

รายงานวิชาการ
ฉบับที่ กวท 4/2566



การพัฒนาวิธีหาปริมาณทองคำโดยใช้สารละลายไทโอยูเรีย

กองวิเคราะห์และตรวจสอบทรัพยากรธรณี
กรมทรัพยากรธรณี

รายงานวิชาการ
ฉบับที่ กวท 4/2566



การพัฒนาวิธีหาปริมาณทองคำโดยใช้สารละลายไทโอยูเรีย

มงคล ฉวีจันทร์
นิติกาญจน์ ฝาเงิน
จิตรลดา เหมรา
จิระวรรณ เมอมะนา
วัชนิกร บุญรอด

กองวิเคราะห์และตรวจสอบทรัพยากรธรณี
กรมทรัพยากรธรณี

อธิบดีกรมทรัพยากรธรณี

นางอรนุช หล่อเพ็ญศรี

ผู้อำนวยการกองวิเคราะห์และตรวจสอบทรัพยากรธรณี

นางสาวปานใจ สารพันโชติวิทยา

ผู้อำนวยการส่วนวิเคราะห์แร่และหิน

นายมนตรี ทองอ่อน

จัดพิมพ์โดย

กองวิเคราะห์และตรวจสอบทรัพยากรธรณี
 กรมทรัพยากรธรณี
 ถนนพระรามที่ 6 เขตราชเทวี กรุงเทพฯ 10400
 โทรศัพท์ 02-6219552-4 โทรสาร 02-6219554

พิมพ์ครั้งที่ 1

ธันวาคม 2566
 จำนวน 5 เล่ม

ข้อมูลการลงรายการบรรณานุกรม

มงคล ฉวีจันทร์.

การพัฒนาวิธีหาปริมาณทองคำโดยใช้สารละลายไทโอยูเรีย/ โดย มงคล ฉวีจันทร์
 นิติกาญจน์ ฝาเงิน จิตรลดา เหมรา จีระวรรณ เมอมะนา และ วัชนิกร บุญรอด.--กรุงเทพฯ :
 กองวิเคราะห์และตรวจสอบทรัพยากรธรณี กรมทรัพยากรธรณี, 2566.

45 หน้า : ภาพประกอบ : ตาราง ; 30 ซม.

รายงานวิชาการ ฉบับที่ กวท 4/2566.

สารบัญ

	หน้า
สารบัญ.....	III
สารบัญรูป.....	V
สารบัญตาราง.....	V
บทคัดย่อ.....	VII
กิตติกรรมประกาศ.....	VIII
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ที่มาและความสำคัญ.....	1
1.2 วัตถุประสงค์.....	2
1.3 ขอบเขตของการวิจัย.....	2
1.4 วิธีการดำเนินการวิจัย สถานที่ทำการทดลอง.....	3
1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	5
2.1 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	5
บทที่ 3 การดำเนินการ.....	9
3.1 การเตรียมตัวอย่างเพื่อการวิเคราะห์.....	9
3.1.1 ตัวอย่างที่มีลักษณะเป็นก้อน.....	9
3.1.2 ตัวอย่างที่มีลักษณะเป็นผง.....	9
3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์.....	10
3.3 สารเคมี.....	10
3.3.1 สารมาตรฐาน.....	10
3.3.2 ตัวทำละลาย.....	10
3.4 การเตรียมสารเคมี.....	11
3.4.1 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน.....	11
3.4.2 การเตรียมสารละลายรีเอเจนท์.....	12
3.4.3 การเตรียมวัสดุดูดซับฟองน้ำ.....	12
3.5 วิธีวิเคราะห์ตัวอย่าง.....	12
3.5.1 การเตรียมความพร้อมของเครื่อง GF-AAS.....	13
3.6 การหาสภาวะที่เหมาะสมของการพัฒนาวิธีหาปริมาณทองคำโดยใช้สารละลายไทโอยูเรีย.....	14
3.6.1 ศึกษาขนาดของฟองน้ำ (PU foam) ในการดูดซับทองคำ.....	14
3.6.2 ศึกษาระยะเวลาที่ฟองน้ำดูดซับทองคำ.....	15
3.6.3 ศึกษาความเข้มข้นของสารละลายไทโอยูเรีย.....	15
3.6.4 ศึกษาปริมาตรของสารละลายไทโอยูเรีย.....	15

3.6.5	ศึกษาระยะเวลาในการสกัดทองคำ.....	15
3.7	การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์.....	15
3.7.1	การทดสอบความเป็นเส้นตรง.....	15
3.7.2	การทดสอบความแม่นยำ.....	16
3.7.3	การทดสอบความเที่ยง.....	16
3.7.4	การทดสอบขีดจำกัดของวิธีเชิงคุณภาพและขีดจำกัดการวัดเชิงปริมาณ.....	16
3.8	การควบคุมคุณภาพในการวิเคราะห์ตัวอย่าง.....	16
3.8.1	การวิเคราะห์ sample spike	16
3.8.2	การวิเคราะห์วัสดุอ้างอิงมาตรฐานแร่ทองคำ MA-2c จากประเทศแคนาดา....	17
3.9	การวิเคราะห์ตัวอย่างดินและหิน.....	17
บทที่ 4	ผลการดำเนินการ.....	19
4.1	ผลการศึกษาสภาพที่เหมาะสมของการวิเคราะห์หาปริมาณทองคำโดยใช้สารละลายไทโอยูเรีย	19
4.1.1	ผลการศึกษขนาดของฟองน้ำ (PU foam) ในการดูดซับทองคำ.....	19
4.1.2	การศึกษาระยะเวลาในการดูดซับทองคำ.....	20
4.1.3	การศึกษความเข้มข้นของสารละลายไทโอยูเรีย.....	21
4.1.4	การศึกษปริมาตรของสารละลายไทโอยูเรีย.....	22
4.1.5	การศึกษาระยะเวลาที่เหมาะสมในการสกัดทองคำ.....	23
4.2	การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์.....	25
4.2.1	การทดสอบความเป็นเส้นตรง.....	25
4.2.2	การทดสอบความแม่นยำ.....	26
4.2.3	การทดสอบความเที่ยง.....	27
4.2.4	การทดสอบขีดจำกัดของวิธีเชิงคุณภาพและขีดจำกัดการวัดเชิงปริมาณ.....	27
4.3	การควบคุมคุณภาพการวิเคราะห์.....	30
4.4	การเปรียบเทียบวิธีหาปริมาณทองคำ โดยวิธีเดิมด้วยการสกัดสารละลาย MIBK กับวิธีใหม่ โดยการสกัดด้วยสารละลายไทโอยูเรีย.....	31
4.5	การวิเคราะห์ตัวอย่างดินและหิน.....	33
บทที่ 5	วิจารณ์และสรุปผล.....	35
	ข้อเสนอแนะ/แนวทาง.....	36
	เอกสารอ้างอิง.....	37
	ภาคผนวก ก วัสดุอ้างอิงรับรอง.....	39

สารบัญรูป

	หน้า
4.1 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของฟองน้ำกับค่า Absorbance.....	20
4.2 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างระยะเวลาการดูดซับทองคำของฟองน้ำกับค่า Absorbance.....	21
4.3 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นสารละลายไทโอยูเรียกับค่า Absorbance	22
4.4 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาตรสารละลายไทโอยูเรีย (มิลลิลิตร) กับค่า Absorbance	23
4.5 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างระยะเวลาที่ใช้ในการสกัดทองคำ (นาที่) กับค่า Absorbance...	24
4.6 กราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานทองคำเพื่อทดสอบความเป็นเส้นตรง.....	26

สารบัญตาราง

	หน้า
3.1 สภาวะและข้อกำหนดต่าง ๆ ที่ใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณทองคำด้วยเครื่อง GF-AAS.....	13
3.2 พารามิเตอร์โปรแกรมการให้อุณหภูมิและเวลาในการวิเคราะห์หาปริมาณธาตุทองคำด้วยเครื่อง GF-AAS	14
3.3 ปริมาตรของสารละลายที่ใช้และความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานเพื่อวิเคราะห์ธาตุทองคำด้วยเครื่อง GF-AAS	14
4.1 ผลการศึกษาขนาดของฟองน้ำ (PU foam) ที่เหมาะสมในการดูดซับทองคำ	19
4.2 ผลการศึกษาระยะเวลาที่เหมาะสมในการดูดซับทองคำของฟองน้ำ.....	20
4.3 ผลการศึกษาความเข้มข้นของสารละลายไทโอยูเรีย.....	21
4.4 ผลการศึกษาปริมาตรที่เหมาะสมของสารละลายไทโอยูเรียในการสกัดทองคำ.....	22
4.5 ผลการศึกษาระยะเวลาที่เหมาะสมในการสกัดทองคำ.....	23
4.6 สรุปลักษณะที่เหมาะสมในการสกัดทองคำโดยใช้สารละลายไทโอยูเรีย.....	24
4.7 ผลการวัดค่าการดูดกลืนแสง (absorbance) ที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ ของสารละลายมาตรฐานทองคำ โดยเทคนิค GF-AAS.....	25
4.8 ผลวิเคราะห์และการคำนวณค่า % relative accuracy ของวัสดุอ้างอิงรับรอง.....	27
4.9 ผลวิเคราะห์ method blank เพื่อประมาณค่า IDL.....	28
4.10 ผลการวิเคราะห์ sample spiked ที่เติมสารละลายมาตรฐานทองคำ 10 ไมโครกรัมต่อลิตร เพื่อทวนสอบ LOQ.....	29
4.11 ผลวิเคราะห์และการคำนวณค่า % recovery ของ sample spike ที่ระดับความเข้มข้น 20 µg/L	30
4.12 ผลวิเคราะห์และการคำนวณค่า % relative accuracy ของวัสดุอ้างอิงมาตรฐานแร่ทองคำ MA-2c จากประเทศแคนาดา.....	31
4.13 ผลการเปรียบเทียบการสกัดทองคำด้วยสารละลาย MIBK และการสกัดทองคำด้วยสารละลายไทโอยูเรีย	32
4.14 ผลวิเคราะห์ทองคำ.....	33

การพัฒนาวิธีหาปริมาณทองคำโดยใช้สารละลายไทโอยูเรีย

โดย

มงคล ฉวีจันทร์, นิติกาญจน์ ฝาเงิน, จิตรลดา เหมรา, จีระวรรณ เมอมะนา และวัชนิกร บุญรอด

บทคัดย่อ

การพัฒนาวิธีหาปริมาณทองคำโดยใช้สารละลายไทโอยูเรีย เพื่อเพิ่มเทคนิควิธีการวิเคราะห์ที่เป็นทางเลือกในการหาปริมาณทองคำในตัวอย่างดินและหิน มีความแม่นยำ ความเที่ยง รวดเร็ว และเป็นที่ยอมรับ โดยหาสภาวะที่เหมาะสมของวิธีการวิเคราะห์ ได้แก่ ขนาดของฟองน้ำ (PU foam) ระยะเวลาที่ PU foam ดูดซับสารละลายทองคำ ความเข้มข้นและปริมาตรของสารละลายไทโอยูเรีย และเวลาที่ใช้สารละลายไทโอยูเรียสกัดทองคำ พบว่าสภาวะที่เหมาะสมของ PU foam ในการดูดซับทองคำ ขนาดเท่ากับ 2.0x5.0x2.5 เซ็นติเมตร ระยะเวลาในการดูดซับ 2 ชั่วโมง ส่วนการสกัดทองคำออกจากฟองน้ำด้วยสารละลายไทโอยูเรียความเข้มข้น 1.0% w/v ปริมาตร 25 มิลลิลิตร และระยะเวลาในการสกัด 30 นาที และนำมาวิเคราะห์หาปริมาณทองคำด้วยเครื่อง Graphite Furnace-Atomic Absorption Spectrometer (GF-AAS)

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์พบว่า ความสัมพันธ์เชิงเส้นของกราฟมาตรฐาน มีความเป็นเส้นตรงในช่วงความเข้มข้น 10 – 100 ไมโครกรัมต่อลิตร ค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจเท่ากับ 0.9995 การประเมินความแม่นยำโดยใช้วัสดุอ้างอิงมาตรฐานแร่ทองคำ MA-2c จากประเทศแคนาดา พบว่า % relative accuracy มีค่าเท่ากับ 106.46% อยู่ในช่วงเกณฑ์ยอมรับ 70 – 120% การตรวจสอบความเที่ยงได้ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ เท่ากับ 8.32% และมีค่าขีดจำกัดต่ำสุดในการตรวจพบของวิธีวิเคราะห์เท่ากับ 10 ไมโครกรัมต่อลิตร เมื่อเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์โดยการสกัดทองคำด้วยสารละลายไทโอยูเรีย กับผลการวิเคราะห์หาปริมาณทองคำโดยการสกัดด้วยสารละลาย MIBK โดยใช้วัสดุอ้างอิงมาตรฐานแร่ทองคำ MA-2c จากประเทศแคนาดา พบว่า % relative accuracy มีค่า 106.46% และ 99.25% ตามลำดับ ซึ่งอยู่ในเกณฑ์การยอมรับ วิธีวิเคราะห์ทองคำโดยใช้สารละลายไทโอยูเรีย มีความถูกต้องแม่นยำ มีการใช้สารอินทรีย์ปริมาณน้อย ลดปริมาณสารที่เป็นอันตรายลงสู่สิ่งแวดล้อม สามารถนำไปประยุกต์ใช้วิเคราะห์ปริมาณทองคำในตัวอย่างดินและหินได้อย่างมีประสิทธิภาพ

คำสำคัญ : ทองคำ, ฟองน้ำ (polyurethane foam, PU foam), ไทโอยูเรีย, Methyl Isobutyl Ketone (MIBK)

กิตติกรรมประกาศ

โครงการวิจัย การพัฒนาวิธีหาปริมาณทองคำโดยใช้สารละลายไทโอยูเรีย ได้รับการสนับสนุนงบประมาณจากเงินอุดหนุนการดำเนินงานด้านธรณีวิทยาและทรัพยากรธรณีของกรมทรัพยากรธรณี ประจำปีงบประมาณ 2566 โดยมีวัตถุประสงค์เพื่อสนับสนุนการพัฒนาผลงานวิจัยเพื่อตอบสนองต่อภารกิจและยุทธศาสตร์ของกรมทรัพยากรธรณี คณะทำงานขอขอบคุณ คุณปานใจ สารพันโชติวิทยา ผู้อำนวยการกองวิเคราะห์และตรวจสอบทรัพยากรธรณี คุณมนตรี ทองอ่อน ผู้อำนวยการส่วนวิเคราะห์แร่และหิน ที่ให้การสนับสนุนในการดำเนินการวิจัยนี้มาโดยตลอด คุณสายสวาท สีล่อ ที่ให้คำปรึกษาและคำแนะนำทางวิชาการอันเป็นประโยชน์อย่างยิ่งจนงานวิจัยสำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี ตลอดจนเจ้าหน้าที่กองวิเคราะห์และตรวจสอบทรัพยากรธรณีทุกท่านที่มีส่วนช่วยเหลือและสนับสนุนการทำงานมาโดยตลอด สุดท้ายนี้คณะผู้วิจัยหวังว่างานวิจัยฉบับนี้จะเป็นประโยชน์แก่ผู้ที่สนใจศึกษาต่อไป

