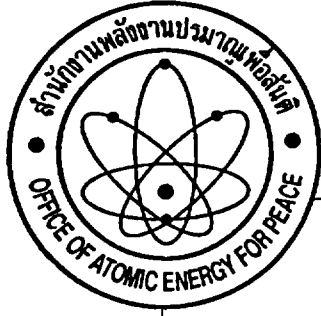




TH9800081



พปส  
OAEP - 1 - 174

## การศึกษาการวิเคราะห์ธาตุหายาก ในแร่โมนาไซต์โดยเทคนิคไอซีพี

ปรารภณา คิ้วสุวรรณ นิตยา ศุภฤทธิ์  
และ เซาว์น รอดทองคำ

ธันวาคม 2536

สำนักงานพลังงานปรมาณูเพื่อสันติ  
กระทรวงวิทยาศาสตร์ เทคโนโลยีและสิ่งแวดล้อม

ISBN 974-7400-16-2

D  
29 - 34

การศึกษาการวิเคราะห์ธาตุหายากในแร่โมนาไซต์ โดยเทคนิค ไอซีพี  
The Study of Rare Earth Elements Analysis in Monazite Ore  
by ICP-AES Technique

ปราภนา	คิ้วสุวรรณ
นิตยา	ศุภฤทธิ
เชาวน์	รอดทองคำ

กองเคมี

Prartana	Kewsuwan
Nitaya	Suparith
Chaovana	Rodthongkum
Chemistry	Division

ธันวาคม 2536

December 1993

สำนักงานพลังงานปรมาณูเพื่อสันติ

OFFICE OF ATOMIC ENERGY FOR PEACE

กระทรวงวิทยาศาสตร์ เทคโนโลยีและสิ่งแวดล้อม

MINISTRY OF SCIENCE TECHNOLOGY AND ENVIRONMENT

"The report was prepared as an account of work sponsored by the Office of Atomic Energy for Peace (OAEP). Neither the OAEP, nor any of their employees, or any of their contractors, subcontractors, or their employees, make any warranty, expressed or implied, or assumes any legal liability or responsibility for the accuracy, completeness or usefulness of any information, apparatus, products, or process disclosed, or represents that its use would not infringe privately owned rights.

"เอกสารฉบับนี้ จัดทำขึ้นโดย สำนักงานพลังงานปรมาณูเพื่อสันติ (พปส.) สำนักงานฯ ไม่ประกันความรับผิดชอบทางกฎหมายในเรื่องความแน่นอน ความสมบูรณ์ หรือประโยชน์ของข้อมูล เครื่องมือ ผลิตผล หรือกระบวนการใด ๆ ที่เปิดเผยในเอกสารนี้"

ISBN-974-7400-16-2

พิมพ์เมื่อ : มิถุนายน 2540

Print : June 1997

## บทคัดย่อ

ได้ทำการย่อยแร่โมนาไซต์ที่ทราบความเข้มข้น แล้วด้วยกรดชนิดต่าง ๆ พบว่า กรดซัลฟูริกสามารถย่อยธาตุหายากในแร่โมนาไซต์ได้ดีที่สุด ส่วนกรดโบโรไดฟลูออริก รวมกับกรดไนตริก หรือรวมกับกรดไฮโดรคลอริก สามารถย่อยธาตุหายากได้เพียง 5-6 เปอร์เซ็นต์ ความยาวคลื่นที่ใช้วิเคราะห์ต้องเลือกให้เหมาะสมเพื่อไม่ให้ค่า emission line ของธาตุหายากแต่ละตัวรบกวนกัน ส่วนค่าความเข้มข้นของธาตุหายากที่วิเคราะห์ โดยวิธี ICP-AES มีค่าใกล้เคียงกับค่าอ้างอิงที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยวิธีนิวตรอนแอคติเวชัน ส่วนผลรวมของธาตุหายากแต่ละตัวในตัวอย่างแร่โมนาไซต์ที่วิเคราะห์ด้วยวิธี ICP-AES มีค่าใกล้เคียงกับค่า total rare earth oxide ที่ได้จากการวิเคราะห์โดยวิธีตกตะกอนด้วยแอมโมเนียมออกไซด์

