม โดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี

ได้ทำการทดลองหาสภาวะต่าง ๆ ของการวิเคราะห์แทนทาลัม โดยวิธีดังต่อไปนี้

6.3.1.1 ผลการศึกษาแอมซอพซันสเปกตรัมของแทนทาลัมกับเมซิลไวโอเลต โดยดำเนินการทดลองดังข้อที่ 5.3.1.1 ได้สเปกตรัมดังรูปที่ 6.3 ซึ่งจะพบว่า Maximum absorption spectrum ของสารประกอบเชิงซ้อนของแทนทาลัมนี้จะอยู่ที่ความยาวคลื่น 600 นาโนเมตร

6.3.1.2 ผลการศึกษาความเสถียรของสีของสารประกอบเชิงซ้อน ระหว่างแทนทาลัมกับเมซิลไวโอเลต โดยดำเนินการทดลองดังข้อที่ 5.3.1.2 พบว่าสีของสารประกอบเชิงซ้อนนี้ เมื่อวัดที่ความยาวคลื่น 600 นาโนเมตร จะคงที่พอควร ช่วง



รูปที่ 6.3 แสดงลักษณะแอมพลิจูดสเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อนของแทนทาลัมกับเมธิลไวโอเลต

เวลา 25-35 นาที หลังการสกัดเสร็จแล้วสีจะซีดลงเรื่อย ๆ ทั้งสีที่เกิดจากสารประกอบเชิงซ้อนของแทนทาลัมกับเมธิลไวโอเลต และสีที่เกิดจาก Blank ดังแสดงไว้ในตารางที่ 6.4 ซึ่งแสดงให้เห็นว่าในการหาปริมาณของแทนทาลัม โดยใช้เทคนิคนี้จะต้องทิ้งทิ้งไว้เพื่อให้สารประกอบเชิงซ้อนเกิดขึ้นได้สมบูรณ์ประมาณอย่างน้อย 25 นาที และไม่ควรเกิน 35 นาที

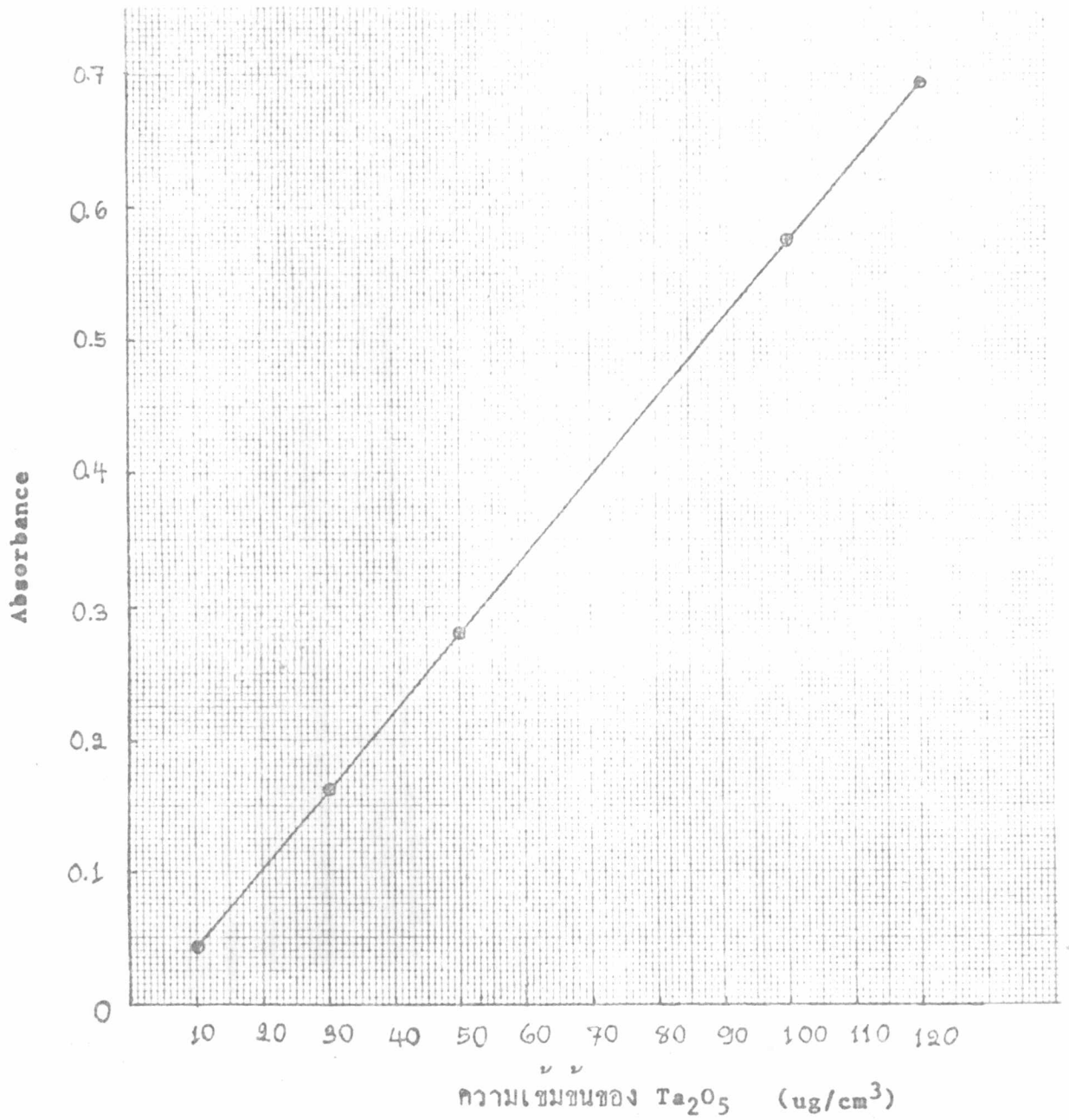
ตารางที่ 6.4 แสดงความเสถียรของสารประกอบเชิงซ้อนระหว่างแทนทาลัมกับเมธิลไวโอเลต

เวลา (นาที)	(Absorbance)		สารประกอบ เชิงซ้อน แทนทาลัม
	รวม	Blank	
15	0.529	0.000	0.529
20	0.524	0.003	0.521
25	0.519	0.003	0.516
30	0.512	9.994	0.518
35	0.503	9.992	0.511
40	0.495	9.988	0.507
45	0.487	9.986	0.501
50	0.481	9.984	0.497
55	0.475	9.981	0.494
60	0.469	9.978	0.491

6.3.1.3 ผลของการศึกษาการนำกราฟมาตรฐานของแทนทาลัม จากการทดลองศึกษาการทำกราฟมาตรฐานตามข้อที่ 5.3.1.3 พบว่าจะได้กราฟเส้นตรง และใช้ได้ดีในช่วงความเข้มข้นของแทนทาลัมเพนตะออกไซด์ 10-120 ไมโครกรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร โดยวัดค่า Absorbance ที่ความยาวคลื่น 600 นาโนเมตร ดังผลที่แสดงไว้ในตารางที่ 6.5 และรูปที่ 6.4

ตารางที่ 6.5 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของแทนทาลัมเพนตะออกไซด์ กับค่า Absorbance

ความเข้มข้นของ Ta_2O_5 ($\mu g/cm^3$)	Absorbance
10	0.066
30	0.158
50	0.262
100	0.543
120	0.729



รูปที่ 6.4 กราฟมาตรฐานแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของแทนทาลัม-เพนทอกไซด์กับ Absorbance