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญ

ทองคำเป็นโลหะมีค่าที่มีบทบาทสำคัญต่อมนุษย์เรามาเป็นเวลานาน ทองคำสามารถนำไปใช้ประโยชน์หลายด้าน เช่น การเก็บสำรองไว้เป็นทุนสำรองเงินตราระหว่างประเทศ อุตสาหกรรมการผลิตเครื่องประดับ อุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์และการสื่อสารโทรคมนาคม และด้านทันตกรรม เป็นต้น เมื่อมีความต้องการทองคำมากขึ้น ทำให้ราคาทองคำสูงขึ้น ซึ่งกระตุ้นให้มีการเร่งสำรวจหาแหล่งแร่และผลิตทองคำมากขึ้นทั่วโลก ผู้ผลิตทองคำรายใหญ่ของโลกอยู่ในแถบแอฟริกากลางและแอฟริกาใต้ รวมถึงประเทศรัสเซีย แคนาดา สหรัฐอเมริกา ออสเตรเลีย และโคลัมเบีย สำหรับประเทศไทยมีแหล่งทองคำที่มีศักยภาพสูงเชิงพาณิชย์ 2 แหล่ง คือ แหล่งทองคำชาติรี ของบริษัททองคำไมนิ่ง จำกัด และแหล่งทองคำภูทับฟ้า ของบริษัททุ่งคำ จำกัด ซึ่งกระบวนการทำเหมือง จำเป็นต้องมีกระบวนการวิเคราะห์หาปริมาณทองคำ เพื่อให้ทราบถึงความสมบูรณ์ของทองคำในแหล่ง ซึ่งเป็นปัจจัยหลักในการตัดสินใจลงทุนทำเหมืองให้คุ้มค่า

การวิเคราะห์หาปริมาณทองคำสามารถทำได้หลายวิธี เช่น การหลอมตัวอย่างเพื่อแยกทองคำออกจากตัวอย่างโดยใช้สารช่วยหลอม (fire assay) (Yaset Rodriguez Rodriguez และคณะ, 2018) วิธีการย่อยสลายตัวอย่างด้วยกรดกัดทองแล้วนำสารละลายมาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Flame- Atomic Absorption Spectrometer (วีระ ตันกุล, 2534) หรือนำสารละลายมาสกัดด้วย Methyl Isobutyl Ketone (MIBK) แล้ววัดด้วยเครื่อง Graphite Furnace - Atomic Absorption Spectrometer (GF-AAS) (อุมลชัย แพรสมบูรณ์, 2563) เป็นต้น

การใช้เทคนิคต่าง ๆ เหล่านี้ในการวิเคราะห์หาปริมาณทองคำ จะต้องมียุทธศาสตร์การสกัดเพื่อแยกทองคำที่จะวิเคราะห์ออกมาจากตัวอย่าง ซึ่งเทคนิคการสกัดที่มีการรายงานที่ผ่านมา ได้แก่ การสกัดด้วยตัวทำละลายอินทรีย์ เช่น Methyl Isobutyl Ketone (MIBK) หรือ ซะละลาย ด้วย sodium cyanide (Juvonen R. และ คณะ, 1999) เทคนิคเหล่านี้มีข้อเสียคือ ตัวทำละลายอินทรีย์ที่ใช้มีความเป็นพิษต่อมนุษย์ และสิ่งแวดล้อม มีการใช้ตัวทำละลายปริมาณมาก ใช้พลังงานมาก และมีขั้นตอนในการทำที่ยุ่งยากมาก ปัจจุบันได้มีการพัฒนาวิธีสกัดที่มีกระบวนการไม่ยุ่งยาก ค่าใช้จ่ายต่ำ และช่วยลดปริมาณการใช้ตัวทำละลายได้มาก เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม เนื่องจากใช้ปริมาณตัวทำละลายน้อย เทคนิคการสกัดโดยใช้สารละลายไทโอยูเรีย เป็นเทคนิคหนึ่งที่น่าสนใจที่นำมาประยุกต์ใช้

งานวิจัยนี้ได้พัฒนาวิธีหาปริมาณทองคำโดยใช้สารละลายไทโอยูเรียและตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีเพื่อให้ได้วิธีที่มีมาตรฐาน โดยการวิเคราะห์เริ่มจากการย่อยสลายตัวอย่างด้วยกรดกัดทอง และนำสารละลายตัวอย่างมาดูดซับทองคำ โดยใช้ฟองน้ำ (polyurethane foam, PU foam) ซึ่งเป็นวัสดุดูดซับทองคำที่มีประสิทธิภาพสูง หาได้ง่ายและราคาถูก และสกัดทองคำโดยใช้สารละลายไทโอยูเรีย ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมต่าง ๆ ในขั้นตอนการดูดซับและการสกัดทองคำ แล้วจึงวัดหาปริมาณทองคำด้วยเครื่อง GF-AAS วิธีนี้เป็นวิธีที่ไม่เป็นอันตรายและใช้ปริมาณตัวทำละลายน้อย รวดเร็วและมีประสิทธิภาพ เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม เนื่องจากใช้ปริมาณตัวทำละลายที่น้อยมาก

1.2 วัตถุประสงค์

1.2.1 เพื่อพัฒนาวิธีสกัดทองคำด้วยสารละลายไทโอยูเรีย

1.2.2 เปรียบเทียบวิธีสกัดทองคำด้วยสารละลายไทโอยูเรีย กับวิธีเดิมในการสกัดโดยใช้สารละลาย Methyl Isobutyl Ketone (MIBK) นำมาตรวจวัดด้วยเทคนิค Graphite Furnace-Atomic Absorption Spectrophotometry (GF-AAS)

1.2.3 เพื่อศึกษาและสร้างองค์ความรู้ใหม่ ในด้านการวิเคราะห์หาปริมาณทองคำ ซึ่งสามารถนำไปถ่ายทอด หรือเผยแพร่เทคโนโลยีใหม่ ให้กับหน่วยงานต่าง ๆ ที่สนใจ ในการวิเคราะห์หาทองคำ ที่ถูกต้อง แม่นยำ รวดเร็ว ประหยัด ปลอดภัยจากการใช้สารเคมีปริมาณมาก และเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1.3.1 หาสภาวะที่เหมาะสมของการสกัดทองคำด้วยสารละลายไทโอยูเรีย ปัจจัยที่ศึกษา ได้แก่ ขนาดของฟองน้ำ (PU foam) เวลาในการใช้ฟองน้ำดูดซับทองคำ ความเข้มข้นและปริมาตรของสารละลายไทโอยูเรียและเวลาในการสกัดทองคำ และตรวจวัดด้วยเครื่อง GF-AAS

1.3.2 ตรวจสอบความใช้ได้ (method validation) ของวิธีการสกัดทองคำด้วยสารละลายไทโอยูเรีย ได้แก่ ความเป็นเส้นตรง (linearity) ความแม่นยำ (accuracy) ความเที่ยง (precision) ขีดจำกัดในการตรวจพบเชิงคุณภาพ (limit of detection, LOD) และขีดจำกัดของการวิเคราะห์เชิงปริมาณ (limit of quantitation, LOQ)

1.3.3 เปรียบเทียบวิธีสกัดทองคำด้วยสารละลายไทโอยูเรีย กับวิธีเดิมในการสกัดโดยใช้สารละลาย MIBK และนำมาตรวจวัดด้วยเทคนิค Graphite Furnace-Atomic Absorption Spectrophotometry

1.3.4 นำสภาวะที่เหมาะสมที่ได้มาใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณทองคำในตัวอย่างดินและหิน โดยใช้เครื่อง GF-AAS

1.4 วิธีการดำเนินการวิจัย สถานที่ทำการทดลอง

1.4.1 ศึกษาค้นคว้า รวบรวมเอกสารที่เกี่ยวข้อง จัดซื้อสารเคมี และวัสดุ อุปกรณ์ต่าง ๆ

1.4.2 ทำการทดลองหาสภาวะที่เหมาะสมของการสกัด ด้วยสารละลายไทโอยูเรีย ได้แก่ ขนาดของฟองน้ำ (PU foam) เวลาในการใช้ฟองน้ำดูดซับทองคำ ความเข้มข้น และปริมาตรของสารละลายไทโอยูเรีย เวลาที่ใช้ในการสกัด และตรวจวัดหาปริมาณทองคำด้วยเทคนิค Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry (GF-AAS)

1.4.3 ตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ เพื่อบอกประสิทธิภาพของวิธีวิเคราะห์ (method validation) ได้แก่ ความเป็นเส้นตรง (linearity) ความแม่นยำ (accuracy) ความเที่ยง (precision) ขีดจำกัดในการตรวจพบเชิงคุณภาพ (limit of detection, LOD) และขีดจำกัดของการวิเคราะห์เชิงปริมาณ (limit of quantitation, LOQ)

1.4.4 นำสภาวะที่เหมาะสมที่ได้มาใช้ในการวิเคราะห์ตัวอย่างหาปริมาณทองคำในตัวอย่างดิน และหินโดยใช้เครื่อง GF-AAS

1.4.5 แปลข้อมูลเพื่อสรุปผลงานการวิจัย และเขียนรายงานฉบับสมบูรณ์ และเผยแพร่ งานวิชาการแก่ผู้ที่สนใจ

1.4.6 สถานที่ทำการทดลอง ส่วนวิเคราะห์แร่และหิน กองวิเคราะห์และตรวจสอบทรัพยากรธรณี กรมทรัพยากรธรณี

1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.5.1 ผลจากการพัฒนาวิธีการหาปริมาณทองคำด้วยสารละลายไทโอยูเรีย เป็นทางเลือกในการนำไปใช้ในห้องปฏิบัติการกองวิเคราะห์และตรวจสอบทรัพยากรธรณี กรมทรัพยากรธรณี และถ่ายทอดเทคโนโลยีหรือเผยแพร่ให้แก่ห้องปฏิบัติการของภาครัฐ และเอกชนที่สนใจ

1.5.2 ได้วิธีวิเคราะห์ปริมาณทองคำที่รวดเร็ว มีค่าใช้จ่ายในการวิเคราะห์ที่ไม่สูง และเป็นวิธีวิเคราะห์ที่เชื่อถือได้

1.5.3 เป็นประโยชน์ต่อคณะผู้วิจัยในการเพิ่มพูนความรู้ และประสบการณ์ในด้านการพัฒนาวิธีวิเคราะห์ เป็นประโยชน์ต่อความก้าวหน้าทางด้านการวิเคราะห์ตัวอย่างทรัพยากรธรณี

1.5.4 ได้สร้างข้อมูลองค์ความรู้ใหม่ทางด้านเทคนิคการวิเคราะห์หาปริมาณทองคำที่สามารถใช้เป็นแนวทางในการพัฒนางานวิจัยต่อไป

บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

การวิเคราะห์ปริมาณทองคำสามารถทำได้หลายวิธี โดยมีผู้ทำการศึกษาวิจัย ดังนี้

วีระ ต้นกุล (2534) ศึกษาการวิเคราะห์ทองคำปริมาณน้อยในตัวอย่างด้วยวิธี Atomic Absorption Spectrometry (AAS) โดยการย่อยสลายตัวอย่างด้วยกรดกัดทอง แล้วสกัดทองคำจากสารละลายที่เป็นกรดด้วยตัวทำละลายอินทรีย์ Methyl Isobutyl Ketone (MIBK) ล้างธาตुरบกวนออกจากชั้น MIBK ด้วยกรด HCl เจือจาง นำ MIBK ไปวัดปริมาณทองคำด้วยเครื่อง AAS โดยใช้ wavelength 242.8 nm เปลวไฟ Air-Acetylene ชนิด Oxidizing flame สามารถทำการวิเคราะห์ได้อย่างถูกต้องแม่นยำ ค่า Detection limit เท่ากับ 0.060 ppm เหมาะสำหรับใช้วิเคราะห์ตัวอย่างทางธรณีเคมีที่มีความเข้มข้นของทองคำตั้งแต่ 0.100 ppm ขึ้นไป

Juvonen R. และคณะ (1999) ศึกษาผลของการเตรียมตัวอย่างต่อการวิเคราะห์หาปริมาณทองคำจากตัวอย่างที่ได้จากแหล่งต่าง ๆ จำนวน 6 แหล่ง และเปรียบเทียบประสิทธิภาพวิธีการวิเคราะห์หาปริมาณทองคำ 3 วิธี ได้แก่ 1) วิธี classical lead fire assay (FA) 2) วิธี aqua regia ร่วมกับการตกตะกอนด้วยปรอท และ 3) วิธีการชะละลาย ด้วย sodium cyanide จากผลการศึกษาพบว่า การเพิ่มระยะเวลาในการบดตัวอย่างจาก 6 นาที เป็น 12-18 นาที ส่งผลให้ขนาดอนุภาคของตัวอย่างมีขนาดเล็กลง 75% จากขนาด 0.07-0.02 มิลลิเมตร เป็น 0.02 – 0.03 มิลลิเมตร ขนาดอนุภาคที่เล็กลงไม่มีผลต่อการวิเคราะห์ปริมาณทองคำในตัวอย่าง ยกเว้นตัวอย่างจาก Pahtavaara การเพิ่มปริมาณตัวอย่างจาก 1 กรัม เป็น 20 กรัม ไม่มีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญต่อประสิทธิภาพการวิเคราะห์ปริมาณทองคำ การเพิ่มปริมาณตัวอย่างจาก 20 กรัม เป็น 250 กรัม พบว่าสามารถเพิ่มประสิทธิภาพอย่างมีนัยสำคัญเฉพาะตัวอย่างจาก Pahtavaara และเมื่อเปรียบเทียบประสิทธิภาพวิธีการวิเคราะห์หาปริมาณทองคำระหว่างวิธี classical lead fire assay ซึ่งเป็นวิธีมาตรฐาน (100% Recovery) กับวิธี aqua regia ร่วมกับการตกตะกอนด้วยปรอท (95% Recovery) ผลการวิเคราะห์ปริมาณทองคำพบว่ามีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญเฉพาะตัวอย่างแร่จาก Suurikuusikko (87% recovery) โดยสรุปการวิเคราะห์โดยวิธี aqua regia ร่วมกับการตกตะกอนด้วยปรอท และวิธีการชะละลายด้วย sodium cyanide มีประสิทธิภาพในการวิเคราะห์ปริมาณทองคำได้เช่นเดียวกับการวิเคราะห์ด้วยวิธี classical lead fire assay

Hiritoshi Sato และคณะ (2000) ศึกษาการวิเคราะห์ปริมาณทองคำในตัวอย่างน้ำจากแหล่งต่าง ๆ โดยวิธี Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry (GF-AAS) โดยเพิ่มความเข้มข้นทองคำด้วยการตกตะกอนร่วมกับ Nickel Diethyldithiocarbamate เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพ

ในการจับตัวของตะกอน การแยกตะกอน และตรวจวัดปริมาณทองคำด้วยเทคนิค GF-AAS ทางคณะวิจัย ได้ศึกษาผลของตัวแปรต่าง ๆ ได้แก่ ปริมาณรีเอเจนต์ Nickel Diethyldithiocarbamate ที่ใช้ในการตกตะกอนร่วม ค่า pH และ ผลรบกวนจากรีเอเจนต์ Nickel Diethyldithiocarbamate ต่อการวิเคราะห์ปริมาณทองคำ จากการทดลองพบว่าวิธีวิเคราะห์ปริมาณทองคำโดยการตกตะกอนร่วมกับ Nickel Diethyldithiocarbamate สามารถหาปริมาณทองคำได้ในระดับต่ำกว่า 30 pg cm^{-3} ค่า pH ที่เหมาะสมคือ 9 ค่า linear relationship ของ Calibration curve อยู่ที่ $30 - 1,100 \text{ ng}$ ในสารละลาย 10 cm^3 และการใช้ Nickel Diethyldithiocarbamate ในการตกตะกอนร่วมไม่มีผลรบกวนการวิเคราะห์ปริมาณทองคำด้วยเทคนิค GF-AAS

Balaram V. และคณะ (2012) ศึกษาการวิเคราะห์ปริมาณทองคำในตัวอย่งหิน แร่ และ ธรณีวัตถุ โดยสกัดทองคำด้วยสารละลาย Methyl-Trioctyl-Ammonium Chloride (Aliquat 336) และ Diisobutyle Ketone (DIBK) จากนั้นวิเคราะห์หาปริมาณทองคำด้วยเทคนิค Flame Atomic Absorption Spectrometry (F-AAS) และ Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry (GF-AAS) เปรียบเทียบกับวิธีมาตรฐาน Pb-Fire Assay และวิธีการสกัดและวิเคราะห์ด้วย Methyl Isobutyl Ketone (MIBK)-AAS จากผลการศึกษาพบว่า การสกัดทองคำด้วยสารละลาย Aliquat 336 และ DIBK สามารถลดปริมาณเหล็กซึ่งเป็นสารรบกวนการวิเคราะห์แทนการสกัดด้วย MIBK และมีประสิทธิภาพในการสกัดทองคำ 100% ที่ช่วง pH 2.5 -5.0 ค่า Detection limit ในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค F-AAS GF-AAS และ ICP-MS เท่ากับ 20 ng/g , 0.1 ng/g และ 0.001 ng/g ตามลำดับ

Yaset Rodriguez Rodriguez และคณะ (2018) ได้ศึกษาการวิเคราะห์ปริมาณทองคำในตัวอย่งธรณีวัตถุ โดยวิธี Fire Assay (FA) ร่วมกับ วิธี UV-Vis Spectrophotometry การแยกสารประกอบทองคำออกจากตัวอย่งธรณีวัตถุด้วยกระบวนการ Fire Assay ขจัดเงินด้วยกรด HCl และละลายทองคำด้วยกรดกัดทอง (Aqua regia) จากนั้นทำให้เป็นสารละลายสีด้วยการ form complex ให้อยู่ในรูป $[\text{AuBr}_4]^-$ ด้วย KBr และ กรด HCl นำสารละลายสีที่ได้ไปตรวจวัดปริมาณทองคำด้วยเครื่อง UV-Vis Spectrometer ที่ความยาวคลื่น 380 นาโนเมตร เปรียบเทียบการตรวจวัดปริมาณทองคำด้วยเทคนิค AAS ผลการทดลองพบว่า การวิเคราะห์ปริมาณทองคำด้วยวิธี FA-UV/Vis สามารถวิเคราะห์หาปริมาณทองคำได้ที่ช่วงความเข้มข้น $2 - 12 \text{ mg/L}$ ค่า LOD 0.060 mg/L ค่า LOQ 0.20 mg/L ในขณะที่วิธี FA-AAS สามารถวิเคราะห์หาปริมาณทองคำได้ที่ช่วงความเข้มข้น $2 - 7 \text{ mg/L}$ ค่า LOD 0.058 mg/L ค่า LOQ 0.19 mg/L ตามลำดับ

อุมลชัย แพรสมบูรณ์ (2563) ได้พัฒนาวิธีวิเคราะห์ปริมาณทองคำด้วยเทคนิค Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry (GF-AAS) ซึ่งเป็นเทคนิคที่ผลิตอะตอมอิสระด้วยความร้อนไฟฟ้าเพื่อวิเคราะห์ปริมาณทองคำที่ระดับความเข้มข้นส่วนในพันล้านส่วน (ppb) โดยการย่อยตัวอย่างด้วยกรดกัดทอง แล้วสกัดทองคำออกจากสารละลายตัวอย่างที่เป็นกรดด้วย Methyl Isobutyl Ketone (MIBK) กำจัดธาตुरुบกวนด้วยกรดเจือจางแล้วนำไปวิเคราะห์ปริมาณทองคำด้วยเครื่อง GF-AAS ทำการศึกษาสภาวะอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเกิดอะตอมอิสระ และตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์

ได้แก่ ความสัมพันธ์เชิงเส้น ความแม่นยำ ความเที่ยง และขีดจำกัดการตรวจพบ ด้วยการใช้วัสดุอ้างอิงรับรอง DGPM-1 ผลการศึกษาพบว่า อุณหภูมิที่เหมาะสมในการเกิดอะตอมไมซ์คือ 1800 °C ความสัมพันธ์เชิงเส้นของกราฟมาตรฐานเป็นเส้นตรง ผลการทดสอบความแม่นยำด้วยวิธีทางสถิติ t-test พบว่า t_{cal} น้อยกว่า t_{crit} ค่าเฉลี่ยของผลทดสอบมีค่าไม่แตกต่างอย่างมีนัยสำคัญ ค่า % recovery อยู่ในช่วง 96 – 103% ค่า % RSD เท่ากับ 3.11 ค่าขีดจำกัดต่ำสุดของการวัดได้อยู่ที่ 5 ppb

Xiaodan Tang และ คณะ (2022) ศึกษาวิธีการย่อยตัวอย่างดินเพื่อวิเคราะห์ทองคำปริมาณน้อยด้วยการให้ความร้อนโดยใช้ hot plate และ microwave digestion ร่วมกับวิธี polyurethane foam treatment เพื่อดูดซับไอออนทองคำในสารละลายตัวอย่างที่ผ่านการย่อยแล้ว และชะไอออนทองคำออกจากสารละลายด้วยไทโอยูเรีย จากนั้นตรวจวัดปริมาณทองคำด้วยเทคนิค ICP-MS โดยได้ศึกษาการใช้ polyurethane foam ทั้งแบบที่ผ่านและไม่ผ่านการขจัดสิ่งรบกวน เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการดูดซับด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 5% และสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 10% จากการศึกษาพบว่า polyurethane foam ที่ผ่านการเพิ่มประสิทธิภาพสามารถดูดซับสารละลายมาตรฐานทองคำที่ความเข้มข้นระหว่าง 0.50 – 100 ppb โดยมีค่าเฉลี่ย adsorption rate คิดเป็น 95.8% ในขณะที่ polyurethane foam ที่ไม่ผ่านการเพิ่มประสิทธิภาพ ค่าเฉลี่ย adsorption rate คิดเป็น 81.0% ตามลำดับ ค่า detection limit ของการวิเคราะห์ทองคำปริมาณน้อยด้วยเทคนิค ICP-MS หลังจากการย่อยสลายตัวอย่างโดยการให้ความร้อนโดยใช้ hot plate และ เทคนิค microwave digestion ร่วมกับวิธี polyurethane foam treatment เท่ากับ 0.02 และ 0.04 ng/g ตามลำดับ

บทที่ 3

การดำเนินการ

การวิเคราะห์หาปริมาณทองคำโดยใช้สารละลายไทโอยูเรีย ใช้การย่อยสลายตัวอย่างด้วยกรดกัดทอง (aqua regia) โดยอาศัย polyurethane เป็นตัวดูดซับ และนำมาสกัดทองคำโดยใช้สารละลายไทโอยูเรีย ในการวิเคราะห์หาปริมาณทองคำใช้เทคนิค Graphite Furnace - Atomic Absorption Spectrometry (GF-AAS) มีขั้นตอนการดำเนินการประกอบด้วย การเตรียมตัวอย่างเพื่อการวิเคราะห์ เครื่องมือและอุปกรณ์ สารเคมี การเตรียมสารเคมี วิธีวิเคราะห์ตัวอย่าง การหาสภาวะที่เหมาะสมของการพัฒนาวิธีหาปริมาณทองคำโดยใช้สารละลายไทโอยูเรีย การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ คุณภาพในการวิเคราะห์ตัวอย่าง และการวิเคราะห์ตัวอย่างดินและหิน

3.1 การเตรียมตัวอย่างเพื่อการวิเคราะห์

ตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์แบ่งเป็น 2 ชนิด คือ ตัวอย่างที่มีลักษณะเป็นก้อน และตัวอย่างที่มีลักษณะเป็นผง

3.1.1 ตัวอย่างที่มีลักษณะเป็นก้อน

นำตัวอย่างไปบดย่อยด้วยเครื่องบดหยาบ jaw crusher จากก้อนใหญ่ให้เป็นก้อนเล็ก แล้วนำไปผ่าน riffle sampler เพื่อสุ่มลดปริมาณตัวอย่าง และบดค่อนข้างละเอียดด้วย pulverizer จนมีขนาดประมาณ 20 เมช แล้วนำมาแบ่งและชั่งตัวอย่างแบบ quartering sampling จนได้ตัวอย่างประมาณ 15-20 กรัม จากนั้นนำไปบดละเอียดด้วยเครื่องบดแบบ swing mill จนสามารถผ่านตะแกรงร่อนขนาด 200 เมช แล้วเก็บตัวอย่างใส่ขวดสะอาดไว้

3.1.2 ตัวอย่างที่มีลักษณะเป็นผง

นำตัวอย่างมาแบ่งและชั่งตัวอย่างด้วย riffle sampler จนได้ตัวอย่างประมาณ 15-20 กรัม ถ้าตัวอย่างน้อยมาก ให้นำมาทำการแบ่งและชั่งตัวอย่างแบบ quartering sampling จากนั้นนำไปบดละเอียดด้วยเครื่องบดแบบ swing mill จนได้ขนาด 200 เมช แล้วเก็บตัวอย่างใส่ขวดสะอาดไว้

ก่อนนำตัวอย่างไปวิเคราะห์ จะต้องทำการไล่ความชื้น โดยการอบตัวอย่างในเตาอบไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง และตั้งทิ้งไว้ให้เย็นจนถึงอุณหภูมิห้อง

3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

- 1) เครื่อง Graphite Furnace - Atomic Absorption Spectrometer (GF-AAS) รุ่น AAnalyst 800 (บริษัท PerkinElmer ประเทศเยอรมนี)
- 2) เตาเผาอุณหภูมิ 800P (บริษัท Linn High therm ประเทศเยอรมนี)
- 3) เตาอบไฟฟ้า (electric oven) รุ่น D-6450 (บริษัท Heraeus ประเทศเยอรมนี)
- 4) เครื่องเขย่า รุ่น 3015 (บริษัท GFL ประเทศเยอรมนี)
- 5) เตาความร้อนไฟฟ้า (hot plate) ที่สามารถควบคุมอุณหภูมิได้ถึง 250 องศาเซลเซียส รุ่น Themolyne Type RC2200 Remote Control Hot Plate (ประเทศสหรัฐอเมริกา)
- 6) เครื่องชั่งไฟฟ้าอย่างละเอียดตศนิยม 4 ตำแหน่ง รุ่น AG 204 บริษัท Mettler Toledo (ประเทศสวิตเซอร์แลนด์)
- 7) เครื่องทำน้ำปราศจากไอออน (Deionized water system) รุ่น Purelab Flex 1 (บริษัท ELGA ประเทศสหราชอาณาจักร)
- 8) เครื่องอ่างน้ำ (water bath)
- 9) กระจกนาฬิกา (watch glass)
- 10) กระจกบอทดวง (cylinder) ขนาด 10 มิลลิลิตร
- 11) กระจกฉีดยา
- 12) ขวดกำหนดปริมาตร (volumetric flask) ขนาด 50 และ 100 มิลลิลิตร
- 13) ขวดกำหนดปริมาตรพลาสติก (plastic volumetric flask) ขนาด 50 มิลลิลิตร
- 14) ขวดรูปชมพู่ขนาด 500 มิลลิลิตร
- 15) ถ้วยกระเบื้อง
- 16) ปีกเกอร์ (beaker) ขนาด 50, 100, 150 และ 250 มิลลิลิตร
- 17) ปิเปตต์ (pipette) ขนาด 0.5, 1, 2, 3, 4, 5 และ 10 มิลลิลิตร

3.3 สารเคมี

สารเคมีที่ใช้ในการวิเคราะห์ เป็น analytical grade หรือเทียบเท่า ดังนี้

3.3.1 สารมาตรฐาน

1. สารละลายมาตรฐานของธาตุทองคำ (Au) ที่มีความเข้มข้น 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร บริษัท PerkinElmer
2. วัสดุอ้างอิงมาตรฐานแร่ทองคำ MA-2c จากประเทศแคนาดา

3.3.2 ตัวทำละลาย

1. กรดไนตริกเข้มข้น (nitric acid, HNO₃) บริษัท Merck
2. กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (hydrochloric acid, HCl) บริษัท Merck
3. เฟอร์ริกคลอไรด์ (ferric chloride, FeCl₃) บริษัท Merck

4. ไทโอยูเรีย (thiourea, $\text{CH}_4\text{N}_2\text{S}$) ยี่ห้อ Himedia (บริษัท Himedia Laboratory)
5. Methyl Isobutyl Ketone (MIBK) บริษัท Merck
6. น้ำปราศจากไอออนเกรด type I

3.4 การเตรียมสารเคมี

3.4.1 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน

1. สารละลายมาตรฐานทองคำ 100 มิลลิกรัมต่อลิตร เตรียมโดยปิเปตต์สารละลายมาตรฐานทองคำความเข้มข้น 1,000 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดกำหนดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนเกรด type I เขย่าให้เป็นเนื้อเดียวกัน จะได้สารละลายมาตรฐานทองคำความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร

2. สารละลายมาตรฐานทองคำ 10 มิลลิกรัมต่อลิตร เตรียมโดยปิเปตต์สารละลายมาตรฐานทองคำความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดกำหนดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนเกรด type I เขย่าให้เป็นเนื้อเดียวกัน จะได้สารละลายมาตรฐานทองคำความเข้มข้น 10 มิลลิกรัมต่อลิตร

3. สารละลายมาตรฐานทองคำ 1 มิลลิกรัมต่อลิตร เตรียมโดยปิเปตต์สารละลายมาตรฐานทองคำความเข้มข้น 100 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 1 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดกำหนดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนเกรด type I เขย่าให้เป็นเนื้อเดียวกัน จะได้สารละลายมาตรฐานทองคำความเข้มข้น 1 มิลลิกรัมต่อลิตร

