



เอกสารอ้างอิง

1. ฝรั่ง กิตติวุฒิ, "การแยกแร่วุลแฟรมไมต์ ออกจากแร่โคล์มโบต์-แทนทาลัม," การประชุมวิชาการด้านเหมืองแร่ครั้งที่ 2, หน้า 467 - 472, มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์, สงขลา, 2529.
2. กรมทรัพยากรธรณี, แร่, หน้า 103 - 114, 158 - 159, ศรีเมืองการพิมพ์, กรุงเทพฯ, พิมพ์ครั้งที่ 3, 2526.
3. Allen, R.J., King, A. and Millar, J.M., "Recovery of tungsten from tin concentrate by caustic leaching," Benification of tin and associated minerals (Abdulah Hashi bin Hassan and others), pp. 261-276, Seatard Centre, 1982.
4. Li, K.C., Chung Yu Wang, Tungsten, pp. 166-210, Reinhold publishing co., New York, 1955.
5. Kostov, I., Mineralogy, pp. 236-250, 482-487, Oliver and Boyd, Edinburgh and London, 1986.
6. Palacher, C., Berman, H., and Frondel, C., The system of Mineralogy, vol. 1, pp. 729-730, 742-744, 780-787, John Wiley & Sons, Inc., New York, 1944.
7. Cornelis Klein, Cornelius S. Hurlbut, Jr., Manual of Mineralogy, pp. 295-319, John Wiley & Sons, New York, 20th ed., 1985.
8. Kraus, E.H., Hunt, W.F. and Ramshell, L.S., Mineralogy, pp. 300, 307, 334-337, 453. McGraw Hill Book Company, New York, 1959.
9. Gurevich, A., A Course of Mineralogy, pp. 290-292, 331-332, 393-396. Peace Publishers, Moscow.

10. Rogers, A.F., Introduction to the study of minerals, pp. 402-407, McGraw Hill book Company, Inc., New York and London, 1973.
11. Read, H.H., Elements of Mineralogy, pp. 440-443, 460-465, Thomas Murby & Co., London, 24th, 1947.
12. เกียรติศักดิ์ หล่อวัฒนกุล, "ความรู้เรื่องแทนทาลัม," การประชุมวิชาการด้านเหมืองแร่ ครั้งที่ 2, หน้า 473-493, มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ สงขลา, 2529
13. วิชาญ อมตาริชกุล, "ความรู้พื้นฐานเกี่ยวกับแร่พลอยด์," การแต่งแร่พลอยด์จาก หางแร่ดิบ, หน้า 46-55, ภาควิชาวิศวกรรมเหมืองแร่คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่, 2532.
14. Jack De Ment and Dake, H.C., Rarer Metals, Chemical Publishing Company, New York, 1946.
15. กรมทรัพยากรธรณี, คุณสมบัติของแร่ตามมาตรฐานการใช้งานและมาตรฐานการซื้อขายในตลาดแร่, หน้า 32-39, 68-75, โรจนินันท์ชุมนุมสหกรณ์การเกษตรแห่งประเทศไทย, กรุงเทพมหานคร, 2526.
16. ทวี ทองตัน, "ความรู้เรื่องแทนทาลัม," การประชุมวิชาการด้านเหมืองแร่ ครั้งที่ 2, หน้า 473-493, มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์, สงขลา, 2529.
17. Jaturong Praditwan, "Mineral distribution study for cassiterite and associated heavy minerals in suratthani, Nakhon Sri Thammarat, Trang, Songkhla and Yala Province, southern Thailand," Report of Investigation No.63, Seatard Centre, 1988.
18. _____, "Mineral distribution study for cassiterite and associated heavy minerals in Phuket, Thailand", Report of investigation No. 47, Seatard Centre, 1985.

19. _____, "Mineral distribution study for cassiterite and associated heavy minerals in Ranong, Takuapa and Phangnga Provinces, Thailand, Report of investigation No. 52, Seatard Centre, 1986.
20. _____, "Mineral distribution study for cassiterite and associated heavy minerals in Uthai Thani, Suphanburi, Kanchanaburi, Ratchaburi and Prachuap Khiri Khan Provinces, Central Thailand, Report of investigation No. 66, Seatard Centre, 1988.
21. _____, "Mineral distribution study for cassiterite and associated heavy mineral in Chiangrai, Chiangmai, Lamphun, Lampang and Tak Provinces, Northern Thailand, Report of Investigation No. 72. Seatard Centre, 1989.
22. กฤษณา แก้วสวัสดิ์, "บทบาทของแทนทาลัม-แทนทาลัม ในอุตสาหกรรมเหมืองแร่," ข่าวสารการชนธรณี, 27(5), 52-66, 2525.
23. เศษ่า สุคันธนา, "ประโยชน์ของแทนทาลัม-ไนโอเบียม," ข่าวสารการชนธรณี, 28, (3) 51-58, 2526.
24. Cunningham, L.D., "Tantalum", Mineral facts and Problems, pp. 811-822, U.S. Government Printing office, Washington, 1985.
25. _____, "Columbium", Mineral facts and Problems, pp. 185-196, Washington, U.S. Government Printing office, 1985.
26. Mining Annual Review, Mining Journal Ltd., London, 1989.
27. Cunningham, L.D., "Columbium and Tantalum" ,Minerals Year Book, Vol.1, pp. 299-307, U.S. Government Printing Office Washington, 1988.

28. Department of Mineral Resources, Mineral Statistic of Thailand, 1983-1988.
19. Palacher, C., Berman, H., and Frondel, C., The system of Mineralogy, Vol.2, pp. 1064-1071, John Wiley & Sons, Inc., New York, 1944.
30. Stafford, P.T., "Tungsten," Mineral Facts and Problem, pp. 881-894, U.S. Government Printing Office, Washington, 1985.
31. Borchers, P., "Processing of Tungsten," Tungsten, Proceedings of the first International Tungsten Symposium, pp. 64-71, Mining Journal Books Ltd., London, 1979.
32. กัญญา มีชานะ, "แร่โอลิเวอไรต์ของประเทศไทย," วารสารโลหะ วัสดุ และแร่, 1(2) 45-54, 2532
33. วีระพงษ์ เอื้อวานทอง, "การแต่งแร่พลอยได้จากหางแร่ดีบุก," การแต่งแร่พลอยได้จากหางแร่ดีบุก, หน้า 162-175, ภาควิชาวิศวกรรมเหมืองแร่ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่, 2532.
34. สมพงษ์ สุกขกิจ, "การวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์ส่วนประกอบของแร่ทางนิสิกส์," การแต่งแร่พลอยได้จากหางแร่ดีบุก, หน้า 306-317, ภาควิชาวิศวกรรมเหมืองแร่ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่, 2532.
35. Bowie, S.H.U. and Bimskon, P.R., "Microscopy:Reflected light," Physical Methods in Determinative Mineralogy, pp.201-272, Academic Press, New York, 1977
36. Jame,R.C., and Darid, J.V., Ore microscopyp and ore petrography, pp. 393, John Wiley & sons, New York, 198.
37. Farnham, C.M., Determination of the opaque minerals, pp.236, Mchraw-Hill Book Lompany, New York, 1931.

38. Uytenbogaardt, W., and Burke, E.A.J., Table for Microscopic Identification of Ore Minerals, pp.162-171,188-189,204-205, Elsevier Scientific Publishing Company, Amsterdam, 1971.
39. Sehouteu, C., Determination tables for ore microscopy, pp. 100-101, 98-101, 204-221, Elsevier Scientific Publishing Company New York, 1962.
40. วิรุณี มังคละวิรัช และไพบุลย์ นวลนิล, "รังสีเอกซ์วิเคราะห์ภาคที่ 2 การวิเคราะห์ธาตุด้วยรังสีเอกซ์ในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน," วิศวกรรมสาร, 3(5), 113-118, 2529.
41. Southworth, H.N., "Scanning Electron Microscopy and Microanalysis," Physicochemical Method of Mineral Analysis, pp. 421-450, Plenum Press, New York and London, 1975.
42. Loretto, M.H., "Electron Microscopy" Physicochemical Method of Mineral Analysis, pp.321-356, Plenum Press, New York and London 1975.
43. Long, J.V., "Electron Prob Microanalysis," Physical Method in Determinative Mineralogy, 273-342, Academic Press, New York, 1977.
44. Jaturong Praditwan, "Titanium Mineral in Thailand," Report of Investigation No. 6, SEATARD CENTRE, 1988.
45. Zussman, J., "X-Ray Diffraction," Physical Methods in Determinative Mineralogy, pp. 391-474, Academic Press, New York, 1977.
46. วิรุณี มังคละวิรัช และไพบุลย์ นวลนิล, "รังสีเอกซ์วิเคราะห์วิศวกรรมสาร," 38(5), 53-60, 2528.
47. JEOL LTD., JDX-8030 Series X-Ray Diffractometer System, Instruction Manual, Japan, 1988.

48. JCPDS, Powder Diffraction file Search Manual Hanawalt Method
Inorganic compounds, pp. 936, 1974.
49. Pornsawat Suwimonprecha, "Tin and Niobium-Tantalum deposit associated with granites and pegmatites, Phuket, Thailand," Ph.D Thesis, Technical University of Aachen, W.Germany , 1989
50. วิลาวัณย์ เพชรวรรณ, "การศึกษาเชิงแร่วิทยา ของแร่หนักจากเหมืองดีบุกบริเวณหุบกะทู้ จังหวัดภูเก็ต," วิทยานิพนธ์ปริญญาโทบัณฑิต ภาควิชาธรณีวิทยา คณะวิทยาศาสตร์, จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2527
51. ไพลิน วิโรทัย, "โลหะวิทยาสารละลาย," ข่าวสารการธรณี, 25(11), 10-16, 2523.
52. Habashi, F., Extractive Metallurgy Vol.2, pp. 7-19, 77-81, Science Publihers, Inc., Paris, 1970
53. ชัญฉัย ลีเผ่านันท์, การแต่งแร่2 (ระดับกลาง), pp.105-120, ภาควิชาวิศวกรรมเหมืองแร่ และธรณีวิทยาเหมืองแร่ คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2530.