## Abstract

The known concentration of monazite is decomposed by various acids. The results show that sulfuric acid is the best acid decomposition, but the mixture of hydrofluoric acid and nitric acid or hydrochloric acid can decompose monazite ore only 5-6 percent. The selection of wavelengths for analysis must be appropriate for avoiding spectral interferences between individual rare earth elements. The individual rare earth concentration analysis by ICP-AES method and by NAA method are almost equivalent. The sum of individual rare earth oxide in monazite ores by ICP-AES method and the total rare earth oxide by ammonium oxalate gravimetric method are almost equivalent too.

## 1. คำนำ

แร่โมนาไซต์ประกอบด้วยธาตุหายาก (Rare Earth) ในอนุกรมแลนทานัม เป็นส่วนใหญ่ซึ่งธาตุหายากจะประกอบด้วยธาตุแลนทานัมเพรซีโอดิเมียม ลีทอปรีียม นีโอดิเมียม ซาแบเรียม แกโดลิเนียม โยลเมียม ซีเรียม อิตเทอร์เบียม เทอร์เบียม ยูโรเบียม เออเมียม และอิตเทียม เมื่อธาตุเหล่านี้ผสมรวมกันจะทำให้การวิเคราะห์ธาตุแต่ละตัวเกิดปัญหาค้นได้ ไม่ว่าจะวิเคราะห์ด้วย วิธี Absorbtion spectrophotometry luminescent analysis, ion - exchange chromatography, x-ray fluorescence, neutron activation, mass spectrometry, atomic absorption spectrometry และ atomic emission spectrometry<sup>(2)</sup>

แต่เมื่อเปรียบเทียบ วิธีการวิเคราะห์ต่าง ๆ จะเห็นว่า วิธี Atomic emission spectroscopy โดยใช้ เทคนิค Inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy นี้เป็นวิธีที่สะดวก รวดเร็ว ได้ค่าถูกต้องแม่นยำ นอกจากนั้น การเตรียมตัวอย่างทำได้ง่ายและรวดเร็ว แต่ปัญหาที่เกิดขึ้นในการวิเคราะห์ธาตุหายากโดยวิธีนี้คือ ธาตุหายากแต่ละตัว จะให้ emission line ที่ความยาวคลื่นต่าง ๆ มากมาย ดังนั้น ในการวิเคราะห์ธาตุใดธาตุหนึ่ง ที่ผสมรวมกัน จะต้องหาความยาวคลื่นที่ให้ค่า emission line ที่ไม่ซ้อนกันหรือรบกวนกัน

## 2. จุดประสงค์ของงานวิจัย

เพื่อศึกษาเทคนิคการวิเคราะห์ธาตุหายากในแร่โมนาไซต์ โดยวิธี Inductively coupled plasma spectroscopy และตรวจสอบความถูกต้องในการวิเคราะห์ โดยใช้แร่โมนาไซต์ที่ทราบความเข้มข้นของธาตุหายากแต่ละตัว

### 3. เครื่องมือ อุปกรณ์ และสารเคมี

3.1 สารมาตรฐานธาตุหายาก ชนิด Analytical Reagent Grade

- อิตเทรียมออกไซด์ ( $Y_2O_3$ )
- แกโดลิเนียมออกไซด์ ( $Gd_2O_3$ )
- ดิสโพรเซียมออกไซด์ ( $Dy_2O_3$ )
- ซาแมเรียมออกไซด์ ( $Sm_2O_3$ )
- เพอร์เชียมออกไซด์ ( $Pr_6O_{11}$ )
- นีโอดิเมียมออกไซด์ ( $Nd_2O_3$ )

3.2 กรดไนตริก

3.3 กรดไฮโดรฟลูออริก

3.4 กรดไฮโดรคลอริก

3.5 กรดซัลฟูริก

3.6 แร่โมนาไซต์ เบอร์ IGS-36 จาก Institute of Geological Science. 64 Gry's Inn Road, London WC1X 8 NG โดยมีส่วนผสมของธาตุต่างๆ ดังแสดง ใน Table 1

3.7 แร่โมนาไซต์ ที่นำมาศึกษา บดให้ละเอียด ขนาดประมาณ 200 เมช (mesh) จำนวน 7 ตัวอย่าง

3.8 เครื่องแก้ว ชนิดต่างๆ อาทิเช่น ปีกเกอร์, โวลูมเมตริก ฟลาสค์, บีเปต

3.9 เครื่องวิเคราะห์ Inductively coupled plasma - atomic emission spectrometry (ICP-AES) รุ่น Plasma 1000 ของ บริษัท perkin Elmer.