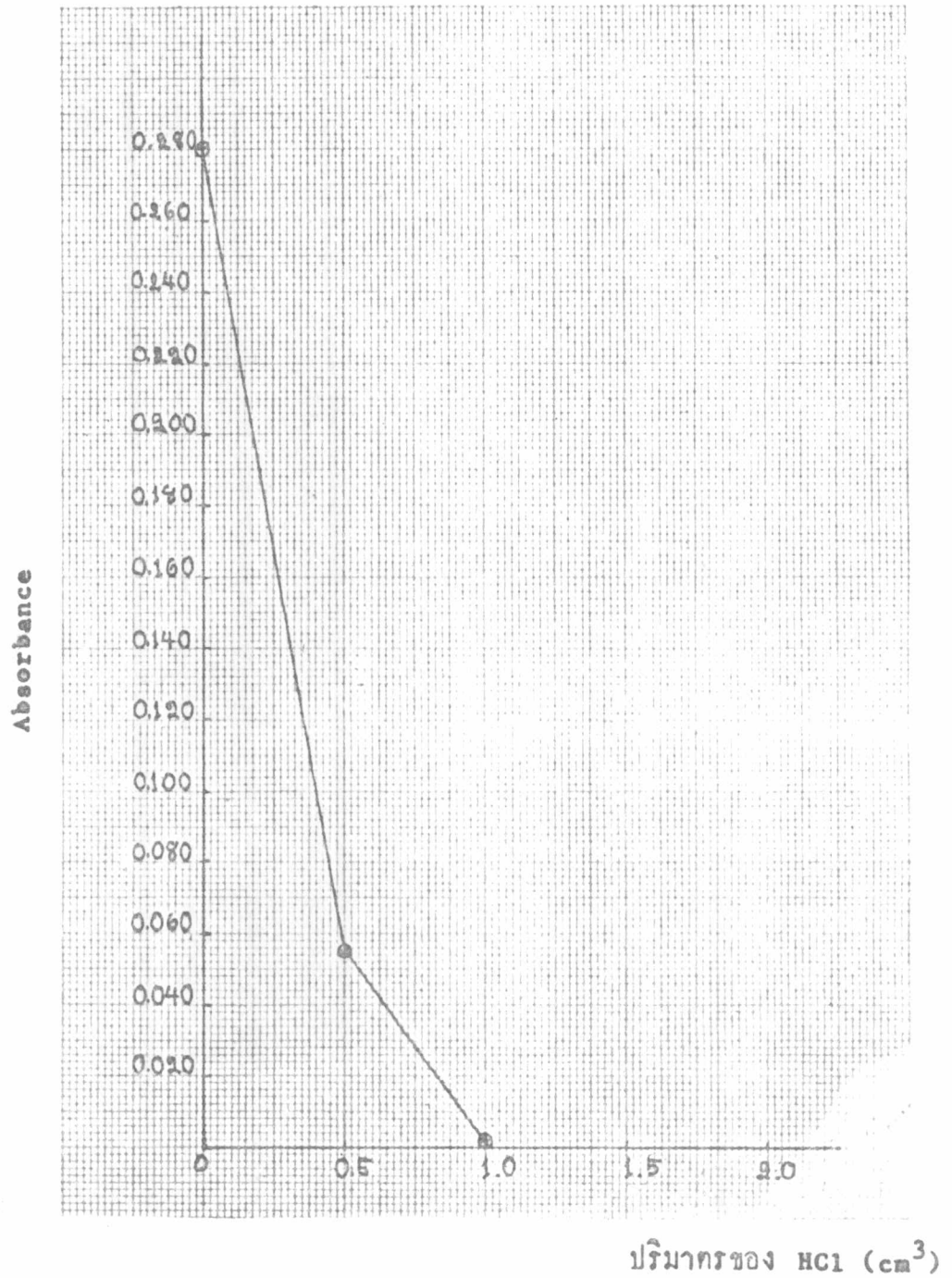


6.3.1.4 ผลการศึกษาการรบกวนของคลอไรด์ที่มีต่อการดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อนของแทนทาลัมกับเมซิลไวโอเลต

ได้ทำการศึกษาผลของคลอไรด์ที่มีต่อสีของแทนทาลัมกับเมซิลไวโอเลต ดังข้อที่ 5.3.1.4 พบว่าปริมาณของคลอไรด์ที่ปนอยู่ในสารละลายมีผลต่อค่า Absorbance ของแทนทาลัมมาก เมื่อเติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 37 % ลงไป 0.5 cm^3 จะทำให้สีของแทนทาลัมซีดลงไปถึง 80 % และเมื่อเติม 1.0 cm^3 จะทำให้สีของแทนทาลัมซีดลง 99 % ถ้าเกิน 1.0 cm^3 จะไม่สามารถวัด Absorbance ของสารประกอบเชิงซ้อนของแทนทาลัมได้เลย ดังผลที่แสดงในตารางที่ 6.6 และรูปที่ 6.5 แสดงให้เห็นว่าคลอไรด์หรือกรดไฮโดรคลอริกไปทำลายหรือป้องกันการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนของแทนทาลัมกับเมซิลไวโอเลต โดยแทนทาลัมจะกลับมารวมกันเป็นสารประกอบเชิงซ้อนกับคลอไรด์ได้ขึ้น ดังนั้นในการหาปริมาณของแทนทาลัม โดยใช้เทคนิคนี้จะต้องหาทางควบคุมปริมาณของคลอไรด์ให้จึงจะใช้ได้

ตารางที่ 6.6 แสดงผลของคลอไรด์ต่อการดูดกลืนแสง (Absorbance) ของสารประกอบเชิงซ้อนแทนทาลัม กับเมซิลไวโอเลต

ปริมาณ HCl ที่เติม (cm^3)	Absorbance
0.5	0.280
0.5	0.055
1.0	0.002
1.5	-
2.0	-



รูปที่ 6.5 แสดงผลการรบกวนของคลอไรด์คือ Absorbance ของสารประกอบ
เชิงซ้อนแทนทาลัมกับเมธิลไวโอเลต

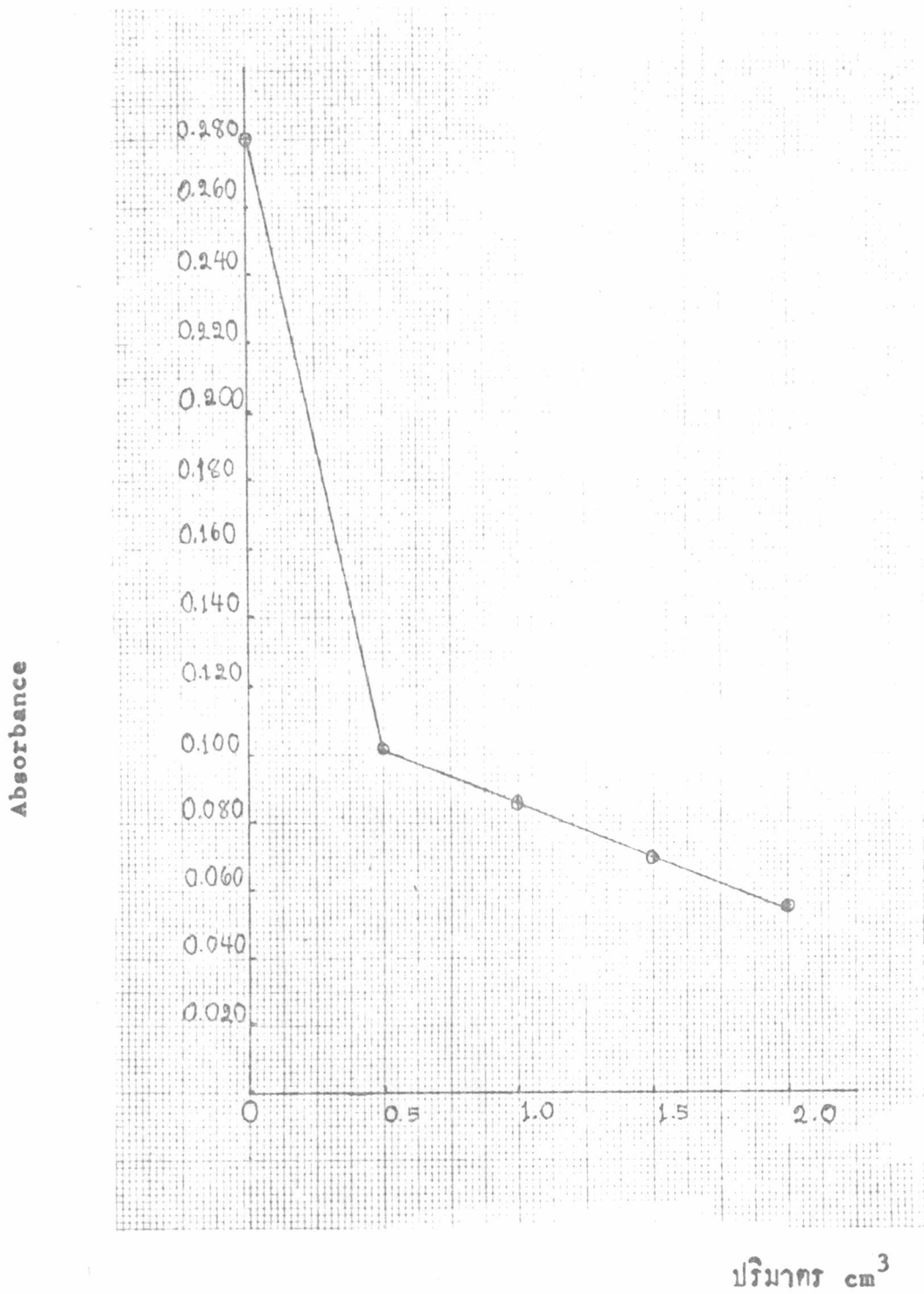
6.3.1.5 ผลการศึกษาการรบกวนของฟลูออไรด์ต่อการดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อนที่มีสีของแทนทาลัมกับเมซิลไวโอเลต