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ภาคผนวก

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ก

การวิเคราะห์แร่ภายใต้กล้องขยายชนิดสองตา (Binocular microscope)

1. ตัวอย่างที่ใช้ในการวิเคราะห์

ใช้ตัวอย่างแร่เม็ด โดยการชั่งตัวอย่างมาประมาณ 0.5 กรัม

2. อุปกรณ์

กล้องขยายชนิดสองตา พร้อมอุปกรณ์ประกอบของบริษัท Nikon และของบริษัท Wild Heerbrugg

3. คุณสมบัติของแร่โดยทั่วไปที่ใช้ในการบ่งบอกชนิดแร่ (1,5-13)

แสดงอยู่ในตารางที่ ก-1

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ ก-1 ลักษณะและคุณสมบัติทางฟิสิกส์ของแร่ (1,5-13)

ชื่อแร่	สี	สีผง	รูปผลึก	ความวาว	แนวแตก	รอยแตก	ความแข็ง	ความถ่วงจำเพาะ	การหักแสงผ่าน
โคคลัมไบต์- แทนทาลอไซด์	ดำ ดำอม-น้ำตาล	ดำอมแดง	Orthorhombic	โลหะถึงกึ่งโลหะ	-	เว้าโค้ง ไม่เรียบ	6 - 6.5	5.2 - 7.3	ทึบแสง
วุลแฟรมไบต์	ดำ น้ำตาล	ดำถึงน้ำตาล	Monoclinic แผ่นหนาซ้อนกัน	กึ่งโลหะ ถึง ขางสน	1 ทิศทาง	-	4 - 4.5	7 - 7.5	ทึบแสง
ฮิลเมไนต์	ดำ	ละเอียดดำ	Hexagonal แผ่นหนา มวลเมล็ด	โลหะถึงกึ่งโลหะ	-	-	5.5 - 6	4.7	อับแสง
คอโรนาไรต์	ดำ เทาดำ	ดำอมน้ำตาล	Tetragonal Colloform fibrous	กึ่งโลหะถึง โลหะดำ	-	-	4.5 - 5	5.44	ทึบแสงถึง โปร่งแสง
คัสซิท	ดำ น้ำตาล	ละเอียดขาว	Tetragonal มวลเมล็ด	แบบเพชร กึ่งโลหะ	-	-	6 - 7	6.8 - 7.1	โปร่งแสง

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ ก-1 (ต่อ)

ชื่อแร่	สี	สีผง	รูปผลึก	ความวาว	แนวแตก	รอยแตก	ความแข็ง	ความถ่วงจำเพาะ	การให้แสงผ่าน
โมนาไซต์	เหลือง เหลืองอมเขียว	-	Monoclinic แท่งปริซึมสั้น ๆ	มี แบบขรุขระ	-	โค้งเว้า ไม่เรียบ	5 - 5.5	4.6 - 5.4	โปร่งแสงถึง ทึบแสง
ซีโนไทม์	น้ำตาลอมเหลือง ขาวอมเทา	-	Tetragonal	มี แบบขรุขระถึงวาว แบบแก้ว	มีแนวแตก เรียบตาม หน้าผลึก	ไม่เรียบ แตกแบบ เส้น	4 - 5	4.4 - 5.1	โปร่งแสงถึง ทึบแสง
เซอร์คอน	ไม่มีสี น้ำตาล	ไม่มีสี	Tetragonal แท่งยาวมียอด แหลมปัดทู่ท้าย	แบบเพชร	-	-	7.5	4.68	โปร่งใสถึง โปร่งแสง
ควอartz	ไม่มีสี และอื่น ๆ	-	Hexagonal	แบบแก้ว	-	เว้าโค้งกัน หยาบ	7	2.65	โปร่งใสถึง โปร่งแสง

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ข

การวิเคราะห์แร่ภายใต้กล้องจุลทรรศน์แบบสะท้อนแสง

1. วิธีการเตรียมตัวอย่างขัดมัน

- 1.1 ซักตัวอย่างแร่เม็ดมาประมาณ 1 กรัม
- 1.2 ผสมน้ำยาหล่อแบบเย็น (Cold embedding resin) โดยใช้ Epoxix resin ผสมกับ Hardener ในอัตราส่วน 8 ต่อ 1 คนให้เข้ากัน
- 1.3 เทน้ำยาผสมลงในเบ้าหล่อพลาสติก เล็กน้อยพอให้คลุมพื้นที่กันเบ้าทั้งหมด
- 1.4 โรยเม็ดแร่ลงในเบ้าให้กระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ ใช้ไม้คนเพื่อไม่ให้แร่ตกตัวไปก้นเบ้า
- 1.5 เทน้ำยาผสมลงในเบ้าให้มีความสูงประมาณ 1.5-2.0 ซม. แล้วตั้งทิ้งไว้ให้น้ำยาแข็งตัว 1 คืน
- 1.6 นำตัวอย่างออกจากเบ้านำไปขัดให้เกิดผิวมัน (Polish) ตามลำดับขั้นดังนี้
 - 1.6.1 ขัดหยาบ โดยใช้ผงขัดอะลูมินาขนาด 600 เมช ผสมน้ำขัดบนแผ่นกระจก จนหน้าเรียบ ใช้เวลาประมาณ 1 ชั่วโมง
 - 1.6.2 ขัดละเอียดขั้นที่ 1 โดยใช้ผงขัดอะลูมินาขนาด 1000 ไมครอนผสมน้ำขัดบนแผ่นกระจก เพื่อลบรอยขีดข่วน ใช้เวลาประมาณ 20 นาที
 - 1.6.3 ขัดละเอียดขั้นที่ 2 โดยใช้ผงขัดอะลูมินาขนาด 9.5 ไมครอนผสมกับน้ำขัดบนแผ่นกระจก เพื่อให้ผิวหน้าเรียบ ก่อนจะนำไปขัดผิวมัน ใช้เวลาประมาณ 15 นาที
 - 1.6.4 ขัดผิวมันขั้นที่ 1 โดยใช้เครื่องขัดมันของ Struers รุ่น DAP ใช้ผงขัดชนิดผงเพชรสเปร์รี่ ขนาด 6 ไมครอน บนผ้าขัดชนิด DP PLAN ใช้ Blue alcohol เป็นตัวหล่อลื่น ใช้เวลาประมาณ 15 นาที
 - 1.6.5 ขัดผิวมันขั้นที่ 2 ใช้ผงขัดชนิดผงเพชรสเปร์รี่ ขนาด 3 ไมครอนบนผ้าขัดชนิด DP Mol ใช้ Blue Alcohol เป็นตัวหล่อลื่น ใช้เวลาประมาณ 10 นาที

1.6.6 ชัดผิวมันชั้นที่ 3 ใช้ผงขัดชนิดผงเพชรสเปร์ย ขนาด 1 ไมครอนบน
ผ้าขัดมันชนิด DP Mol ใช้ Blue Alcohol เป็นตัวหล่อลื่น ใช้เวลาประมาณ 10 นาที

1.6.7 ชัดผิวมันชั้นสุดท้าย ใช้ผงขัดอะลูมินา ขนาด 0.03 ไมครอน ผสม
กับน้ำขัดเบาๆ บนแผ่นกระจก ใช้เวลาประมาณ 5 นาที

2. อุปกรณ์

กล้องจุลทรรศน์แบบสะท้อนแสงของบริษัท Olympus รุ่น BH2 และบริษัท Leitz

3. คุณสมบัติทางนิลิกส์ที่ใช้ในการจำแนกชนิดแก้ว ภายใต้กล้องจุลทรรศน์แบบสะท้อนแสง

แสดงอยู่ในตารางที่ ข-1

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ ๒-๑ (ต่อ)

Note: Information is reported as follows:

1. Name	C—Color	R—Reflectance at 546 and 589 nm in Air	VHN—Vickers Microhardness at 100 g Load	Mode of Occurrence; Other Characteristic Properties
2. Formula	B/P—Bireflectance/Pleochroism	QC—Quantitative Color Coordinates	PH—Polishing Hardness	
3. Crystal System	A—Anisotropy IR—Internal Reflections			
Columbite-Tantalite (Fe,Mn)(Ta,Nb) ₂ O ₆ Orthorhombic	C—gray-white with brown tint → Magnetite, slightly less brown B/P—weak A—distinct, straight extinction IR—Fe-rich, deep red	R—15.3–17.3	VHN—240–1021	Occurs as euhedral crystals and anhedral aggregates. May be zoned and cleavage // (100) may be visible. May contain inclusions of cassiterite, galena, hematite, ilmenite, rutile, uraninite, wolframite and be contained within cassiterite. Occurs as oriented intergrowths with uraninite.
Wolframite (Fe,Mn)WO ₄ Monoclinic	C—Air: gray to white Oil: gray with brown or yellow tint → Sphalerite, similar → Magnetite, darker → Cassiterite, lighter B/P—weak A—weak to distinct, yellow to gray IR—deep red, especially in oil	R—15.0–16.2 14.7–15.9	VHN—312–342(sf) PH > magnetite, scheelite < pyrite, arsenopyrite	Occurs as euhedral platelets and as masses of interpenetrating laths. Cleavage distinct; twinning common. Often associated with scheelite, arsenopyrite, chalcopyrite, molybdenite, bismuth, bismuthinite, gold, and cassiterite.
Ilmenite FeTiO ₃ Trigonal	C—brownish with a pink or violet tint → Magnetite, darker, brownish B/P—distinct, pinkish brown, dark brown A—strong, greenish gray to brownish gray IR—rare, dark brown	R—20.1–17.0 20.2–17.4	VHN—659–703 (cv) PH > magnetite < hematite	Occurs as subhedral to anhedral grains and as "exsolution" lamellae or lenses in hematite or magnetite. Lamellar twinning common. Common accessory in igneous and metamorphic rocks. Occurs with magnetite, hematite, rutile, pyrite, pyrrhotite, chromite, pentlandite, tantalite.
Rutile TiO ₂ Tetragonal	C—gray, faint bluish tint → Magnetite, chromite, similar → Ilmenite, no brownish tint → Cassiterite, lighter B/P—distinct A—strong but masked by internal reflections IR—strong, abundant, white, yellowish, reddish brown	R—20.3 19.8	VHN—1132–1187(p) PH > ilmenite < hematite	Occurs as euhedral to subhedral needlelike to columnar crystals; frequently with hematite. Associated with Ti-hematite, Ti-magnetite, ilmenite, tantalite. Common in hydrothermally altered rocks.