4. สารละลายมาตรฐานทองคำ 500 ไมโครกรัมต่อลิตร เตรียมโดยปิเปตต์สารละลายมาตรฐานทองคำความเข้มข้น 1 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 25 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดกำหนดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนเกรด type I เขย่าให้เป็นเนื้อเดียวกัน จะได้สารละลายมาตรฐานทองคำความเข้มข้น 500 ไมโครกรัมต่อลิตร

5. สารละลายมาตรฐานทองคำ 100 ไมโครกรัมต่อลิตร เตรียมโดยปิเปตต์สารละลายมาตรฐานทองคำความเข้มข้น 1 มิลลิกรัมต่อลิตร ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดกำหนดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนเกรด type I เขย่าให้เป็นเนื้อเดียวกัน จะได้สารละลายมาตรฐานทองคำความเข้มข้น 100 ไมโครกรัมต่อลิตร

6. สารละลายมาตรฐานทองคำความเข้มข้น 10, 25, 30 และ 50 ไมโครกรัมต่อลิตร เตรียมโดยปิเปตต์สารละลายมาตรฐานทองคำความเข้มข้น 500 ไมโครกรัมต่อลิตร ปริมาตร 1, 2.5, 3 และ 5 มิลลิลิตร ใส่ในขวดกำหนดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร ตามลำดับ ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนเกรด type I เขย่าให้เป็นเนื้อเดียวกัน จะได้สารละลายมาตรฐานทองคำความเข้มข้น 10, 25, 30 และ 50 ไมโครกรัมต่อลิตร

3.4.2 การเตรียมสารละลายรีเอเจนท์

3.4.2.1 การเตรียมสารละลาย FeCl_3

ชั่ง FeCl_3 250 กรัม ละลายใน 1% HCl ปรับปริมาตรด้วยน้ำปราศจากไอออนเกรด type I ในขวดกำหนดปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร

3.4.2.2 การเตรียมสารละลาย 5% HCl

ตวงกรด HCl เข้มข้น ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ผสมกับน้ำที่ปราศจากไอออนเกรด type I ปริมาตร 950 มิลลิลิตร ใช้แท่งแก้วคนสารละลายให้เป็นเนื้อเดียวกัน

3.4.2.3 การเตรียมสารละลาย 1% thiourea

ชั่งสาร $\text{CH}_4\text{N}_2\text{S}$ 10 กรัม ละลายในน้ำปราศจากไอออนเกรด type I ปรับปริมาตรในขวดกำหนดปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร

3.4.3 การเตรียมวัสดุดูดซับฟองน้ำ

ตัดฟองน้ำขนาดต่าง ๆ ได้แก่ $2.0 \times 5.0 \times 2.5$, $2.0 \times 6.0 \times 2.5$ และ $2.0 \times 7.0 \times 2.5$ เซนติเมตร นำมาต้มด้วยสารละลาย 10% HCl ที่ร้อนจัด เป็นเวลา 20 นาที นำฟองน้ำมาล้างด้วยน้ำกลั่นหลาย ๆ น้ำ จนมีความเป็นกลาง รีดน้ำออกจากฟองน้ำให้หมดแล้วนำไปผึ่งให้แห้ง

3.5 วิธีวิเคราะห์ตัวอย่าง

1. ชั่งตัวอย่างที่ผ่านการอบด้วยตู้อบไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จำนวน 10 กรัม (โดยละเอียด) ใส่ลงในถ้วยกระเบื้อง นำไปเผาที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ทิ้งไว้ให้เย็น
2. นำตัวอย่างที่ผ่านการเผาใส่ลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 500 มิลลิลิตร เติมกรดผสม $\text{HCl} : \text{HNO}_3$ (3:1) 52 มิลลิลิตร ปิดด้วยกระจกนาฬิกา แกว่งให้ตัวอย่างกับกรดผสมเข้ากัน
3. นำตัวอย่างไปให้ความร้อน บน hot plate ที่อุณหภูมิ 150 - 200 องศาเซลเซียส (ไม่ให้เดือด) เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อย่อยตัวอย่าง ทำการหมุนวนขวดรูปชมพู่ทุก ๆ 20 นาที จนครบเวลา 2 ชั่วโมง ยกออกจาก hot plate ตั้งทิ้งไว้ให้เย็น
4. เติม 5% HCl ปริมาตร 70 มิลลิลิตร แกว่งให้เข้ากัน ตั้งทิ้งไว้ให้เย็น
5. เติมสารละลาย FeCl_3 ปริมาตร 3 มิลลิลิตร ลงในขวดตัวอย่าง แกว่งให้สารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน
6. นำฟองน้ำที่เตรียมไว้ใส่ในขวดสารละลายตัวอย่าง
7. นำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่าเป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ไม่ต้องปิดฝา)
8. นำฟองน้ำออกมาล้างด้วยน้ำกลั่นจนสะอาด (ไม่มีเศษดิน) จากนั้นรีดน้ำออกจนหมด
9. นำฟองน้ำใส่ในหลอดทดลอง เติมสารละลายไทโอยูเรียความเข้มข้น 1% w/v ปริมาตร 25 มิลลิลิตร

10. นำหลอดทดลองไปต้มใน water bath ให้เดือดเป็นเวลา 30 นาที จากนั้นนำฟองน้ำออกจากหลอดทดลอง ใช้แท่งแก้วกวดเอาสารละลายออกมาให้หมด ตั้งหลอดทดลองทิ้งไว้ให้เย็น นำสารละลายที่ได้ไปวิเคราะห์หาปริมาณทองคำด้วยเครื่อง GF-AAS

11. เตรียม calibration curve โดยใช้สารละลายมาตรฐานทองคำความเข้มข้น 10, 30 และ 50 ppb ปริมาตร 25 มิลลิลิตร ลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 500 มิลลิลิตร ทำการทดลองเหมือนการวิเคราะห์ตัวอย่าง ตามข้อ 4-10

3.5.1 การเตรียมความพร้อมของเครื่อง GF-AAS

การเตรียมความพร้อมของเครื่อง Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometer (GF-AAS) ยี่ห้อ Perkin Elmer รุ่น AAnalyst 880 ต่อกับ auto-sampler รุ่น AS-800 กำหนดค่าพารามิเตอร์ของเครื่อง GF-AAS ที่ใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณทองคำ แสดงดังตารางที่ 3.1 พารามิเตอร์โปรแกรมการให้อุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในแต่ละขั้น แสดงดังตารางที่ 3.2 ปริมาตรของสารละลายตัวอย่าง และความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานที่ใช้เพื่อวิเคราะห์ธาตุทองคำแสดงดังตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.1 สภาวะและข้อกำหนดต่าง ๆ ที่ใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณทองคำด้วยเครื่อง GF-AAS

สภาวะของเครื่อง GF-AAS	รายการ
Instrument mode	Absorbance
Calibration mode	Concentration
Measurement mode	Peak Area
Slit Width	0.7
Wavelength (nm)	242.8
Calibration Equation	Linear through zero
Sample Introduction	Sampler premixed
Sample volume (μl)	20
Background correction	On (Zeeman-Effect)
Characteristic Mass	18.0 pg/ 0.00044 Abs
Sensitivity check	40 $\mu\text{g/L}$ for 0.20 Abs
Pretreatment Temp. ($^{\circ}\text{C}$)	800
Atomization Temp. ($^{\circ}\text{C}$)	1800
Rollover (A)	1.6
Tube/Site	Pyro/Platform
Range for THGA	20 to 2,600 $^{\circ}\text{C}$

ตารางที่ 3.2 พารามิเตอร์โปรแกรมการให้อุณหภูมิและเวลาในการวิเคราะห์หาปริมาณธาตุทองคำด้วยเครื่อง GF-AAS

Step	Temp.°C	Ramp Time (second)	Hold Time (second)	Internal Flow	Gas Type
Drying 1	90	1	30	250	Normal
Drying 2	110	15	30	250	Normal
Ashing	600	10	20	250	Normal
Atomization	1,800	0	5	0	Normal
Cleaning	2,450	1	3	250	Normal

ตารางที่ 3.3 ปริมาตรของสารละลายที่ใช้ และความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานเพื่อวิเคราะห์ธาตุทองคำด้วยเครื่อง GF-AAS

สารละลาย	ปริมาตร (μL)	ความเข้มข้น (ppb)
BLANK	20	0
STANDARD 1	20	10.0
STANDARD 2	20	25.0
STANDARD 3	20	50.0
STANDARD 4	20	100.0
SAMPLE	20	-

3.6 การหาสภาวะที่เหมาะสมของการพัฒนาวิธีหาปริมาณทองคำโดยใช้สารละลายไทโอยูเรีย

การพัฒนาวิธีหาปริมาณทองคำโดยใช้สารละลายไทโอยูเรีย เป็นการวิเคราะห์ปริมาณทองคำโดยใช้ฟองน้ำ หรือ polyurethane เป็นตัวดูดซับและใช้สารละลายไทโอยูเรียละลายทองคำออกมา ทำการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมของขนาดฟองน้ำ ระยะเวลาที่ฟองน้ำดูดซับทองคำ ความเข้มข้นและปริมาตรของสารละลายไทโอยูเรีย และระยะเวลาในการสกัดทองคำ เพื่อให้ได้สภาวะที่เหมาะสมในการสกัดทองคำให้มีประสิทธิภาพที่สุด ดังนี้

3.6.1 ศึกษาขนาดของฟองน้ำ (PU foam) ในการดูดซับทองคำ

ตัดฟองน้ำขนาด 2.0x5.0x2.5, 2.0x6.0x2.5 และ 2.0x7.0x2.5 เซนติเมตร นำมาต้มด้วยสารละลาย 10% HCl ที่ร้อนจัด เป็นเวลา 20 นาที นำฟองน้ำมาล้างด้วยน้ำกลั่น จนมีความเป็นกลาง รีดน้ำออกจากฟองน้ำให้หมดแล้วนำไปผึ่งให้แห้งก่อนนำไปใช้งาน ทำการดูดซับสารละลายมาตรฐานทองคำความเข้มข้น 50 ppb นำไปผ่านกระบวนการตามวิธีวิเคราะห์หัวข้อ 3.5 ข้อ 4-10 และนำไปวิเคราะห์ปริมาณทองคำด้วยเครื่อง GF-AAS

3.6.2 ศึกษาระยะเวลาที่ฟองน้ำดูดซับทองคำ

ระยะเวลาในการเขย่าตัวอย่างเป็นกระบวนการที่ส่งผลให้ฟองน้ำสามารถดูดซับปริมาณทองคำได้แตกต่างกัน ดังนั้น จึงทำการศึกษาระยะเวลาที่ใช้ในการเขย่าตัวอย่างที่เวลา 1, 2 และ 3 ชั่วโมง ทำการดูดซับสารละลายมาตรฐานทองคำความเข้มข้น 50 ppb นำไปผ่านกระบวนการตามวิธีวิเคราะห์หัวข้อ 3.5 ข้อ 4-10 และนำไปวิเคราะห์ปริมาณทองคำด้วยเครื่อง GF-AAS

3.6.3 ศึกษาความเข้มข้นของสารละลายไทโอยูเรีย

ความเข้มข้นของสารละลายไทโอยูเรียมีผลต่อความสามารถในการสกัดทองคำที่ต่างกัน จึงทำการศึกษาความเข้มข้นของสารละลายไทโอยูเรียในการสกัดทองคำ ดังนี้ 0.5% w/v , 1.0% w/v และ 2.0% w/v เพื่อให้ได้ปริมาณทองคำออกจากฟองน้ำได้ดีที่สุด ฟองน้ำดูดซับสารละลายมาตรฐานทองคำความเข้มข้น 50 ppb นำไปผ่านกระบวนการตามวิธีวิเคราะห์หัวข้อ 3.5 ข้อ 4-10 และนำไปวิเคราะห์ปริมาณทองคำด้วยเครื่อง GF-AAS

3.6.4 ศึกษาปริมาตรของสารละลายไทโอยูเรีย

ในกระบวนการสกัดทองคำโดยใช้สารละลายไทโอยูเรีย ปริมาตรของสารละลายไทโอยูเรียที่ใช้ มีผลต่อการสกัดทองคำออกจากฟองน้ำ ปริมาตรสารละลายไทโอยูเรียที่ใช้ต้องท่วมฟองน้ำ เพื่อให้การสกัดทองคำออกมาได้มากที่สุด จึงศึกษาปริมาตรของสารละลายไทโอยูเรีย ดังนี้ 20 มิลลิลิตร และ 30 มิลลิลิตร ฟองน้ำดูดซับสารละลายมาตรฐานทองคำความเข้มข้น 50 ppb นำไปผ่านกระบวนการตามวิธีวิเคราะห์หัวข้อ 3.5 ข้อ 4-10 และนำไปวิเคราะห์ปริมาณทองคำด้วยเครื่อง GF-AAS

3.6.5 ศึกษาระยะเวลาในการสกัดทองคำ

ระยะเวลาที่ใช้ในการสกัดทองคำออกจากฟองน้ำที่ทำการศึกษา ได้แก่ 10, 20, 30 และ 40 นาที ฟองน้ำดูดซับสารละลายมาตรฐานทองคำความเข้มข้น 50 ppb นำไปผ่านกระบวนการตามวิธีวิเคราะห์หัวข้อ 3.5 ข้อ 4-10 และนำไปวิเคราะห์ปริมาณทองคำด้วยเครื่อง GF-AAS

3.7 การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ (method validation) โดยดำเนินการตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของวิธี ได้แก่ ความเป็นเส้นตรง (linearity) ความแม่นยำ (accuracy) ความเที่ยง (precision) ขีดจำกัดในการตรวจพบเชิงคุณภาพ (limit of detection, LOD) และขีดจำกัดของการวิเคราะห์เชิงปริมาณ (limit of quantitation, LOQ)

3.7.1 การทดสอบความเป็นเส้นตรง

การทดสอบความเป็นเส้นตรง (linearity) โดยวัดค่า absorbance ของสารละลายมาตรฐานทองคำที่ความเข้มข้น 10, 25, 50 และ 100 ไมโครกรัมต่อลิตร ความเข้มข้นละ 3 ซ้ำ ที่ผ่านกระบวนการเช่นเดียวกันกับการเตรียมสารละลายตัวอย่างหัวข้อ 3.5 ข้อ 4-10 นำค่า absorbance เฉลี่ย

ของแต่ละความเข้มข้นมาสร้างกราฟมาตรฐานแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง ความเข้มข้นของสารมาตรฐาน กับค่า absorbance คำนวณค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ (correlation determination, R^2) ควรมีค่า ไม่ต่ำกว่า 0.995

3.7.2 การทดสอบความแม่นยำ

การทดสอบความแม่นยำ (accuracy) ดำเนินการโดย วิเคราะห์วัสดุอ้างอิงมาตรฐาน แร่ทองคำ MA-2c จากประเทศแคนาดา ที่ผ่านกระบวนการเช่นเดียวกันกับการเตรียมสารละลายตัวอย่าง หัวข้อ 3.5 ข้อ 4-10 ด้วยเครื่อง GF-AAS จำนวน 10 ซ้ำ นำค่าความเข้มข้นที่วัดได้ไปคำนวณค่า % recovery ค่าที่ได้ต้องอยู่ในช่วงเกณฑ์ 70 – 125% ตาม AOAC (2002)