ได้ศึกษาโดยดำเนินการทดลองดังข้อที่ 5.3.1.5 พบว่ากรดไฮโดรฟลูออริก มีผลต่อสีของแทนทาลัมเช่นเดียวกัน ซึ่งจะเห็นว่าเมื่อเติม 40 % HF ลงไป 0.5 cm^3 จะทำให้ค่า Absorbance ลดลง 60 % ถ้าเติม 1.0 cm^3 จะลดลง 70 % ถ้าเติม 1.5 cm^3 จะลดลงไป 75 % และถ้าเติม 2.0 cm^3 จะลดลง 80 % จะเห็นว่ากรดไฮโดรฟลูออริกมีผลน้อยกว่ากรดไฮโดรคลอริก ดังที่แสดงไว้ในตารางที่ 6.7 และรูปที่ 6.7 นี้ก็เช่นเดียวกับ HF ที่เติมลงไปจะไปทำให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อนของแทนทาลัมกับเมซิลไวโอเลตลดลง แล้วแทนทาลัมจะกลับมาเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนกับฟลูออไรด์แทน สีของเมซิลไวโอเลตก็เปลี่ยนไปด้วย ดังนั้นความเป็นกรดจึงสำคัญสำหรับการหาปริมาณโดยใช้เทคนิคนี้

ตารางที่ 6.7 แสดงผลของฟลูออไรด์ต่อการดูดกลืนแสง (Absorbance) ของสารประกอบเชิงซ้อนของแทนทาลัมกับเมซิลไวโอเลต

ปริมาณ HF ที่เติม (cm^3)	Absorbance
0.0	0.280
0.5	0.118
1.0	0.086
1.5	0.070
2.0	0.055



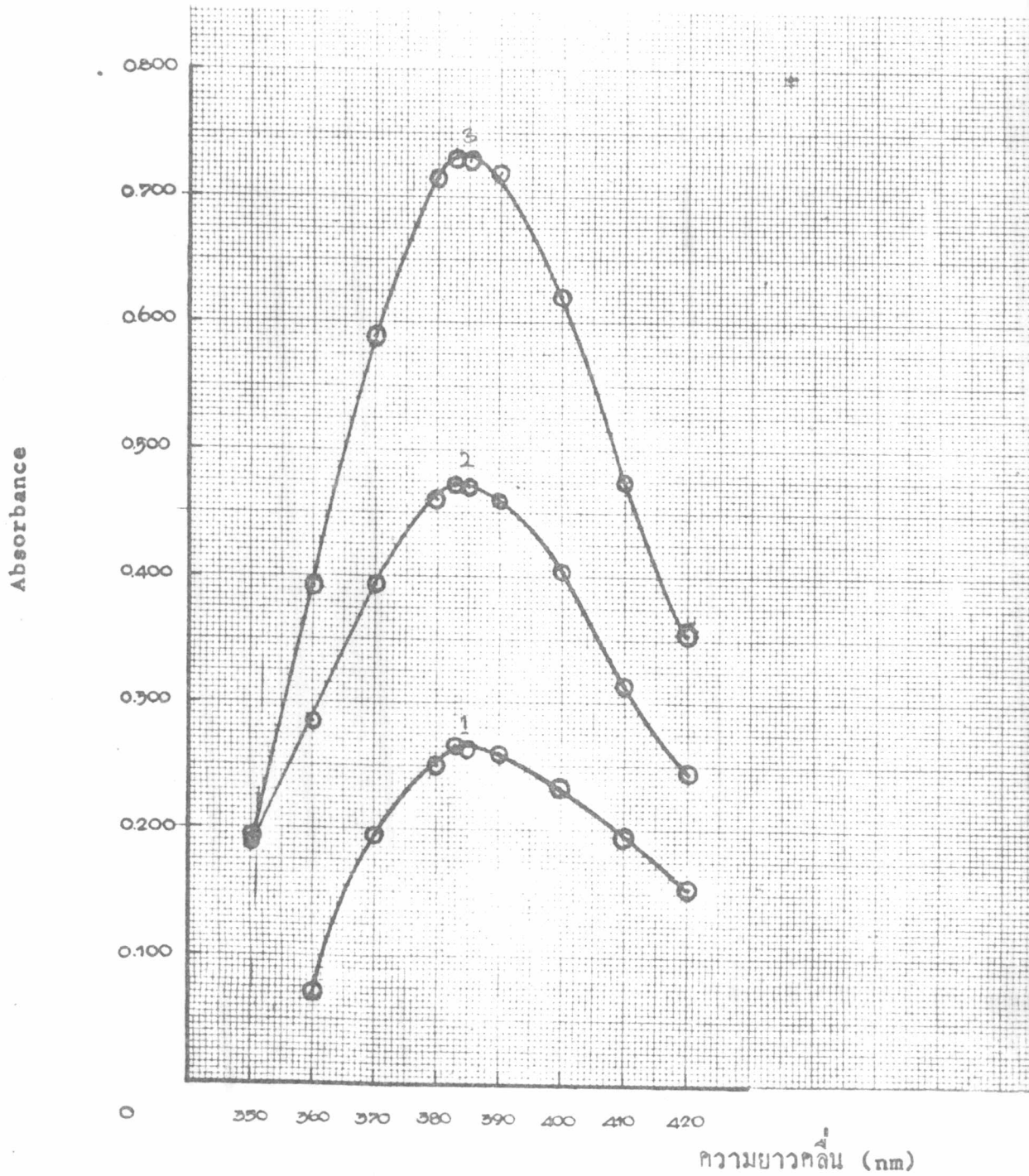


รูปที่ 6.6 แสดงผลการรบกวนของฟลูออไรด์ต่อ Absorbance ของสารประกอบ
เชิงซ้อนของแทนทาลัมกับเมธิลไวโอเลต

6.3.1.6 ผลการศึกษาตัวรบกวนอื่น ๆ ที่มีต่อการดูดกลืนแสงของสารประกอบเชิงซ้อนที่มีสีของแทนทาลัมกับเมธิลไวโอเล็ต