ตารางที่ ๓-1 คุณสมบัติทางนิสิกส์ที่ใช้ในการจำแนกชนิดแร่ ภาสไดคัล้องจุลทรรศน์แบบ
สะท้อนแสง (36-39)

Note: Information is reported as follows:

1. Name	C—Color	R—Reflectance at 546 and 589 nm in Air	VHN—Vickers Microhardness at 100 g Load	Mode of Occurrence; Other Characteristic Properties
2. Formula	B/P—Bireflectance/Pleochroism	QC—Quantitative Color Coordinates	PH—Polishing Hardness	
3. Crystal System	A—Anisotropy IR—Internal Reflections			
Cassiterite SnO ₂ Tetragonal	C—brownish gray — Stannite, wolframite, ilmenite, rutile, magnetite, brownish gray B/P—distinct, gray to brownish gray A—distinct, gray; in oil, masked by internal reflections IR—abundant, yellow to yellow-brown	R—11.5-12.4 11.3-12.2	VHN—1168-1332(p) PH very high < pyrite	Occurs as compact anhedral masses and as subhedral to euhedral crystals which are often well zoned. Commonly twinned; cleavage may be visible. Occurs with pyrite, arsenopyrite, stannite, wolframite, sphalerite, galena, rutile, hematite, magnetite, bismuth, bismuthinite, pyrrhotite. Resembles sphalerite but is anisotropic and usually exhibits lighter internal reflections.
Pyrite FeS ₂ Cubic	C—yellowish white — Marcasite, yellow — Arsenopyrite, creamy yellow — Chalcopyrite, lighter B/P—not present A—often weakly anisotropic, blue-green to orange-red IR—not present	R—51.7 53.5 QC—0.327 0.335 51.8	VHN—1505-1620(f) PH > arsenopyrite, marcasite < cassiterite	The most abundant sulfide; occurs as euhedral cubes and pyritohedra, anhedral crystalline masses, and colloform bands of very fine grains. Growth zoning, twinning, and anisotropy of hardness may be visible. Occurs in nearly all ore types and with most common minerals. Hardness, yellowish white color and abundance usually diagnostic.
Coronadite PbMn ₂ (O,OH) ₄ Tetragonal	C—white with pale yellowish tint —>rather like galena B/P distinct dark brown to gray A—strong (with gray and brownish tints)	R— 42.5-35.5		Occur as granular lamellar or fibrous aggregate; also as irregular, cellular or botryoidal mass, or in concentric zones, the crystalline fibrous zones alternating with isotropic gel zone (probably amorphous coronadite Ass. other Mn-minerals

ภาคผนวก ค.

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แบบสแกนนิ่ง (เอสอีเอ็ม)

(Scanning Electron Microscope: SEM)

เอสอีเอ็มเป็นเครื่องมือที่ใช้สำหรับการศึกษา วิจัยวิทยาศาสตร์กายภาพ และ วิทยาศาสตร์ชีวภาพ เนื่องจากมีกำลังขยาย และมีความสามารถในการแจกแจงสูง มีประโยชน์ สำหรับการศึกษาลักษณะโครงสร้างพื้นผิว หรือภาพตัดขวาง โดยการสแกนลำอิเล็กตรอนบนพื้นผิวของตัวอย่าง และแสดงผลเป็นภาพโครงสร้างพื้นผิวบนจอภาพ (40, 41)

1. หลักการทำงาน

อิเล็กตรอนปฐมภูมิที่ถูกปล่อยจากคั่นกำเนิดอิเล็กตรอน จะถูกเร่งด้วยศักดาไฟฟ้าแรงสูงที่ปรับค่าได้ ให้ลำอิเล็กตรอนวิ่งพุ่งลงมาบนตัวอย่างด้วยความเร็วสูง ภายใต้อัตราความดันต่ำใกล้สุญญากาศ โดยผ่านคอนเดนเซอร์เลนส์ เพื่อปรับอิเล็กตรอนให้วิ่งผ่านออโฟลเอนส์ซึ่งทำหน้าที่ปรับลำอิเล็กตรอนให้มีจุดโฟกัสบนผิวของตัวอย่างนี้ และสามารถควบคุมให้ลำอิเล็กตรอนนี้สแกนไปบนผิวตัวอย่าง หรือตกกระทบบนอยู่กับที่เฉพาะจุดก็ได้ ขณะที่ลำอิเล็กตรอนตกบนพื้นผิวของตัวอย่าง จะทำให้เกิด อนุภาคชนิดต่างๆ เช่น อิเล็กตรอนทุติยภูมิ อิเล็กตรอนสะท้อนกลับ ซึ่งใช้ประโยชน์ในการศึกษาลักษณะพื้นผิวของตัวอย่าง และรังสีเอกซ์เฉพาะตัว

(Characteristic X-ray) ของแต่ละธาตุ เพื่อวิเคราะห์ปริมาณธาตุในตัวอย่าง (40-44)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน ที่มีอุปกรณ์การวิเคราะห์ธาตุประกอบอยู่ด้วยเรียกว่า กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนวิเคราะห์ (Analytical Electron Microscope) ซึ่งการวิเคราะห์นั้นจะเป็นการวิเคราะห์เฉพาะจุดหรือในพื้นที่เล็ก ๆ ก็ได้ เรียกว่าการวิเคราะห์ด้วย Electron Probe Microanalysis (EPMA) การวิเคราะห์ธาตุในตัวอย่างโดยวิธี EPMA นี้สามารถทำได้ 3 วิธี (40) คือ

1.1 การวิเคราะห์เป็นพื้นที่ (Area Analysis) เป็นการวิเคราะห์โดยใช้ลำอิเล็กตรอนสแกนบนพื้นผิวตัวอย่างเป็นพื้นที่เล็กๆ ซึ่งความกว้างของพื้นที่ที่ทำการสแกนจะขึ้นอยู่กับกำลังขยายที่ใช้ ลักษณะของการสแกนของลำอิเล็กตรอนจะสแกนจากซ้ายไปขวาและจากบน

ลงล่างเสมอ รังสีเอกซ์เฉพาะตัวที่เกิดขึ้นและพุ่งออกมาจากตัวอย่างจะเป็นจุดต่อจุดภาพที่ได้ในลักษณะจุดของรังสีเอกซ์นั้นจะบ่งบอกถึงลักษณะการกระจายของธาตุ (X-ray distribution image) หรือ X-ray map บนพื้นที่นั้น เมื่อนำมาเปรียบเทียบกับภาพถ่ายพื้นผิวก็จะทำให้ทราบว่าธาตุที่สนใจนั้นกระจายตัวอยู่ในบริเวณใด อย่างไร

1.2 การวิเคราะห์ในแนวเส้น (Line Analysis) เป็นการวิเคราะห์โดยการใช้สแกนอิเล็กตรอน เป็นเส้นในแนวนอน บนพื้นผิวของตัวอย่างในตำแหน่งที่สนใจ เพื่อวัดความเข้มของรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุ ในกรณีที่ต้องการจะหาขอบเขตของรอยต่อ หรือเฟสของจุลโครงสร้าง (Microstructure)

1.3 การวิเคราะห์แบบจุด (Point Analysis) เป็นวิธีการวิเคราะห์ที่ให้ค่าอิเล็กตรอน อยู่หนึ่งกับที่บนพื้นผิวของตัวอย่าง ในแต่ละจุดที่ต้องการทำการวิเคราะห์ ซึ่งสามารถทำการวิเคราะห์ได้ ทั้งในเชิงคุณภาพ และปริมาณ

2. เครื่องมือที่ใช้

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกนนิ่ง (Scanning Electron Microscope) แบบ 35 CF ค่อนข้างกับระบบวิเคราะห์ธาตุด้วยวิธี EDS (Energy Dispersive Spectrometry)

3. การเตรียมตัวอย่าง

ใช้ตัวอย่างขัดมัน (Polish Section) เช่นเดียวกับที่ใช้ในการศึกษาภายใต้กล้องจุลทรรศน์แบบโพลาริไรซ์ โดยนำตัวอย่างมาเคลือบผิวหน้าด้วยโลหะหรือคาร์บอน เพื่อให้ผิวหน้าของตัวอย่าง มีคุณสมบัติการนำไฟฟ้าที่ดี

ภาคผนวก ง

การจำแนกชนิดแร่โดยวิธีรังสีเอกซ์เลี้ยวเบน (X-ray diffraction)

รังสีเอกซ์เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าชนิดหนึ่ง มีความยาวคลื่นสั้น อยู่ในช่วง 0.01-1.0 นาโนเมตร ความยาวคลื่นที่ใช้ในวิธีรังสีเอกซ์เลี้ยวเบน อยู่ในช่วง 0.05-0.25 นาโนเมตร
 ในรูปที่ ง-1

ความยาวคลื่น	รังสี	การวิเคราะห์
1000nm	อัลตราเรด	อินฟราเรด (IR)
10nm		
1nm	แสงที่เห็นได้	ยูวี เอเอ ไอซีดี (UV AA ICP)
100nm	เหนือม่วง	
1nm	รังสีเอกซ์	เอกซ์อาร์ดี (XRD) - เอกซ์อาร์เอฟ (XRF)
0.1nm		
0.01nm		

รูปที่ ง-1 ความยาวคลื่นของรังสีที่ใช้ในงานวิเคราะห์ต่าง ๆ (46)

1. หลักการ

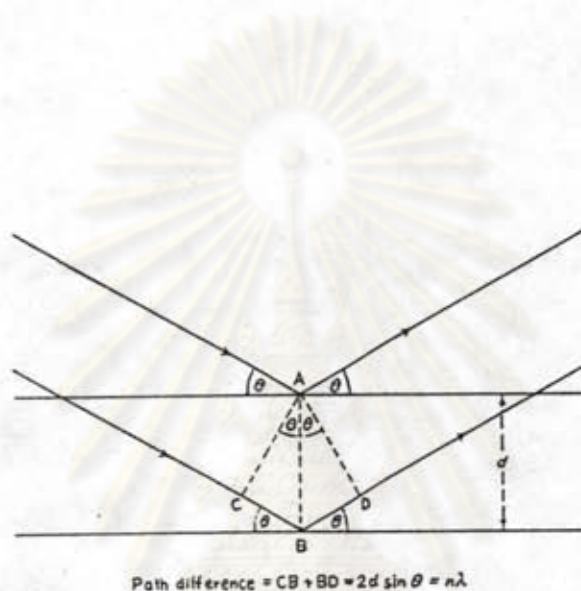
การวิเคราะห์แร่โดย XRD นี้จะใช้รังสีเอกซ์ปฐมภูมิจากหลอดรังสีเอกซ์ ซึ่งไปตกกระทบกับผลึกของแร่ซึ่งมีหน้าผลึกเป็นระนาบ (Plane) ที่มีขนาดเล็กและวางตัวขนานกันเป็นจำนวนมาก และระยะห่างระหว่างระนาบเหล่านี้จะมีค่าคงที่เป็นคุณสมบัติเฉพาะตัวของแร่แต่ละชนิด เรียกระยะห่างระหว่างระนาบเหล่านี้ว่า d-spacing เมื่อรังสีเอกซ์ตกกระทบกับหน้าผลึกจะเกิดการเลี้ยวเบนของรังสี (รูปที่ ง-2) เป็นไปตามกฎของแบร็ก (Bragg) คือ

$$n\lambda = 2d \sin\theta$$

โดย λ = ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ปฐมภูมิ

d = ค่า d-spacing

θ = มุมที่เกิดจากการเลี้ยวเบน (Diffraction angle)



รูปที่ ง-2 หลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (45)