3.7.3 การทดสอบความเที่ยง

การทดสอบความเที่ยง (precision) โดยวิเคราะห์วัสดุอ้างอิงมาตรฐานแร่ทองคำ MA-2c จากประเทศแคนาดา ที่ผ่านกระบวนการเช่นเดียวกันกับการเตรียมสารละลายตัวอย่างหัวข้อ 3.5 ข้อ 1-10 และวัดหาปริมาณทองคำด้วยเครื่อง GF-AAS จำนวน 10 ซ้ำ ค่าความเข้มข้นของทองคำที่วิเคราะห์ได้ นำไปคำนวณค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (% RSD) ค่าที่ได้ต้องไม่มากกว่า 10%

3.7.4 การทดสอบขีดจำกัดของวิธีเชิงคุณภาพและขีดจำกัดการวัดเชิงปริมาณ

การหาขีดจำกัดของวิธีเชิงคุณภาพและขีดจำกัดการวัดเชิงปริมาณ มีขั้นตอนดังนี้

1) หาความเข้มข้นต่ำสุดของทองคำที่เครื่องมือจะสามารถวัดได้ (instrument detection limit, IDL หรือ LOD) เพื่อประมาณค่า detection limit โดยวิเคราะห์สารละลาย method blank ที่ผ่านกระบวนการเช่นเดียวกันกับการเตรียมสารละลายตัวอย่างหัวข้อ 3.5 ข้อ 4-10 จำนวน 10 ซ้ำ วัดค่าการดูดกลืนแสง ด้วยเครื่อง GF-AAS นำค่าความเข้มข้นที่วัดได้ไปคำนวณค่าเฉลี่ย (\bar{X}) ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน (standard deviations, SD) จากนั้นประมาณค่า IDL จากสมการ $LOD = \bar{X}_{blank} + 3SD$

2) หาค่า LOQ จากสมการ $LOQ = \bar{X}_{blank} + 10SD$ และทำการทวนสอบค่า LOQ โดยทำการ spiked สารละลายมาตรฐานทองคำตามความเข้มข้นที่คำนวณได้ลงในน้ำกลั่น จำนวน 10 ซ้ำ นำไปผ่านขั้นตอนกระบวนการเตรียมตัวอย่างหัวข้อ 3.5 ข้อ 1-10 วัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง GF-AAS ค่าความเข้มข้นที่วัดได้ นำไปคำนวณค่าเฉลี่ย (\bar{X}) ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (SD) และค่าความแปรปรวน (S^2)

3.8 การควบคุมคุณภาพในการวิเคราะห์ตัวอย่าง

การควบคุมคุณภาพวิธีวิเคราะห์ทองคำในตัวอย่างดินด้วยวิธี GF-AAS มีดังนี้

3.8.1 การวิเคราะห์ sample spike

ทำการวิเคราะห์ sample spike โดยเติมสารละลายมาตรฐานทองคำลงในตัวอย่างให้ได้ความเข้มข้นสุดท้าย 20 ไมโครกรัมต่อลิตร นำไปผ่านกระบวนการเตรียมสารละลายตัวอย่างหัวข้อ 3.5

ข้อ 1-10 และทำการวิเคราะห์หาปริมาณทองคำด้วยเครื่อง GF-AAS ผลวิเคราะห์ที่ได้นำไปคำนวณค่า % recovery เพื่อประเมินความแม่นยำของการวิเคราะห์

3.8.2 การวิเคราะห์วัสดุอ้างอิงมาตรฐานแร่ทองคำ MA-2c จากประเทศแคนาดา

ทำการวิเคราะห์วัสดุอ้างอิงมาตรฐานแร่ทองคำ MA-2c จากประเทศแคนาดา ที่ผ่านกระบวนการเช่นเดียวกันกับการเตรียมสารละลายตัวอย่างหัวข้อ 3.5 ข้อ 1-10 และทำการวิเคราะห์หาปริมาณทองคำด้วยเครื่อง GF-AAS จำนวน 5 ซ้ำ นำค่าความเข้มข้นที่วัดได้ไปคำนวณค่า % recovery ค่าที่ได้ต้องอยู่ในช่วงเกณฑ์ 70 – 125 ตาม AOAC (2002)

3.9 การวิเคราะห์ตัวอย่างดินและหิน

วิธีหาปริมาณทองคำโดยใช้สารละลายไทโอยูเรียที่ผ่านการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธี โดยใช้วัสดุอ้างอิงมาตรฐานแร่ทองคำ MA-2c จากประเทศแคนาดา นำไปวิเคราะห์ตัวอย่างดินและหิน จำนวน 14 ตัวอย่าง ผ่านกระบวนการเช่นเดียวกันกับการเตรียมสารละลายตัวอย่างหัวข้อ 3.5 ข้อ 1-10 และทำการวิเคราะห์หาปริมาณทองคำด้วยเครื่อง GF-AAS

บทที่ 4

ผลการดำเนินการ

ผลการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์หาปริมาณทองคำโดยใช้สารละลายไทโอยูเรียในการสกัด ได้แก่ ขนาดของฟองน้ำ ระยะเวลาในการดูดซับ ความเข้มข้นและปริมาตรของสารละลายไทโอยูเรีย ระยะเวลาในการสกัดทองคำ ผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ โดยตรวจสอบความเป็นเส้นตรง ทดสอบความแม่นยำ ความเที่ยง ชีตจำกัดของวิธีเชิงคุณภาพและขีดจำกัดการวัดเชิงปริมาณ มีดังนี้

4.1 ผลการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมของการวิเคราะห์หาปริมาณทองคำโดยใช้สารละลายไทโอยูเรีย

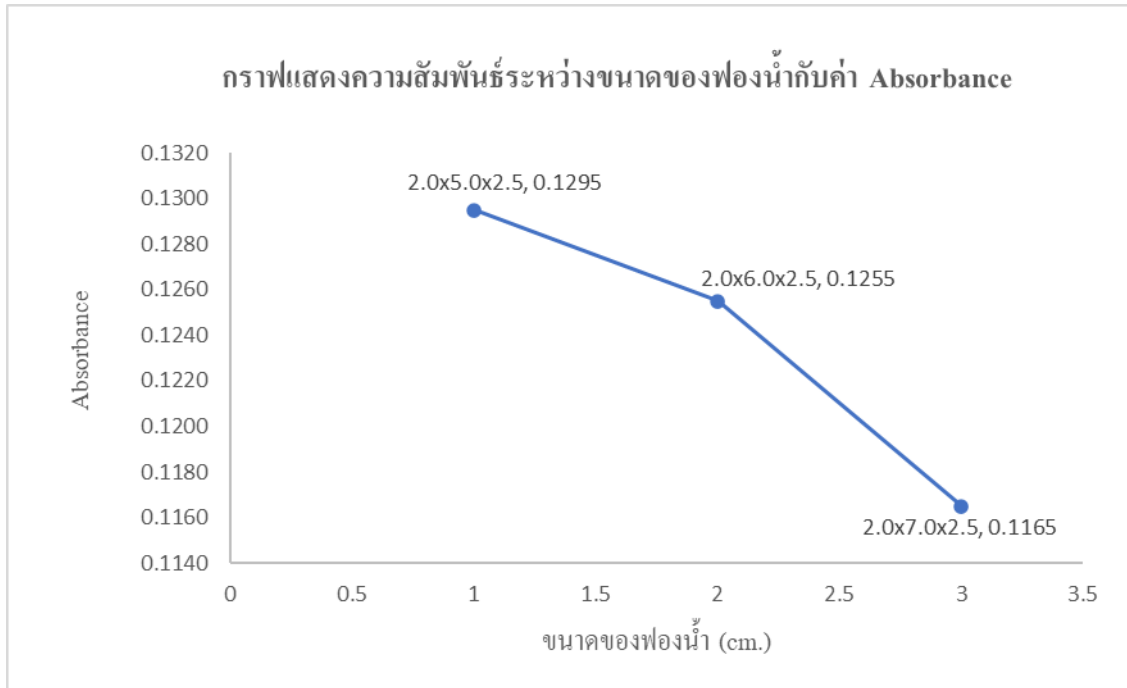
4.1.1 ผลการศึกษาขนาดของฟองน้ำ (PU foam) ในการดูดซับทองคำ

ขนาดของ PU foam ที่นำมาใช้ในการศึกษามี 3 ขนาด ได้แก่ 2.0x5.0x2.5 เซนติเมตร 2.0x6.0x2.5 เซนติเมตร และ 2.0x7.0x2.5 เซนติเมตร ผลการทดสอบได้ค่า Absorbance แสดงดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 ผลการศึกษาขนาดของฟองน้ำ (PU foam) ที่เหมาะสมในการดูดซับทองคำ

ขนาดของฟองน้ำ (cm.)	Absorbance
2.0x5.0x2.5	0.1295
2.0x6.0x2.5	0.1255
2.0x7.0x2.5	0.1165

จากตารางที่ 4.1 นำมาสร้างกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของฟองน้ำกับค่า Absorbance ผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 4.1



รูปที่ 4.1 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดของฟองน้ำกับค่า Absorbance

จากการศึกษาขนาดของฟองน้ำ (PU foam) ที่เหมาะสมในการดูดซับทองคำคือค่าที่ได้ Absorbance สูงสุด ผลวิเคราะห์พบว่า ฟองน้ำขนาด 2.0x5.0x2.5 เซนติเมตร สามารถใช้ดูดซับปริมาณทองคำได้ดีที่สุด

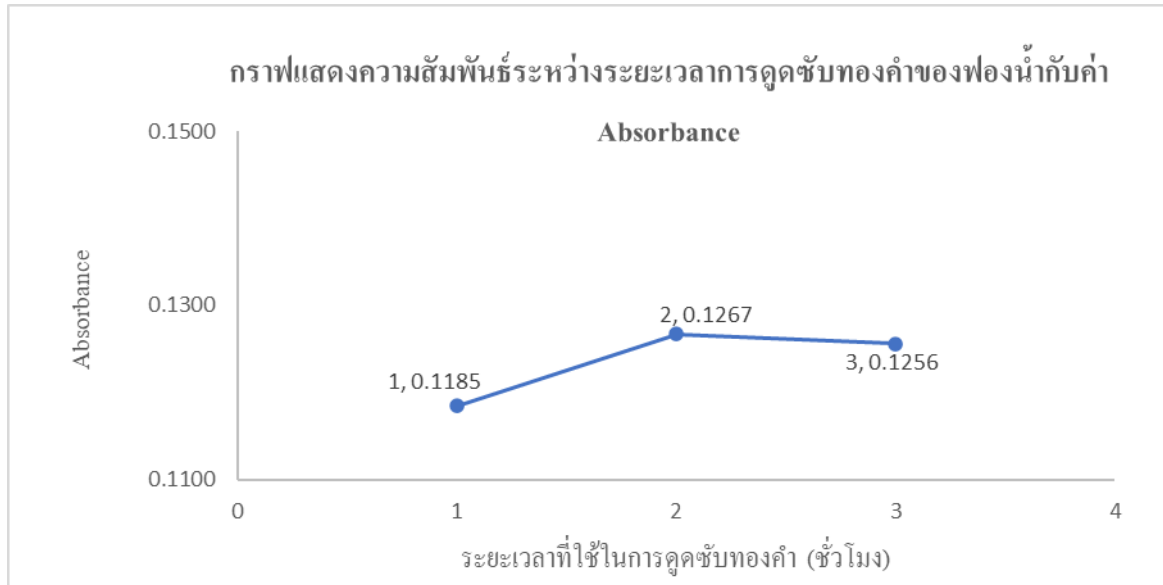
4.1.2 ผลการศึกษาระยะเวลาในการดูดซับทองคำ

ระยะเวลาที่ใช้ในการเขย่าตัวอย่างเพื่อศึกษาถึงระยะเวลาที่เหมาะสมในการดูดซับทองคำของฟองน้ำ ได้แก่ 1 ชั่วโมง 2 ชั่วโมง และ 3 ชั่วโมง ผลการทดสอบแสดงดังตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 ผลการศึกษาระยะเวลาที่เหมาะสมในการดูดซับทองคำของฟองน้ำ

ระยะเวลาการดูดซับทองคำของฟองน้ำ (ชั่วโมง)	Absorbance
1	0.1185
2	0.1267
3	0.1256

จากตารางที่ 4.2 นำมาสร้างกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างระยะเวลาการดูดซับทองคำของฟองน้ำกับค่า Absorbance ผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 4.2



รูปที่ 4.2 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างระยะเวลาการดูดซับทองคำของฟองน้ำกับค่า Absorbance

จากการศึกษาระยะเวลาที่เหมาะสมในการดูดซับทองคำของฟองน้ำ ผลวิเคราะห์พบว่าที่ระยะเวลา 2 ชั่วโมง ให้ค่า Absorbance สูงสุด แสดงว่าฟองน้ำสามารถดูดซับปริมาณทองคำได้ดีที่สุด

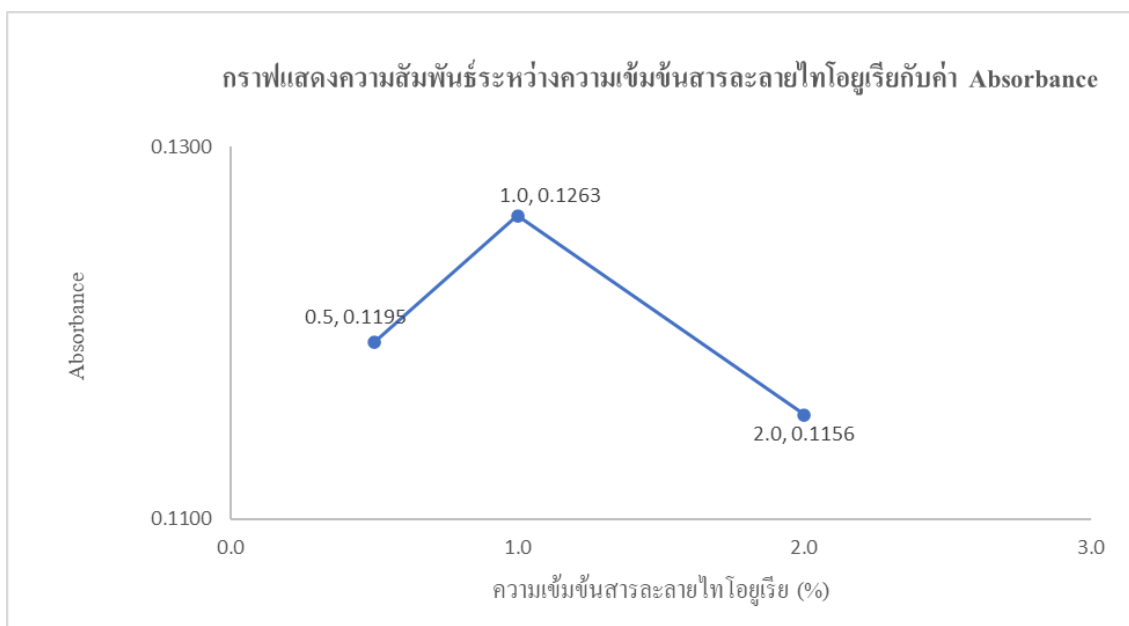
4.1.3 ผลการศึกษาความเข้มข้นของสารละลายไทโอยูเรีย