ได้ทำการศึกษายลของธาตุอื่น ๆ ที่มีต่อการดูดกลืนแสงของแทนทาลัม ได้แก่ Nb, Ti, Fe, W, Mn, U, Th, และ Sn พบว่าเมื่อมีปริมาณของธาตุอื่น ๆ เหล่านี้ เท่ากับปริมาณของแทนทาลัมแล้ว จะมีผลต่อการวิเคราะห์แทนทาลัมโดยวิธีนี้มาก เพราะจะทำให้ค่าการวิเคราะห์ที่ได้ไม่ถูกต้อง แต่ถ้ามี่ปริมาณธาตุอื่น ๆ เหล่านี้ป็นมาเพียงหนึ่งในสิบของแทนทาลัมเท่านั้น จะไม่มีผลรบกวนมากนัก ดังผลการทดลองที่ได้แสดงไว้ในตารางที่ 6.8 ดังนั้นในการหาปริมาณของแทนทาลัม โดยวิธีนี้ ถ้าหากมีปริมาณของธาตุต่าง ๆ ดังที่ได้ทำการทดลองมาก ๆ แล้ว จำเป็นต้องแยกเอาธาตุต่าง ๆ เหล่านี้ ออกไปหรือหาทางทำลายธาตุเหล่านั้นเสียก่อน จึงจะหาปริมาณของแทนทาลัมได้ถูกต้อง ตารางที่ 6.8 แสดงผลของสิ่งรบกวนต่อการหาปริมาณแทนทาลัม โดยสเปคโตรโฟโตเมทรีใช้ Ta_2O_5 50 ug/cm^3

สิ่งรบกวน	ปริมาณของ Ta_2O_5 ที่พบเมื่ออัตราส่วน โดยน้ำหนักของสิ่งรบกวนต่อ Ta_2O_5 เป็น (ug/cm^3)	
	1/1	1/10
Nb_2O_5	24	59
TiO_2	45	61
Fe_2O_3	21	62
WO_3	154	79
MnO	107	79
UO_2	49	66
ThO_2	53	55
SnO_2	49	56



รูปที่ 6.7 แสดงลักษณะของแอมพลิจูดสเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อน ไนโอเบียมไซโอไฮยาเนตที่ความเข้มข้นต่าง ๆ กัน

6.3.2 ผลการศึกษาหาปริมาณของไนโอเบียม โดยวิธีทางสเปกโตรโฟโตเมตรี

6.3.2.1 ผลการศึกษาลักษณะแอมซอพชั่นสเปกตรัมของสารประกอบเชิงซ้อนที่เกิดจากไนโอเบียมกับไซโอไฮยาเนต ตามการทดลองที่ 5.3.2.1 พบว่าไนโอเบียมไซโอไฮยาเนตมี Maximum absorption spectra ที่ความยาวคลื่น 383 นาโนเมตร และมีลักษณะสเปกตรัมดังในรูปที่ 6.7

6.3.2.2 ผลการศึกษาค่าความเสถียรของสีของสารประกอบเชิงซ้อนไนโอเบียมไซโอไฮยาเนต จากการทดลองวัด Absorbance ที่เวลา 20 นาที หลังการทดลองเสร็จ จนถึงนาทีที่ 50 พบว่าสีของไนโอเบียมไซโอไฮยาเนตคงที่ แต่ในช่วงเวลาแรก ๆ สียังไม่ค่อยเสถียรนัก เพราะการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนค่อนข้างช้า ดังผลการทดลองที่แสดงไว้ในตารางที่ 6.9

ตารางที่ 6.9 แสดงความเสถียรของสารประกอบเชิงซ้อนไนโอเบียมไซโอไฮยาเนต

เวลา (นาที)	การดูดกลืนแสง		ไนโอเบียม ไซโอไฮยาเนต
	รวม	Blank	
20	0.746	0.000	0.746
25	0.755	0.006	0.749
30	0.758	0.009	0.749
35	0.760	0.011	0.749
40	0.762	0.013	0.749
45	0.763	0.014	0.749
50	0.765	0.016	0.749

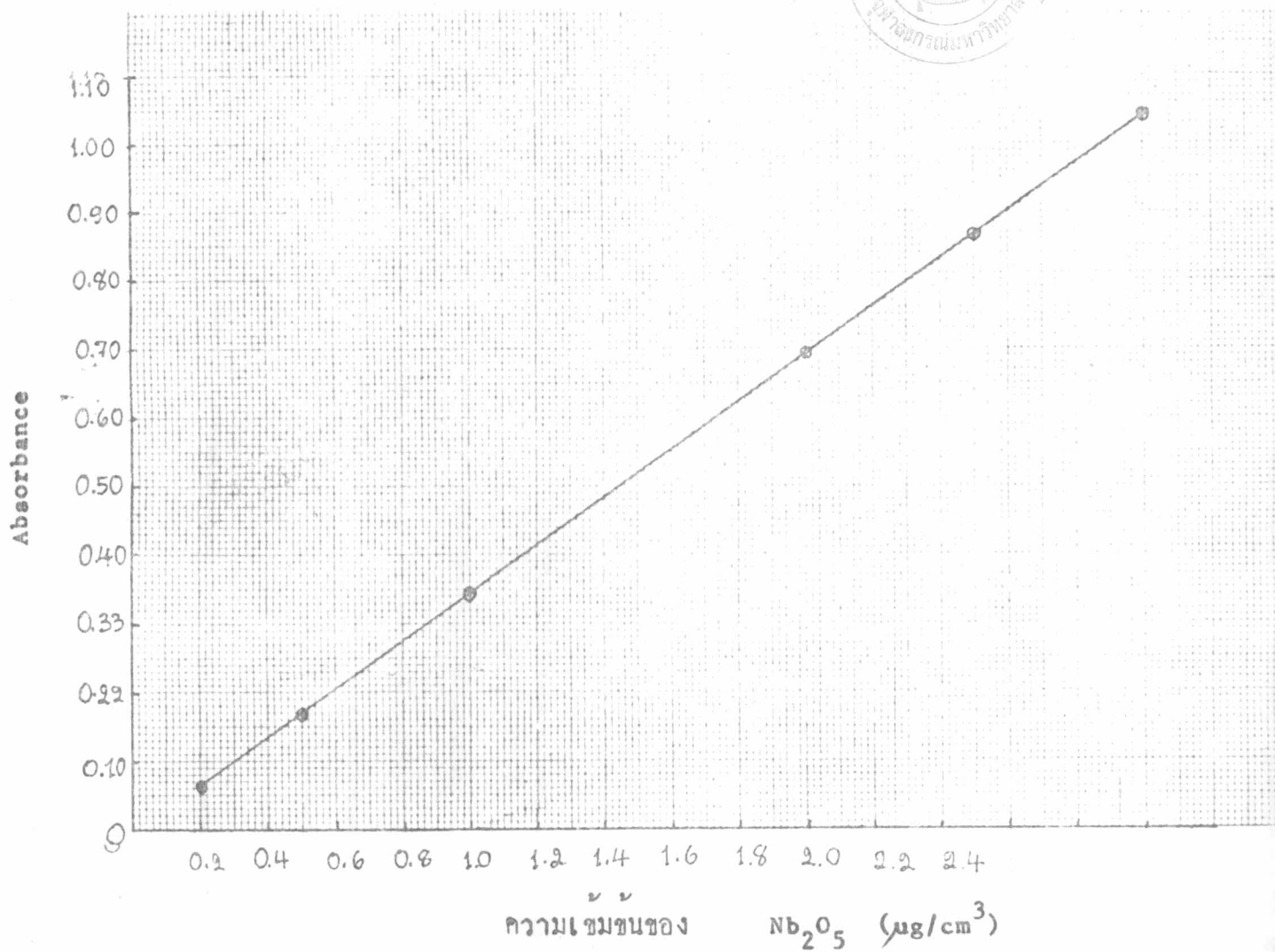
6.3.2.3 ผลการศึกษาการชั่งกราฟมาตรฐานของการหาปริมาณไนโอเบียม โดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี

ได้ทำกราฟมาตรฐานโดยใช้ความเข้มข้นของไนโอเบียมออกไซด์ จาก 0.2-3.0 ไมโครกรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร วัดค่า Absorbance ที่ความยาวคลื่น 383 นาโนเมตร ตามการทดลองที่ 5.3.2.3 พบว่าได้กราฟเส้นตรงเป็นไปตามกฎของเบียร์ ผลการทดลองได้แสดงไว้ในตารางที่ 6.10 และในรูปที่ 6.8

ตารางที่ 6.10 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของไนโอเบียมเพนตะออกไซด์ กับค่า Absorbance

ความเข้มข้นของ Nb_2O_5 ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$)	Absorbance
0.2	0.065
0.5	0.169
1.0	0.344
2.0	0.693
2.5	0.867
3.0	1.042





รูปที่ 6.8 กราฟมาตรฐานแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของไนโอเบียม
กับ Absorbance

6.3.2.4 ผลการศึกษาการรบกวนของคีมุกต่อการหาปริมาณไนโอเบียม โดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี

คีมุกบางส่วนที่ถูกสกัดมาด้วย KHSO_4 เมื่อนำมาผ่านคอลัมน์จะมีบางส่วนถูกชะล้างปนออกมาด้วยกับส่วนของไนโอเบียม จึงได้ทำการศึกษาผลการรบกวนของคีมุก ตั้งแต่ 0-20 ไมโครกรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร เมื่อมีไนโอเบียมออกไซด์ 1.098 ไมโครกรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 6.11

ตารางที่ 6.11 แสดงผลการรบกวนของคีมุกต่อการหาปริมาณไนโอเบียม โดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี

ความเข้มข้นของ Sn ที่เติม ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$)	ปริมาณ Nb_2O_5 ที่วิเคราะห์ได้ ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$)
0	1.098
2	1.080
4	1.080
5	1.080
8	1.060
10	1.060
20	1.060

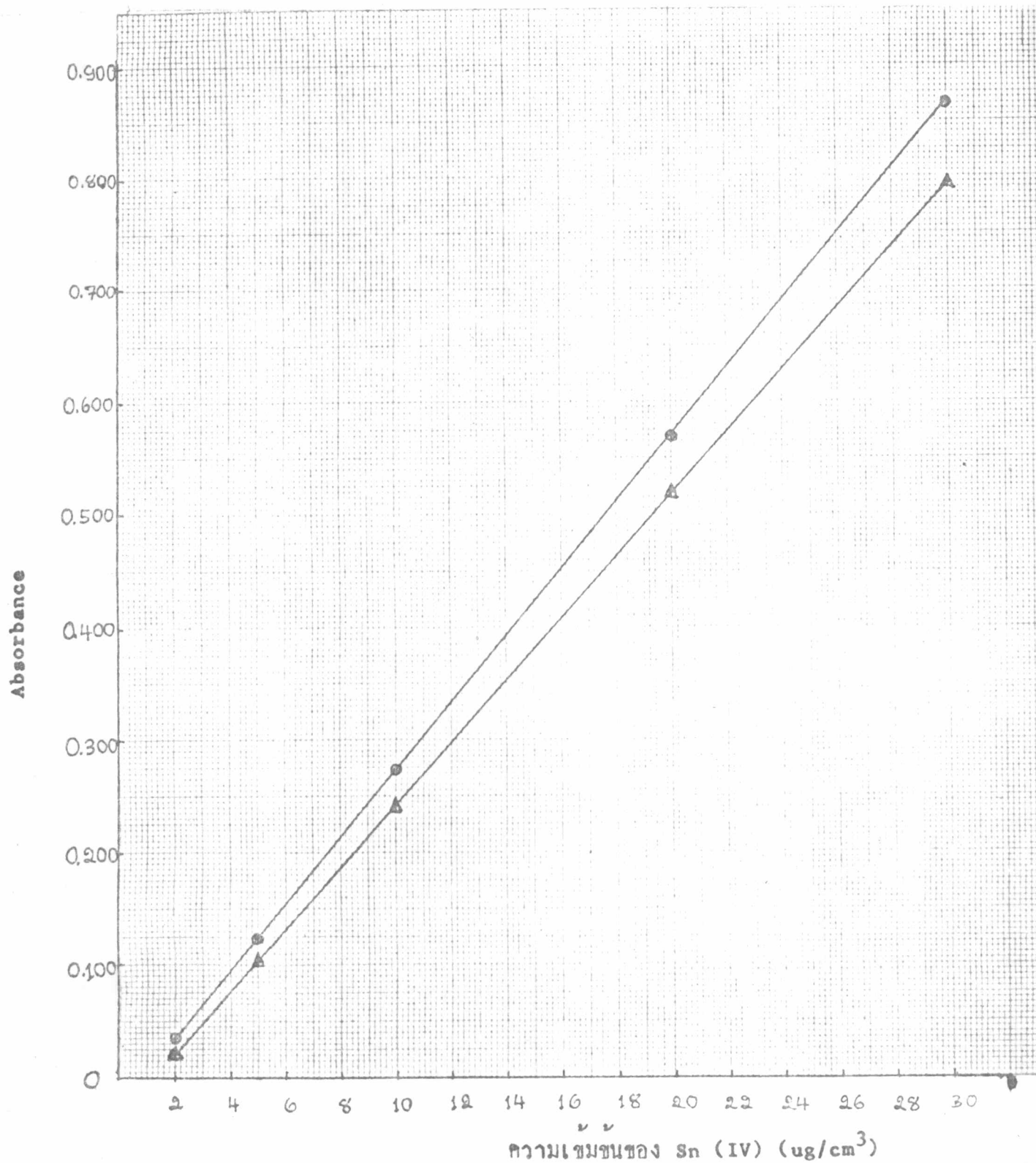


6.3.3 ผลการศึกษาการหาปริมาณคีมุก โดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี

ได้ศึกษาการทำกราฟมาตรฐานของหารหาปริมาณคีมุก (IV) ทั้งแบบไม่สกัด และแบบสกัดด้วยโทลูอีน ตั้งแต่ความเข้มข้นของคีมุก (IV) จาก 2-30 ไมโครกรัม/ โดยวัดค่า Absorbance ที่ความยาวคลื่น 662.5 นาโนเมตร ผลการทดลองได้แสดงไว้ในตารางที่ 6.12 และรูปที่ 6.9 ซึ่งจะเห็นได้ว่ากราฟมาตรฐานเป็นเส้นตรงที่ทั้งที่ใช้วิธีสกัดด้วยโทลูอีนและไม่สกัดด้วยโทลูอีน กราฟที่ได้จะมีค่า Slope ต่างกันเล็กน้อย เพราะ ขบวนการสกัดอาจทำให้ปริมาณของคีมุก (IV) มีการสูญหายไปบ้างเล็กน้อยแต่นั้นมาได้ผลดี

ตารางที่ 6.12 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของคีมุกกับค่าการดูดกลืนแสง (Absorbance) ทั้งแบบสกัด และไม่สกัดด้วยโทลูอีน และแสดงเปอร์เซ็นต์การสกัด

ความเข้มข้น ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$)	Absorbance		เปอร์เซ็นต์ การสกัด (%)
	แบบไม่สกัด	แบบสกัด	
2	0.043	0.036	83.7
4	0.103	0.088	85.4
8	0.212	0.185	87.3
10	0.250	0.217	86.8
20	0.568	0.486	85.6
25	0.727	0.670	92.2
30	0.866	0.810	93.5



รูปที่ 6.9 กราฟมาตรฐานแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของคิบุกับค่า Absorbance ทั้งแบบสกัด และไม่สกัด