ในเครื่อง XRD จะใช้หัววัดรังสี (Detector) วัดรังสีที่เลี้ยวเบน โดยหัววัดรังสีนั้นจะวางตัวอยู่ในทิศทางที่ทำมุมกับแนวรังสีตกกระทบ เท่ากับมุม 2θ ค่ารังสีเอกซ์ที่วัดได้จะแสดงผลออกมาในรูปของความเข้มของการนับ (Count) หรือ พีค (Peak) การแปรความหมายเพื่อการจำแนกชนิดแร่โดยใช้รูปแบบของพีค มุม 2θ และค่า d-spacing สามารถกระทำได้โดยการเปรียบเทียบค่าดังกล่าวจากตารางของ JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standard) หรือใช้โปรแกรมคอมพิวเตอร์ในการเปรียบเทียบ (45-48)

2. เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

เครื่องวิเคราะห์รังสีเอกซ์เดี่ยวเบนของบริษัท JEOL จำกัด รุ่น JDX-8030 เชื่อมโยงการทำงานกับเครื่องคอมพิวเตอร์ 16 บิตโดยใช้โปรแกรม JDX ในการวัดพีค เลือกพีค และการเลือกชนิดแร่ (Search match) (47)

3. การเตรียมตัวอย่าง

1. ชักตัวอย่างแร่ที่ต้องการวิเคราะห์ ซึ่งน้ำหนักประมาณ 5 กรัม บดด้วยครกอะเกตให้ได้ขนาดเล็กกว่า 200 เมช นำไปบดให้แห้งที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส
2. เทผงตัวอย่างลงในหลุมสี่เหลี่ยมพื้นผ้า ขนาด 1.6 x 2.5 ตารางเซนติเมตร ลึก 0.45 มิลลิเมตร เกลี่ยตัวอย่างให้สม่ำเสมอ ปาดผิวหน้าให้เรียบ แล้วอัดตัวอย่างให้แน่น

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก จ

การวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์ของไนโตรเจนและแทนทาลัม

1. อุปกรณ์การทดลอง

1. ครกอะเกต (Agate mortar) และสาก (Pestle)
2. ตู้อบ (Drying oven)
3. เคชิกเคอร์ (Desiccator)
4. เครื่องชั่งละเอียด (Analytical balance)
5. เบ้ากระเบื้อง (Porcelain crucible) และ ฝาปิด (Lid)
6. ตะเกียงแก๊ส (Bunsen burner)
7. รูปสามเหลี่ยมสำหรับวางเบ้า (Triangle)
8. บีกเกอร์ (Beaker) ขนาด 250 มล. 400 มล. และ 100 มล.
9. กระจกนาฬิกา (Watch glass)
10. แท่งแก้ว (Stirring rod)
11. เตาไฟฟ้า (Electric hot plate)
12. กระดาษกรอง (Filter paper) เบอร์ 40, 42
13. ขวดปริมาตร (Volumetric flask) ขนาด 100 มล. และ 200 มล.
14. ปิเปต (Pipette)
15. เตาเผา (Furnace)
16. เครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Spectrophotometer)

2. สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. โพแทสเซียมไบซัลเฟต (Potassium bisulphate; KHSO_4)
2. แอมโมเนียมออกซาลेट (Ammonium oxalate; $(\text{COONH}_4)_2\text{H}_2\text{O}$)

3. กรดทาทาริก (Tataric acid; $C_4H_6O_6$)
4. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide; NaOH) เข้มข้น 20 %
5. EDTA (Ethylene Diamine Tetra Acetate) เข้มข้น 2×10^{-2} M
6. PAR (Pyridylazo Resourcinol) เข้มข้น 10^{-3} M
7. Buffer pH 5.8
8. กรดไพโรกอลลิก (Pyrogallic acid) ความเข้มข้น 50 %
9. กรดซัลฟูริก (Sulfuric acid; H_2SO_4) (1:1)
10. กรดฟอสฟอริก (Phosphoric acid, H_2PO_4)
11. ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (Hydrogen peroxide; H_2O_2) เข้มข้น 30 %

3. วิธีการทดลอง

1. นำแร่ประมาณ 2 กรัม มาบดให้ละเอียดด้วยครกอะเกต นำไปอบให้แห้งในตู้อบแล้วเก็บไว้ในเคซิกลีเคเตอร์ เพื่อป้องกันการดูดความชื้น
2. ชั่งแร่หนัก 0.2 กรัม ด้วยเครื่องชั่งละเอียดชนิดนิคม 4 ตำแหน่ง ใส่ในเบ้ากระเบื้องที่มีฝาปิด
3. เติมโพแทสเซียมไบซัลเฟต 5 กรัม หรือประมาณ 10 เท่าของน้ำหนักตัวอย่าง
4. นำเข้าปดตั้งบนรูปสามเหลี่ยมสำหรับวางเบ้า เผลาเข้าด้วยตะเกียงแก๊สโดยใช้เวลาอุ่น ๆ ประมาณ 30 นาที แล้วใช้ไฟแรงเป็นเวลาประมาณ 40 นาที จนสารละลายในเบ้าเป็นสีแดง ปิดตะเกียงแก๊ส ตั้งเบ้าทิ้งไว้ให้เย็น
5. ชั่งแอมโมเนียมออกซาลेटประมาณ 8 กรัม ใส่ในบีกเกอร์ ขนาด 250 มล. แล้วเติมน้ำกลั่นลงไปประมาณ 100 มล. นำไปอุ่นบนเตาไฟฟ้าจนแอมโมเนียมออกซาลेटละลายหมด
6. นำเข้าจากข้อ 4 ใส่ลงในบีกเกอร์ ในข้อ 5 อุ่นต่อจนเด็ก (cake) หลุดออกจากเบ้า นำเข้าและฝาปิดออก โดยล้างด้วยน้ำกลั่น อุ่นสารละลายต่อจนเด็กละลายหมด ใช้เวลาประมาณ 2 ชั่วโมง
7. นำสารละลายไปกรองผ่านกระดาษกรองเบอร์ 42 ลงไปในขวดปริมาตรขนาด 200 มล. ใช้น้ำกลั่นล้างด้ว้บีกเกอร์และกระดาษกรอง 3 - 4 ครั้งแล้วเติมน้ำกลั่นให้ได้

ปริมาตร 200 มล. เขย่าสารละลายในขวด เพื่อให้ตัวอย่างกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ

8. ชั่งกรดทาทริก 5 กรัม ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 100 มล. และใส่กระดาษลิตมัส เพื่อวัดค่า pH

9. นำปิเปตดูดสารละลายจากข้อ 7 มา 1 มล. แล้วนำไปใส่ในบีกเกอร์ในข้อ 8 เติมน้ำกลั่นเล็กน้อย

10. เติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ ที่ละหยด ใช้แท่งแก้วคนให้เข้ากันจนสารละลาย กลายเป็นเกลือ และมี pH อยู่ในช่วง 5.8 - 6.4

11. เติม EDTA จำนวน 10 มล. ใช้แท่งแก้วคนสารละลายให้เข้ากัน

12. เติม PAR จำนวน 10 มล. ใช้แท่งแก้วคนสารละลายให้เข้ากัน

13. เติม Buffer จำนวน 5 มล. ใช้แท่งแก้วคนสารละลายให้เข้ากัน

14. เทสารละลายลงในขวดปริมาตร 100 มล. ล้างบีกเกอร์ 3 ครั้ง แล้วเติมน้ำกลั่น จนถึงขีดปริมาตร 100 มล. เขย่าให้สารละลายกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ ตั้งทิ้งไว้ ประมาณ 1 ชั่วโมง

15. นำสารละลายไปวัดค่าแอมป์แอมป์แบบนอร์มัล ด้วยเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ที่มีความยาวคลื่น 520 นาโนเมตร โดยเทียบกับสารละลายไร้สิ่งตัวอย่าง (Blank solution)

16. หาปริมาณไนโอเบียม โดยนำค่าแอมป์แอมป์แบบนอร์มัล ที่ได้เปรียบเทียบกับกราฟของค่าแอมป์แอมป์แบบนอร์มัลที่ได้จากการวัดค่าจากสารละลายไนโอเบียมมาตรฐาน

การวิเคราะห์หาแทนทาลัม (มีไทเทเนียมปน)

17. ชั่งแทนนิน 2.5 กรัมใส่ในบีกเกอร์ขนาด 250 มล. เติมน้ำ 50 มล. แล้วคนให้ละลายทั้งหมด

18. ใช้ปิเปตดูดสารละลายจากขวดปริมาตรในข้อ 7 มา 50 มล. ใส่ในบีกเกอร์ ในขนาด 400 มล. เติมน้ำกลั่น 50 มล. แล้ววัดค่า pH = 6 (ถ้าไม่ได้ให้เติมโซเดียมไฮดรอกไซด์) อุ่นสารละลายให้ร้อน กรองสารละลายแทนนินจากข้อ 17 ลงในบีกเกอร์ แล้วนำสารละลายที่ได้ไปต้ม 30 นาที จากนั้นจึงตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 1 คืน

19. นำสารละลายไปกรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42 ล้างตะกอนด้วยน้ำ 3-4 ครั้ง

20. นำกระดาษกรองและตะกอน ใส่ในเบ้ากระเบื้องไปอบให้แห้ง แล้วนำไปเผา ในเตาที่อุณหภูมิ 1,100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง
21. นำตะกอนที่ผ่านการเผา แล้วเติมโพแทสเซียมโบไซด์เฟด 5 กรัม
22. นำเข้าไปเผาด้วยตะเกียงแก๊ส โดยใช้ไฟอ่อน ๆ ประมาณ 30 นาที แล้วใช้ ไฟแรง ประมาณ 40 นาที จนสารละลายในเบ้าเป็นสีแดงปิดตะเกียงแก๊สตั้งเบ้าทิ้งไว้ให้เย็น
23. ชั่งแอมโมเนียมออกซาลาเลด 8 กรัม ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 250 มล. เติมน้ำ กลั่นประมาณ 100 มล. นำไปอุ่นบนเตาไฟฟ้าจนแอมโมเนียมออกซาลาเลดละลายหมด แล้วทำ การทดลองเหมือนข้อ 6 และ 7 จนได้สารละลายในขวดปริมาตร ขนาด 200 มล.
24. ใช้ปิเปตดูดสารละลายจากข้อ 23 มา 5 มล. ใส่ในขวดปริมาตรขนาด 100 มล.
25. เติมกรดฟอสฟอริก (1:3) จำนวน 10 มล. เขย่าขวดให้สารละลายเข้ากัน
26. เติมแอมโมเนียมออกซาลาเลด ประมาณ 50 มล. เขย่าขวดให้สารละลายเข้ากัน
27. เติมกรดไนโตรกลลิก จำนวน 20 มล. เขย่าขวดให้สารละลายเข้ากัน
28. เติมแอมโมเนียมออกซาลาเลด จนถึงขีดปริมาตร 100 มล. เขย่าขวดให้สาร ละลายเข้ากัน แล้วตั้งทิ้งไว้ประมาณ 15 นาที