### 4. วิธีการทดลอง

4.1 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

4.1.1 ชั่งน้ำหนักแน่นอนของสารมาตรฐาน อิตเทรียมออกไซด์, แกโดลิเนียมออกไซด์, ดิสโพรเซียมออกไซด์, ซาแมเรียมออกไซด์, เพอร์เชียมออกไซด์, นีโอดิเมียมออกไซด์ และเทอร์เบียมออกไซด์ ละลายด้วยกรดไนตริกเข้มข้นอุ่น สักครู่ จนละลายหมด ทั้งให้เย็น แล้วเจือจางด้วยน้ำกลั่น

4.1.2 สารละลายมาตรฐาน แลนทานัม เตรียมจากสารละลายแลนทานัม ไนเตรท  $[La(NO_3)_3]$  เข้มข้น 10 เปอร์เซ็นต์ โดยนำมา เจือจางด้วย น้ำกลั่น ให้มีความเข้มข้นตามต้องการ

- 4.1.3 สารละลายมาตรฐานซีเรียม เตรียมจาก Ammonium cerium (IV)-nitrate  $[(\text{NH}_4)_2 \text{Ce}(\text{NO}_3)_6]$  โดยอบที่อุณหภูมิ  $80^\circ\text{C}$  เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทั้งให้เย็นใน desiccator แล้วนำมาชั่งน้ำหนักแน่นอน จากนั้นละลายด้วยน้ำกลั่นให้มีปริมาตรตามต้องการ
- 4.1.4 ปิเปิดสารละลายมาตรฐาน ที่เตรียมไว้แล้วทั้งหมด มาผสมรวมกันเพื่อเตรียมเป็นสารมาตรฐานสำหรับ ทำกราฟมาตรฐาน (calibration curve) ซึ่งมีความเข้มข้นของสารมาตรฐานแต่ละตัวอยู่ในช่วง 20-80 ไมโครกรัม ต่อ มิลลิลิตร

#### 4.2 ศึกษาการย่อยแรมโมนาไซด์ด้วยกรดชนิดต่าง ๆ

ชั่งน้ำหนักแน่นอนของแรมโมนาไซด์ IGS มา portion ละ 0.5-1 กรัม ลงใน บีกเกอร์ขนาด 100 มิลลิลิตร แต่ถ้าใช้กรดไฮโดรฟลูออริก ให้ใช้บีกเกอร์เทฟลอนแทน แล้วเติมกรดต่าง ๆ ตามเงื่อนไข ดังนี้

##### 4.2.1 ย่อยด้วยกรดเปอร์คลอริกเข้มข้น

เติมกรดเปอร์คลอริกลงในตัวอย่างที่ชั่งน้ำหนักแน่นอนแล้ว 5 มิลลิลิตร ย่อยบน hot plate เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิประมาณ 200-250 องศาเซลเซียส ทั้งให้เย็นเติมน้ำกลั่น 10 มิลลิลิตร เติมหิดรามาซีนีไฮมคลอไรด์ ( $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot 2\text{HCl}$ ) 0.5 กรัม เขย่า แล้วนำไปตั้งบน hot plate จนเดือด เป็นเวลา 30 นาที ทั้งให้เย็น กรองผ่านกระดาษกรองเบอร์ 41

แล้วเจือจางด้วยกรด ไฮโดรคลอริกเจือจาง 25 เปอร์เซ็นต์ ให้มีปริมาตร 100 มิลลิลิตร

##### 4.2.2 ย่อยด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก ผสมกับกรดไนตริกเข้มข้น

เติมกรดไฮโดรฟลูออริกลงในตัวอย่างที่อยู่ในบีกเกอร์เทฟลอน ปริมาตร 5 มิลลิลิตร ตั้งบน hot plate ที่อุณหภูมิประมาณ 150 องศาเซลเซียส จนแห้ง จากนั้นเติมกรดไนตริกเข้มข้นปริมาตร 5 มิลลิลิตร นำไปอุ่นบน hot plate อีกสักครู่ จนตะกอนละลาย ทั้งให้เย็น แล้วกรองผ่านกระดาษกรองเบอร์ 41 แล้วเจือจางด้วยน้ำกลั่น ให้มีปริมาตร 100 มิลลิลิตร



#### 4.2.3 ย่อยด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก ผสมกับกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น

เติมกรดไฮโดรฟลูออริกลงใน ตัวอย่างที่อยู่ในบีกเกอร์เพฟลอน ปริมาตร 5 มิลลิลิตร ตั้งบน hot plate ที่อุณหภูมิประมาณ 150 องศาเซลเซียส จนแห้ง จากนั้นเติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นปริมาตร 5 มิลลิลิตร นำไปอุ่นบน hot plate อีกสักครู่ จนตะกอนละลาย ทั้งให้เย็น แล้วกรองผ่านกระดาษกรองเบอร์ 41 แล้วเจือจางด้วยน้ำกลั่นให้มีปริมาตร 100 มิลลิลิตร

#### 4.2.4 ย่อยด้วยกรดซัลฟูริกเข้มข้น

เติมกรดซัลฟูริกเข้มข้น ลงในตัวอย่างที่ทราบน้ำหนักแน่นอนแล้ว ปริมาตร 5 มิลลิลิตร ตั้งบน hot plate ที่อุณหภูมิประมาณ 250 องศาเซลเซียส นานประมาณ 2 ชั่วโมง ทั้งให้เย็น แล้วนำมาค่อย ๆ เจือจางด้วยน้ำกลั่น ให้มี ปริมาตร 100 มิลลิลิตร

#### 4.3 ศึกษาความยาวคลื่นที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์ธาตุหายากแต่ละตัว

ธาตุหายากแต่ละตัวจะให้ค่า Intensity emission line ที่ความยาวคลื่นต่าง ๆ หลายความคลื่น ดังนั้น จะต้องเลือกความยาวคลื่นที่เหมาะสมของธาตุหายากแต่ละตัวที่จะให้ค่า emission line ที่ไม่รบกวนการวิเคราะห์ซึ่งกันและกัน ดังตารางที่ 3 โดยทำการวิเคราะห์ธาตุแต่ละตัวที่ความยาวคลื่นต่าง ๆ หลายความยาวคลื่น ความยาวคลื่นที่เหมาะสมจะถูกเลือกจาก ปริมาณธาตุที่วิเคราะห์ได้ใกล้เคียงกับค่าอ้างอิงมากที่สุด

#### 4.4 การเตรียมสารละลายของตัวอย่างแร่โมนาไซต์

นำตัวอย่างแร่โมนาไซต์ จำนวน 7 ตัวอย่าง อบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทั้งให้เย็นใน dessicator ซึ่งน้ำหนักแน่นอนประมาณ 1 กรัม ตัวอย่างละ 2 portion ทำการย่อยแร่ โดยการเติมกรดซัลฟูริก จำนวน 5 มิลลิลิตร ตั้งบน hot plate ที่อุณหภูมิประมาณ 250 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทั้งให้เย็น แล้วเจือจางด้วยน้ำกลั่น ให้มีปริมาตร 100 มิลลิลิตร แล้วนำสารละลายมาวิเคราะห์หาปริมาณธาตุหายากแต่ละตัวด้วย เทคนิค ICP-AES โดยใช้ความยาวคลื่นที่เหมาะสม ดังแสดงไว้ในตารางที่ 2 และตารางที่ 3

#### 4.5 หาปริมาณ Total Rare Earth Oxide

นำสารละลายที่ได้จาก ข้อ 4.2 และ 4.4 มาหาปริมาณ Total Rare Earth oxide โดยตกตะกอนด้วย Ammonium oxalate monohydrate<sup>(2)</sup> จากนั้น นำตะกอนไปซึ่งหาน้ำหนักตะกอน