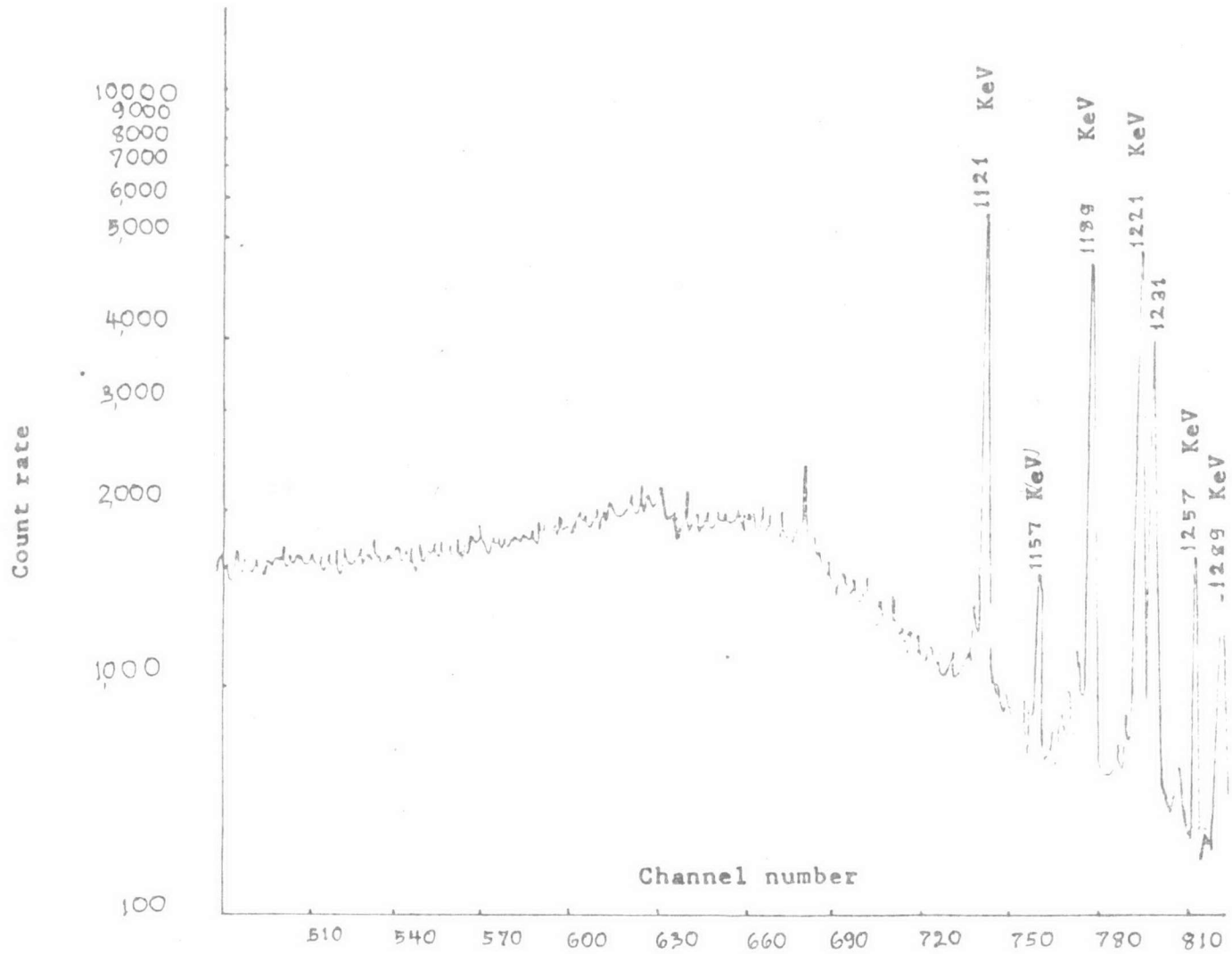
- แบบไม่สกัดด้วยโทลูอีน
- ▲ แบบสกัดด้วยโทลูอีน

6.4 ผลการศึกษาการวิเคราะห์ปริมาณแทนทาลัม โดยใช้เทคนิคทางนิวตรอนแอคติเวชัน

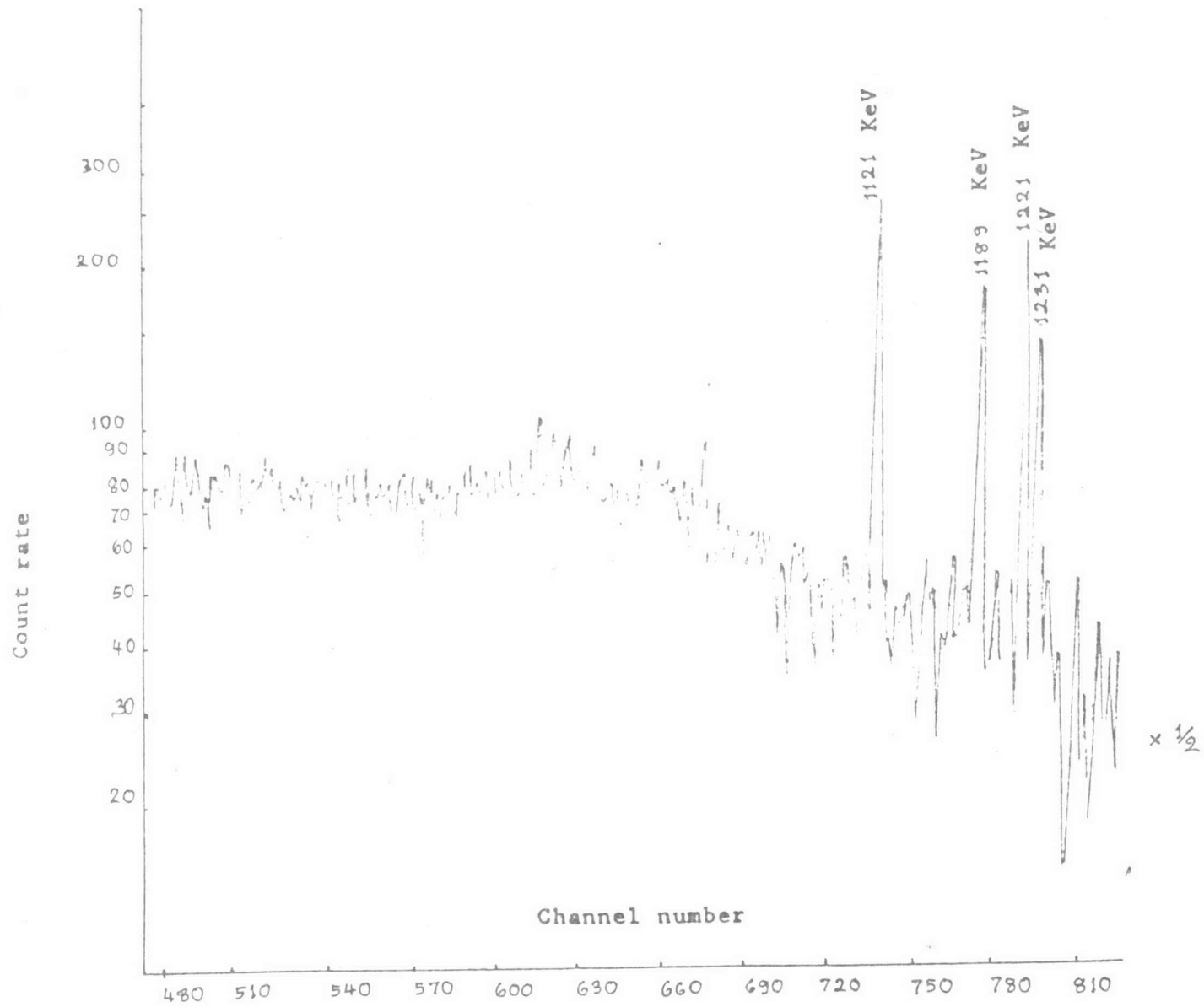
การหาปริมาณแทนทาลัม โดยวิธีนี้ สามารถทำได้ทั้งในสภาพที่สารตัวอย่างเป็นของแข็งหรือของเหลว กล่าวคือหากสารตัวอย่างเป็นของแข็ง ก็ควรเลือกสารมาตรฐานเป็นของแข็งด้วย หากสารตัวอย่างเป็นของเหลวก็ควรเลือกใช้สารมาตรฐานเป็นของเหลวด้วย ทั้งนี้เพื่อตัดปัญหาด้าน Matrix นอกจากนี้ยังต้องคำนึงถึงความเข้มข้นของธาตุที่ต้องการวิเคราะห์ทั้งในสารมาตรฐานและสารตัวอย่าง ควรจะใกล้เคียงกันจึงจะให้ผลที่ถูกต้อง สารมาตรฐานแทนทาลัมก่อนนำไปใช้ ได้นำมาวิเคราะห์หาปริมาณที่แน่นอนโดยใช้เทคนิคการวิเคราะห์ทางแอคติเวชัน ดังวิธีการทดลองในข้อที่ 5.5 ผลการทดลองได้แสดงไว้ในตารางที่ 6.11 และในรูปที่ 6.10 ส่วนรูปที่ 6.11 แสดงถึงลักษณะสเปกตรัมของแทนทาลัมในสารละลายแรมซามาสโคทซึ่งวิเคราะห์โดยเทคนิคนี้ ส่วนการหาขีดความสามารถของการวิเคราะห์แทนทาลัมในสารละลาย โดยใช้สภาวะต่าง ๆ ดังที่แสดงไว้ในตารางที่ 6.14 โดยเริ่มจากความเข้มข้นของ Ta_2O_5 40-1 ไมโครกรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร โดยใช้ Ta_2O_5 ที่มีความเข้มข้น 40 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตรเป็นตัวแทน พบว่าปริมาณของ Ta_2O_5 30 ไมโครกรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร ควรใช้เวลานับรังสี 300 วินาที เท่ากับตัวแทน จะมีความผิดพลาดประมาณ 17 % และที่ Ta_2O_5 ขน 20-10 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร จะต้องเพิ่มเวลานับรังสีเป็น 2 เทา และถ้า Ta_2O_5 ขน 5-3 ไมโครกรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร ต้องใช้เวลาในการนับรังสีถึง 4 เทา ของตัวแทน จึงจะได้ความผิดพลาดไม่เกิน 10 % ส่วนที่ Ta_2O_5 2-1 ไมโครกรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร ไม่สามารถวิเคราะห์ได้