การวิเคราะห์หาไทเทเนียมที่ปนอยู่ในแทนทาลัม

29. ใช้ปิเปตดูดสารละลายจากข้อ 23 มาจำนวน 5 มล. ใส่ในขวดปริมาตรขนาด 100 มล.
30. เติมกรดซัลฟูริก จำนวน 5 มล. เขย่าขวดให้สารละลายเข้ากัน
31. เติมกรดฟอสฟอริก (1:1) จำนวน 5 มล. เขย่าขวดให้สารละลายเข้ากัน
32. เติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 1 มล. เขย่าขวดให้สารละลายเข้ากัน
33. นำสารละลายจากข้อ 28 และข้อ 32 ไปวัดค่าแอมซอร์บแมนซ์ด้วยเครื่อง สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ที่มีความยาวคลื่น 430 นาโนเมตร โดยเทียบกับสารละลายไวต์วอย่าง
34. นำค่าแอมซอร์บแมนซ์ ของไทเทเนียม ไปหักออกจากค่าแอมซอร์บแมนซ์ของ แทนทาลัม + ไทเทเนียม จะได้ค่าแอมซอร์บแมนซ์ของแทนทาลัม ซึ่งจะนำไปหาปริมาณของ แทนทาลัมได้ โดยนำค่าแอมซอร์บแมนซ์ที่ได้ไปเปรียบเทียบกับกราฟของค่าแอมซอร์บแมนซ์ที่ได้ จากการวัดค่าจากสารละลายแทนทาลัมมาตรฐาน

ภาคผนวก จ

การวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์ของทั้งสติกออกไซด์

1. อุปกรณ์การทดลอง

1. ครกอะเกตและผ้าก
2. ตู้อบ
3. เคชิกเคเตอร์
4. เครื่องชั่งละเอียด
5. เตาเหล็ก (Iron Crucible)
6. ตะเกียงแก๊ส
7. รูปสามเหลี่ยมสำหรับวางเตา
8. บีกเกอร์ ขนาด 400 มล. และ 600 มล.
9. กระจกนาฬิกา
10. แท่งแก้ว
11. กระจกตวง
12. กระจกดีดน้ำกลั่น
13. เตาไฟฟ้า
14. กรวยแก้ว
15. กระดาษกรอง เบอร์ 40
16. เตากระเบื้อง พร้อมฝาปิด

2. สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH)
2. กรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric acid, HCl) เกรดอุตสาหกรรม

3. ควินิน (Quinine) เข้มข้น 10 %
4. แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (Ammonium Hydroxide, NH_4OH)
5. กรดไนตริก (Nitric acid, HNO_3)

3. วิธีการทดลอง

1. นำแร่มาประมาณ 3 กรัม บดให้ละเอียดด้วยครกสะอาด นำไปอบให้แห้งในตู้อบ แล้วเก็บไว้ในเดซิกเคเตอร์ เพื่อป้องกันการดูดความชื้น
2. ชั่งแร่หนัก 0.5 กรัมด้วยเครื่องชั่งละเอียดชนิดนิคม 4 ตำแหน่ง ใส่น้ำในแก้วที่ฝาปิด
3. เติมน้ำเค็มไฮดรอกไซด์ 5 กรัม
4. นำแก้วไปตั้งบนรูปสามเหลี่ยม เฝ้าด้วยตะเกียงแก๊สโดยใช้ไฟอ่อน ๆ ประมาณ 30 นาที แล้วใช้ไฟแรงประมาณ 30 นาที จนสารละลายในแก้วเป็นสีแดงปิดตะเกียงแก๊สตั้งแก้วทิ้งไว้ให้เย็น
5. ใส่น้ำกลั่นประมาณ 100 มล. ในบีกเกอร์ ขนาด 600 มล. พร้อมกระจกนาฬิกา และแท่งแก้ว
6. นำแก้วจากข้อ 4 ใสลงในบีกเกอร์ในข้อ 5 ใช้แท่งแก้วคนจนเด็กหลุดออกจากแก้ว อุ่นต่อจนเด็กละลายหมด
7. เติมกรดไฮโดรคลอริก 60 มล. ใช้แท่งแก้วคน แล้วล้างแก้วด้วยน้ำกลั่น นำแก้วออกจากบีกเกอร์ แล้วอุ่นสารละลายต่อประมาณ 20 นาที
8. เติมควินิน 10 มล. ใช้แท่งแก้วคน นำไปอุ่นต่ออีก 10 นาที สกกลงตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 1 คืน
9. กรองตะกอน โดยใช้กระดาษกรอง เบอร์ 40
10. ล้างตะกอนจากกระดาษกรองลงในบีกเกอร์ ขนาด 600 มล. ด้วยน้ำกลั่น 2 - 3 ครั้ง แล้วล้างครั้งสุดท้ายด้วยแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 10 มล. แล้วนำไปอุ่น 5 นาที

11. นำสารละลายไปกรองด้วยกระดาษกรอง เบอร์ 40 ลงในบีกเกอร์ ขนาด 400 มล. ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้ง เก็บไว้เฉพาะสารละลาย
12. อุ่นสารละลายบนเตาไฟฟ้าประมาณ 10 นาที แล้วเติมกรดไนตริก 10 มล. นำไปอุ่นต่ออีก 15 นาที ใช้แท่งแก้วคนตลอด
13. เติมน้ำกลั่นประมาณ 150 มล. และเติมควินิน 10 มล. นำไปอุ่นต่อ 15 นาที ใช้แท่งแก้วคนตลอดเวลา ชกกลงตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 1 คืน
14. นำตะกอนมากรอง ด้วยกระดาษกรอง เก็บตะกอนไว้ สารละลายทิ้ง
15. ชั่งน้ำหนักเบ้ากระเบื้อง
16. นำตะกอนที่ได้ใส่ในเบ้ากระเบื้อง อบให้แห้งแล้วนำไปเผาในเตาเผาที่อุณหภูมิ 750 องศาเซลเซียส นาน 30 นาที ปิดเตาเผา รอให้อุณหภูมิลดลงมาถึงประมาณ 500 องศาเซลเซียส นำเบ้ากระเบื้องใส่ในเคซิคเคเตอร์ ตั้งทิ้งไว้ประมาณ 30 นาที แล้วจึงนำเข้าออกมาชั่งด้วยเครื่องชั่งละเอียด หักน้ำหนักของเบ้ากระเบื้องออกก็จะได้น้ำหนักของทั้งผลิตภัณฑ์

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวกที่ ช

การวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์เฟอร์รัสออกไซด์ (Fe_2O_3)

1. อุปกรณ์และเครื่องมือ

1. ครกอะเกต และสาก
2. ค้อน
3. เดซิกเคเตอร์
4. เครื่องชั่งละเอียด
5. เข็มกระเบื้อง และฝาปิด
6. ตะเกียงแก๊ส
7. รูปสามเหลี่ยมสำหรับวางเข็ม
8. ขวดน้ำกั้น (Wash Bottle)
9. กระจกตวง
10. บีกเกอร์ ขนาด 600, 250 มล.
11. กระจกนาคา
12. แท่งแก้วสำหรับคน
13. เตาไฟฟ้า
14. กระจกกรอง เบอร์ 42
15. กรวยแก้ว (Funnel)
16. ขวดวัดปริมาตร ขนาด 1000, 250 มล.
17. ปิเปต (Pipet)
18. บิวเรต (Buret)
19. ใยแก้ว (Glass Wool)

2. สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. โปแทสเซียมไบซัลเฟต (Potassium bisulphate, KHSO_4) เกรดปฏิบัติการ
2. กรดซัลฟิวริก (Sulfuric acid, H_2SO_4) เกรดงานวิเคราะห์
3. แผ่นอลูมิเนียม (Aluminium Foil)
4. โปแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต (Potassium permanganate, KMnO_4)

เกรดงานวิเคราะห์

5. โซเดียมออกซาเลต (Sodium oxalate, $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$) เกรดงานวิเคราะห์

3. วิธีการทดลอง

1. นำแร่ประมาณ 2 กรัม มาบดให้ละเอียดด้วยครกสะอาด นำไปอบให้แห้งในตู้อบ แล้วเก็บไว้ในเดซิคเคเตอร์ป้องกันการดูดความชื้น

2. ชั่งแร่หนัก 0.5 กรัม ด้วยเครื่องชั่งละเอียดชนิดนิยม 4 ตำแหน่ง ใส่ในเบ้า กระเบื้องมีฝาปิด

3. เติม KHSO_4 6 กรัม หรือประมาณ 10 เท่าของตัวอย่างแร่

4. นำเบ้าไปตั้งบนรูปสามเหลี่ยมสำหรับวางเบ้า เผลาเบ้าด้วยตะเกียงแก๊ส ใช้ไฟอ่อนๆ เป็นเวลา 30 นาที แล้วใช้ไฟแรงเป็นเวลาประมาณ 30 นาที จนสารละลายในเบ้าเป็นสีแดง ปิดตะเกียงแก๊ส ตั้งเบ้าทิ้งไว้ให้เย็น

5. ใส่น้ำกลั่น 75 มล. ในบีกเกอร์ขนาด 250 มล. ที่มีกระจกาน้ำกาแฟและแท่งแก้วสำหรับคน

6. เติม H_2SO_4 25 มล. ลงในบีกเกอร์

7. นำเบ้าจากข้อ 4 ใสลงในบีกเกอร์ในข้อ 5 แล้วนำไปอุ่นบนเตาไฟฟ้าเป็นเวลา 1 ชั่วโมง

8. นำเบ้าและฝาปิดออก โดสล้างเบ้าด้วยน้ำกลั่น อุ่นสารละลายเป็นเวลาประมาณ 3 ชั่วโมง จนสารละลายไม่มีสี มีปริมาตรประมาณ 100 มล.