## 5. ผลการทดลอง

5.1 ผลการศึกษา การย่อยแร่โมนาไซต์ด้วยกรดชนิดต่าง ๆ แสดงไว้ใน ตารางที่ 4

5.1.1 ผลการศึกษากการย่อยด้วยกรดเปอร์คลอริกเข้มข้น พบว่า กรดเปอร์คลอริกเข้มข้นสามารถย่อยแร่โมนาไซต์ได้หมด แต่มีธาตุหายากบางตัว เช่น อิตเทรียม และเทอร์เบียม ซึ่งเป็นธาตุหายากชนิดหนักนั้น กรดเปอร์คลอริก สามารถละลายได้เป็นบางส่วน

5.1.2 ผลการศึกษา การย่อยด้วยกรดไฮโดรฟลูออริกเข้มข้นผสมกับกรดไนตริกเข้มข้น พบว่า กรดทั้ง 2 ชนิดนี้ สามารถย่อยธาตุหายากทั้งหมดได้เพียง 6 เปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักแร่เท่านั้น

5.1.3 ผลการศึกษากการย่อยด้วยกรดไฮโดรฟลูออริกผสมกับกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น พบว่า กรดทั้ง 2 ชนิดนี้ สามารถย่อยธาตุหายากทั้งหมดได้เพียง 6 เปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักแร่เท่านั้น

5.1.4 ผลการศึกษา การย่อยด้วยกรดซัลฟูริกเข้มข้น พบว่า กรดซัลฟูริกเข้มข้นสามารถย่อยธาตุหายากในแร่ได้หมด

5.2 ผลการศึกษาความยาวคลื่นที่เหมาะสมสำหรับวิเคราะห์ธาตุหายากแต่ละตัวพบว่าความยาวคลื่นที่ใช้ของเครื่อง ICP นั้นในการวิเคราะห์ธาตุหายากแต่ละตัว ไม่จำเป็นที่จะต้องใช้ความยาวคลื่นที่ให้ค่าความเข้มของ emission line สูงที่สุด<sup>(๑)</sup> แต่จะต้องเลือกค่าความยาวคลื่นที่ให้ค่า emission line ที่ไม่มีการรบกวนจาก emission line ของธาตุอื่น ค่า emission line ที่เหมาะสมของธาตุแต่ละตัว แสดงไว้ในตารางที่ 3

5.3 ผลการหาปริมาณธาตุหายากแต่ละตัว และความถูกต้องแม่นยำ ในการวิเคราะห์ธาตุหายากในตัวอย่างแร่โมนาไซต์ พบว่า ปริมาณธาตุหายากแต่ละตัว ที่หาได้มีค่าใกล้เคียงกันระหว่างการวิเคราะห์ด้วยวิธีนิวตรอนแอคติเวชันกับวิธี ICP-AES ดังแสดงไว้ใน ตารางที่ 5 และปริมาณธาตุหายากแต่ละตัวในตัวอย่างแร่โมนาไซต์ที่วิเคราะห์ มีค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานค่อนข้างต่ำ และผลรวมของธาตุหายากแต่ละตัวที่ได้จากการวิเคราะห์ ด้วยวิธี ICP-AES, มีค่าพอ ๆ กับค่า total rare earth oxide ที่หาได้โดยวิธี ตกตะกอนด้วยแอมโมเนียมออกซาลาเลท

## 6. สรุปผลและวิจารณ์

จากผลการวิเคราะห์ปริมาณธาตุหายากแต่ละตัวในแร่โมนาไซต์ที่ทราบความเข้มข้น (IGS 36) ที่ย่อยด้วยกรดเปอร์คลอริก, กรดไฮโดรฟลูออริกร่วมกับกรดไนตริก, กรดไฮโดรฟลูออริกร่วมกับกรดไฮโดรคลอริก และกรดซัลฟูริก พบว่า กรดเปอร์คลอริก และกรดซัลฟูริกสามารถย่อยธาตุหายากในแร่โมนาไซต์ได้สมบูรณ์ ดังแสดงไว้ในตารางที่ 4 ส่วนกรดไฮโดรฟลูออริก ร่วมกับกรดไนตริกหรือกรดไฮโดรคลอริกสามารถย่อยธาตุหายากในแร่โมนาไซต์ได้ประมาณ 6 เปอร์เซ็นต์เท่านั้น และนอกจากนั้นกรดซัลฟูริกยังเหมาะสมสำหรับการย่อยแร่โมนาไซต์มากที่สุดเพราะมีขั้นตอนไม่ยุ่งยาก และรวดเร็วกว่าการใช้กรดตัวอื่น

ความยาวคลื่นของเครื่อง ICP-AES ที่ใช้สำหรับการวิเคราะห์ธาตุหายากแต่ละตัวจะต้องเลือกให้เหมาะสมที่จะไม่เกิดการรบกวนการวัดอีกธาตุหนึ่ง เพราะธาตุหายากแต่ละตัวจะให้ค่า emission line ที่ความยาวคลื่นต่าง ๆ หลายความยาวคลื่น ซึ่งบางครั้งค่า emission line ของธาตุหนึ่งอาจไปรบกวนค่า emission line ของธาตุหายากอีกตัวหนึ่งได้ ทำให้ผลการวิเคราะห์ไม่ถูกต้อง ซึ่งค่าความยาวคลื่นที่เหมาะสมสำหรับการวิเคราะห์ธาตุหายากแต่ละตัวที่ผสมรวมกันของแร่โมนาไซต์ แสดงไว้ใน ตารางที่ 3

เมื่อตรวจสอบความถูกต้องในการวิเคราะห์ธาตุหายากแต่ละตัว จึงได้ใช้แร่มาตรฐาน ที่ทราบความเข้มข้นของธาตุหายากแต่ละตัวแล้ว ย่อยสลายด้วยกรดซัลฟิวริก จากผลที่ได้เปรียบเทียบกับค่าอ้างอิงที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยวิธีนิวตรอนแอคติเวชัน จะมีค่าใกล้เคียงกัน และเมื่อนำปริมาณธาตุหายากแต่ละตัวที่วิเคราะห์ได้มารวมกันจะได้ค่า total rare earth oxide ใกล้เคียงกับค่าอ้างอิงที่หาได้โดยวิธีตกตะกอนด้วยแอมโมเนียมออกซาลेट แสดงว่าวิธีการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค ICP นี้ ถูกต้องเชื่อถือได้

จากการวิเคราะห์ธาตุหายาก แต่ละตัวในตัวอย่างแร่โมนาไซต์ จะได้ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานค่อนข้างต่ำ แสดงว่าวิธีนี้มีความเที่ยงตรงสูง และเมื่อนำค่าธาตุหายากที่วิเคราะห์ได้แต่ละธาตุมารวมกันจะได้ค่าใกล้เคียงกับค่า total rare earth oxide ที่ได้จากการตกตะกอนด้วยแอมโมเนียมออกซาลेट แสดงว่าวิธีวิเคราะห์ธาตุหายากในแร่โมนาไซต์มีความถูกต้องเชื่อถือได้

นอกจากนี้ ได้ทำการทดลองอีกวิธีหนึ่งคือ นำสารละลายของแร่โมนาไซต์ ที่ย่อยด้วยกรดซัลฟิวริก มาตกตะกอนด้วยแอมโมเนียมออกซาลेट จะได้ตะกอน total rare earth oxide นำตะกอนนี้มาละลายด้วยกรดไฮโดรคลอริก และซัลฟิวริก เพื่อให้ได้สารละลายที่มีเฉพาะธาตุหายากเท่านั้น พบว่า สำหรับธาตุหายากชนิดเบา (light rare earth) เช่น Gd, La, Nd, Ce, Pr และ Dy ได้ใกล้เคียงกับค่าอ้างอิงส่วน heavy rare earth เช่น Sm, Y และ Tb ค่าที่วิเคราะห์ได้จะน้อยกว่าค่าอ้างอิง อาจเป็นเพราะว่า ธาตุ heavy rare earth oxide ละลายได้ไม่หมด และยิ่งกว่านั้นวิธีนี้ยุ่งยากกว่าจึงไม่เหมาะสมสำหรับ การวิเคราะห์ด้วยวิธี ICP-AES

Table 1 Composition of standard reference material IGS 36 ; monazite sand

Mesh size : -240

---

composition	Concentration %
Total rare earth oxide	54.21 ± 0.543
La <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	11.93 ± 0.833
CeO <sub>2</sub>	24.92 ± 0.925
Pr <sub>6</sub> O <sub>11</sub>	2.795 ± 0.159
Nd <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	10.505 ± 0.694
Sm <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.54 ± 0.191
Gd <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.77 ± 0.035
Tb <sub>4</sub> O <sub>7</sub>	0.11 ± 0.053
Dy <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.31 ± 0.060
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.12 ± 0.187
other rare earth oxide	0.1776 %

---

Table 2 Instrumental parameter of ICP-AES

---

RF Power	1010	watts
Plasma argon flow	15	litre/minute
Auxiliary argon flow	1.0	litre/minute
Nebulizer argon flow	1.0	litre/minute
Pump rate	1.0	millilitre/minute
Viewing height	15.0	millimetre above load coil

---

Table 3 Appropriate lines of the rare earth elements emitted by the Inductively Coupled Plasma<sup>(2)</sup>

---

Element	wavelength, nm.
Tb	350.917
Dy	353.602
Gd	336.223
Sm	428.079
Pr	422.535
Ce	413.765
Y	371.030
La	408.672
Nd	406.109

---

Table 4 Result of lanthanide determinations in standard reference monazites IGS 36 on various acid digestion

composition	% oxide			
	HClO <sub>4</sub>	HF+HNO <sub>3</sub>	HF+HCl	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
Gd <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.749	0.104	0.133	0.697
Nd <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	10.574	1.246	1.343	10.899
La <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	11.728	1.174	1.264	11.331
Ce <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	27.491	2.630	2.804	26.252
Pr <sub>6</sub> O <sub>11</sub>	2.412	0.285	0.302	2.429
Sm <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.519	0.203	0.226	1.577
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.860	ND	ND	1.114
Dy <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.295	0.056	0.066	0.307
Tb <sub>4</sub> O <sub>7</sub>	0.094	0.009	0.015	0.100
Total	55.722	5.707	6.153	54.706
REO (%)				

Table 5 Comparison of lanthanide's concentration analysis for IGS 36

composition	by NAA %	by ICP-AES %
Gd <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.77 <u>+0.035</u>	0.749 <u>+0.040</u>
Nd <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	10.505 <u>+0.694</u>	10.434 <u>+0.306</u>
La <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	11.93 <u>+0.833</u>	11.331 <u>+0.184</u>
CeO <sub>2</sub>	24.96 <u>+0.925</u>	26.252 <u>+0.404</u>
Pr <sub>6</sub> O <sub>11</sub>	2.77 <u>+0.159</u>	2.429 <u>+0.053</u>
Sm <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.54 <u>+0.191</u>	1.577 <u>+0.082</u>
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.12 <u>+1.087</u>	1.114 <u>+0.007</u>
Dy <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.31 <u>+0.060</u>	0.307 <u>+0.002</u>
Tb <sub>4</sub> O <sub>7</sub>	0.11 <u>+0.053</u>	0.100 <u>+0.002</u>
Total REO (%)	54.015 <u>+1.453</u>	54.293 <u>+0.549</u>