ตารางที่ 6.13 แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณ Ta_2O_5 ในสารละลายมาตรฐาน ที่ต้องการหาปริมาณที่แน่นอน โดยใช้เทคนิคทางนิวตรอนแอคติเวชัน

การทดลอง ครั้งที่	ปริมาณ Ta_2O_5 ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$)
1	745
2	762
3	615
4	907
5	784
6	741
7	758
8	612
9	902
10	780
11	767
12	784
13	623
14	934
15	808
16	859
17	879
18	709
19	1048
20	905
เฉลี่ย	796.5



รูปที่ 6.10 แสดงแกมมาสเปกตรัมที่ได้จากสารละลายมาตรฐานแท่งทาลัม



รูปที่ 6.11 แสดงแกมมาสเปกตรัมที่ได้จากสารละลายแทนทาลัมในแร่ซามาไซต์



ตารางที่ 6.14 แสดงสภาวะต่าง ๆ ในการหาขีดความสามารถของการวิเคราะห์สารละลายแทนทาลัม โดยวิธีนิวตรอนแอคทีเวชัน

ปริมาณ ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$)	เวลานับรังสี วินาที	ปริมาณ Ta_2O_5 ที่วิเคราะห์โดยวิธีพลังงาน ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$)			ค่าเฉลี่ย
		1121 KeV	1189 KeV	1221 KeV	
40	300	40	40	40	40
30	300	26.5	25.4	22.4	24.7
20	600	25.5	19.8	19.1	21.5
10	600	9.8	8.2	9.1	9.0
5	600, 1200	6.7, 6.5	9.4, 4.9	5.1, 3.9	7.1, 5.1
3	1200	3.5	3.3	2.6	3.1
2	-	-	-	-	-
1	-	-	-	-	-

6.5 ผลการศึกษาการแยกแทนทาลัมและไนโอเบียม โดยวิธีแลกเปลี่ยนไอออน

6.5.1 ผลการศึกษาการแยกแทนทาลัม โดยวิธีแลกเปลี่ยนไอออน

ได้ทำการศึกษาการแยกแทนทาลัมจากสารละลายมาตรฐาน เลือกใช้อัตราการไหลของสารละลายในคอลัมน์เป็น 1 cm^3 2.5 นาที ทดลองแยกแทนทาลัมจากสารละลายมาตรฐาน พบว่าสามารถแยกแทนทาลัมได้ 96.59 % โดยชะล้างด้วยสารละลายผสมของ 14 % NH_4Cl -4 % NH_4F แล้วจึงทดลองแยกแทนทาลัมในสารละลายแรชามาสโคท แล้ววิเคราะห์ปริมาณแทนทาลัม โดยใช้วิธีทางสเปกโตรโฟโตเมตรีเทียบกับวิธีทางนิวตรอนแอกทีเวชัน ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 6.15 ซึ่งแสดงให้เห็นว่าการทดลองแยกแทนทาลัม โดยใช้เทคนิคการแลกเปลี่ยนไอออนด้วย Dowex-1 x 8 resin แล้ว ชะล้างด้วย 14 % NH_4Cl -4 % NH_4F ลักษณะของกราฟการชะล้างของแทนทาลัม (elution graph) แสดงไว้ในรูปที่ 6.12 จะเห็นว่าใน Fraction ต่าง ๆ ที่เก็บได้ภายใน 25 cm^3 แทนทาลัมจะถูกชะออกมาหมด และสามารถชะล้างออกมาได้ถึง 96.59 % ซึ่งนับว่าดี แต่ผลของการหาปริมาณแทนทาลัมจากแร่ทั้งโดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี และวิธีนิวตรอนแอกทีเวชัน มีปริมาณสูงกว่าเป็นจริง ซึ่งทั้งนี้อาจเนื่องมาจากปริมาณของแทนทาลัมมีน้อยทำให้การวัดรังสีทำได้ไม่ดี เนื่องจาก Statistical error ในการนับรังสีและปริมาณของสารมาตรฐาน ที่ใช้เทียบมีปริมาณมากกว่าของสารตัวอย่างมากด้วย ส่วนการวิเคราะห์ทางสเปกโตรโฟโตเมตริกนั้นก็ได้ผลมากกว่าค่าที่ได้จากการวิเคราะห์แบบ non destructive ซึ่งน่าจะมาจากพวก Anion และ Cation interferences จากแรชามาสโคท ประกอบกับวิธีวิเคราะห์แทนทาลัมด้วยวิธีสเปกโตรโฟโตเมตริกนั้นไม่ค่อยสมบูรณ์นัก และสีของสารประกอบเชิงซ้อนของแทนทาลัมกับเมซิลไวโอเลดก็ไม่ค่อยเสถียร

6.5.2 ผลการศึกษาการแยกไนโอเบียม โดยวิธีแลกเปลี่ยนไอออน

ได้ดำเนินการทดลองแยกไนโอเบียมจากสารละลายมาตรฐานก่อน พบว่าสามารถแยกไนโอเบียมได้ 91 % โดยชะล้างไนโอเบียมด้วย 14 % NH_4Cl -4 % HF แล้วจึงทำการทดลองแยกไนโอเบียมจากสารละลายแรชามาสโคท แล้ววิเคราะห์ปริมาณไนโอเบียม โดยใช้วิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี และวิธีทางเอกซเรย์ ฟลูออเรสเซนซ์

ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 6.16 และรูปที่ 6.13 จะเห็นว่าผลที่ได้จะแตกต่างกันบ้าง โดยที่ผลจากทางสเปคโตรโฟโตเมตรี หาได้มากกว่าทาง เอกซ์เรย์ ฟลูออเรสเซนซ์ ซึ่งมีผลความผิดพลาดเป็น +4.2 % ส่วนผลความผิดพลาดจากวิธีทางเอกซ์เรย์ ฟลูออเรสเซนซ์นั้นเป็น -5.3 % ซึ่งอาจเป็นเพราะวิธีนี้อาจไม่ Sensitive พอสำหรับสารที่มีปริมาณน้อยมาก แม้จะได้ใช้วิธีเอกซ์เรย์ ฟลูออเรสเซนซ์ แบบ Addition แลวกก็ตาม

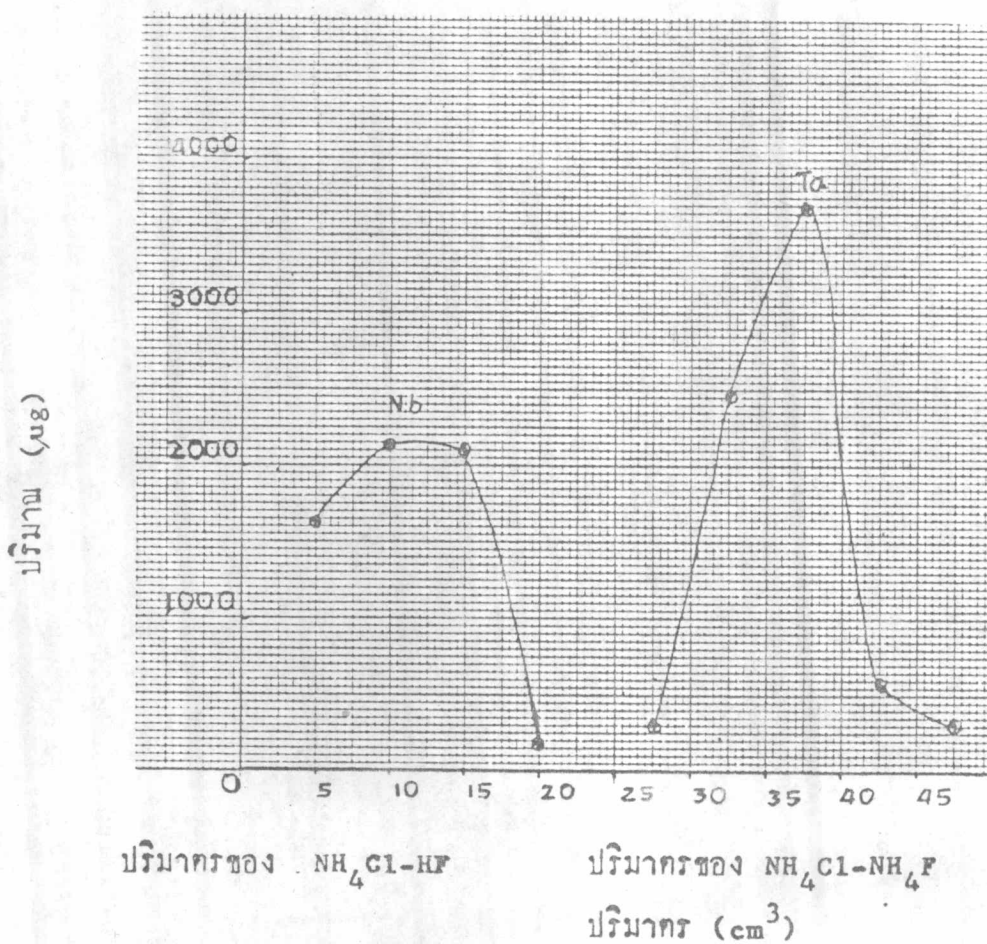
ตารางที่ 6.16 แสดงผลการวิเคราะห์แทนทาลัมเมื่อแยกด้วย Ion exchange

อัตราการไหลเฉลี่ย	1 cm ³ /2.5 นาที	
ปริมาณ Ta ₂ O ₅ มาตรฐานที่ใช้	7965	ไมโครกรัม
ปริมาณ Ta ₂ O ₅ มาตรฐานที่วิเคราะห์ได้	7693	ไมโครกรัม
เปอร์เซ็นต์ของการแยกได้	96.59	
ปริมาณ Ta ₂ O ₅ จากแร่ที่ได้ออกจากการวิเคราะห์ทาง NAA	1041	ไมโครกรัม
การวิเคราะห์	ปริมาณ Ta ₂ O ₅ จากแร่ที่พบ (ไมโครกรัม)	
	วิธีทางสเปคโตรโฟโตเมตรี	วิธีทาง NAA
ครั้งที่ 1	1157.0	1183.5
ครั้งที่ 2	1295.8	1158.9
ครั้งที่ 3	1114.3	1127.9
เฉลี่ย	1189.0	1156.7
% ความผิดพลาด	+14.2	+11.1



ตารางที่ 6.16 แสดงผลการวิเคราะห์ไนโอเบียมเมื่อแยกด้วย Ion-exchange

อัตราการไหลเฉลี่ย	1 ml/7.5 นาที	
ปริมาณ Nb_2O_5 มาตรฐานที่ใช้	6610	ไมโครกรัม
ปริมาณ Nb_2O_5 มาตรฐานที่วิเคราะห์ได้	6034	ไมโครกรัม
เปอร์เซ็นต์ของการแยกได้	91.29	
ปริมาณ Nb_2O_5 จากแร่ที่ใช้	930.6	ไมโครกรัม
การวิเคราะห์	ปริมาณ Nb_2O_5 ที่วิเคราะห์ได้	
	วิธีทางสเปกโตรโฟโตเมตรี	วิธีทาง XRF
ครั้งที่ 1	948.4	852.3
ครั้งที่ 2	991.6	903.8
ครั้งที่ 3	-	886.9
เฉลี่ย	970.0	881.0
% ความผิดพลาด	+4.2	-5.3



รูปที่ 6.12 แสดงลักษณะกราฟของการชะล้างไนโอเบียมและแทนทาลัมของสารละลาย
มาตรฐานออกจากคอลัมน์

ไนโอเบียมชะล้างด้วย 14 % NH_4Cl -4 % HF

แทนทาลัมชะล้างด้วย 14 % NH_4Cl -4 % NH_4F

6.6 ผลการวิเคราะห์หาคีบुकที่ถูกสกัดด้วยโปแตสเซียมไบซัลเฟต

โดยหลักการแล้วคีบุกจะไม่ถูกสกัดด้วย KHSO_4 แต่พบว่ามีบางส่วนของคีบุกที่ถูกสกัดได้ด้วย KHSO_4 จึงได้วิเคราะห์หาปริมาณคีบุกในส่วนที่ถูกสกัดมาด้วย KHSO_4 โดยวิธีทางสเปกโตรโฟโตเมตรีจากการสกัดด้วยโพแทสเซียมไบซัลเฟต เมื่อเทียบกับวิธีทางเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ พบว่าคีบุกจะถูกสกัดออกจากแระฆามาสดโคทประมาณ 7 % ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 6.17 และรูปที่ 6.18 จะเห็นว่าผลการวิเคราะห์ทั้งสองวิธีให้ผลใกล้เคียงกันคือปรากฏว่าจะมีปริมาณของคีบุกที่ถูกสกัดมาประมาณ 7 %

ตารางที่ 6.17 แสดงผลการวิเคราะห์หาปริมาณคีบุกที่ถูกสกัดด้วย KHSO_4

การทดลองครั้งที่	ปริมาณคีบุกที่พบ ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$)	
	วิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี	วิธีเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์
1	100.0	98.2
2	95.0	83.6
3	94.5	90.8
เฉลี่ย	96.5	90.9
% ที่ถูกสกัดด้วย KHSO_4	7.45	7.02