9. นำสารละลายไปกรองผ่านกระดาษกรองเบอร์ 42 ลงไปในขวดวัดปริมาตรขนาด 200 มล. ใช้น้ำกลั่นฉีดล้างบีกเกอร์และกระดาษกรอง 3-4 ครั้ง เติมน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 200 มล. ปิดจุกขวดให้แน่น เขย่าสารละลายในขวดให้กระจายอย่างสม่ำเสมอ
10. เปิดสารละลายมา 50 มล. ใส่น้ำในบีกเกอร์ขนาด 250 มล. ที่มีกระจกนาฬิกาและแท่งแก้วสำหรับคน
11. ใส่น้ำอะลูมิเนียม 1 ช้อนลงไป นำไปอุ่นบนเตาไฟฟ้าเป็นเวลา 2 ชั่วโมงจนสารละลายไม่มีสี
12. ใช้น้ำทิ้งไว้ให้เย็น ล้างน้ำอะลูมิเนียมที่เหลือออกด้วยน้ำกลั่น
13. นำสารละลายไปติเตรตกับ 0.1 นอร์มัล $KMnO_4$ จนกระทั่งสารละลายเปลี่ยนสีจากไม่มีสีเป็นสีชมพู และวางทิ้งไว้ไม่จางหายไปในเวลา 30 นาที

4. การเตรียมและการหาความเข้มข้นของสารละลายโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต

1. ชั่ง $KMnO_4$ หนัก 3.2 กรัม ใส่น้ำในบีกเกอร์ขนาด 600 มล. เติมน้ำกลั่นลงไปประมาณ 500 มล. ตั้งทิ้งไว้ประมาณ 12 ชั่วโมง
2. นำสารละลายมากรองด้วยใยแก้วลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 1000 มล. ล้างด้วยน้ำกลั่นและเพิ่มให้ได้ปริมาตร 1000 มล. เก็บสารละลายใส่ขวดสีน้ำตาล ตรวจสอบความเข้มข้นที่แท้จริงของสารละลาย
3. นำ $Na_2C_2O_4$ ไปอบให้แห้งในตู้อบที่อุณหภูมิ 105-110 °C. เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมงแล้วเก็บไว้ในเดซิเคเตอร์ป้องกันการดูดความชื้น
4. นำมาชั่ง 0.1 กรัม ด้วยเครื่องชั่งละเอียดชนิดนิม 4 ตำแหน่ง ใส่น้ำในบีกเกอร์ขนาด 250 มล.
5. เติมน้ำ 10% H_2SO_4 100 มล. คนให้ $Na_2C_2O_4$ ละลาย นำไปตั้งบนเตาไฟฟ้าจนถึงอุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส
6. ติเตรตกับสารละลายโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต พร้อมทั้งเขย่าสารละลายอยู่เสมอจนกระทั่งสารละลายเปลี่ยนสีจากไม่มีสีเป็นสีชมพู และวางทิ้งไว้ไม่จางหายไปในเวลา 30 นาที

5. การคำนวณ

สมมติ

$$\text{น้ำหนัก } \text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 = A \text{ กรัม}$$

$$\text{น้ำหนักแร่} = B \text{ กรัม}$$

$$\text{ปริมาตร } \text{KMnO}_4 \text{ ที่ใช้ในการไตเตรดกับ } \text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 = C \text{ มล.}$$

$$\text{ปริมาตร } \text{KMnO}_4 \text{ ที่ใช้ในการไตเตรดกับ Fe} = D \text{ มล.}$$

จากการไตเตรด $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ กับ KMnO_4 เกิดปฏิกิริยา

$$\begin{aligned} \text{ดังนั้นน้ำหนักกรัมสมมูล } \text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 &= \frac{\text{น้ำหนักโมเลกุล } \text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4}{2} \\ &= \frac{134}{2} = 67 \text{ กรัม} \end{aligned}$$

จากการไตเตรด

$$\text{ปริมาตร } \text{KMnO}_4 \text{ } C \text{ มล.} = \frac{A}{67} \text{ กรัมสมมูล } \text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$$

$$\text{ปริมาตร } \text{KMnO}_4 \text{ } 1000 \text{ มล.} = \frac{A \times 1000}{C \times 67} \text{ กรัมสมมูล } \text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$$

จากการไตเตรดไอออนเหล็กกับ KMnO_4 เกิดปฏิกิริยา

$$\text{ดังนั้น น้ำหนักกรัมสมมูล Fe} = \frac{\text{น้ำหนักอะตอม Fe}}{1} = 55.847 \text{ กรัม}$$

จากการทดลองจะได้

$$\begin{aligned} \text{จำนวนกรัมสมมูล Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 &= \text{จำนวนกรัมสมมูล KMnO}_4 = \text{จำนวนกรัมสมมูล Fe} \\ \text{ดังนั้น } \frac{A}{67} \text{ กรัมสมมูล Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 &= \frac{A}{67} \text{ กรัมสมมูล Fe} \end{aligned}$$

นั่นคือ

$$\% \text{ Fe total} = \frac{A \times D \times 55.847 \times 250 \times 100}{C \times 67 \times B \times 50}$$

$$\% \text{ Fe}_2\text{O}_3 \text{ (total)} = \frac{A \times D \times 55.847 \times 250 \times 100 \times 1.4297}{C \times 67 \times B \times 50}$$

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

การวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์แมงกานีสออกไซด์ (MnO)

1. อุปกรณ์และเครื่องมือ

1. ครกละเอียด และสาก
2. ตู้อบ
3. เตาช็อกเคเตอร์
4. เครื่องชั่งละเอียด
5. เบ้ากระเบื้อง และฝาปิด
6. ตะเกียงแก๊ส
7. รูปสามเหลี่ยมสำหรับวางเบ้า
8. กระจกตวง
9. บีกเกอร์ ขนาด 600, 250 มล.
10. กระจกนาฬิกา
11. แท่งแก้วสำหรับคน
12. เตาไฟฟ้า
13. กระจกทรง เบอร์ 42
14. กรวยแก้ว
15. ขวดวัดปริมาตร ขนาด 1000, 250 มล.
16. ปิเปต
17. บิวเรต
18. กูช (Gooch) หรือครุชิล์เบิ้ลซินเตอร์กลาส (Sintered Glass Crucible)
19. ขวดรูปกรวย ขนาด 250 มล.
20. หลอดหยด (Dropper)

2. สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. โปแทสเซียมไบซัลเฟต (Potassium Bisulphate, KHSO_4) เกรดปฏิบัติการ
2. กรดซัลฟูริก (Sulfuric acid, H_2SO_4) เกรดงานวิเคราะห์
3. กรดไนตริก (Nitric acid, HNO_3) เกรดงานวิเคราะห์
4. โซเดียมบิสมูเทต (Sodium bismuthate, NaBSO_5) เกรดปฏิบัติการ
5. เฟอรัสแอมโมเนียมซัลเฟต [Ferrous ammonium sulphate, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$] เกรดงานวิเคราะห์
6. กรดฟอสฟอริก (Phosphoric acid, H_3PO_4) เกรดปฏิบัติการ
7. โปแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต (Potassium permanganate, KMnO_4) เกรดงานวิเคราะห์
8. โซเดียมออกซาเลต (Sodium oxalate, $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$) เกรดงานวิเคราะห์

3. วิธีการทดลอง

1. ทำนองเดียวกับวิธีการทดลองข้อ 1 ถึง 9 ในภาคผนวก ข
2. ปิเปตสารละลายมา 25 มล. เติม HNO_3 11 มล. แล้วเติม NaBiO_5 ประมาณ 2 กรัม คน 5 นาที แล้วจึงกรองโดยใช้กระดาษหรือครุฑิ์เส้นขินเตอร์กลาส ลงในขวดรูปกรวยขนาด 250 มล. ล้างตะกอนบนกระดาษด้วยน้ำกลั่นหลาย ๆ ครั้ง จนกระทั่งไม่มีสีม่วงแดงของกรดเปอร์แมงกาเนต (HMnO_4)
3. นำสารละลายที่กรองได้มาเติม 0.1 นอร์มัล $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ด้วยบิวเรต จนกระทั่งสารละลายเปลี่ยนสีจากสีม่วงแดงเป็นไม่มีสี แล้วเติมลงไปอีก 5 มล. อ่านจำนวนมิลลิลิตรของ 0.1 นอร์มัล $(\text{NH}_4)_2\text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ไว้ เติม H_3PO_4 1 หยด
4. นำสารละลายมาติเตรตกับ 0.1 นอร์มัล KMnO_4 ทันที จนกระทั่งสารละลายเปลี่ยนสีจากไม่มีสีเป็นสีชมพู และวางทิ้งไว้ไม่จางหายไปภายในเวลา 30 วินาที อ่านจำนวนมิลลิลิตรของ 0.1 นอร์มัล KMnO_4 ไว้ สมมุติไว้ 0.1 นอร์มัล KMnO_4 ไปเท่ากับ x มล.

5. ใช้สารละลาย 0.1 นอร์มัล $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ จำนวนเดียวกับที่ใช้ในข้อ 3 ลงไปในขวดรูปกรวยขนาด 250 มล. เติมน้ำกลั่น 50 มล. เติมน้ำ H_3PO_4 2 หยด แล้วนำสารละลายมาติเตดกับ 0.1 นอร์มัล KMnO_4 จนกระทั่งสารละลายเปลี่ยนสีจากไม่มีสี เป็นสีชมพูและวางทิ้งไว้ไม่จำกัดเวลาในภาชนะในเวลา 30 นาที สมมติใช้ 0.1 นอร์มัล KMnO_4 ไปเท่ากับ y มล.

4. การเตรียมสารละลายที่ใช้ในการวิเคราะห์

1. 0.1 นอร์มัล $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

ซึ่งเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟตหนัก 39.2 กรัม ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 600 มล. เติมน้ำกลั่น 500 มล. เติมน้ำ H_2SO_4 10 มล. คนจนละลายหมด นำสารละลายมากรองผ่านกระดาษกรองเบอร์ 42 ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 1000 มล. ใช้น้ำกลั่นล้างกระดาษกรองหลาย ๆ ครั้ง เติมน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 1000 มล. ปิดจุกขวดให้แน่น เขย่าสารละลายในขวดให้กระจายอย่างสม่ำเสมอ

2. 0.1 นอร์มัล KMnO_4

เตรียมทำนองเดียวกับ การหาความเข้มข้นของสารละลายโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต ในภาคผนวก ช

5. การคำนวณ

สมมติ

น้ำหนัก $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ = A กรัม

น้ำหนักนอร์ = B กรัม

ปริมาตร KMnO_4 ที่ใช้ในการติเตดกับ $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ = C มล.