**Table 6** Result of the analysis of individual rare earth oxide in monazite sands.

composition	Concentration of rare earth oxide, %						
	1	2	3	4	5	6	7
Gd <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.095 <sub>±</sub> 0.019	0.954 <sub>±</sub> 0.014	0.802 <sub>±</sub> 0.010	0.948 <sub>±</sub> 0.004	1.068 <sub>±</sub> 0.008	1.015 <sub>±</sub> 0.020	1.011 <sub>±</sub> 0.005
Nd <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	11.412 <sub>±</sub> 0.251	10.646 <sub>±</sub> 0.008	11.325 <sub>±</sub> 0.096	10.922 <sub>±</sub> 0.087	10.402 <sub>±</sub> 0.024	11.235 <sub>±</sub> 0.113	11.376 <sub>±</sub> 0.094
La <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	12.314 <sub>±</sub> 0.206	12.039 <sub>±</sub> 0.067	12.437 <sub>±</sub> 0.161	10.925 <sub>±</sub> 0.156	11.333 <sub>±</sub> 0.093	11.953 <sub>±</sub> 0.260	12.265 <sub>±</sub> 0.157
CeO <sub>2</sub>	29.959 <sub>±</sub> 0.485	28.124 <sub>±</sub> 0.187	28.401 <sub>±</sub> 1.172	25.882 <sub>±</sub> 0.445	26.011 <sub>±</sub> 0.018	27.915 <sub>±</sub> 0.087	29.030 <sub>±</sub> 0.378
Pr <sub>6</sub> O <sub>11</sub>	2.667 <sub>±</sub> 0.034	2.354 <sub>±</sub> 0.022	2.473 <sub>±</sub> 0.015	2.488 <sub>±</sub> 0.024	2.411 <sub>±</sub> 0.021	2.634 <sub>±</sub> 0.056	2.603 <sub>±</sub> 0.021
Sm <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.930 <sub>±</sub> 0.020	1.569 <sub>±</sub> 0.025	1.510 <sub>±</sub> 0.044	1.882 <sub>±</sub> 0.033	1.731 <sub>±</sub> 0.028	1.940 <sub>±</sub> 0.022	1.822 <sub>±</sub> 0.046
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.838 <sub>±</sub> 0.013	1.350 <sub>±</sub> 0.001	1.409 <sub>±</sub> 0.006	1.637 <sub>±</sub> 0.005	1.702 <sub>±</sub> 0.007	2.422 <sub>±</sub> 0.001	1.468 <sub>±</sub> 0.017
Dy <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.831 <sub>±</sub> 0.016	0.669 <sub>±</sub> 0.014	0.598 <sub>±</sub> 0.002	0.707 <sub>±</sub> 0.003	0.812 <sub>±</sub> 0.014	0.846 <sub>±</sub> 0.002	0.714 <sub>±</sub> 0.008
Tb <sub>4</sub> O <sub>7</sub>	0.176 <sub>±</sub> 0.005	0.145 <sub>±</sub> 0.001	0.133 <sub>±</sub> 0.002	0.157 <sub>±</sub> 0.001	0.181 <sub>±</sub> 0.002	0.176 <sub>±</sub> 0.003	0.168 <sub>±</sub> 0.000
Total REO*	62.222 <sub>±</sub> 0.548	57.58 <sub>±</sub> 0.202	59.088 <sub>±</sub> 1.187	55.548 <sub>±</sub> 0.481	55.651 <sub>±</sub> 0.105	60.875 <sub>±</sub> 0.303	60.517 <sub>±</sub> 0.423
Total REO** by Gravi- metric	60.664 <sub>±</sub> 1.130	57.202 <sub>±</sub> 0.301	59.598 <sub>±</sub> 0.460	56.221 <sub>±</sub> 0.125	56.245 <sub>±</sub> 0.540	61.875 <sub>±</sub> 0.324	60.689 <sub>±</sub> 0.154

Total REO\* is the sun of individual rare earth oxide compositions by ICP-AES

Total REO\*\* is the total rare earth oxide by gravimetric method.



เอกสารอ้างอิง

1. Carron, M.K., Skinner, D.L, and Stevens, R.E. (1955)  
Determination of Thorium and of Rare Earth Element in Cerium  
Earth minerals and ores Analytical Chemistry, 27, No.7,  
:1058-1061 pp.
2. P. Sicinska and M. Michalewska. (1982) Application of Atomic  
Absorption Spectrophotometry for the Determination of Lanthanides  
in Ores and Rare Earth Concentrates. Fresenius Z Anal Chem  
312:530-532.
3. R.K. Winge, V.J. Peterson, and V.A. Fassel (1979) Inductively  
Coupled Plasma Atomic Emission Spectroscopy : Prominent Lines, Applied  
Spectroscopy, 33, No. 3,