ผลการศึกษาความเข้มข้นของสารละลายไทโอยูเรียที่ใช้ในการสกัดทองคำจำนวน 3 ค่า ได้แก่ 0.5% w/v , 1.0% w/v และ 2.0% w/v ผลการทดสอบแสดงดังตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 ผลการศึกษาความเข้มข้นของสารละลายไทโอยูเรีย

ความเข้มข้นของสารละลายไทโอยูเรีย (% w/v)	Absorbance
0.5	0.1195
1.0	0.1263
2.0	0.1156

จากตารางที่ 4.3 นำมาสร้างกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายไทโอยูเรียกับค่า Absorbance ผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 4.3



รูปที่ 4.3 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นสารละลายไทโอยูเรียกับค่า Absorbance

จากการศึกษาความเข้มข้นของสารละลายไทโอยูเรียที่เหมาะสมในการสกัดทองคำ ผลการวิเคราะห์พบว่า ความเข้มข้นของสารละลายไทโอยูเรียที่ 1.0% w/v ค่า Absorbance มีค่าสูงสุด สามารถสกัดปริมาณทองคำออกจากฟองน้ำได้ดีที่สุด

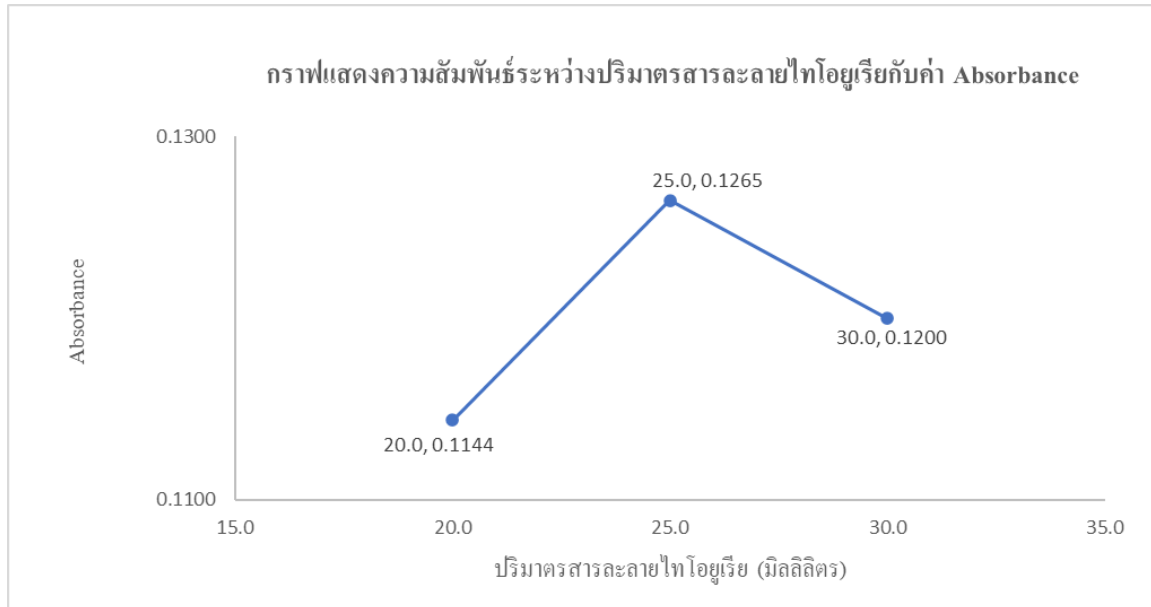
4.1.4 ผลการศึกษาปริมาตรของสารละลายไทโอยูเรีย

ปริมาตรสารละลายไทโอยูเรียที่ใช้ในการศึกษา ได้แก่ 20.0 มิลลิลิตร 25.0 มิลลิลิตร และ 30.0 มิลลิลิตร ผลการทดสอบแสดงดังตารางที่ 4.4

ตารางที่ 4.4 ผลการศึกษาปริมาตรที่เหมาะสมของสารละลายไทโอยูเรียในการสกัดทองคำ

ปริมาตรสารละลายไทโอยูเรีย (มิลลิลิตร)	Absorbance
20.0	0.1144
25.0	0.1265
30.0	0.1200

จากตารางที่ 4.4 นำมาสร้างกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาตรที่เหมาะสมของสารละลายไทโอยูเรียในการสกัดทองคำกับค่า Absorbance ผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 4.4



รูปที่ 4.4 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาตรสารละลายไทโอยูเรีย (มิลลิลิตร) กับค่า Absorbance

จากการศึกษาปริมาตรที่เหมาะสมของสารละลายไทโอยูเรียในการสกัดทองคำ ผลการวิเคราะห์พบว่าสารละลายไทโอยูเรียปริมาตร 25 มิลลิลิตร ได้ค่า Absorbance สูงสุด สามารถสกัดปริมาณทองคำออกจากฟองน้ำได้ดีที่สุด

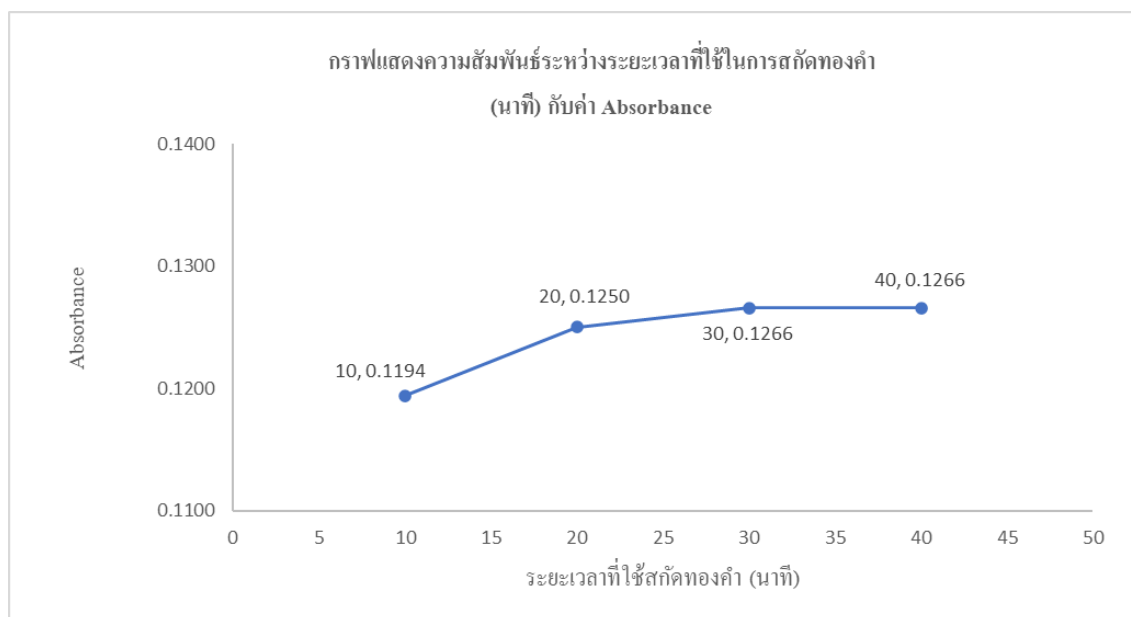
4.1.5 ผลการศึกษาระยะเวลาที่เหมาะสมในการสกัดทองคำ

ได้ศึกษาระยะเวลาที่ใช้ในการสกัดทองคำออกจากฟองน้ำ ได้แก่ 10 นาที 20 นาที 30 นาที และ 40 นาที ผลการทดสอบแสดงดังตารางที่ 4.5

ตารางที่ 4.5 ผลการศึกษาระยะเวลาที่เหมาะสมในการสกัดทองคำ

ระยะเวลาที่ใช้สกัดทองคำ (นาที)	Absorbance
10	0.1194
20	0.1250
30	0.1266
40	0.1266

จากตารางที่ 4.5 นำมาสร้างกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างระยะเวลาที่เหมาะสมในการสกัดทองคำกับค่า Absorbance ผลการทดสอบแสดงดังรูปที่ 4.5



รูปที่ 4.5 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างระยะเวลาที่ใช้ในการสกัดทองคำ (นาที) กับค่า Absorbance

จากการศึกษาระยะเวลาที่เหมาะสมในการสกัดทองคำผลการวิเคราะห์พบว่า การสกัดทองคำที่มากกว่าเวลา 30 นาที ค่าการดูดกลืนแสงเริ่มคงที่ ดังนั้นจึงเลือกเวลาในการสกัด 30 นาที

สรุปได้ว่า สภาวะที่เหมาะสมของการสกัดทองคำโดยใช้สารละลายไทโอยูเรีย แสดงดังตารางที่ 4.6

ตารางที่ 4.6 สรุปสภาวะที่เหมาะสมในการสกัดทองคำโดยใช้สารละลายไทโอยูเรีย

สภาวะ	ค่าที่ได้
ขนาดของฟองน้ำ	2.0x5.0x2.5 เซนติเมตร
ระยะเวลาที่ใช้ในการดูดซับทองคำ	2 ชั่วโมง
ความเข้มข้นของสารละลายไทโอยูเรีย	1.0% w/v
ปริมาตรของสารละลายไทโอยูเรีย	25 มิลลิลิตร
ระยะเวลาในการสกัดทองคำ	30 นาที

4.2 ผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์

การตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ทองคำด้วยเทคนิค Graphite Furnace - Atomic Absorption Spectrometry โดยทดสอบความเป็นเส้นตรง ความแม่นยำ และความเที่ยง และทดสอบขีดจำกัดของวิธีเชิงคุณภาพและขีดจำกัดการวัดเชิงปริมาณ ผลการดำเนินการ มีดังนี้

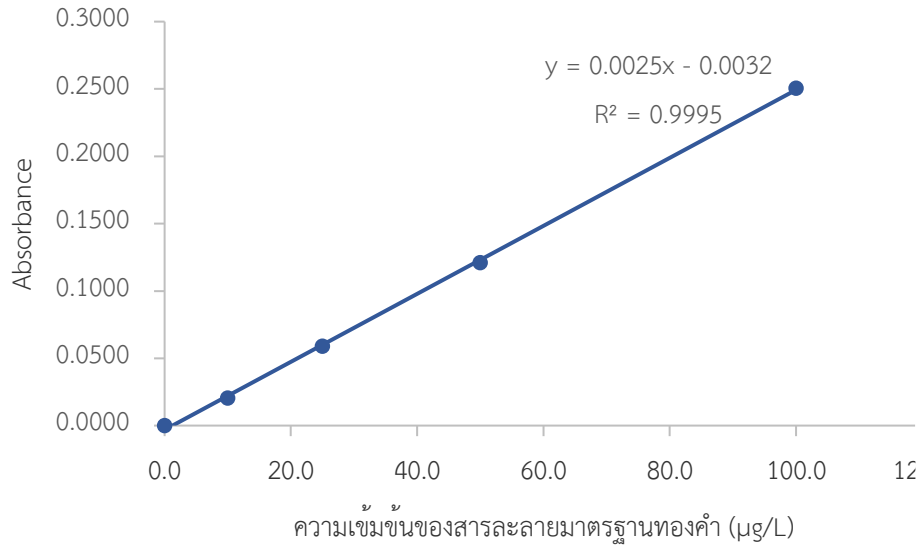
4.2.1 ผลการทดสอบความเป็นเส้นตรง

ผลการทดสอบความเป็นเส้นตรง โดยการวัดค่าการดูดกลืนแสง (absorbance) สารละลายมาตรฐานทองคำที่ความเข้มข้น 10, 25, 50 และ 100 ไมโครกรัมต่อลิตร ความเข้มข้นละ 3 ซ้ำ ผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 4.7

ตารางที่ 4.7 ผลการวัดค่าการดูดกลืนแสง (absorbance) ที่ระดับความเข้มข้นต่าง ๆ ของสารละลายมาตรฐานทองคำ โดยเทคนิค GF-AAS

ชนิด	ความเข้มข้นของ สารละลายมาตรฐาน ทองคำ ($\mu\text{g/L}$)	ค่าเฉลี่ยค่าการดูดกลืนแสง (absorbance)	R^2
Blank	0	0.0000	
Standard 1	10	0.0205	
Standard 2	25	0.0589	0.9995
Standard 3	50	0.1211	
Standard 6	100	0.2507	

นำผลการวิเคราะห์ที่ได้มาสร้างกราฟมาตรฐานแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานทองคำกับค่า absorbance แสดงในรูปที่ 4.6



รูปที่ 4.6 กราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานทองคำเพื่อทดสอบความเป็นเส้นตรง

จากรูปที่ 4.6 กราฟมาตรฐานแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานทองคำกับค่า absorbance พบว่ามีความเป็นเส้นตรงตลอดช่วงที่ทดสอบ โดยมีค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ (R^2) เท่ากับ 0.9995 แสดงว่ากราฟมาตรฐานสารละลายทองคำมีความเป็นเส้นตรง สามารถนำไปใช้ในการทดสอบได้ตลอดช่วงความเป็นเส้นตรงนั้น

4.2.2 ผลการทดสอบความแม่นยำ

ดำเนินการทดสอบความแม่นยำ (accuracy) ผลการดำเนินการทดสอบความแม่นยำ มีดังนี้ การวิเคราะห์หัตถ์วัสดุอ้างอิงรับรองหมายเลข MA-2c ที่มีค่าการรับรองเท่ากับ 3.02 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม จำนวน 7 ซ้ำ นำผลวิเคราะห์ที่ได้มาคำนวณหาค่า % relative accuracy ดังแสดงในตารางที่ 4.8

ตารางที่ 4.8 ผลวิเคราะห์และการคำนวณค่า % relative accuracy ของวัสดุอ้างอิงรับรอง

ครั้งที่	ความเข้มข้นของ MA-2c (mg/kg)	% relative accuracy
1	3.01	99.68
2	3.06	101.47
3	3.64	120.57
4	3.49	115.69
5	3.00	99.36
6	3.31	109.49
7	2.99	98.95
ค่าเฉลี่ย (\bar{X})	3.22	106.46
SD	0.27	
%RSD	8.32	
ค่าการรับรอง (mg/kg)	3.02	

จากผลการทดสอบความแม่นยำ (accuracy) พบว่า % relative accuracy มีค่าเท่ากับ 106.46% ซึ่งอยู่ในช่วงเกณฑ์ 70 - 125% ตาม AOAC (2002) แสดงว่าวิธีวิเคราะห์นี้มีความแม่นยำอยู่ในเกณฑ์การยอมรับ

4.2.3 ผลการทดสอบความเที่ยง

ผลการทดสอบความเที่ยง (precision) ดังนี้

จากการวิเคราะห์วัสดุอ้างอิงรับรอง MA-2c พบว่า ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (% RSD) เท่ากับ 8.32 ดังแสดงในตารางที่ 4.8 ซึ่งมีค่าไม่เกิน 10% แสดงให้เห็นว่าวิธีวิเคราะห์ มีความเที่ยงอยู่ในเกณฑ์การยอมรับ

4.2.4 ผลการทดสอบขีดจำกัดของวิธีเชิงคุณภาพและขีดจำกัดการวัดเชิงปริมาณ

ผลการทดสอบขีดจำกัดของวิธีเชิงคุณภาพและขีดจำกัดการวัดเชิงปริมาณ มีดังนี้

1) การหาค่าความเข้มข้นต่ำสุดของทองคำที่เครื่องมือสามารถวัดได้ (instrument detection limit, IDL) หรือ LOD (Limit of detection) โดยทดสอบด้วยสารละลาย method blank ผลการวิเคราะห์ ดังแสดงในตารางที่ 4.9

ตารางที่ 4.9 ผลวิเคราะห์ method blank เพื่อประมาณค่า IDL

ครั้งที่	ความเข้มข้นของค่าที่วัดได้ ($\mu\text{g/L}$)
1	0.0601
2	0.4836
3	1.065
4	0.5107
5	0.3368
6	1.336
7	1.916
ค่าเฉลี่ย (\bar{X})	0.8155
SD	0.6516
IDL (3SD)	1.9547
5IDL	9.7733

จากตารางที่ 4.9 ผลวิเคราะห์ method blank สามารถคำนวณหา LOD ได้จากสมการ
ดังนี้ต่อไปนี้

$$\begin{aligned} \text{LOD} &= \bar{X}_{\text{blank}} + 3\text{SD} \\ &= 2.7703 \end{aligned}$$

2) การวิเคราะห์หาค่า LOQ (Limit of quantitation) หาได้จากสมการ

$$\begin{aligned} \text{LOQ} &= \bar{X}_{\text{blank}} + 10\text{SD} \\ &= 6.516 \end{aligned}$$

การทวนสอบค่า LOQ ครั้งที่ 1 โดยการวิเคราะห์ sample spiked ที่ระดับความเข้มข้น
สารละลายมาตรฐานของค่าเท่ากับ LOQ หรือเท่ากับ 10 ไมโครกรัมต่อลิตร ผลวิเคราะห์ที่ได้นำมาคำนวณค่า
% recovery เพื่อประเมินความแม่นยำของการวิเคราะห์ ดังแสดงในตารางที่ 4.10

ตารางที่ 4.10 ผลการวิเคราะห์ sample spiked ที่เติมสารละลายมาตรฐานทองคำ 10 ไมโครกรัมต่อลิตร เพื่อทวนสอบ LOQ

ครั้งที่	ความเข้มข้นทองคำที่วัดได้ ($\mu\text{g/L}$)	% recovery
1	8.050	80.50
2	7.561	75.61
3	7.029	70.29
4	7.780	77.80
5	7.625	76.25
6	8.728	87.28
7	8.148	81.48
8	7.272	72.72
9	8.065	80.65
10	8.463	84.63

จากตารางผลการวิเคราะห์ sample spiked ที่เติมสารละลายมาตรฐานทองคำที่ระดับความเข้มข้น 10 ไมโครกรัมต่อลิตร มีค่า % recovery ระหว่าง 70.29 - 87.28% ซึ่งอยู่ในช่วงเกณฑ์ 70 - 125% ตาม AOAC (2002) แสดงว่าวิธีวิเคราะห์นี้มีความแม่นยำอยู่ในเกณฑ์การยอมรับ

4.3 ผลการควบคุมคุณภาพการวิเคราะห์

จากการวิเคราะห์ sample spike โดยเติมสารละลายมาตรฐานที่ระดับความเข้มข้น 20 ไมโครกรัมต่อลิตร นำผลการวิเคราะห์มาคำนวณค่า % recovery ผลการวิเคราะห์แสดงในตารางที่ 4.11 ตารางที่ 4.11 ผลวิเคราะห์และการคำนวณค่า % recovery ของ sample spike ที่ระดับความเข้มข้น 20 µg/L

ครั้งที่	ความเข้มข้นสารมาตรฐานทองคำที่เติม (µg/L)	ความเข้มข้นทองคำในตัวอย่าง sample spike (µg/L)	% recovery
1	20	15.21	76.05
2	20	15.52	77.60
3	20	14.76	73.80
4	20	15.68	78.40
5	20	15.03	75.15
6	20	14.75	73.75
7	20	15.03	75.15

จากตารางที่ 4.11 การคำนวณค่า % recovery ของ sample spike พบว่า sample spike มีค่า % recovery อยู่ในช่วง 73.75 – 78.40% ซึ่งอยู่ในช่วงเกณฑ์ 70 - 125% ตาม AOAC (2002) แสดงว่าวิธีวิเคราะห์นี้มีความแม่นยำอยู่ในเกณฑ์การยอมรับ

4.4 การเปรียบเทียบวิธีหาปริมาณทองคำ โดยวิธีเดิมด้วยการสกัดสารละลาย MIBK กับวิธีใหม่โดยการสกัดด้วยสารละลายไทโอยูเรีย

วิเคราะห์วัสดุอ้างอิงมาตรฐานแร่ทองคำ MA-2c จากประเทศแคนาดา ที่มีค่าการรับรองเท่ากับ 3.02 ไมโครกรัมต่อกรัม โดยใช้วิธีการสกัดด้วยตัวทำละลาย MIBK เปรียบเทียบกับวิธีใช้สารละลายไทโอยูเรีย จำนวน 7 ซ้ำ ผลการทดลองที่ได้แสดง ดังตารางที่ 4.12

ตารางที่ 4.12 ผลวิเคราะห์และการคำนวณค่า % relative accuracy ของวัสดุอ้างอิงมาตรฐานแร่ทองคำ MA-2c จากประเทศแคนาดา

ครั้งที่	ความเข้มข้นของ MA-2c ($\mu\text{g/g}$)	
	สกัดทองคำด้วยสารละลาย MIBK	สกัดทองคำด้วยสารละลายไทโอยูเรีย
1	3.29	3.01
2	3.17	3.06
3	2.99	3.64
4	2.72	3.49
5	3.13	3.00
6	3.01	3.31
7	2.68	2.99
ค่าเฉลี่ย (\bar{X})	3.00	3.22
SD	0.23	0.27
%RSD	7.58	8.32
ค่าการรับรอง ($\mu\text{g/g}$)	3.02	3.02
% relative accuracy	99.25	106.46

จากผลวิเคราะห์และการคำนวณค่า % relative accuracy ของวัสดุอ้างอิงมาตรฐานแร่ทองคำ MA-2c จากประเทศแคนาดา เพื่อเปรียบเทียบวิธีหาปริมาณทองคำ โดยการสกัดด้วยสารละลาย MIBK และสารละลายไทโอยูเรีย พบว่า % relative accuracy มีค่า 99.25 และ 106.46 ตามลำดับ ซึ่งอยู่ในเกณฑ์การยอมรับ

ผลการดำเนินการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์หาปริมาณทองคำโดยใช้สารละลายไทโอยูเรีย พบว่า มีความแม่นยำและความเที่ยงอยู่ในเกณฑ์การยอมรับ โดยการวิเคราะห์วัสดุอ้างอิงรับรอง MA-2c จากประเทศแคนาดา มีค่า % relative accuracy เท่ากับ 106.46 และการวิเคราะห์ sample spike มีค่า % recovery อยู่ในช่วง 73.75 – 78.40 แสดงให้เห็นว่าวิธีวิเคราะห์ทองคำโดยใช้สารละลายไทโอยูเรีย มีความถูกต้อง แม่นยำ รวดเร็ว และใช้สารอินทรีย์ปริมาณน้อย

ลดปริมาณสารที่เป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อม สามารถนำไปประยุกต์ใช้วิเคราะห์ปริมาณทองคำในตัวอย่างดินและหิน เป็นต้น

สรุปผลการเปรียบเทียบการสกัดทองคำด้วยสารละลาย MIBK และการสกัดทองคำด้วยสารละลายไทโอยูเรีย แสดงดังตารางที่ 4.13

ตารางที่ 4.13 ผลการเปรียบเทียบการสกัดทองคำด้วยสารละลาย MIBK และการสกัดทองคำด้วยสารละลายไทโอยูเรีย

	สกัดทองคำด้วยสารละลาย MIBK	สกัดทองคำด้วยสารละลายไทโอยูเรีย
ความถูกต้อง	อยู่ในเกณฑ์ยอมรับ	อยู่ในเกณฑ์ยอมรับ
ความแม่นยำ	อยู่ในเกณฑ์ยอมรับ	อยู่ในเกณฑ์ยอมรับ
ระยะเวลา	5 วัน/ 25 ตัวอย่าง	3 วัน/ 40 ตัวอย่าง
สารเคมี	ความเข้มข้นสูง ปริมาณมาก	ความเข้มข้นต่ำ ปริมาณน้อย
ราคาสารเคมี	300 บาท/ ตัวอย่าง	30 บาท/ ตัวอย่าง
ค่าใช้จ่าย	สูง	ต่ำ
เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม	น้อย	มาก

4.5 ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างดินและหิน

วิเคราะห์ปริมาณทองคำในตัวอย่างดินและหินจำนวน 14 ตัวอย่าง โดยใช้สภาวะที่เหมาะสมของการทดลองที่ได้พัฒนาขึ้น ได้แก่ ฟองน้ำขนาด 2.0x2.5x5.0 เซนติเมตร ระยะเวลาที่ใช้ในการดูดซับทองคำ 2 ชั่วโมง ความเข้มข้นของสารละลายไทโอยูเรีย 1% w/v ปริมาตรของสารละลายไทโอยูเรีย 25 มิลลิลิตร ระยะเวลาในการสกัดทองคำ 30 นาที ได้ผลการวิเคราะห์ตัวอย่าง แสดงในตารางที่ 4.14

ตารางที่ 4.14 ผลวิเคราะห์ทองคำ

ตัวอย่างที่	Au ($\mu\text{g}/\text{kg}$)
1	16.01
2	15.81
3	15.66
4	14.47
5	16.57
6	20.72
7	32.42
8	12.79
9	45.68
10	51.02
11	60.84
12	70.46
13	13.47
14	14.74

บทที่ 5

วิจารณ์และสรุปผล

การพัฒนาวิธีหาปริมาณทองคำโดยใช้สารละลายไทโอยูเรีย ดำเนินการย่อยสลายตัวอย่างด้วยกรดกัดทอง (aqua regia) แล้วใช้ฟองน้ำ (polyurethane foam, PU foam) เป็นตัวดูดซับทองคำ จากนั้นนำมาสกัดทองคำโดยใช้สารละลายไทโอยูเรีย และวิเคราะห์หาปริมาณทองคำด้วยเทคนิค Graphite Furnace - Atomic Absorption Spectrometry (GF-AAS) ได้ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการใช้สารละลายไทโอยูเรีย คือการดูดซับทองคำด้วยฟองน้ำ และการสกัดทองคำออกจากฟองน้ำโดยใช้สารละลายไทโอยูเรีย การศึกษาการดูดซับทองคำด้วยฟองน้ำ ศึกษาขนาดของฟองน้ำจำนวน 3 ขนาด ได้แก่ 2.0x5.0x2.5 เซนติเมตร 2.0x6.0x2.5 เซนติเมตร และ 2.0x7.0x2.5 เซนติเมตร และศึกษาระยะเวลาในการเขย่าเพื่อดูดซับทองคำให้ได้มากที่สุด โดยศึกษาระยะเวลา 1, 2 และ 3 ชั่วโมง พบว่า ฟองน้ำขนาด 2.0x5.0x2.5 เซนติเมตร และระยะเวลาในการเขย่า 2 ชั่วโมง มีค่า absorbance สูงสุด เป็นสภาวะที่ฟองน้ำสามารถดูดซับปริมาณทองคำได้ดีที่สุด การศึกษาการสกัดทองคำออกจากฟองน้ำโดยใช้สารละลายไทโอยูเรีย ศึกษาความเข้มข้นสารละลายไทโอยูเรียจำนวน 3 ค่า ได้แก่ 0.5% w/v, 1.0% w/v และ 2.0% w/v ศึกษาปริมาตรสารละลายไทโอยูเรียที่ใช้ในการละลายทองคำจำนวน 20 มิลลิลิตร 25 มิลลิลิตร และ 30 มิลลิลิตร และศึกษาระยะเวลาในการสกัดทองคำเป็นเวลา 10 นาที 20 นาที 30 นาที และ 40 นาที พบว่าสารละลายไทโอยูเรียที่ความเข้มข้น 1.0% w/v ปริมาตร 25 มิลลิลิตร ใช้ระยะเวลาในการสกัดทองคำ 30 นาที ได้ค่า absorbance สูงสุด เป็นสภาวะที่เหมาะสมสามารถสกัดทองคำออกจากฟองน้ำได้ดีที่สุด

ผลการตรวจสอบความใช้ได้ของวิธีวิเคราะห์ พบว่า ความสัมพันธ์เชิงเส้นของกราฟมาตรฐาน มีความเป็นเส้นตรงในช่วงความเข้มข้น 10 - 100 ไมโครกรัมต่อลิตร มีค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจเท่ากับ 0.9995 การประเมินความแม่นยำโดยใช้วัสดุอ้างอิงรับรองแร่ทองคำ MA-2c ประเทศแคนาดา พบว่า ค่า % relative accuracy เท่ากับ 106.46% อยู่ในเกณฑ์ 70 - 125% ตาม AOAC(2002) การตรวจสอบความเที่ยงได้ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานสัมพัทธ์ (%RSD) เท่ากับ 8.32% อยู่ในวงไม่เกิน 10% แสดงว่าวิธีวิเคราะห์นี้มีความแม่นยำและความเที่ยงอยู่ในเกณฑ์ยอมรับและค่าขีดจำกัดต่ำสุดในการตรวจพบของวิธีวิเคราะห์เท่ากับ 10 ไมโครกรัมต่อลิตร การควบคุมคุณภาพการวิเคราะห์ โดยการหาค่า % recovery จากการวิเคราะห์ sample spike ผลการทดสอบ พบว่า % recovery ของ slank spike ที่ได้อยู่ในช่วง 73.75 - 78.40% ซึ่งอยู่ในเกณฑ์ยอมรับตาม AOAC(2002) ผลวิเคราะห์ที่ได้มีความเที่ยงอยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้

ผลการเปรียบเทียบการหาปริมาณทองคำวิธีเดิมที่ใช้ในห้องปฏิบัติการคือสกัดด้วยสารละลาย MIBK และวิธีการสกัดด้วยสารละลายไทโอยูเรีย โดยใช้วิเคราะห์วัสดุอ้างอิงรับรองแร่ทองคำ MA-2c

จากประเทศแคนาดา วิเคราะห์หาปริมาณทองคำ พบว่า % relative accuracy มีค่า 99.25% และ 106.46% ตามลำดับ ซึ่งอยู่ในเกณฑ์การยอมรับ

จากวิธีการที่พัฒนาขึ้นสามารถประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์ตัวอย่างดินและหิน 14 ตัวอย่าง โดยใช้สภาวะที่เหมาะสมของการทดลองที่พัฒนาขึ้น และนำไปตรวจวัดหาปริมาณทองคำด้วยเครื่อง GF-AAS พบปริมาณทองคำอยู่ในช่วง 12.79-70.46%

วิธีหาปริมาณทองคำโดยใช้สารละลายไทโอยูเรียเป็นวิธีที่ใช้วิเคราะห์หาทองคำปริมาณน้อย มีความถูกต้อง แม่นยำ สามารถวิเคราะห์ตัวอย่างได้ในเวลาสั้น อีกทั้งสามารถวิเคราะห์ได้ง่าย มีต้นทุนในการวิเคราะห์ต่ำ และลดปริมาณสารที่เป็นอันตรายลงสู่สิ่งแวดล้อม เนื่องจากเป็นวิธีที่ใช้ปริมาณสารละลายอินทรีย์น้อย สามารถนำไปประยุกต์ใช้วิเคราะห์ปริมาณทองคำในตัวอย่างดินและหินได้อย่างมีประสิทธิภาพ

ข้อเสนอแนะ/แนวทาง

กรณีทองคำมีปริมาณสูงความเข้มข้นระดับ ppm หรือสูงกว่า สามารถวิเคราะห์หาปริมาณทองคำโดยใช้สารละลายไทโอยูเรีย โดยเตรียมสารละลายมาตรฐานทองคำความเข้มข้นระดับ ppm เพื่อสร้างกราฟมาตรฐาน แล้วนำไปวัดหาปริมาณทองคำด้วยเครื่อง Flame Atomic Absorption spectrometer

การพัฒนาวิธีหาปริมาณทองคำโดยใช้สารละลายไทโอยูเรียนี้ จำเป็นต้องเก็บรวบรวมผลการวิเคราะห์ที่ได้จากตัวอย่างทรัพยากรธรณีอื่น ๆ เพิ่มเติม แล้วจึงนำมาคำนวณผลทางสถิติก่อนนำมาใช้งานจริง เพื่อให้เกิดการพัฒนาวิธีหาปริมาณทองคำโดยใช้สารละลายไทโอยูเรีย ให้มีประสิทธิภาพมากยิ่งขึ้น

เอกสารอ้างอิง

- กรมทรัพยากรธรณี, 2544, เพิ่มภาพนิทรรศการทองคำ-ราชาแห่งโลหะ ในเอกสารการสัมมนา “ทองคำ มิติใหม่ของอุตสาหกรรมไทย”: กองเศรษฐกิจธรณีวิทยา ร่วมกับ กองเหมืองแร่ กองโลหกรรม กองสิ่งแวดล้อม และ กองการเจ้าหน้าที่, กรมทรัพยากรธรณี, หน้า 4.
- กรมอุตสาหกรรมพื้นฐานและการเหมืองแร่, 2563, ข้อมูลสถิติการผลิต การใช้ การนำเข้า และการส่งออกแร่ : กลุ่มสถิติและพัฒนาข้อมูล ศูนย์เทคโนโลยีสารสนเทศและการสื่อสาร กรมอุตสาหกรรมพื้นฐานและการเหมืองแร่, <http://www.dpim.go.th/>, 25 กุมภาพันธ์ 2563.
- กองการเหมืองแร่, 2544, การทำเหมืองแร่ทองคำ ในเอกสารการสัมมนา “ทองคำ มิติใหม่ของอุตสาหกรรมไทย” : กองเศรษฐกิจธรณีวิทยา ร่วมกับ กองการเหมืองแร่ กองโลหกรรม กองสิ่งแวดล้อม และ กองการเจ้าหน้าที่, กรมทรัพยากรธรณี, 15 หน้า.
- ชัยวัฒน์ เจนวาณิชย์, 2525, สารานุกรมธาตุ (พิมพ์ครั้งที่ 1) : กรุงเทพฯ, O.S. Printing House Co.,Ltd, 689 หน้า.
- ปราโมทย์ ภูพานทอง, 2544, การทำโลหะให้บริสุทธิ์ : ฝ่ายโลหกรรม กองโลหกรรม, กรมทรัพยากรธรณี, 4 หน้า.
- พงษ์เทพ จารุอาพรพรหม และ สันต์สุดา ไชยสิงห์, 2544, การจัดการสิ่งแวดล้อมในการทำเหมืองแร่ทองคำ ในเอกสารการสัมมนา “ทองคำ : มิติใหม่ของอุตสาหกรรมไทย” : กองเศรษฐกิจธรณีวิทยา ร่วมกับ กองการเหมืองแร่ กองโลหกรรม กองสิ่งแวดล้อม และ กองการเจ้าหน้าที่, กรมทรัพยากรธรณี, 17 หน้า.
- วีระ ต้นกุล, 2534, การวิเคราะห์หาปริมาณทองคำด้วยวิธี Atomic Absorption Spectrometry, กองวิเคราะห์และตรวจสอบทรัพยากรธรณี, กรมทรัพยากรธรณี, เข้าถึงได้จาก อินเทอร์เน็ต <http://library.dmr.go.th/elib/cgi-bin/opacexe.exe?op=mmvw&db=Main&skin=s&mmid=4281&bid=394>, 31 สิงหาคม 2566.
- อานนท์ นนทโส และจำลอง ปินดาวงค์, 2556, การสำรวจและประเมินเพื่อกำหนดเขตแหล่งแร่ทองคำ พื้นที่อำเภอทอง จังหวัดแพร่ พ.ศ. 2555 : กรุงเทพฯ สำนักทรัพยากรแร่, กรมทรัพยากรธรณี, 145 หน้า.
- อุมลชัย แพรสมบุรณ์, 2563, การพัฒนาวิธีการวิเคราะห์หาปริมาณธาตุทองคำด้วยเทคนิค Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry, กองวิเคราะห์และตรวจสอบทรัพยากรธรณี, กรมทรัพยากรธรณี, เข้าถึงได้จาก อินเทอร์เน็ต <http://library.dmr.go.th/elib/cgi-bin/opacexe.exe?op=mmvw&db=Main&skin=s&mmid=13624&bid=41114>, 31 สิงหาคม 2566.
- AOAC. (2002). *Appendix F: Guidelines for Standard Method Performance*. Retrieved from http://www.eoma.aoc.org/app_f.pdf
- Balaram V., R. Mathur, M. Satyanarayanan, S.S. Sawantm P.Roy, K.S.V. Subramanyam, C.T. Kamala, K.V.Anjaiah, S.L. Ramesh and B. Dasaram, 2012, A Rapid Method for the Determination of Gold in Rocks, Ores and Other Geological Materials by F-AAS and GF-AAF after Separation and Preconcentration by DIBK Extraction for Prospecting Studies., *Mapan - J. Metrol. Soc. India*, Vol 27(2), p.87-95.
- Hirotooshi S. and J. UEDA, 2000, Determination of Gold by Graphite Furnace Atomic Atomic Absorption Spectrometry after Coprecipitation with Nickel Diethyldithiocarbamate, *Anal. Sci.*, Vol.16, p.1089-1090.
- Juvonen R. and E. Kontas, 1999, Comparison of three analytical methods in the determination of gold in six Finnish gold ores, including a study on sample preparation and sampling, *J. Geochem Explor*, Vol.65, p.219-229.
- M.S. EL-SHAHAWI et al., 2009, Development of an Analytical Method for trace gold in aqueous solution using polyurethane foam sorbents : Kinetic and thermodynamic characteristic of gold (III) sorption.
- PerkinElmer User's guide (1998 - 2000).

- Tang et al., 2020, Gold determination in soil by ICP-MS : comparison of sample pretreatment method. Journal of Analytical Science and Technology.
- Xiaodan T., B. Li, J. Lu, H. Liu and Y. Zhao, 2020, Gold determination in soil by ICP-MS: comparison of sample pretreatment methods, J Anal Sci Technol.
- Yaset R.R., O. Miguel, R. Borroto, J. M. Garcia, J.B. Torre, I.V. Rodriguez and L.P. Rivero, 2018, Determination of Gold in Geological Samples Combining the Fire Assay and Ultraviolet Spectrometry Techniques., J. Sci. Res., Vol.6(1), p.27-33.

ภาคผนวก ก

วัสดุอ้างอิงรับรอง

**CCRMP**

Canadian Certified Reference Materials Project

CANMET Mining and Mineral Sciences Laboratories
 555 Booth Street, Ottawa, Ontario, Canada K1A 0G1
 Tel.: (613) 995-4738, Fax: (613) 943-0573
 E-mail: ccrmp@nrcan.gc.ca
www.ccrmp.ca

PCMRC

Projet canadien de matériaux de référence certifiés

Laboratoires des mines et des sciences minérales de CANMET
 555, rue Booth, Ottawa (Ontario) Canada K1A 0G1
 Tél. : (613) 995-4738, Téléc. : (613) 943-0573
 Courriel : pcmrc@nrcan.gc.ca
www.pcmrc.ca

Certificate of Analysis

First issued: July 2000

Version: December 2007

MA-2c

Gold Ore

Table 1 - Certified value for gold and provisional value for silver

Element	Ag (µg/g)	Au (µg/g)
Mean	0.51	3.02
Within-laboratory standard deviation	0.07	0.14
Between-laboratories standard deviation	0.13	0.13
95% confidence interval	± 0.10	± 0.06
Status	provisional	certified

Informational values are in table 2 on page 4

Source

The raw material for MA-2c was donated by Kinross Gold from its operation in Kirkland Lake, Ontario.

Description

MA-2c is the fourth generation in a series with predecessors, MA-2, MA-2a and MA-2b, which are no longer available. The deposits of the area are known to contain electrum in a relatively simple siliceous ore.

Intended Use

MA-2c is suitable for analysis of gold, silver, majors, minors, and trace elements in gold ores. Examples of intended use are: for quality control in the analysis of samples of a similar type, method development, arbitration and the calibration of equipment.

Instructions for Use

The assigned values pertain to the date when issued. CCRMP is not responsible for changes occurring after receipt by the user. MA-2c should be used "as is". The contents of the bottle should be thoroughly mixed before taking samples.

Method of Preparation

The raw material was dried, crushed, ground and sieved to produce a product with a mesh size of less than 75 µm. After blending, the material was bottled in 400-g units. This is the only size available.

State of Homogeneity

A homogeneity assessment for gold was performed by an independent laboratory on 30-g samples using instrumental neutron activation analysis. Thirty gram samples were analysed for silver using fire assay with lead collection and determination by atomic absorption spectroscopy. A one-way analysis of variance technique (ANOVA) was used to assess the homogeneity of gold and silver¹. The ratio of the between-bottle to within-bottle mean squares was compared to the F statistic at the 95% level of probability. No evidence of inhomogeneity was observed for gold or silver. Use of a smaller sub-sample will invalidate the use of the certified value and associated parameters. Further details are available in the certification report.

Method of Certification

Twenty industrial, commercial, and government laboratories participated in the 1998 interlaboratory certification program. Gold and silver were analysed by a variety of methods. A statistical analysis of the data yielded recommended values for gold, and a provisional value for silver. Informational values were derived from the mean of five results from up to six laboratories using one or more of instrumental neutron activation; acid digestion followed by atomic absorption spectroscopy, inductively coupled plasma - atomic emission spectroscopy, or inductively coupled plasma - mass spectrometry; fusion with lithium metaborate followed by x-ray fluorescence; and combustion methods. ANOVA was used to estimate the consensus value and other statistical parameters¹. Full details of all phases of the work, including statistical analysis, the methods and the names of the participants are contained in CCRMP Report 2000-2E.

Legal Notice

CCRMP has prepared this reference material and statistically evaluated the analytical data of the interlaboratory certification program to the best of its ability. The purchaser, by receipt hereof, releases and indemnifies CANMET-MMSL from and against all liability and costs arising out of the use of this material and information.

Certification History

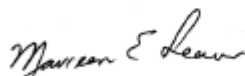
MA-2c was originally released in July 2000. This version of the certificate, the second, was issued due to the expiration of the first version, and contains no changes in the values.

Period of Validity

These certified values are valid until December 31, 2030. Updates will be made via the CCRMP web site.

Certifying Officers

Joseph Salley, Data Processor



Maureen E. Leaver, CCRMP Coordinator

For Further Information

The preparation and certification procedures used for MA-2c, including methods and values obtained by individual laboratories, are given in CCRMP Report 2000-2E. This report is available free of charge upon request to:

CCRMP
CANMET-MMSL (NRCan)
555 Booth Street
Ottawa, Ontario, Canada K1A 0G1
Telephone: (613) 995-4738
Facsimile: (613) 943-0573
E-mail: ccrmp@nrcan.gc.ca

Reference

1. Brownlee, K.A., *Statistical Theory and Methodology in Science and Engineering*; John-Wiley and Sons, Inc.; New York; 1960.

Table 2 – Informational values for the mean of up to six sets using a variety of methods

Analyte	Unit	Mean	SD
Al	%	6.70	0.29
As	µg/g	9.10	2.32
Ba	%	0.22	0.01
Be	µg/g	3.74	0.48
Bi	µg/g	0.66	0.05
C	%	1.78	0.07
Ca	%	4.76	0.05
Cd	µg/g	0.7	0.1
Ce	µg/g	141	2
Co	µg/g	25	2
Cr	µg/g	216	45
Cs	µg/g	9.09	0.73
Cu	µg/g	95	5
Dy	µg/g	5.16	0.05
Er	µg/g	2.26	0.02
Eu	µg/g	3.15	0.15
Fe	%	5.39	0.51
Ga	µg/g	17.62	0.48
Gd	µg/g	9.58	0.19
Hf	µg/g	5.40	0.14
Ho	µg/g	0.92	0.03
K	%	3.20	0.06
La	µg/g	61.49	8.48
Li	µg/g	27.71	1.94
Lu	µg/g	0.30	0.01
Mg	%	2.91	0.32
Mn	%	0.10	0.01
Mo	µg/g	14.3	1.4
Na	%	2.23	0.08
Nb	µg/g	6.52	0.13
Nd	µg/g	61.9	1.2
Ni	µg/g	64	8
P	%	0.24	0.02
Pb	µg/g	25	4
Pr	µg/g	16.26	0.20
Rb	µg/g	147	5
S	%	0.23	0.03
Sb	µg/g	3.31	0.20
Sc	µg/g	17.47	1.13
Si	%	24.40	0.20

Table 2 continued...

Analyte	Unit	Mean	SD
Sm	µg/g	12.0	0.4
Sr	µg/g	1471	16
Ta	µg/g	0.56	0.17
Tb	µg/g	1.10	0.13
Th	µg/g	9.2	2.6
Ti	%	0.40	0.02
Tl	µg/g	0.92	0.04
Tm	µg/g	0.30	0.02
U	µg/g	2.69	0.11
V	µg/g	155	29
W	µg/g	6.02	0.63
Y	µg/g	24.5	1.4
Yb	µg/g	2.00	0.09
Zn	µg/g	93	9
Zr	µg/g	211	38
LOI	%	7.55	0.04