จากการติเตด $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ กับ KMnO_4 เกิดปฏิกิริยา



$$\begin{aligned} \text{ดังนั้น น้ำหนักกรัมสมมูล } \text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 &= \frac{\text{น้ำหนักโมเลกุล } \text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4}{2} \\ &= \frac{134}{2} = 67 \text{ กรัม} \end{aligned}$$

จากการวิเคราะห์

$$\text{ปริมาตร } \text{KMnO}_4 \text{ C มล.} = \frac{A}{67} \text{ กรัมสมมูล } \text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$$

$$\text{ปริมาตร } \text{KMnO}_4 \text{ 1000 มล.} = \frac{A \times 1000}{C \times 67} \text{ กรัมสมมูล } \text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$$

$$\text{จำนวนกรัมสมมูล } \text{KMnO}_4 = \text{จำนวนกรัมสมมูล } \text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$$

$$\text{นั่นคือ ความเข้มข้นที่แท้จริงของ } \text{KMnO}_4 = \frac{A \times 1000}{C \times 67} \text{ นอร์มอล}$$

จากการวิเคราะห์ตัวอย่างร่วมกับ 0.1 นอร์มอล $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

เกิดปฏิกิริยา



จากการวิเคราะห์กับ 0.1 นอร์มอล KMnO_4 ดังปฏิกิริยา



(จาก 0.1 N KMnO_4) [จาก $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ที่เหลือ]

$$\text{ดังนั้น น้ำหนักกรัมสมมูล Mn} = \frac{\text{น้ำหนักอะตอม Mn}}{5} = 10.988 \text{ กรัม}$$

จากการทดลองจะได้

$$\begin{aligned} \text{จำนวนกรัมสมมูล Mn (ตัวอย่างแร่)} &= \text{จำนวนกรัมสมมูล MnO}_4 \text{ (ตัวอย่างแร่)} \\ &= \text{จำนวนกรัมสมมูล (NH}_4\text{)}_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = \text{จำนวนกรัมสมมูล KMnO}_4 \\ &y-x \text{ มล.} \end{aligned}$$

$$\text{KMnO}_4 \text{ 1000 มล.} = \frac{A \times 1000}{C \times 67} \text{ กรัมสมมูล MnO}_4$$

$$\begin{aligned} \text{KMnO}_4 \text{ } y-x \text{ มล.} &= \frac{A \times (y-x)}{C \times 67} \text{ กรัมสมมูล MnO}_4 \\ &= \frac{A \times (y-x)}{C \times 67} \text{ กรัมสมมูล Mn} \\ &= \frac{A \times (y-x) \times 10.989}{C \times 67} \text{ กรัม Mn} \end{aligned}$$

$$\% \text{ Mn} = \frac{A \times (y-x) \times 10.989 \times 250 \times 100}{C \times 67 \times B \times 25}$$

$$\% \text{ MnO} = \frac{A \times (y-x) \times 10.989 \times 250 \times 100 \times 1.2912}{C \times 67 \times B \times 25}$$

ศูนย์วิทยาทอง
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

วิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์ไทเทเนียม (Titanium, Ti)

1. อุปกรณ์และเครื่องมือ

1. ครกอะเกต และสาก
2. คุบ
3. เครื่องเคอร์
4. เครื่องชั่งละเอียด
5. เบ้ากระเบื้อง และฝาปิด
6. ตะเกียงแก๊ส
7. รูปสามเหลี่ยมสำหรับวางเบ้า
8. คีมจับเบ้า
9. บีกเกอร์ ขนาด 250 มล.
10. กระจกนาฬิกา
11. แท่งแก้วสำหรับคน
12. เต้าไฟฟ้า
13. กระจกทรง เบอร์ 42
14. ขวดวัดปริมาตร ขนาด 100, 200 มล.
15. ปีเปต
16. เครื่องสเปกโตรมิเตอร์

2. สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. โพแทสเซียมไบซัลเฟต (Potassium bisulphate, KHSO_4) เกรดปฏิบัติการ
2. กรดซัลฟูริก (Sulfuric acid, H_2SO_4) เกรดงานวิเคราะห์
3. กรดฟอสฟอริก (Phosphoric acid, H_3PO_4) เกรดปฏิบัติการ
4. ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (Hydrogen peroxide, H_2O_2) เกรดงานวิเคราะห์
5. ไทเทเนียมออกไซด์ (Titanium oxide, TiO_2) เกรดงานวิเคราะห์

4. วิธีการทดลอง

1. นำแร่ประมาณ 2 กรัม มาบดให้ละเอียดด้วยครกอะเกต นำไปอบให้แห้งในตู้อบ แล้วเก็บไว้ในเดซิกเคเตอร์ป้องกันการดูดความชื้น
2. ชั่งแร่หนัก 0.5 กรัม ด้วยเครื่องชั่งละเอียดชนิดนิยม 4 ตำแหน่ง ใส่ในเบ้ากระเบื้องมีฝาปิด
3. เติม KHSO_4 6 กรัม หรือประมาณ 10 เท่าของตัวอย่างแร่
4. นำเบ้าไปตั้งบนรูปสามเหลี่ยมสำหรับวางเบ้า เผลาเบ้าด้วยตะเกียงแก๊ส ใช้ไฟอ่อนๆ เป็นเวลา 30 นาที แล้วใช้ไฟแรงเป็นเวลาประมาณ 30 นาที จนสารละลายในเบ้าเป็นสีแดง ปิดตะเกียงแก๊ส ตั้งเบ้าทิ้งไว้ให้เย็น
5. ใส่น้ำกลั่น 75 มล. ในบีกเกอร์ขนาด 250 มล. ที่มีกระดาษฟิลาและแท่งแก้วสำหรับคน
6. เติม H_2SO_4 25 มล. ลงในบีกเกอร์
7. นำเบ้าจากข้อ 4 ใส่น้ำลงในบีกเกอร์ในข้อ 5 แล้วนำไปอุ่นบนเตาไฟฟ้าเป็นเวลา 1 ชั่วโมง
8. นำเบ้าและฝาปิดออก โดยล้างเบ้าด้วยน้ำกลั่น อุ่นสารละลายเป็นเวลาประมาณ 3 ชั่วโมง จนสารละลายไม่มีสี มีปริมาตรประมาณ 100 มล.

9. นำสารละลายไปกรองผ่านกระดาษกรองเบอร์ 42 ลงไปใช้ขวดวัดปริมาตรขนาด 200 มล. ใช้น้ำกลั่นฉีดล้างบีกเกอร์และกระดาษกรอง 3-4 ครั้ง เติมน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 200 มล. ปิดจุกขวดให้แน่น เขย่าสารละลายในขวดให้กระจายอย่างสม่ำเสมอ
10. นำปิเปตดูดสารละลายจากข้อ 9 มา 2 มล. ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มล.
11. เติม 50 % H_2SO_4 5 มล. เขย่าขวดให้สารละลายกระจายอย่างสม่ำเสมอ
12. เติม 50 % H_3PO_4 5 มล. เขย่าขวดให้สารละลายกระจายอย่างสม่ำเสมอ
13. เติม H_2O_2 1 มล. เขย่าขวดให้สารละลายกระจายอย่างสม่ำเสมอ
14. เติมน้ำกลั่นลงไปให้ได้ปริมาตร 100 มล.
15. นำสารละลายไปวัดค่าแอมพลีตอร์แบบรีดิวซ์ด้วยเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ที่ความยาวคลื่น 430 นาโนเมตร โดยเทียบกับสารละลายไร้สิ่งตัวอย่าง (Blank solution)
16. หาปริมาณไทเทเนียม โดยนำค่าแอมพลีตอร์แบบรีดิวซ์ ที่ได้เทียบกับกราฟของค่าแอมพลีตอร์แบบรีดิวซ์ที่ได้จากการวัดค่าจากสารละลายไทเทเนียมมาตรฐาน

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

การวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์ตะกั่วออกไซด์ (PbO)

1. อุปกรณ์ และเครื่องมือ

1. เครื่องชั่งละเอียด
2. บีกเกอร์ ขนาด 250 มล.
3. กรวยแก้ว
4. กระจกทรง เบอร์ 42
5. บิวเรต
6. เตาไฟฟ้า
7. กระจกหน้าผกา
8. แท่งแก้วสำหรับคน

2. สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. กรดไฮโดรคลอริก (HCl) เกรดงานวิเคราะห์
2. กรดไนตริก (HNO₃) เกรดงานวิเคราะห์
3. กรดซัลฟูริก (H₂SO₄) เกรดงานวิเคราะห์
4. โซเดียมอะซิเตต (Sodium acetate, CH₃COONa)
5. EDTA เข้มข้น 10⁻² M
6. Xelynol orange

3. วิธีการทดลอง

1. ชั่งตัวอย่าง 0.5 กรัม ด้วยเครื่องชั่งละเอียด ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 250 มล.
2. เติม HCl 10 มล. แล้วนำไปต้มบนเตาไฟฟ้า แล้วเติม HNO₃ 5 มล. ต้มจนแห้ง

3. เติม H_2SO_4 10 มล. ต้มจนเกิดควันสีขาวประมาณ 10 นาที ยกลงตั้งทิ้งไว้ให้เย็น
4. กรองตะกอน แล้วล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น 2-3 ครั้ง แล้วถ่ายตะกอนจากกระดาษกรองลงในบีกเกอร์ใบเดิม
5. เติมโซเดียมอะซิเตด 2 กรัม แล้วนำไปต้มจนเดือด ประมาณ 5 นาที แล้วจึงเติมน้ำกลั่นให้ถึงขีด 100 มล.
6. เติม Xelynol Orange 2-3 หยด จนได้สารละลายสีม่วง
7. นำไปติเตรตกับ EDTA 10^{-2} M จนสารละลายเปลี่ยนจากสีม่วง เป็นสีเหลือง บันทึกปริมาณ EDTA ที่ใช้ (สมมติให้เท่ากับ Y) แล้วนำไปคำนวณหา % PbO ดังนี้

$$1000 \text{ มล. } 1.0 \text{ M EDTA} = \text{Pb } 207.2 \text{ กรัม}$$

$$Y \text{ มล. } 0.01 \text{ M EDTA} = \text{Pb } \frac{207.2 \times Y \times 0.01}{1000}$$

$$\% \text{ PbO} = \frac{207.2 \times Y \times 0.01 \times 1.0772 \times 100}{100 \times \text{นน. ตัวอย่าง}}$$

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

การวิเคราะห์ส่วนประกอบทางเคมีด้วยเครื่องรังสีเอกซ์เรือง

(Chemical composition analysis by X-Ray Fluorescence spectrometer)

การวิเคราะห์ โดยวิธี XRF นั้นจะใช้รังสีเอกซ์ ในช่วงความยาวคลื่นค่อนข้างกว้าง คือตั้งแต่ 0.2 ถึง 1.8 นาโนเมตร (รูปที่ ง-1) โดยปกติการวิเคราะห์ธาตุ โดยการใช้อิเล็กตรอน รังสีเอกซ์ นี้จะเรียกตามขนาดของรังสีเอกซ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์ ซึ่งมีหน่วยเป็นกิโลอิเล็กตรอน โวลต์ (KeV) เช่นใช้รังสีเอกซ์ 10 KeV เป็นต้น การวิเคราะห์โดย XRF นี้สามารถทำการ วิเคราะห์ได้ทั้งคุณภาพและปริมาณ (40, 46)

1. หลักการ

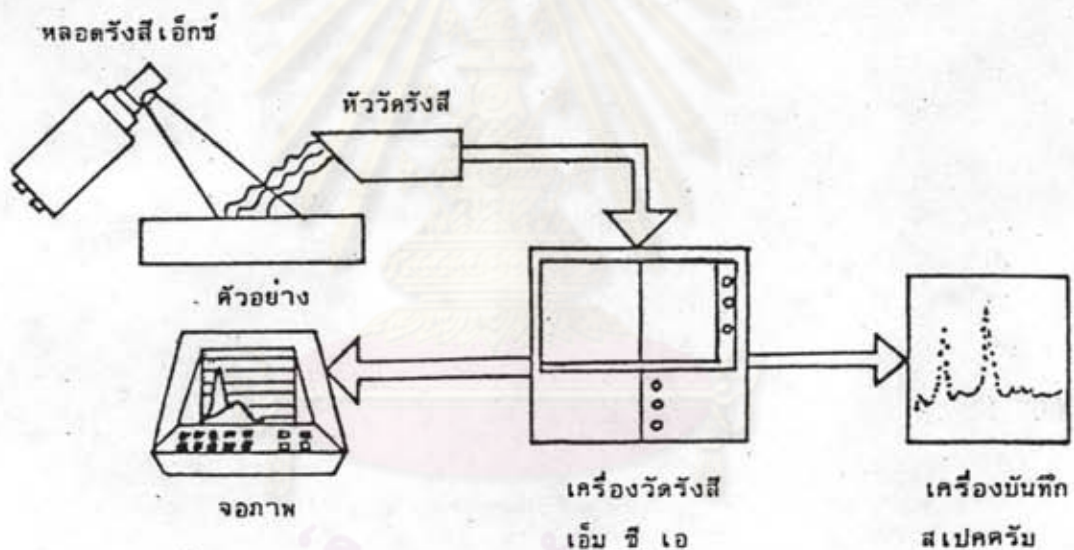
การวิเคราะห์ธาตุโดย XRF นี้ จะใช้รังสีเอกซ์จากแหล่งกำเนิดที่อาจเป็นไอโซโทป กัมมันตรังสี หรือ หลอดรังสีเอกซ์ เมื่อรังสีเอกซ์ปฐมภูมิตกกระทบสสาร จะมีบางส่วนของรังสี เอกซ์ชั้นอิเล็กตรอนในวงโคจร K และ L หลุดออกไป อิเล็กตรอนที่หลุดออกไปเรียกว่าโฟโต อิเล็กตรอน (Photoelectron) ทำให้เกิดที่ว่าง (Vacancy) ในวงโคจร ดังนั้นจะมี อิเล็กตรอนจากวงนอกซึ่งมีพลังงานสูงกว่าเข้ามาแทนที่ พร้อมกับปล่อยพลังงานส่วนเกินออกมา ในรูปของรังสีเอกซ์ซึ่งเป็นรังสีเอกซ์เฉพาะตัว (Characteristic x-ray) ซึ่งขึ้นอยู่กับชนิด ของธาตุ รังสีที่ถูกปล่อยออกมานี้ เรียกว่า รังสีเอกซ์เรือง และเรียกปรากฏการณ์นี้ว่า การเรืองรังสีเอกซ์ (X-Ray Fluorescence; XRF) และความเข้มของรังสีเอกซ์เรืองจะ เป็นสัดส่วนโดยตรงกับปริมาณของธาตุในตัวอย่างนั้น

เครื่องมือวัดรังสีเอกซ์เรืองนี้ แบ่งเป็น 2 แบบ ตามแบบวิธีการวัดคือ

1.1 แบบอีดีเอส (EDS : Energy Dispersive Spectrometer)

ในระบบนี้จะใช้หลอดรังสีเอกซ์ที่ใช้พลังงานต่ำ ขนาด 10-50 วัตต์ สามารถ ให้กำเนิดรังสีเอกซ์ปฐมภูมิที่มีพลังงานต่อเนื่องได้ตั้งแต่ 0 - 50 KeV เมื่อรังสีเอกซ์ปฐมภูมิ

กระทบตัวอย่าง แล้วจะเกิดรังสีเอกซ์เรืองขึ้น ทำการวัดโดยหัววัด (detector) ซึ่งหัววัดจะทำหน้าที่แจกแจงพลังงาน (energy resolution) ของรังสีของแต่ละธาตุ แล้วจะเปลี่ยนไปเป็นสัญญาณไฟฟ้า ซึ่งขนาดสัญญาณไฟฟ้าที่ออกจากหัววัดจะเป็นปฏิภาคโดยตรง กับพลังงานของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบบนหัววัด ในเครื่องวัดเอ็มซีเอ (MCA) จะแสดงผลการวัดออกมาบนจอภาพหรือบันทึกบนวาสเปกตรัมลงบนกระดาษ และจะแสดงผลวิเคราะห์เชิงปริมาณโดยวิธีการของโปรแกรมสำเร็จรูปที่มีอยู่ในเครื่อง ซึ่งมีความซับซ้อนแตกต่างกันแล้วแต่ชนิดของบริษัทผู้ผลิต แสดงในรูปที่ ๑-1

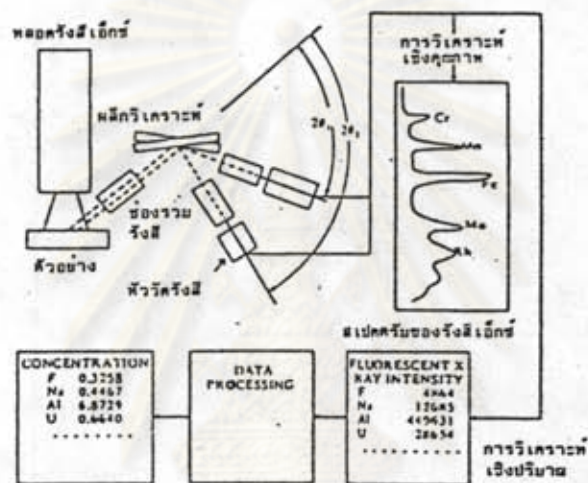


รูปที่ ๑-1 ระบบการวิเคราะห์ธาตุด้วยการเรืองรังสีเอกซ์แบบเอ็มซีเอ (40)

1.2 ระบบดับเบิ้ลสเลต (WDS: Wave length Dispersive Spectrometer)

ระบบนี้จะใช้หลอดรังสีเอกซ์ ที่ใช้พลังงานสูงขนาด 1-3 กิโลวัตต์ เพื่อกระตุ้นให้เกิดรังสีเอกซ์เรืองที่มีความเข้มสูง เพราะว่าก่อนที่รังสีเอกซ์จะเข้าหัววัด จะต้องผ่านช่องรวมรังสี (Slit) ได้จะเป็นรังสีเอกซ์ เฉพาะตัวของธาตุต่าง ๆ ในตัวอย่าง จะถูกแยกออกจากกันตามความยาวคลื่น ด้วยผลึกวิเคราะห์ (Analyzing Crystal) ซึ่งจะหมุนรับรังสีเอกซ์เรืองนี้เป็นมุม θ โดยผลึกวิเคราะห์จะเบี่ยงเบนรังสีเอกซ์เรือง เฉพาะที่มีความยาวคลื่น ที่สัมพันธ์กับสมการ $2 d \sin \theta = n \lambda$ เท่านั้นโดยที่ d คือ ระยะห่างระหว่าง

ระนาบที่ทราบค่าของผลิกวิเคราะห์ ดังนั้นหัววัดรังสีจะอยู่ในตำแหน่งที่มุม 2 θ กับทิศทางของรังสีเอกซ์เครื่องที่ตกกระทบผลิกวิเคราะห์ แสดงในรูปที่ ๑-2



รูปที่ ๑-2 ระบบการวิเคราะห์ธาตุด้วยการเรืองรังสีเอกซ์แบบดับเบิลยูดีเอส (40)

2. อุปกรณ์

1. เครื่องวัดรังสีเอกซ์เครื่องของ JEOL รุ่น JSX60 PA ใช้วัดรังสีในระบบดับเบิลยูดีเอส
2. เครื่องวัดรังสีเอกซ์เครื่องรุ่น EDXRF XR-200 ใช้วัดรังสีในระบบอีดีเอส

3. การเตรียมตัวอย่าง

ตัวอย่างที่ใช้ในการวิเคราะห์ด้วย XRF สามารถเตรียมให้รูปแบบ ขึ้นอยู่กับตัวอย่างที่จะทำการวิเคราะห์นั้น อยู่ในลักษณะใด ในการวิจัยในครั้งนี้ ตัวอย่างเป็นทองแข็ง และมีลักษณะเป็นเม็ด จึงทำการเตรียมตัวอย่างดังนี้

3.1 ชั่งตัวอย่างมาประมาณ 10 กรัม บดด้วยครกอะเกตให้ได้ขนาดเล็กกว่า 200 เมช แล้วนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส

3.2 ชั่งน้ำหนักสารเชื่อม ซึ่งใช้ผงบอริก (Boric Powder, H_3PO_3) ในอัตราส่วนของตัวอย่างต่อสาร เท่ากับ 3 ต่อ 1

3.3 ใสตัวอย่างลงในวงแหวนอะลูมิเนียม ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 35 มม. โดยเกลี่ยให้มีความหนาแน่นสม่ำเสมอ แล้วจึงอัดให้เป็นแผ่นด้วยเครื่องอัด



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ประวัติผู้เขียน

นายธีรโชค มุขดี เกิดเมื่อวันที่ 10 พฤษภาคม พ.ศ. 2504 ที่อำเภอตรอน จังหวัดอุตรดิตถ์ สำเร็จการศึกษาได้รับปริญญาตรีวิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาธรณีวิทยา จาก มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ในปีการศึกษา 2525 เมื่อสำเร็จการศึกษา ได้เข้าทำงานที่กองธรณีวิทยา กรมทรัพยากรธรณี ในตำแหน่งนักธรณีวิทยา (ลูกจ้างชั่วคราวรายเดือน) จนถึงปี พ.ศ. 2528 จึงขอลาออก ในปี พ.ศ. 2529 ได้เข้าศึกษาต่อระดับปริญญาโท สาขาวิศวกรรมเหมืองแร่ ที่จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย และในปี พ.ศ. 2531 ถึง ปัจจุบัน ได้เข้ารับราชการในกรมทรัพยากรธรณี ปัจจุบันดำรงตำแหน่งนักธรณีวิทยา ระดับ 4 ฝ่ายสำรวจแร่กัมมันตรังสี กองเศรษฐกิจธรณีวิทยา กรมทรัพยากรธรณี กระทรวงอุตสาหกรรม



ศูนย์วิทยุทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย