

การสกัดดีบุกออกจากฮาร์ดเสดโดยการละลายด้วยกรดไฮโดรคลอริก



นางสาวสิริพร ทองบ่อ

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมโลหการ ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ

คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2553

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

EXTRACTION OF TIN FROM HARDHEAD BY HYDROCHLORIC ACID LEACHING



Miss Siriporn Thongbo

ศูนย์วิทยทรัพยากร
A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Engineering Program in Metallurgical Engineering
Department of Metallurgical Engineering

Faculty of Engineering

Chulalongkorn University

Academic Year 2010

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์

การสกัดดีบุกออกจากฮาร์ดสแควดโดยการละลายด้วยกรด
ไฮโดรคลอริก

โดย

นางสาวสิริพร ทองบ่อ

สาขาวิชา

วิศวกรรมโลหการ

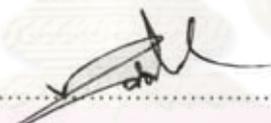
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

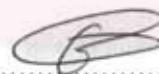
รองศาสตราจารย์ ชاکกร จารุพิสิษฐ

คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้หัวข้อวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วน
หนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาโทบัณฑิต


..... คณบดีคณะวิศวกรรมศาสตร์
(รองศาสตราจารย์ ดร.บุญสม เลิศนිරัณวงศ์)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์


..... ประธานกรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ดร.ประสงค์ ศรีเจริญชัย)


..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(รองศาสตราจารย์ ชاکกร จารุพิสิษฐ)


..... กรรมการ
(อาจารย์ ดร.มาวิน สุประดิษฐ์ ณ อยุธยา)


..... กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุมาลี วงศ์จันทร์)

ศิริพร ทองบ่อ : การสกัดดีบุกออกจากฮาร์ดเฮดโดยการละลายด้วยกรดไฮโดรคลอริก.
(EXTRACTION OF TIN FROM HARDHEAD BY HYDROCHLORIC ACID
LEACHING) อ. ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก: รศ. ชากร จารุพิสิษฐ, 74หน้า.

ฮาร์ดเฮดคือโลหะผสมดีบุก-เหล็กที่เกิดขึ้นในระหว่างกระบวนการถลุงแร่ดีบุกซึ่งถูก
หมุนเวียนในวงจรถลุง การสกัดดีบุกออกจากฮาร์ดเฮดโดยการละลายด้วยกรดไฮโดรคลอริก
สามารถแยกดีบุกออกจากเหล็กได้และไม่ต้องหมุนเวียนฮาร์ดเฮด ปัจจัยที่ใช้ในการละลาย
ได้แก่ อัตราเร็วในการกวนตั้งแต่ 200 ถึง 800 รอบต่อนาที อุณหภูมิตั้งแต่ 40 ถึง 70 องศา
เซลเซียส ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 1 ถึง 4 โมลาร์ น้ำหนักฮาร์ดเฮดต่อ
ปริมาตรสารละลาย 5 ถึง 20 กรัมต่อ 100 มิลลิลิตร ขนาดของฮาร์ดเฮดในช่วง -65 ถึง +200
และ -270 เมช และเวลาที่ใช้ในการละลายไม่เกิน 6 ชั่วโมง ดีบุกและเหล็กในฮาร์ดเฮดถูก
ละลายออกมาเป็นดีบุกคลอไรด์และเหล็กคลอไรด์ในสารละลาย สำหรับฮาร์ดเฮดที่มีดีบุก
46.31 เปอร์เซ็นต์ และเหล็ก 41.49 เปอร์เซ็นต์ ขนาดอนุภาค -270 เมช ดีบุกละลายออกมา
ได้หมด และ เหล็กละลายได้ 77.85 เปอร์เซ็นต์ในเวลา 6 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส
ความเข้มข้นของกรด 3 โมลาร์ และน้ำหนักฮาร์ดเฮดต่อปริมาตรสารละลาย 15 กรัมต่อ 100
มิลลิลิตร ในการแยกดีบุกออกจากสารละลายทำโดยการปรับ pH ของสารละลายด้วย
โซเดียมไฮดรอกไซด์ ที่ pH 3.0 สามารถแยกดีบุกได้ 97.68 เปอร์เซ็นต์ในรูปตะกอนดีบุกไฮดร
อกไซด์ ในขณะที่เหล็กยังคงอยู่ในสารละลาย

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ
สาขาวิชา วิศวกรรมโลหการ
ปีการศึกษา 2553

ลายมือชื่อนิสิต.....ศิริพร.....ทองบ่อ.....
ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก.....

5070701121: MAJOR METALLURGICAL ENGINEERING

KEYWORDS : HARDHEAD/TIN-IRON ALLOY/HYDROMETALLURGY/EXTRACTION/
PRECIPITATION

SIRIPORN THONGBO : EXTRACTION OF TIN FROM HARDHEAD BY
HYDROCHLORIC ACID LEACHING. THESIS ADVISOR: ASSOC. PROF.
CHARKORN JARUPISITTHORN, 74pp.

Hardhead is a tin-iron alloy formed during tin smelting process which is recycled in the smelting circuit. Extraction of tin from hardhead can be done by leaching with hydrochloric acid. The leaching parameters investigated are stirring rate of 200-800 rpm, temperatures of 40-70°C, HCl concentration of 1-4 M, hardhead/acid solution of 5-20 g/100ml, hardhead particle sizes in the range of -65 to +200 and -270 mesh and leaching time up to 6 hours. Tin and iron in hardhead dissolved in hydrochloric acid as tin chloride and iron chloride. For hardhead containing 46.31% Sn and 41.49% Fe with -270 mesh size, tin was completely leached out whereas 77.85% of Fe was extracted at 70°C, 3 M HCl, 15 g/100ml hardhead/acid solution within 6 hours. The separation of tin from the leached solution was done by pH adjustment with NaOH. At pH 3.0, 97.68% of tin was recovered as tin hydroxide precipitate while iron remained in the solution.

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

Department : Metallurgical Engineering
Field of Study : Metallurgical Engineering
Academic Year : 2010

Student's Signature ศิริพร ทองบ่อ
Advisor's Signature Charkorn Jarupisithorn

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยคำแนะนำและความช่วยเหลืออย่างดียิ่งของ รองศาสตราจารย์ ชاکกร จารุพิสิษฐธร อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ที่ให้แนวทาง รวมทั้งการวิเคราะห์ผลการทดลองและตรวจเล่มวิทยานิพนธ์ จนกระทั่งเสร็จสมบูรณ์ และขอขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ ดร.ประสงค์ ศรีเจริญชัย ประธานคณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ อาจารย์ ดร. มาวิน สุประดิษฐ์ ณ อยุธยา และผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุมาลี วงศ์จันทร์ กรรมการสอบวิทยานิพนธ์ ที่ได้สละเวลาเพื่อเป็นกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ รวมทั้งคณาจารย์และเจ้าหน้าที่ทุกท่านในภาควิชาวิศวกรรมโลหการที่ได้ให้คำแนะนำและความรู้ต่องานวิจัยฉบับนี้

ผู้เขียนขอขอบคุณภาควิชาวิศวกรรมโลหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย และบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ได้สนับสนุนค่าใช้จ่ายในการทำวิจัย ขอขอบคุณบริษัท ไทยแลนด์สเมลดึงแอนด์รีไฟนิ่ง จำกัด สำหรับตัวอย่างฮาร์ดเฮดพร้อมผลวิเคราะห์ทางเคมีรวมทั้งช่วยเหลือในการวิเคราะห์ตัวอย่างตะกอนดีบุกที่ได้จากการทดลอง

ทั้งนี้ผู้เขียนใคร่ขอขอบพระคุณครอบครัวและบุคคลรอบข้าง ซึ่งให้การสนับสนุนในด้านการเงินและกำลังใจ ทำให้สามารถฝ่าฟันปัญหาต่างๆ มาได้โดยตลอด

ศุภชัย ทรัพย์ยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ฌ
สารบัญภาพ.....	ฎ
คำอธิบายย่อ.....	ฏ
บทที่	
1. บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย.....	1
1.3 ขอบเขตของการวิจัย.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	2
2. ปรีทัศน์วรรณกรรม.....	3
2.1 ที่มาของฮาร์ดแฮด.....	3
2.2 กรรมวิธีจัดการฮาร์ดแฮด.....	6
2.3 ปฏิกริยาเคมีในการละลายฮาร์ดแฮดด้วยกรดไฮโดรคลอริก.....	7
2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	9
3. วิธีดำเนินการวิจัย.....	14
3.1 วัสดุ อุปกรณ์และสารเคมี.....	14
3.2 การตรวจวิเคราะห์ฮาร์ดแฮดและกากหลังละลาย.....	15
3.3 ขั้นตอนการละลายฮาร์ดแฮดด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก.....	15
3.4 ขั้นตอนการตกตะกอนดีบุกจากสารละลาย.....	15
3.5 การตรวจสอบกากฮาร์ดแฮดหลังผ่านการละลาย.....	16
3.6 วิธีดำเนินการวิจัย.....	16
4. ผลการทดลองและอภิปรายผล.....	21

บทที่	หน้า
4.1 ผลการตรวจสอบคุณลักษณะของฮาร์ดเฮดที่ใช้ในการทดลอง.....	21
4.2 ผลการละลายฮาร์ดเฮดด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก.....	24
4.3 ผลการตรวจสอบกากที่เหลือจากการละลายฮาร์ดเฮดด้วยสารละลาย กรดไฮโดรคลอริก.....	34
4.4 ผลการตกตะกอนดีบุก.....	34
5. สรุปผลการทดลอง.....	37
6. ข้อเสนอแนะ.....	38
รายการอ้างอิง.....	39
ภาคผนวก	
ภาคผนวก ก กระบวนการสกัดดีบุกออกจากฮาร์ดเฮด.....	41
ภาคผนวก ข ตัวอย่างการคำนวณ.....	43
ภาคผนวก ค ผลการละลายของดีบุกและเหล็กจากฮาร์ดเฮด วิเคราะห์โดยใช้เครื่อง Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission.....	50
ภาคผนวก ง ผลการคำนวณการตกตะกอนของดีบุกและเหล็กจากสารละลายโดยใช้ เครื่อง Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission.....	63
ภาคผนวก จ ผลการวิเคราะห์ส่วนประกอบทางเคมีด้วยเครื่อง Energy Dispersive X-ray Analyzer (EDX)	66
ภาคผนวก ฉ ผลการวิเคราะห์ส่วนประกอบทางเคมีด้วยเครื่อง X-ray Diffractometer (XRD).....	70
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์.....	74

สารบัญญัตราจ

ตารางที่		หน้า
2.1	ส่วนประกอบทางเคมีของฮาร์ดเฮด (เปอร์เซ็นต์)	5
3.1	สภาวะที่ใช้ในการทดลองเพื่อศึกษาผลจากอัตราเร็วในการกววน.....	17
3.2	สภาวะที่ใช้ในการทดลองเพื่อศึกษาผลของเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา.....	17
3.3	สภาวะที่ใช้ในการทดลองเพื่อศึกษาผลของความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก.....	18
3.4	สภาวะที่ใช้ในการทดลองเพื่อศึกษาผลของขนาดของฮาร์ดเฮด.....	18
3.5	สภาวะที่ใช้ในการทดลองเพื่อศึกษาผลของน้ำหนักฮาร์ดเฮดต่อปริมาตรสารละลาย.....	19
3.6	สภาวะที่ใช้ในการทดลองเพื่อศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการละลาย.....	19
3.7	สภาวะที่ใช้ในการทดลองเพื่อศึกษาผลของ pH ต่อการตกตะกอนดีบุกจากสารละลายด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์.....	20
4.1	ส่วนประกอบทางเคมีของฮาร์ดเฮด.....	22
4.2	ปริมาณการละลายของดีบุกและเหล็กที่อัตราเร็วในการกววนต่างๆ โดยใช้ น้ำหนักฮาร์ดเฮด 5 กรัม ขนาดของฮาร์ดเฮด -270 เมช ปริมาตรสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 100 มิลลิลิตร ความเข้มข้น 1 โมลาร์ อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส และเวลา 2 ชั่วโมง.....	24
4.3	ปริมาณการละลายของดีบุกและเหล็กที่เวลาในการทำปฏิกิริยาต่างๆ โดยใช้ น้ำหนักฮาร์ดเฮด 5 กรัม ขนาดของฮาร์ดเฮด -270 เมช ปริมาตรสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 100 มิลลิลิตร ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 1 โมลาร์ อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสและอัตราเร็วในการกววน 800 รอบต่อนาที....	27
4.4	ปริมาณการละลายของดีบุกและเหล็กที่ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกต่างๆ โดยใช้ น้ำหนักฮาร์ดเฮด 5 กรัม ขนาดของฮาร์ดเฮด -270 เมช ปริมาตรสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 100 มิลลิลิตร เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา 6 ชั่วโมงอุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสและอัตราเร็วในการกววน 800 รอบต่อนาที.....	29

สารบัญตาราง (ต่อ)

ตารางที่		หน้า
4.5	ปริมาณการละลายของดีบุกและเหล็กที่ขนาดของฮาร์ดเสดต่างๆ โดยใช้ น้ำหนักฮาร์ดเสด 5 กรัม ปริมาตรสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 100 มิลลิลิตร ความเข้มข้น 3 โมลาร์ เวลา 6 ชั่วโมงและอัตราเร็วในการกรวน 800 รอบต่อนาที	30
4.6	ปริมาณการละลายของดีบุกและเหล็กที่น้ำหนักของฮาร์ดเสดต่อปริมาตร สารละลายต่างๆ โดยใช้เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา 6 ชั่วโมงขนาดของฮาร์ด เสด -270 เมช ปริมาตรสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 100 มิลลิลิตร ความ เข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 3 โมลาร์ อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส และอัตราเร็วในการกรวน 800 รอบต่อนาที.....	31
4.7	ปริมาณการละลายของดีบุกและเหล็กที่อุณหภูมิต่างๆ โดยใช้ฮาร์ดเสด ขนาด - 270 เมช จำนวน 15 กรัม ปริมาตรสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 100 มิลลิลิตร ความเข้มข้น 3 โมลาร์ เวลา 6 ชั่วโมง และอัตราเร็วในการกรวน 800 รอบต่อนาที	33
4.8	ส่วนประกอบทางเคมีของตะกอนที่ได้จากการตกตะกอนดีบุกจากสารละลายที่ ค่า pH ต่างๆ.....	36
ค-1-1	ตารางแสดงผลการละลายดีบุกและเหล็กจากฮาร์ดเสดที่อัตราเร็วในการกรวน สารละลายต่างๆ.....	52
ค-2-1	ตารางแสดงผลการละลายดีบุกและเหล็กจากฮาร์ดเสดที่เวลาต่างๆ ในการทำ ปฏิกิริยา.....	54
ค-3-1	ตารางแสดงผลการละลายดีบุกและเหล็กจากฮาร์ดเสดที่ความเข้มข้นต่างๆ ของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก.....	56
ค-4-1	ตารางแสดงผลการละลายดีบุกและเหล็กจากฮาร์ดเสดที่ขนาดของฮาร์ดเสด ต่างๆ.....	58
ค-5-1	ตารางแสดงผลการละลายดีบุกและเหล็กจากฮาร์ดเสดที่น้ำหนักฮาร์ดเสดต่อ ปริมาตรสารละลายต่างๆ.....	60
ค-6-1	ตารางแสดงผลการละลายดีบุกและเหล็กจากฮาร์ดเสดที่อุณหภูมิต่างๆ.....	62
ง-1	ตารางแสดงผลการตกตะกอนของดีบุกจากสารละลายที่ pH ต่างๆ.....	64
ง-2	ตารางแสดงผลการตกตะกอนของเหล็กจากสารละลายที่ pH ต่างๆ.....	65

สารบัญรูป

รูปที่		หน้า
2.1	แผนผังกรรมวิธีถลุงแร่ดีบุกเกรดสูง (กรรมวิธีถลุงแบบสองขั้น).....	4
2.2	แผนภูมิสมมูลของเฟสระหว่างเหล็ก-ดีบุก.....	5
2.3	Ferrosilicon process ใช้แยกดีบุกออกจากฮาร์ดเฮด.....	7
2.4	แผนภาพ Pourbaix ของดีบุก-น้ำ ที่ 25 องศาเซลเซียส.....	8
2.5	แผนภาพ Pourbaix ของเหล็ก-น้ำ ที่ 25 องศาเซลเซียส.....	9
2.6	ผลของค่า pH ต่อการนำกลับดีบุกในรูปแบบ hydrated tin oxide (SnO ₂ .xH ₂ O).....	10
2.7	เปอร์เซ็นต์การละลายของโลหะจาก zinc solder dross โดยใช้สารละลายกรดซัลฟูริก.....	11
2.8	ผลของ pH ในการตกตะกอน stannic acid.....	12
4.1	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดของฮาร์ดเฮดที่ใช้ในการทดลอง กำลังขยาย 100 เท่า.....	21
4.2	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดในโหมด back scatter electron ของภาคตัดขวางของฮาร์ดเฮดที่ใช้ในการทดลอง กำลังขยาย 160 เท่า	22
4.3	ส่วนประกอบทางเคมีของฮาร์ดเฮดที่ตำแหน่ง spectrum 1 (เฟสสีขาว).....	23
4.4	ส่วนประกอบทางเคมีของฮาร์ดเฮดที่ตำแหน่ง spectrum 2 (เฟสสีเทา).....	23
4.5	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดในโหมด back scatter electron ของภาคตัดขวางของฮาร์ดเฮดที่ใช้ในการทดลอง กำลังขยาย 900 เท่า	24
4.6	ผลของอัตราเร็วในการกวนสารละลายต่อเปอร์เซ็นต์การละลายของดีบุกและเหล็ก (น้ำหนักฮาร์ดเฮด 5 กรัม ขนาดของฮาร์ดเฮด -270 เมช ปริมาตรสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 100 มิลลิลิตร ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 1 โมลาร์ อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสและเวลา 2 ชั่วโมง).....	25
4.7	ผลของเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาต่อเปอร์เซ็นต์การละลายของดีบุกและเหล็ก (น้ำหนักฮาร์ดเฮด 5 กรัม ขนาดของฮาร์ดเฮด -270 เมช ปริมาตรสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 100 มิลลิลิตร ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 1 โมลาร์ อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสและอัตราเร็วในการกวน 800 รอบต่อ นาที).....	28

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
4.8	ผลของความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกต่อเปอร์เซ็นต์การละลายของดีบุกและเหล็ก (น้ำหนักฮาร์ดเฮด 5 กรัม ขนาดของฮาร์ดเฮด -270 เมช ปริมาตรสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 100 มิลลิลิตร เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา 6 ชั่วโมง อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสและอัตราเร็วในการกวน 800 รอบต่อนาที).....	29
4.9	ผลของน้ำหนักของฮาร์ดเฮดต่อปริมาตรสารละลายต่อเปอร์เซ็นต์การละลายของดีบุกและเหล็ก (ขนาดของฮาร์ดเฮด -270 เมช ปริมาตรสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 100 มิลลิลิตร ความเข้มข้น 3 โมลาร์ อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เวลาที่ใช้ 6 ชั่วโมงและอัตราเร็วในการกวน 800 รอบต่อนาที).....	32
4.10	ผลของอุณหภูมิต่อเปอร์เซ็นต์การละลายของดีบุกและเหล็ก (ฮาร์ดเฮดขนาด -270 เมช จำนวน 15 กรัม ปริมาตรสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 100 มิลลิลิตร ความเข้มข้น 3 โมลาร์ เวลา 6 ชั่วโมง และอัตราเร็วในการกวน 800 รอบต่อ นาที).....	33
4.11	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดของกากของแข็งที่เหลือจากการละลายด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก (สภาวะการทดลอง: น้ำหนักฮาร์ดเฮด 5 กรัม ขนาดของฮาร์ดเฮด -270 เมช ปริมาตรสารละลายไฮโดรคลอริก 100 มิลลิลิตร ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 1 โมลาร์ อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เวลา 2 ชั่วโมงและอัตราเร็วในการกวน 800 รอบต่อ นาที).....	34
4.12	ผลของ pH ต่อเปอร์เซ็นต์การตกตะกอนของดีบุกจากสารละลาย.....	35
ก-1	กระบวนการสกัดดีบุกออกจากฮาร์ดเฮดโดยการละลายด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกและตกตะกอนเป็นดีบุกไฮดรอกไซด์.....	42
จ-1	กากของฮาร์ดเฮดที่เหลือจากการละลาย ถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด (สภาวะการทดลอง: น้ำหนักฮาร์ดเฮด 5 กรัม ขนาดของฮาร์ดเฮด -270 เมช ปริมาตรสารละลายไฮโดรคลอริก 100 มิลลิลิตร ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 1 โมลาร์ อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เวลา 2 ชั่วโมงและอัตราเร็วในการกวน 800 รอบต่อนาที).....	67

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
จ-2	ส่วนประกอบทางเคมีของฮาร์ดเฮดที่ตำแหน่ง Spectrum 1.....	67
จ-3	ส่วนประกอบทางเคมีของฮาร์ดเฮดที่ตำแหน่ง Spectrum 2.....	68
จ-4	ตะกอนไฮดรอกไซด์ ถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด (สภาวะการทดลอง: ปรับ pH ของสารละลายไปที่ 2.4 ด้วยสารละลายไฮเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.1 โมลต่อลิตร ใช้อัตราเร็วในการกวาดสารละลาย 400 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิห้อง).....	69
จ-5	ส่วนประกอบทางเคมีของตะกอนไฮดรอกไซด์ที่ตำแหน่ง Spectrum 1.....	69
ฉ-1	ผลการตรวจสอบฮาร์ดเฮดที่ใช้ในการทดลอง.....	71
ฉ-2	ผลการตรวจสอบกากของแข็งที่เหลือจากการละลายฮาร์ดเฮดด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก.....	72
ฉ-3	ผลการตรวจสอบตะกอนไฮดรอกไซด์จากการตกตะกอนด้วยสารละลายไฮเดียมไฮดรอกไซด์.....	73

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ดีบุกเป็นโลหะพื้นฐานชนิดหนึ่งที่มีราคาแพงเมื่อเทียบกับโลหะพื้นฐานอื่นเช่น ทองแดง ตะกั่ว และสังกะสี เป็นโลหะที่มีการนำไปใช้ประโยชน์อย่างกว้างขวาง เช่น ใช้เคลือบบนแผ่นเหล็ก เพื่อผลิตเป็นแผ่นเหล็กกิลาส (tin plate) ใช้ผสมในโลหะทองแดงเป็นบรอนซ์และทองเหลือง ใช้ผลิตเป็นโลหะพิวเตอร์ โลหะรองรับเพลลาและใช้เจือในโลหะต่างๆ เช่นเหล็กหล่อ ไทเทเนียม โลหะดีบุกส่วนใหญ่ได้จากการถลุงแร่แคสซิเทอไรต์ ซึ่งอยู่ในรูป SnO_2 หั่วแร่ที่บ่อนเข้าสู่โรงถลุงมีหลายเกรดขึ้นอยู่กับปริมาณดีบุกในหั่วแร่ ได้แก่ หั่วแร่ดีบุกเกรดสูง เกรดปานกลางและเกรดต่ำ ซึ่งจะใช้กรรมวิธีที่แตกต่างกัน เพื่อให้สามารถสกัดดีบุกจากหั่วแร่ให้ได้มากที่สุด [1,2]

ในการถลุงหั่วแร่ดีบุกเกรดสูงนิยมใช้กรรมวิธีถลุงสองขั้น ประกอบด้วยการถลุงหั่วแร่ในขั้นแรก ซึ่งจะได้โลหะดีบุกที่ไม่บริสุทธิ์และสแลกที่มีดีบุกสูง ซึ่งจะต้องนำไปถลุงซ้ำในขั้นที่สอง เพื่อให้ได้สแลกที่มีดีบุกต่ำไม่เกิน 1% และจะได้โลหะผสมดีบุก-เหล็กหรือ ฮาร์ดเฮด (hardhead) ที่จะต้องหมุนเวียนกลับไปสู่ขั้นตอนการถลุงในขั้นแรก ทำให้สิ้นเปลืองพลังงานในการถลุงและกินพื้นที่ของเตาถลุง ทำให้กำลังการผลิตของเตาถลุง นอกจากการถลุงสแลกดีบุกให้ได้ฮาร์ดเฮดแล้ว อาจใช้กรรมวิธี sulfide fuming ในการถลุงสแลกดีบุก ซึ่งจะได้ฝุ่นดีบุกออกไซด์หมุนเวียนกลับเข้าสู่เตาถลุงแทนที่จะหมุนเวียนฮาร์ดเฮด แต่จะมีปัญหามลภาวะทางอากาศเนื่องจากมีก๊าซซัลเฟอร์ไดออกไซด์เกิดขึ้นในกระบวนการด้วย อีกวิธีหนึ่งคือการใช้ ferrosilicon process เพื่อแยกโลหะดีบุกออกจากฮาร์ดเฮด ทำให้ไม่ต้องหมุนเวียนฮาร์ดเฮด [1,2] แต่วิธีดังกล่าวเป็นวิธีที่ใช้ความร้อนสูงเช่นกัน

ในงานวิจัยนี้จะใช้เทคโนโลยีโลหวิทยาละลาย (hydrometallurgy) มาสกัดฮาร์ดเฮดเพื่อแยกดีบุกและเหล็กออกจากกันโดยใช้สารละลายที่เหมาะสมในการละลาย (leaching) ซึ่งเป็นกระบวนการที่ใช้อุณหภูมิต่ำ สิ้นเปลืองพลังงานน้อย จึงอาจใช้เป็นกรรมวิธีทางเลือกในการจัดการฮาร์ดเฮด โดยไม่ต้องหมุนเวียนกลับไปสู่กระบวนการถลุงในขั้นแรก โดยในงานวิจัยนี้จะทดลองละลายฮาร์ดเฮด ด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่สภาวะต่างๆ เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการสกัดดีบุกออกจากฮาร์ดเฮด

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1.2.1 เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการใช้สารละลายกรดไฮโดรคลอริกสกัดดีบุกจากฮาร์ดเฮด

1.2.2 เพื่อศึกษาผลของตัวแปรต่างๆ ได้แก่ อัตราเร็วในการกวน ขนาดของฮาร์ดเสด เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา น้ำหนักฮาร์ดเสดต่อปริมาตรสารละลาย อุณหภูมิของสารละลายและความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่มีต่ออัตราการละลายดีบุกออกจากฮาร์ดเสด

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

การวิจัยครั้งนี้เป็นการทดลองในระดับห้องปฏิบัติการเพื่อนำผลไปประยุกต์ใช้ในการสกัดดีบุกออกจากฮาร์ดเสด โดยทำการทดลองที่ห้องปฏิบัติการเคมี ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย โดยมีขอบเขตในการศึกษาดังนี้

1.3.1 ศึกษาผลของอัตราเร็วในการกวนที่ใช้กวนสารละลายตั้งแต่ 200 รอบต่อนาทีถึง 800 รอบต่อนาที

1.3.2 ศึกษาผลของเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา โดยในการทดลองจะเลือกใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาตั้งแต่ 30 นาที ถึง 6 ชั่วโมง

1.3.3 ศึกษาผลของความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกตั้งแต่ 1 โมลาร์ ถึง 4 โมลาร์

1.3.4 ศึกษาผลของน้ำหนักฮาร์ดเสดต่อปริมาตรสารละลายกรดไฮโดรคลอริกตั้งแต่ 5 กรัม/100 มิลลิลิตร ถึง 20 กรัม/100 มิลลิลิตร

1.3.5 ศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการละลาย โดยเริ่มทดลองตั้งแต่ 40 ถึงอุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.4.1 สามารถสกัดดีบุกจากฮาร์ดเสด โดยใช้สารละลายกรดไฮโดรคลอริกทำให้ไม่ต้องหมนเวียนฮาร์ดเสดเข้าสู่กระบวนการถลุงแร่ดีบุก

1.4.2 ทราบสภาวะที่เหมาะสมและอัตราการละลายดีบุกจากฮาร์ดเสดด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก

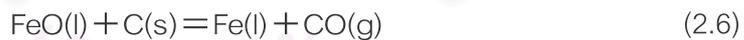
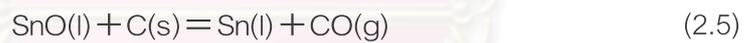
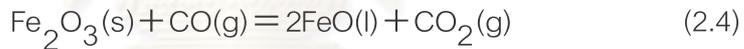
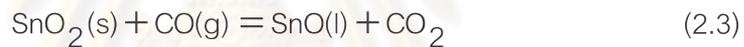
1.4.3 สามารถนำเอากระบวนการสกัดดีบุกจากฮาร์ดเสดด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกไปประยุกต์ใช้ในการผลิตจริง ซึ่งอาจช่วยลดพลังงานในการถลุง เพิ่มกำลังการผลิตของเตาถลุง และช่วยลดค่าใช้จ่ายในการถลุงแร่ดีบุก

บทที่ 2

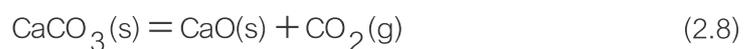
ปรีทัศน์วรรณกรรม

2.1 ที่มาของฮาร์ดแฮด

กระบวนการถลุงแร่ดีบุกจากแคสซิเทอไรต์ นิยมใช้กรรมวิธีถลุงสองขั้น ประกอบด้วยขั้นถลุงหัวแร่ และขั้นถลุงสแลก ในขั้นตอนแรกเริ่มต้นจากการผสมส่วนประกอบต่างๆ ได้แก่ หัวแร่ดีบุก ถ่านโค้ก หินปูน ผุนดีบุก และฮาร์ดแฮด จากนั้นจึงป้อนเข้าเตาถลุงและใช้อุณหภูมิในการถลุง 1250 ถึง 1350 °C ทำให้เกิดปฏิกิริยาเคมีระหว่างดีบุกออกไซด์ คาร์บอน และเหล็กออกไซด์ ดังต่อไปนี้

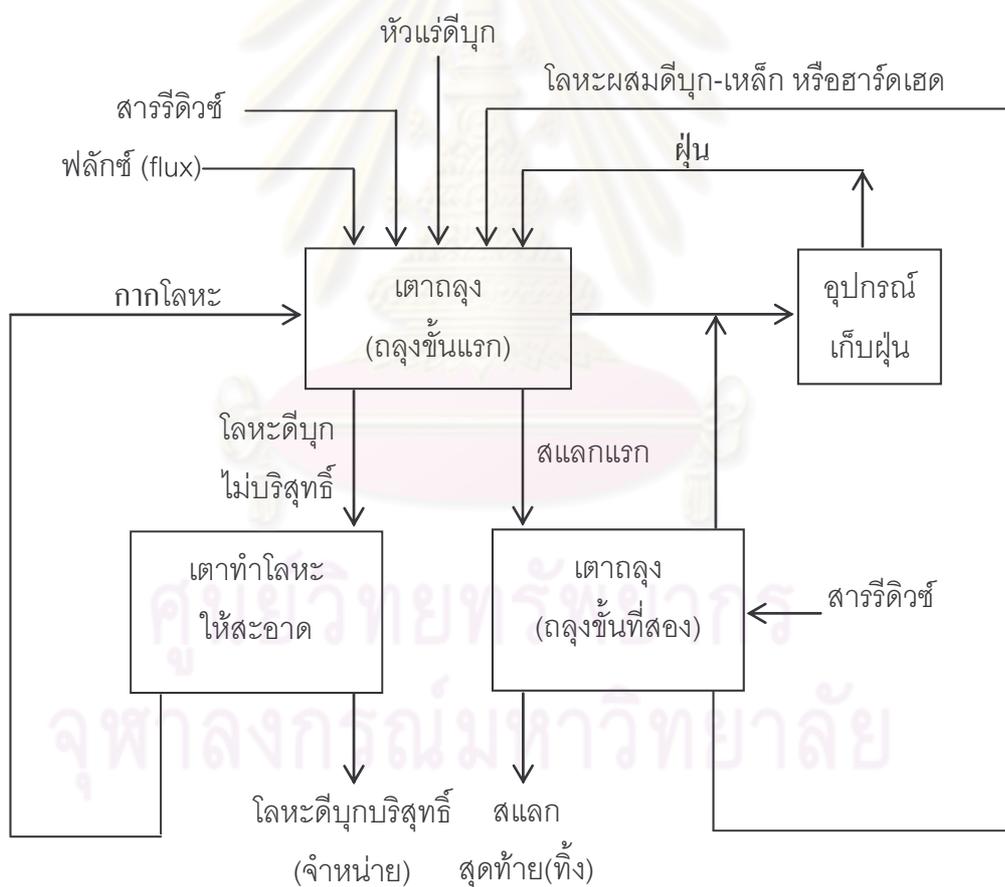


สำหรับหินปูนจะสลายตัวเป็นปูนขาว (CaO) ตามสมการ 2.8 และรวมตัวกับออกไซด์ต่างๆที่ไม่ถูกรีดิวซ์กลายเป็นสแลก

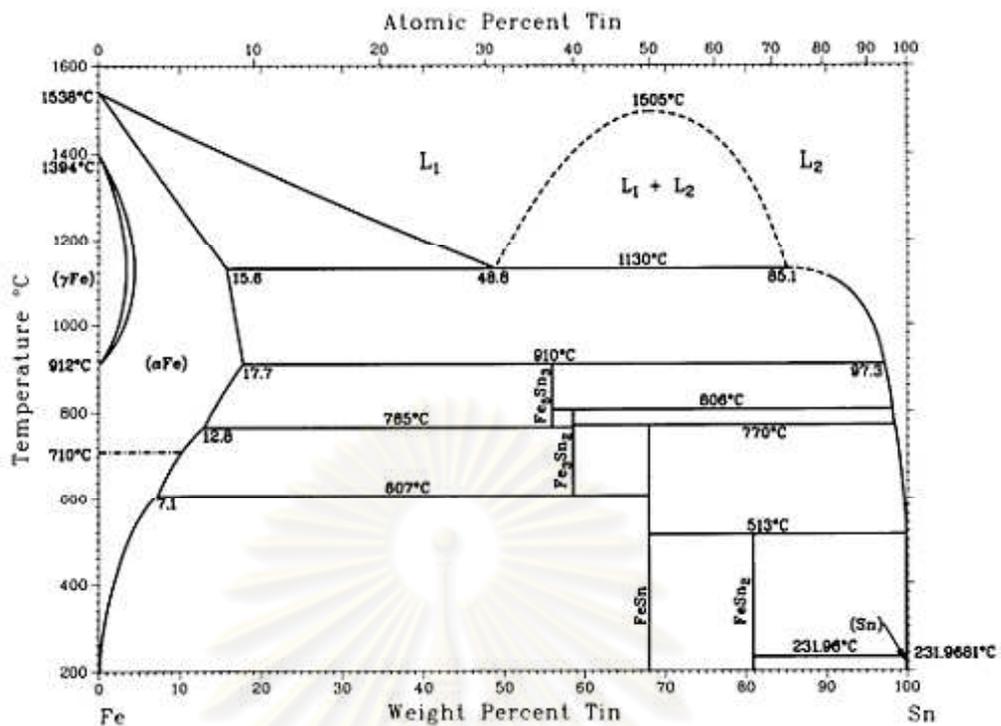


ทำให้ได้โลหะดีบุกไม่บริสุทธิ์และสแลกที่มีดีบุกปนอยู่สูงเรียกว่าสแลกแรก สแลกแรกนี้จะถูกถลุงซ้ำในขั้นตอนที่สองหรือขั้นถลุงสแลก โดยผสมให้เข้ากับสารรีดิวซ์ คือถ่านโค้ก แล้วนำไปถลุงในเตา

ถลุงให้ดีบุกออกไซด์และเหล็กออกไซด์ที่อยู่ในสแลกแรกถูกรีดิวซ์เป็นโลหะจนเหลือดีบุกในสแลกสุดท้ายไม่เกินหนึ่งเปอร์เซ็นต์ โลหะที่ได้จากการถลุงในขั้นตอนนี้จะเป็นโลหะผสมดีบุก-เหล็ก ที่เรียกว่าฮาร์ดเฮต ซึ่งจะถูกหมุนเวียนกลับเข้าสู่เตาถลุงใหม่ เนื่องจากไม่สามารถใช้ประโยชน์ได้ ปริมาณของฮาร์ดเฮตที่ต้องหมุนเวียนอาจมากถึง 8 เปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักแร่ดีบุกที่ป้อนเข้าเตาถลุง มีผลให้สูญเสียพลังงานในการถลุงแร่ดีบุกมากขึ้นและกินพื้นที่ของเตาถลุง รูปที่ 2.1 เป็นแผนผังกรรมวิธีถลุงแร่ดีบุกแบบสองขั้น รูปที่ 2.2 เป็นแผนภูมิสมดุลของเฟสระหว่างดีบุกกับเหล็ก ซึ่งชี้ว่าที่อุณหภูมิที่ใช้ในขั้นถลุงสแลกคือที่ประมาณ 1250 ถึง 1350 °C ฮาร์ดเฮตที่เกิดขึ้นจะอยู่ในช่วง miscibility gap โดยมี Fe อยู่ในช่วง 20-50 เปอร์เซ็นต์ และ Sn อยู่ในช่วง 50-80 เปอร์เซ็นต์ ตารางที่ 2.1 เป็นตัวอย่างส่วนประกอบทางเคมีของฮาร์ดเฮต ซึ่งมีดีบุก 71.54 เปอร์เซ็นต์ และเหล็ก 24.63 เปอร์เซ็นต์



รูปที่ 2.1 แผนผังกรรมวิธีถลุงแร่ดีบุกเกรดสูง (กรรมวิธีถลุงแบบสองขั้น)



รูปที่ 2.2 แผนภูมิสมดุลของเฟสระหว่างเหล็ก-ดีบุก [3]

ตารางที่ 2.1 ส่วนประกอบทางเคมีของฮาร์ดเฮด (เปอร์เซ็นต์) [4]

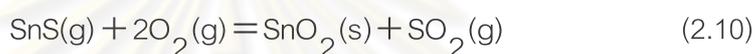
ธาตุ	ปริมาณ (เปอร์เซ็นต์)
Sn	71.94
Fe	24.63
Pb	0.010
Cu	0.021
Bi	0.009
As	0.008
Sb	0.0057
Co	0.0023
Ni	0.019
Zn	0.0002
Ag	0.0088
Cd	0.0001

2.2 กรรมวิธีจัดการซาร์ตเฮด

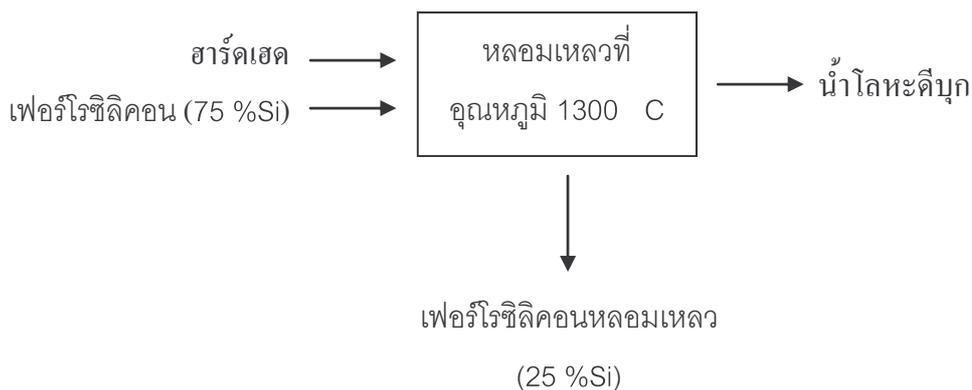
เพื่อไม่ให้ต้องหมุนเวียนซาร์ตเฮด โรงถลุงบางแห่งอาจเลือกใช้กรรมวิธี sulfide fuming โดยเฉพาะใช้กับสแลกดีบุกที่ได้จากการถลุงหัวแร่ดีบุกที่มีเหล็กปนอยู่สูง ในกรรมวิธี sulfide fuming อาศัยหลักที่ว่า ดีบุกซัลไฟด์มีความดันไอค่อนข้างสูง ดังนั้นถ้าเปลี่ยนดีบุกออกไซด์ในสแลกให้กลายเป็นดีบุกซัลไฟด์แล้ว จะได้ดีบุกซัลไฟด์เป็นไอออกมาดังสมการ



โดยปล่อยเหล็กให้เหลืออยู่ในสแลกสุดท้าย และทำให้ไอ SnS เปลี่ยนเป็นดีบุกออกไซด์โดยให้ทำปฏิกิริยากับอากาศ ดังสมการ



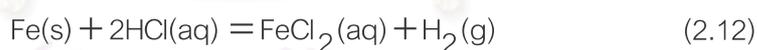
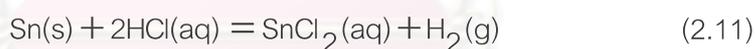
ใช้อุปกรณ์เก็บฝุ่นดักฝุ่นดีบุกออกไซด์ที่ได้ไว้เพื่อส่งเข้าเตาถลุงต่อไป จะเห็นว่าวิธีดังกล่าวนี้สามารถแยกเหล็กออกไปจากวงจรถลุงได้โดยไม่เกิดซาร์ตเฮด แต่มีปัญหาหมอกภาวะทางอากาศเนื่องจากก๊าซ SO_2 ที่เกิดขึ้นจากกระบวนการ อีกวิธีหนึ่งที่สามารถจัดการซาร์ตเฮดได้คือ Ferrosilicon process วิธีนี้จะหลอมซาร์ตเฮดกับเฟอร์โรซิลิคอนเกรด 75 %Si โดยใช้สัดส่วนของเฟอร์โรซิลิคอนต่อซาร์ตเฮดให้เหมาะสม กล่าวคือทำให้ได้เฟอร์โรซิลิคอนที่มีซิลิคอนอยู่ประมาณ 25% จะได้น้ำโลหะดีบุกแยกตัวออกมาเนื่องจากความสามารถในการละลายของดีบุกในเฟอร์โรซิลิคอน 25 %Si นี้ต่ำดังรูปที่ 2.3 แต่อาจจะมีสูญเสียดีบุกในเฟอร์โรซิลิคอน 25 %Si ได้ถึงร้อยละ 4 และเฟอร์โรซิลิคอน 75 %Si ที่ใช้ในกระบวนการมีราคาค่อนข้างแพง [2] การใช้กระบวนการโลหะวิทยาสามารถละลายในการสกัดดีบุกออกจากซาร์ตเฮดเพื่อแยกดีบุกและเหล็กออกจากกันโดยใช้สารละลายที่เหมาะสมในการละลายเป็นกระบวนการที่ใช้คุณสมบัติต่ำ สิ้นเปลืองพลังงานน้อยกว่า จึงอาจใช้เป็นกรรมวิธีทางเลือกในการจัดการซาร์ตเฮดได้



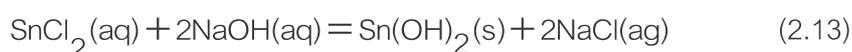
รูปที่ 2.3 Ferrosilicon process ใช้แยกดีบุกออกจากฮาร์ดเฮด

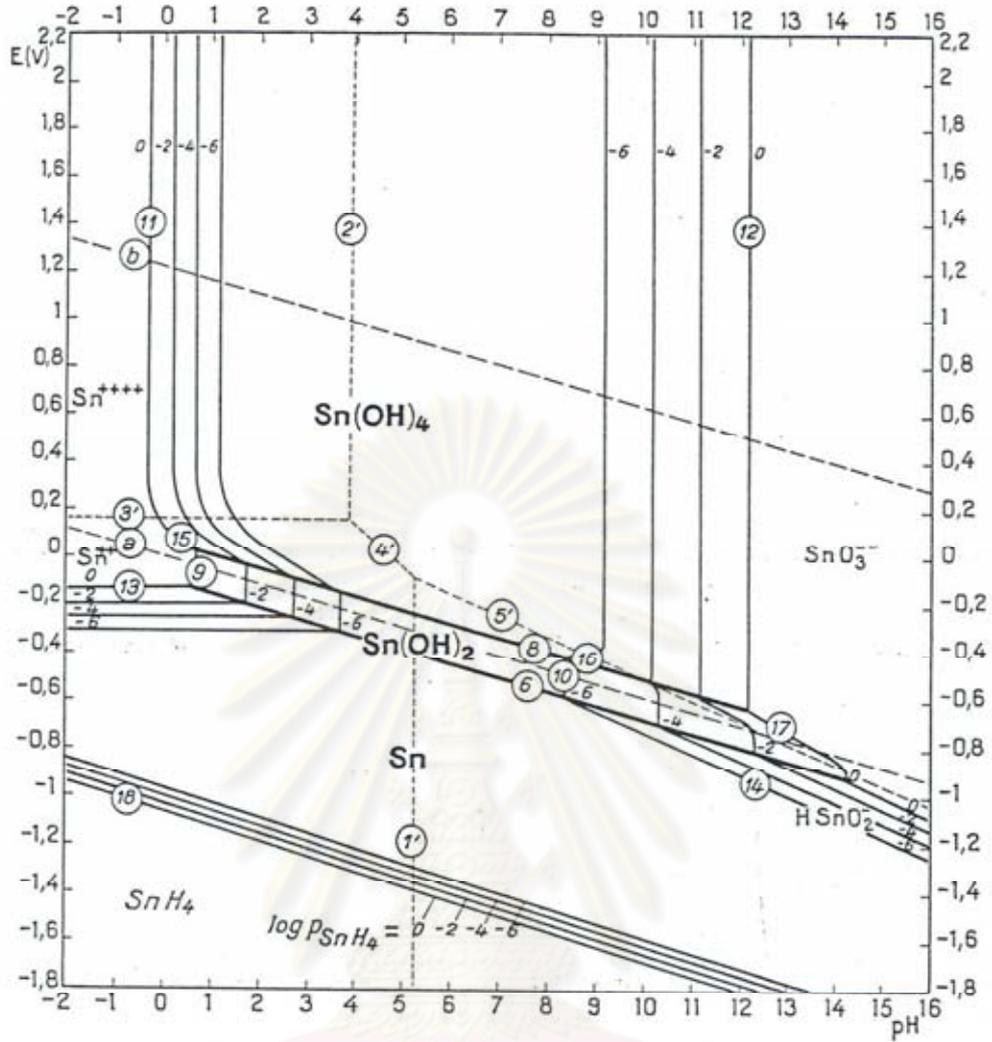
2.3 ปฏิกิริยาเคมีในการละลายฮาร์ดเฮดด้วยกรดไฮโดรคลอริก

ในงานวิจัยนี้จะใช้สารละลายกรดไฮโดรคลอริกในการละลายฮาร์ดเฮด จากแผนภาพ Pourbaix ของดีบุก-น้ำ และเหล็ก-น้ำ ที่ 25 องศาเซลเซียส ตามรูปที่ 2.4 และรูปที่ 2.5 ตามลำดับ ซึ่งว่าโลหะดีบุกละลายในสารละลายกรดเป็น Sn^{2+} และ Sn^{4+} ได้ ขึ้นกับ Oxidation potential ของสารละลาย เช่นเดียวกัน เหล็กสามารถละลายในสารละลายกรดได้เป็น Fe^{2+} และ Fe^{3+} เนื่องจากในงานวิจัยนี้ไม่ได้ใช้ตัวออกซิไดซ์ในการละลาย ดังนั้นปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นจากการละลายฮาร์ดเฮดจึงเป็นไปตามสมการที่ 2.11 และ 2.12



เมื่อพิจารณาจากแผนภาพ Pourbaix ดังกล่าว จะเห็นว่าหากปรับ pH ของสารละลายให้สูงขึ้นเพียงเล็กน้อย เช่น pH เท่ากับ 2 จะทำให้ Sn^{2+} ตกตะกอนเป็น Sn(OH)_2 ได้ ในขณะที่ Fe^{2+} ยังคงอยู่ในสารละลาย ในการทดลองนี้จึงใช้การปรับ pH ของสารละลายกรดที่ได้จากการละลายฮาร์ดเฮด เพื่อตกตะกอน Sn(OH)_2 ซึ่งทำให้สามารถแยกดีบุกออกจากเหล็กในสารละลายได้ ปฏิกิริยาการตกตะกอนดีบุกเป็นไปตามสมการที่ 2.13

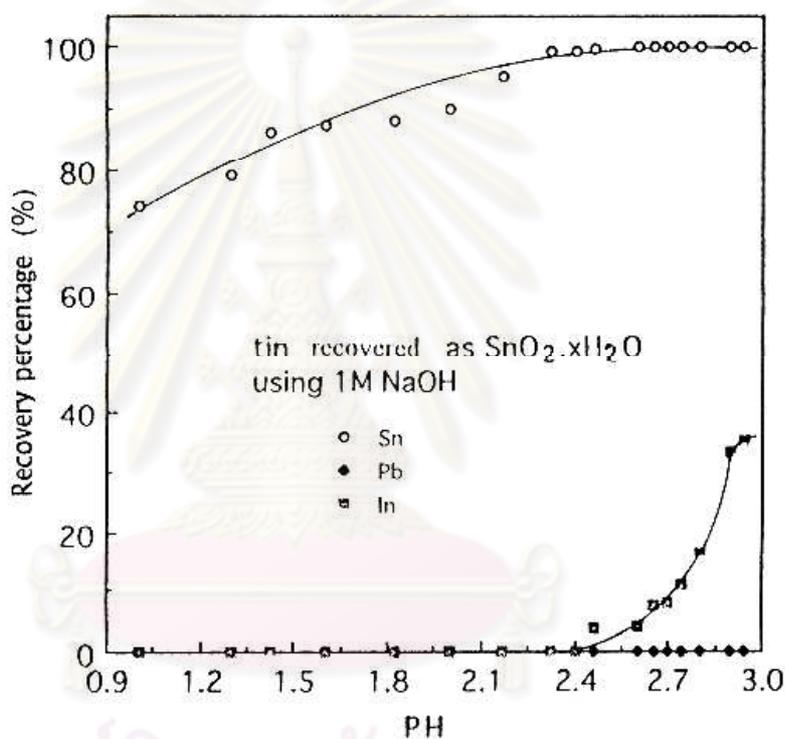




รูปที่ 2.4 แผนภาพ Pourbaix ของดีบุก-น้ำ ที่ 25 องศาเซลเซียส [5]

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

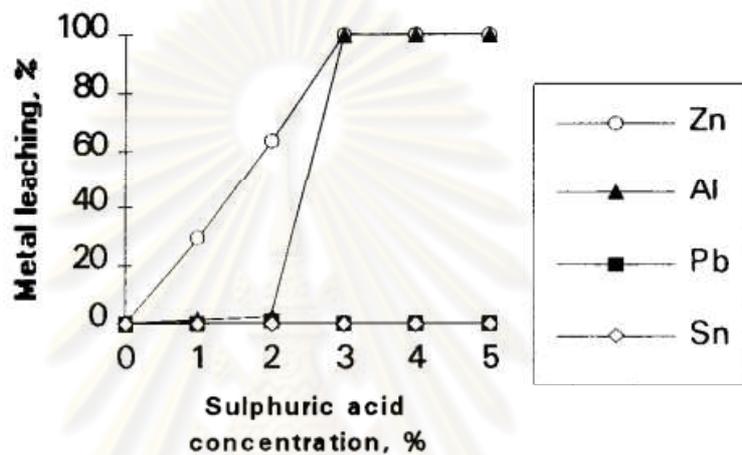
กับ Pb ที่เหลือละลายอยู่ ปรับ pH ของสารละลายด้วย NaOH ไปที่ 2.0 ถึง 2.8 (รูปที่ 2.6) จะได้ ดีบุกไฮดรอกไซด์ ($\text{SnO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$) ตกตะกอนประมาณ 99.5% แยก Pb ที่เหลือออกโดยวิธีซีเมนเตชันด้วย In ในการแยก In จากสารละลายทำได้สองวิธีคือ ตกตะกอนเป็น InPO_4 โดยใช้ H_3PO_4 ที่ pH 3.91 เปลี่ยน InPO_4 เป็น $\text{In}(\text{OH})_3$ โดยให้ทำปฏิกิริยากับ สารละลาย NaOH เข้มข้น สลาย $\text{In}(\text{OH})_3$ เป็น In_2O_3 ด้วยความร้อนและรีดิวซ์ In_2O_3 เป็น In ต่อไป อีกวิธีหนึ่งแยก In ออกจากสารละลายโดยใช้ Zn ทำซีเมนเตชัน โดยสรุปแล้วสามารถแยก Pb, Sn, In จากเศษลวดโลหะผสมได้ 94.7, 99.5 และ 99.7% ตามลำดับ



รูปที่ 2.6 ผลของค่า pH ต่อการนำกลับดีบุกในรูป hydrated tin oxide ($\text{SnO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$) [6]

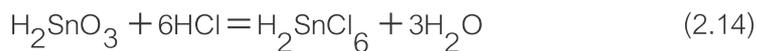
M.A. Barakat [7] ละลาย Zinc solder dross (Sn14.8%, Pb16.3%, Al 0.41%, Zn 64.5%) ด้วย H_2SO_4 3% (โดยปริมาตร) ที่ 45°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง Zn และ Al ละลายออกไปอยู่ในสารละลาย ในขณะที่ Pb และ Sn เหลืออยู่ในกาก (รูปที่ 2.7) Al ในสารละลายถูกตกตะกอนเป็นแคลเซียมอะลูมิเนียมคาร์บอเนตโดยการปรับ pH ไปที่ 4.8 ส่วน Zn ในสารละลายถูกทำให้ตกผลึกเป็นสังกะสีซัลเฟตโดยการระเหยน้ำออกไป หรือทำให้ตกตะกอนเป็นสังกะสีคาร์บอเนตที่ pH 6.8 กากตะกั่วและดีบุกถูกละลายด้วย HCl 5 M ผสม HNO_3 เล็กน้อยที่อุณหภูมิสูง ซึ่งเมื่อสารละลายเย็นลงมาที่อุณหภูมิต่ำของ PbCl_2 จะแยกตัวออกมา (ประมาณ 73%) สารละลายที่เหลือสามารถ

ตกตะกอนดีบุกไฮดรอกไซด์ด้วยการปรับ pH ไปที่ 2.4 โดยใช้ NaOH ในขณะที่ Pb ที่เหลือในสารละลาย สามารถแยกออกมาเป็นตะกั่วไฮดรอกไซด์ได้ที่ pH 8.5 พารามิเตอร์ที่มีผลต่อเปอร์เซ็นต์การนำกลับได้แก่ อุณหภูมิ เวลา pH อัตราส่วนของกรดต่อ dross สภาพที่เหมาะสมในการละลายคือ ใช้ H_2SO_4 3% (โดยปริมาตร) จำนวน 20 มิลลิลิตรต่อ dross 1 กรัมที่อุณหภูมิ $45\text{ }^{\circ}C$ เวลา 1 ชั่วโมง ผลการทดลองสามารถแยก Zn, Al, Pb และ Sn จาก zinc solder dross ได้ 99.1, 99.4, 99.6 และ 99.5 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ



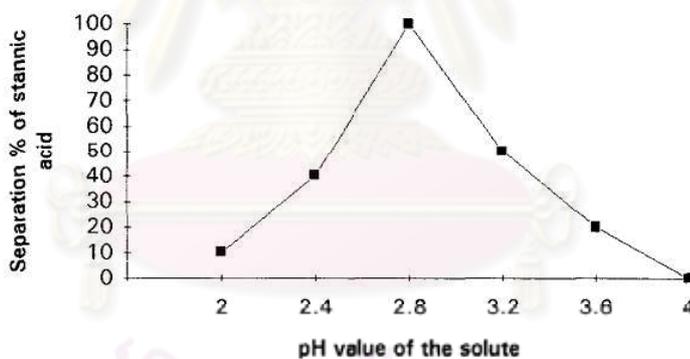
รูปที่ 2.7 เปอร์เซ็นต์การละลายของโลหะจาก Zinc solder dross โดยใช้สารละลายกรดซัลฟูริก [7]

K. Scott และคณะ [8] ศึกษาการละลาย Sn, Pb และ Cu บนลายพริ้นต์ของแผ่นวงจรด้วยกรดไนตริก และการแยก Sn, Pb และ Cu จากสารละลายกรดที่ได้ออกจากกันโดยวิธีตกตะกอนและวิธีไฟฟ้า กรดไนตริกที่ใช้มีความเข้มข้น 0.7-4.2 โมล/ลิตร ที่อุณหภูมิ $20\text{ }^{\circ}C$ พบว่ากรดไนตริกที่มีความเข้มข้นสูงกว่าสามารถละลาย tin-lead resist และชั้นทองแดงบนแผ่นวงจรได้รวดเร็ว ในขณะที่กรดไนตริกที่มีความเข้มข้นต่ำกว่ายังคงละลาย tin-lead resist ได้เร็วโดยละลายชั้นทองแดงไปน้อยมาก ทำให้สามารถควบคุมให้ละลายเฉพาะโลหะบัดกรี (ดีบุก-ตะกั่ว) บนแผ่นวงจรโดยไม่ให้ทองแดงถูกละลายไปมากได้ จากปฏิกิริยาการละลายทำให้ได้ hydrated stannic oxide ตกตะกอนออกมา เมื่อกรองตะกอนออกไซด์จะได้สารละลายที่มี Cu และ Pb ซึ่งใช้วิธีไฟฟ้าในการแยก Cu และ Pb ออกไปจากสารละลายที่ละลาย ส่วนตะกอนดีบุกไฮดรอกไซด์นั้นได้นำไปละลายใน H_2SO_4 , KOH, NaOH และ HCl พบว่าตะกอนดังกล่าวไม่ละลายใน H_2SO_4 และละลายได้ช้ามากใน KOH และ NaOH แต่ละลายได้เร็วใน HCl ร้อนโดยตะกอนละลายได้หมดใน HCl 10% อุณหภูมิ $90\text{ }^{\circ}C$ ในเวลา 15 นาที ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นไปตามสมการ 2.14



สารละลายที่ได้นำไปแยกให้เป็นโลหะดีบุกด้วยวิธีไฟฟ้าได้

M.A. Rabah [9] ได้ศึกษากระบวนการโลหวิทยาสารละลายร่วมกับโลหวิทยาความร้อน (pyrometallurgy) ในการนำกลับ Pb, Sn และโลหะผสมบรอนซ์ จากเศษซั๊กลิ่งโลหะบรอนซ์ ในส่วนของการทดลองใช้โลหวิทยาสารละลาย ได้นำเศษซั๊กลิ่งซึ่งมี Sn, Pb Cu, Zn และโลหะออกไซด์เป็นองค์ประกอบมาละลายด้วย HCl, แอมโมเนีย และใช้ H_2O_2 เป็นสารออกซิไดส์ ศึกษาพารามิเตอร์ต่างๆ ได้แก่ อุณหภูมิ เวลา ความเข้มข้นของสารละลาย ขนาดอนุภาค พบว่าสารละลายแอมโมเนียเหมาะที่จะใช้ละลาย Cu จากเศษซั๊กลิ่ง แต่ไม่เหมาะกับ Pb และ Sn การใช้สารละลาย HCl 4 M ที่อุณหภูมิ 75°C และผสม H_2O_2 25% โดยน้ำหนัก สัดส่วนสารละลายต่อเศษซั๊กลิ่ง 15:1 ขนาดอนุภาค -0.05 มิลลิเมตรสามารถละลาย Cu, Sn, Pb ได้หมดในเวลา 3 ชั่วโมง และสามารถแยกดีบุกออกจากสารละลายได้หมดด้วยการปรับ pH ไปที่ 2.8 ดังรูปที่ 2.8



รูปที่ 2.8 ผลของ pH ในการตกตะกอน stannic acid [9]

L.S.Y. Lee และ F. Lawson [10] ศึกษาอัตราเร็วในการละลายของดีบุกในสารละลายไฮเดรียมไฮดรอกไซด์ที่เติมออกซิเจนโดยใช้ rotating disc ที่ pH ประมาณ 14 ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นดังนี้



พบว่าขั้นตอนที่ควบคุมอัตราเร็วคือ การแพร่ของออกซิเจนที่ละลายในสารละลายผ่าน liquid boundary layer และวัดค่า activation energy ได้ 12.6 KJ/mol

Tamas Kekesi และคณะ [11] ต้องการศึกษากการสกัดดีบุกจากเศษเหล็กเคลือบดีบุกโดยวิธีเคมี และวิธีเคมีไฟฟ้าในสารละลายต่างเพื่อให้ได้เศษเหล็กไปหลอมใหม่และได้โลหะดีบุก ได้ทดลองใช้วิธี rotating disc ที่ทำด้วยดีบุกบริสุทธิ์ 99.9 % โดยหาอัตราการละลายของดีบุกในสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 0.1-1.0 M ที่พ่นด้วยออกซิเจนหรืออากาศ อุณหภูมิไม่เกิน 80 °C ใช้เวลาละลาย 6 ชั่วโมง พบว่าอัตราเร็วในการละลายของดีบุกลดลง เมื่อความเข้มข้นของ NaOH สูงขึ้น เนื่องจากอัตราการละลายขึ้นกับออกซิเจนที่ถูกป้อนไปที่ผิวที่เกิดปฏิกิริยา ซึ่งออกซิเจนแพร่ได้ช้าลงที่ความเข้มข้นของ NaOH ที่สูงขึ้น การใช้ออกซิเจนให้อัตราการละลายของดีบุกสูงกว่าการใช้อากาศ และอุณหภูมิมิมีผลค่อนข้างน้อยต่ออัตราการละลายเพราะค่า activation energy ที่ได้ค่อนข้างต่ำ (8.3 KJ/mol)

W.S. Jun และคณะ [12] ศึกษาพฤติกรรมการละลายของดีบุกจากโลหะผสมดีบุก-เหล็กในสารละลาย NaOH โดยใช้ rotating disc ตัวแปรที่ศึกษาประกอบไปด้วย องค์ประกอบทางเคมีของโลหะผสม ความเร็วในการหมุนจวน ความเข้มข้นของไฮดรอกไซด์และออกซิเจน และอุณหภูมิ ต่ออัตราการละลายของดีบุก งานที่ใช้เป็น Sn, Sn68wt% -Fe32 wt.% และ Sn50wt.%-FeSn₂ 50wt.% ซึ่งทำจากผงดีบุกและเหล็ก ขนาด 37 ไมโครเมตร ผสมกัน อัดและเผาที่อุณหภูมิ 200 ถึง 500 °C เป็นเวลา 48 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 500 °C พบองค์ประกอบหลักคือ FeSn₂ และ FeSn ปรากฏว่าอัตราการละลายของดีบุกจากโลหะผสมที่มี Sn 50%กับ FeSn₂ 50% ในสารละลาย NaOH สูงกว่าอัตราการละลายจากโลหะดีบุกบริสุทธิ์ เนื่องจากดีบุกใน FeSn₂ ทำตัวเป็นแอนโนดจากการเกิดไอออนดีบุกเชิงซ้อน (HSnO_2^- , SnO_3^{2-})ในสารละลาย NaOH มีผลให้ศักย์ของขั้วระหว่างดีบุกและเหล็กกลับกัน (reverse polarity) อัตราเร็วในการละลายของดีบุกจากดีบุกบริสุทธิ์ในสารละลาย NaOH ถูกควบคุมโดยกลไกการแพร่ของออกซิเจนผ่าน diffusion boundary layer แต่การละลายของดีบุกจากโลหะผสม Fe-Sn ถูกควบคุมโดยกลไกการแพร่ผสมกับปฏิกิริยาเคมี ค่า activation energy ของการละลายจากดีบุกบริสุทธิ์มีค่า 10.8 KJ/mol สำหรับค่า activation energy ของการละลายจาก Sn 50%-FeSn₂ 50% และ Sn 68%- Fe 32% มีค่าเท่ากับ 24.6 และ 31.5 KJ ตามลำดับ ที่อุณหภูมิ 25-65 °C

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

ในการสกัดดีบุกออกจากฮาร์ดเฮด ด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเพื่อศึกษาตัวแปรต่างๆ ที่เกี่ยวข้องมีขั้นตอนและวิธีการทดลองดังต่อไปนี้

3.1 วัสดุ อุปกรณ์และสารเคมี

3.1.1 วัสดุที่ใช้การทดลอง

ฮาร์ดเฮดที่ได้รับจากบริษัท ไทยแลนด์สเมลติงแอนด์รีไฟนิง จำกัด จะนำไปคัดขนาดด้วยตะแกรง ให้มีขนาดที่ต้องการเพื่อใช้ในการทดลอง โดยตัวอย่างทั้งหมดจะถูกเก็บไว้ในเดซีกเคเตอร์

3.1.2 อุปกรณ์

1. เครื่องชั่งไฟฟ้าความละเอียด 4 ตำแหน่ง (4 digital balance)
2. ขวดปริมาตร (volumetric flask) ขนาด 50, 100, 500 มิลลิลิตร
3. ปิเปตต์ (pipette) ขนาด 2, 5, 20 มิลลิลิตร
4. ขวดรูปชมพู่ (erlenmeyer flask) ขนาด 500 มิลลิลิตร
5. ปีกเกอร์ ขนาด 500 มิลลิลิตร
6. บิวเรตต์
7. เครื่อง Hotplate stirrer และแท่งแม่เหล็ก
8. กระดาษกรอง (filter paper) เบอร์ 41
9. แผ่นอะลูมิเนียมฟอยล์
10. ตะแกรงร่อน (sieve) ขนาด 100, 150, 200, 270 เมช
11. เทอร์โมมิเตอร์
12. เดซีกเคเตอร์
13. pH meter

3.1.3 สารเคมี

1. กรดไฮโดรคลอริก: J.T Baker, for analysis, Assay 36.5-38%
2. โซเดียมไฮดรอกไซด์สภาพของแข็ง: Mallinckrodt analysis Reagent, Assay 98.5 %
3. น้ำกลั่น

3.2 การตรวจวิเคราะห์สาร์ตเฮดและกากหลังละลาย

ลักษณะของสาร์ตเฮดที่ใช้ในการทดลองและกากที่เหลือหลังละลายจะตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด (Scanning Electron Microscope หรือ SEM) การตรวจสอบองค์ประกอบต่างๆ ของสาร์ตเฮดกระทำด้วยเครื่อง Energy Dispersive Spectrometer และเครื่องเอ็กซ์เรย์ดีฟแฟร็กโตมิเตอร์

3.3 ขั้นตอนการละลายสาร์ตเฮดด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก

การละลายสาร์ตเฮดด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกจะกระทำในภาชนะขวดรูปชมพู่ ปิดปากขวดด้วยแผ่นอะลูมิเนียมฟอยล์เพื่อลดการสูญเสียสารละลายและวัดอุณหภูมิของสารละลายด้วยเทอร์โมมิเตอร์ ใช้เครื่อง hotplate stirrer เป็นตัวให้ความร้อนและควบคุมสารละลายให้มีอุณหภูมิตามที่กำหนด โดยมีลำดับการทดลองดังนี้

3.3.1 ชั่งสาร์ตเฮดตามปริมาณที่กำหนด

3.3.2 เตรียมสารละลายกรดไฮโดรคลอริก ที่มีความเข้มข้นตามที่กำหนดจำนวน 100 มิลลิลิตร

3.3.3 ใส่สารละลายกรดไฮโดรคลอริกในภาชนะทำปฏิกิริยา ปิดด้วยแผ่นอะลูมิเนียมฟอยล์และติดตั้ง hotplate stirrer ที่สามารถปรับอุณหภูมิและอัตราเร็วในการกวนได้

3.3.4 เมื่อสารละลายมีอุณหภูมิที่กำหนด จึงใส่สาร์ตเฮดที่ชั่งไว้ลงในสารละลาย

3.3.5 ชักตัวอย่างสารละลายด้วยปิเปตต์ตามเวลาที่กำหนด จำนวน 5 มิลลิลิตร

3.3.6 กรองตัวอย่างสารละลายที่ได้ด้วยกระดาษกรอง

3.3.7 ชักตัวอย่างสารละลายที่กรองแล้วด้วยปิเปตต์ จำนวน 2 มิลลิลิตร เจือจางด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 10 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร ให้มีปริมาตร 100 มิลลิลิตร

3.3.8 ส่งตัวอย่างวิเคราะห์หาปริมาณดีบุกและเหล็กในตัวอย่างสารละลายด้วยเครื่อง Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometer

3.4 ขั้นตอนการตกตะกอนดีบุกจากสารละลาย

สารละลายที่ได้จากการละลายสาร์ตเฮดด้วยกรดไฮโดรคลอริก จะมีดีบุกและเหล็กผสมกัน การแยกดีบุกออกจากสารละลายที่ได้ จะกระทำโดยการตกตะกอนดีบุก ด้วยการปรับ pH ของสารละลายให้เหมาะสมในการตกตะกอน ซึ่งมีลำดับการทดลองดังนี้

3.4.1 ละลายสาร์ตเฮดด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่สภาวะที่เลือกและกรองเอาสารละลายที่ได้

3.4.2 ใช้ตัวอย่างสารละลายจำนวน 100 มิลลิลิตร ในการตกตะกอนโดยปรับ pH ของ

สารละลายแต่ละตัวอย่างให้ได้ pH ตั้งแต่ 2.0-3.0 ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ที่บรรจุอยู่ในบิวเรตต์

3.4.3 กวนสารละลายโดยใช้เครื่องกวนแม่เหล็กและรอให้ปฏิกิริยาเสร็จสิ้น บันทึกปริมาตรสุดท้ายของสารละลายที่ได้

3.4.4 กรองตัวอย่างสารละลายที่ได้ด้วยกระดาษกรองเพื่อแยกตะกอนดีบุก

3.4.5 ล้างตะกอนดีบุกให้สะอาด อบให้แห้งเพื่อส่งไปวิเคราะห์

3.4.6 ส่งตัวอย่างสารละลายไปวิเคราะห์หาปริมาณดีบุกและเหล็ก

3.5 การตรวจสอบกากฮาร์ดเฮตหลังผ่านการละลาย

ฮาร์ดเฮตที่เหลือจากการละลายนำไปตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดเพื่อดูสภาพของฮาร์ดเฮตหลังการละลาย บางตัวอย่างนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดีฟแฟรกโตมิเตอร์เพื่อหาสารประกอบที่เหลืออยู่

3.6 วิธีดำเนินการวิจัย

งานวิจัยนี้ได้แบ่งการทดลองออกเป็น 2 ส่วนหลักคือ ส่วนที่ 1 เป็นการศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อการละลายฮาร์ดเฮตด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก โดยตัวแปรที่มีผลต่อการละลาย ได้แก่ อัตราเร็วในการกวน ขนาดของฮาร์ดเฮต เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา น้ำหนักฮาร์ดเฮตต่อปริมาตรสารละลาย คุณสมบัติของสารละลายและความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก ส่วนที่ 2 เป็นการศึกษาหาค่า pH ที่เหมาะสมในการตกตะกอนดีบุกจากสารละลาย โดยนำสารละลายที่ได้จากการละลายในส่วนที่ 1 มาทำการตกตะกอนด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ เพื่อแยกดีบุกออกจากสารละลาย

3.6.1 การละลายฮาร์ดเฮตด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก

ในขั้นตอนการทดลองการละลายฮาร์ดเฮตด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก จะแบ่งการทดลองออกเป็น 6 ชุดการทดลอง เพื่อศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อการละลาย ดังนี้

ชุดการทดลองที่ 1 ศึกษาผลของอัตราเร็วในการกวนสารละลาย

ศึกษาผลของอัตราเร็วในการกวนสารละลายที่ใช้การกวนสารละลายตั้งแต่ 200 รอบต่อนาทีถึง 800 รอบต่อนาที เพื่อเลือกค่าอัตราเร็วในการกวนที่สูงพอที่จะไม่มีผลต่ออัตราเร็วในการละลาย โดยใช้สภาวะการทดลองดังนี้ น้ำหนักฮาร์ดเฮต 5 กรัม ปริมาตรสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 100 มิลลิลิตร ความเข้มข้น 1 โมลาร์ ขนาดของฮาร์ดเฮต -270 เมช คุณสมบัติ 60 องศาเซลเซียส

และเวลา 2 ชั่วโมง สภาวะที่ใช้ในการทดลองเพื่อศึกษาผลจากอัตราเร็วในการกวนแสดงไว้ในตารางที่ 3.1

ชุดการทดลองที่ 2 ศึกษาผลของเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา

ศึกษาผลของเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา โดยในการทดลองจะเลือกใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาดังแต่ 30 นาที ถึง 6 ชั่วโมง เพื่อให้ได้เวลาที่มีประสิทธิภาพดีที่สุดในการละลาย โดยใช้สภาวะการทดลองดังนี้ น้ำหนักฮาร์ดเฮด 5 กรัม ปริมาตรสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 100 มิลลิลิตร ความเข้มข้น 1 โมลาร์ อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส อัตราเร็วในการกวน 800 รอบต่อนาที (จากชุดการทดลองที่ 1) และขนาดของฮาร์ดเฮด -270 เมช สภาวะที่ใช้ในการทดลองเพื่อศึกษาผลของเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา แสดงไว้ในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.1 สภาวะที่ใช้ในการทดลองเพื่อศึกษาผลจากอัตราเร็วในการกวน

การทดลองที่	น้ำหนักฮาร์ดเฮดต่อปริมาตรสารละลาย 100 มิลลิลิตร (กรัม)	ความเข้มข้นของสารละลายกรด (โมลาร์)	อุณหภูมิ (°C)	ขนาดของฮาร์ดเฮด (เมช)	เวลา (ชั่วโมง)	อัตราเร็วในการกวน (รอบต่อนาที)
1	5	1	60	-270	2	200
2	5	1	60	-270	2	400
3	5	1	60	-270	2	600
4	5	1	60	-270	2	800

ตารางที่ 3.2 สภาวะที่ใช้ในการทดลองเพื่อศึกษาผลของเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา

การทดลองที่	น้ำหนักฮาร์ดเฮดต่อปริมาตรสารละลาย 100 มิลลิลิตร (กรัม)	ความเข้มข้นของสารละลายกรด (โมลาร์)	อุณหภูมิ (°C)	อัตราเร็วในการกวน (รอบต่อนาที)	ขนาดของฮาร์ดเฮด (เมช)	เวลา (ชั่วโมง)
5	5	1	60	800	-270	0.5
6	5	1	60	800	-270	1
4	5	1	60	800	-270	2
7	5	1	60	800	-270	4
8	5	1	60	800	-270	6

ชุดการทดลองที่ 3 ศึกษาผลของความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก

ศึกษาผลของความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกตั้งแต่ 1 โมลาร์ ถึง 4 โมลาร์ เพื่อให้ได้ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่มีประสิทธิภาพดีที่สุดในการละลาย โดยใช้สภาวะการทดลองดังนี้ น้ำหนักฮาร์ดเฮด 5 กรัม ปริมาตรสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 100 มิลลิลิตร อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส อัตราเร็วในการกวน 800 รอบต่อนาที ขนาดของฮาร์ดเฮด -270 เมช และเวลา 6 ชั่วโมง สภาวะที่ใช้ในการทดลองเพื่อศึกษาผลของความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก แสดงไว้ในตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 สภาวะที่ใช้ในการทดลองเพื่อศึกษาผลของความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก

การทดลองที่	น้ำหนักฮาร์ดเฮดต่อปริมาตรสารละลาย 100 มิลลิลิตร (กรัม)	อุณหภูมิ (°C)	อัตราเร็วในการกวน (รอบต่อนาที)	ขนาดของฮาร์ดเฮด (เมช)	เวลา (ชั่วโมง)	ความเข้มข้นของสารละลายกรด (โมลาร์)
8	5	60	800	-270	6	1
9	5	60	800	-270	6	2
10	5	60	800	-270	6	3
11	5	60	800	-270	6	4

ชุดการทดลองที่ 4 ศึกษาผลของขนาดของฮาร์ดเฮดที่ใช้ในการละลาย

ศึกษาผลของขนาดของฮาร์ดเฮด ที่ใช้ในการละลาย ที่ขนาด -65+100, -150+200 และ -270 เมช เพื่อเลือกขนาดของฮาร์ดเฮดที่มีประสิทธิภาพดีที่สุดในการละลาย โดยใช้สภาวะการทดลองดังนี้ น้ำหนักฮาร์ดเฮด 5 กรัม ปริมาตรสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 100 มิลลิลิตร ความเข้มข้น 3 โมลาร์ อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส อัตราเร็วในการกวน 800 รอบต่อนาที และเวลา 6 ชั่วโมง สภาวะที่ใช้ในการทดลองเพื่อศึกษาผลของขนาดของฮาร์ดเฮดแสดงไว้ในตารางที่ 3.4

ตารางที่ 3.4 สภาวะที่ใช้ในการทดลองเพื่อศึกษาผลของขนาดของฮาร์ดเสด

การทดลองที่	น้ำหนักฮาร์ดเสดต่อ ปริมาตรสารละลาย 100 มิลลิลิตร (กรัม)	ความเข้มข้นของ สารละลาย กรด (โมลาร์)	อุณหภูมิ (°C)	อัตราเร็วในการกวน (รอบต่อนาที)	ขนาดของ ฮาร์ดเสด (เมซ)
12	5	3	60	800	-65+100
13	5	3	60	800	-150+200
10	5	3	60	800	-270

ชุดการทดลองที่ 5 ศึกษาผลของน้ำหนักฮาร์ดเสดต่อปริมาตรสารละลาย

ศึกษาผลของน้ำหนักฮาร์ดเสดต่อปริมาตรสารละลาย โดยใช้น้ำหนักฮาร์ดเสด 5,10,15 และ 20 กรัม โดยทำการละลายที่ อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ขนาดของฮาร์ดเสด -270 เมซ ปริมาตรสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 100 มิลลิลิตร ความเข้มข้น 3 โมลาร์ เวลา 6 ชั่วโมงและ อัตราเร็วในการกวน 800 รอบต่อนาที สภาวะที่ใช้ในการทดลองเพื่อศึกษาผลของน้ำหนักฮาร์ดเสดต่อปริมาตรสารละลาย แสดงไว้ในตารางที่ 3.5

ตารางที่ 3.5 สภาวะที่ใช้ในการทดลองเพื่อศึกษาผลของน้ำหนักฮาร์ดเสดต่อปริมาตรสารละลาย

การทดลองที่	อุณหภูมิ ()	อัตราเร็วในการกวน (รอบต่อนาที)	ขนาดของ ฮาร์ดเสด (เมซ)	เวลา (ชั่วโมง)	ความเข้มข้นของสารละลาย กรด (โมลาร์)	น้ำหนักฮาร์ดเสดต่อ ปริมาตรสารละลาย 100 มิลลิลิตร (กรัม)
10	60	800	-270	6	3	5
14	60	800	-270	6	3	10
15	60	800	-270	6	3	15
16	60	800	-270	6	3	20

ชุดการทดลองที่ 6 ศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการละลาย

ศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการละลาย โดยเริ่มทดลองตั้งแต่อุณหภูมิห้องถึงอุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เพื่อให้ได้อุณหภูมิที่ใช้ในการละลาย ที่มีประสิทธิภาพดีที่สุดในการละลาย โดยใช้ สภาวะการทดลองดังนี้ น้ำหนักฮาร์ดเสด 15 กรัม ขนาดของฮาร์ดเสด -270 เมซ อัตราเร็วในการกวน 800 รอบต่อนาที ปริมาตรสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 100 มิลลิลิตร ความเข้มข้น 3 โมลาร์ และเวลา 6 ชั่วโมง สภาวะที่ใช้ในการทดลองเพื่อศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการละลาย แสดงไว้ในตารางที่ 3.6

ตารางที่ 3.6 สภาวะที่ใช้ในการทดลองเพื่อศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการละลาย

การทดลองที่	อัตราเร็วในการกวน (รอบต่อนาที)	ขนาดของฮาร์ดเฮด (เมซ)	เวลา (ชั่วโมง)	ความเข้มข้นของสารละลายกรด (โมลาร์)	น้ำหนักฮาร์ดเฮดต่อปริมาตรสารละลาย 100 มิลลิลิตร (กรัม)	อุณหภูมิ ()
17	800	-270	6	3	15	40
18	800	-270	6	3	15	50
15	800	-270	6	3	15	60
19	800	-270	6	3	15	70

3.6.2 การตกตะกอนดีบุกด้วยสารละลายไซเดียมไฮดรอกไซด์

ในการทดลองการตกตะกอนดีบุกจากสารละลายด้วยสารละลายไซเดียมไฮดรอกไซด์ มีสภาวะที่ใช้ในการทดลองเพื่อศึกษาผลของ pH ต่อการตกตะกอนตามที่แสดงไว้ในตารางที่ 3.7

ตารางที่ 3.7 สภาวะที่ใช้ในการทดลองเพื่อศึกษาผลของ pH ต่อการตกตะกอนดีบุกจากสารละลายด้วยสารละลายไซเดียมไฮดรอกไซด์

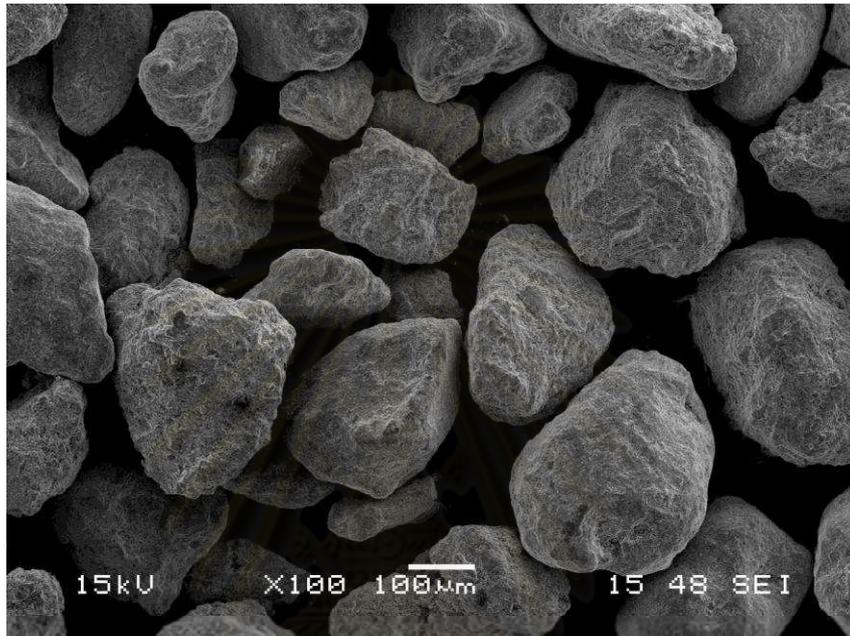
การทดลองที่	อัตราเร็วในการกวน (รอบต่อนาที)	ความเข้มข้นของสารละลายไซเดียมไฮดรอกไซด์ (โมลาร์)	อุณหภูมิ ()	pH
20	400	0.1	ห้อง	2.0
21	400	0.1	ห้อง	2.2
22	400	0.1	ห้อง	2.4
23	400	0.1	ห้อง	2.6
24	400	0.1	ห้อง	2.8
25	400	0.1	ห้อง	3.0

บทที่ 4

ผลการทดลองและอภิปรายผล

4.1 ผลการตรวจสอบคุณลักษณะของฮาร์ดเฮดที่ใช้ในการทดลอง

4.1.1 ลักษณะของฮาร์ดเฮดและองค์ประกอบ



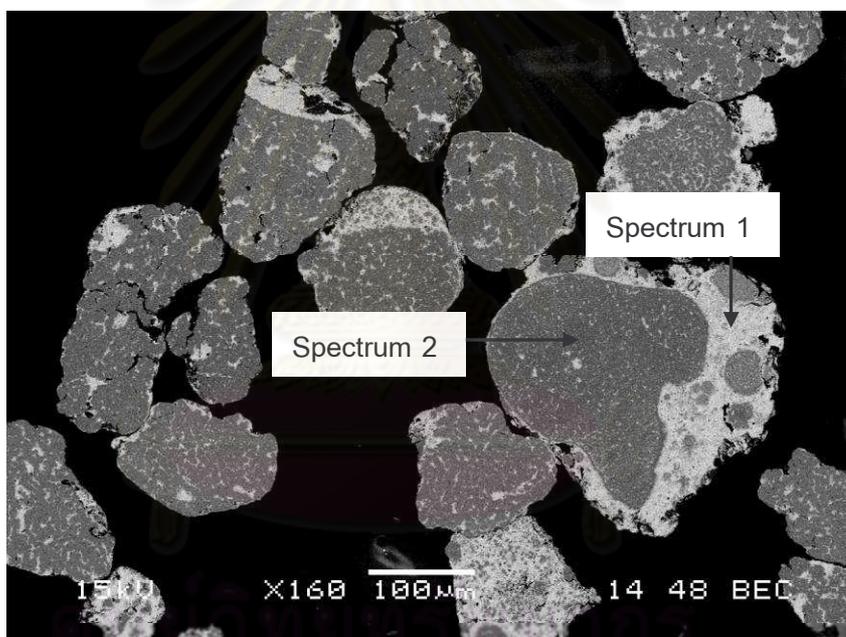
รูปที่ 4.1 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดของฮาร์ดเฮดที่ใช้ในการทดลอง กำลังขยาย 100 เท่า

ฮาร์ดเฮดที่ได้รับจากบริษัท ไทยแลนด์สเมลต์ติ้งแอนดรีไฟนิง จำกัด ได้ผ่านการบดมาแล้ว มีขนาดอยู่ในช่วงตั้งแต่ 45 เมช (300 ไมโครเมตร) ถึงเล็กกว่า 270 เมช (53 ไมโครเมตร) รูปที่ 4.1 เป็นภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดที่แสดงรูปร่างของฮาร์ดเฮดที่ค่อนข้างกลม ตัวอย่างที่ใช้ในการทดลองมีส่วนประกอบหลักเป็นดีบุกและเหล็ก ร้อยละ 46.31 และ 41.49 โดยน้ำหนักตามลำดับ และมีส่วนประกอบอื่นๆ ตามตารางที่ 4.1 ซึ่งเป็นผลวิเคราะห์ทางเคมีที่ได้รับจากบริษัท รูปที่ 4.2 เป็นภาพถ่ายภาคตัดขวางของฮาร์ดเฮดซึ่งถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดโดยใช้โหมด back scatter electron ปรากฏเป็นเฟสสีขาวและเฟสสีเทา จากการวิเคราะห์เฟสทั้งสองด้วยเครื่อง Energy Dispersive X-ray Analyzer (EDX) ได้ผลดังรูปที่ 4.3 และรูปที่ 4.4 ตามลำดับ เฟสสีขาวเป็นเนื้อโลหะดีบุกที่มีเหล็กละลายอยู่ในขณะที่เฟสสีเทาเป็นเนื้อเหล็กที่มีดีบุกละลายอยู่ในเฟสสีขาวมีเฟสสีเทาฝังตัวอยู่ด้วย และมีเฟสสีขาวฝังตัว

กระจายอยู่ในเฟสสี่เทาเช่นเดียวกัน ซึ่งเห็นได้ชัดเจนจากรูปที่ 4.5 ที่อุณหภูมิ 1250-1350 °C ซึ่งเป็นอุณหภูมิขณะถลุงสแลกดีบุกให้เป็นฮาร์ดเฮดนั้น ฮาร์ดเฮดที่ส่วนประกอบทางเคมีตามตารางที่ 4.1 จะเป็นโลหะหลอมเหลวที่แยกตัวเป็นของเหลวสองเฟสคือ L_1 และ L_2 โดยมีสัดส่วนของ L_2 มากกว่า L_1 (ดูแผนภูมิสมดุลของเฟสดีบุก-เหล็กในรูปที่ 2.2) ซึ่งเมื่อปล่อยให้โลหะหลอมเหลวเย็นตัวลงมาที่อุณหภูมิห้องอย่างช้าๆ จะได้เฟสของ Fe และ FeSn

ตารางที่ 4.1 ส่วนประกอบทางเคมีของฮาร์ดเฮด

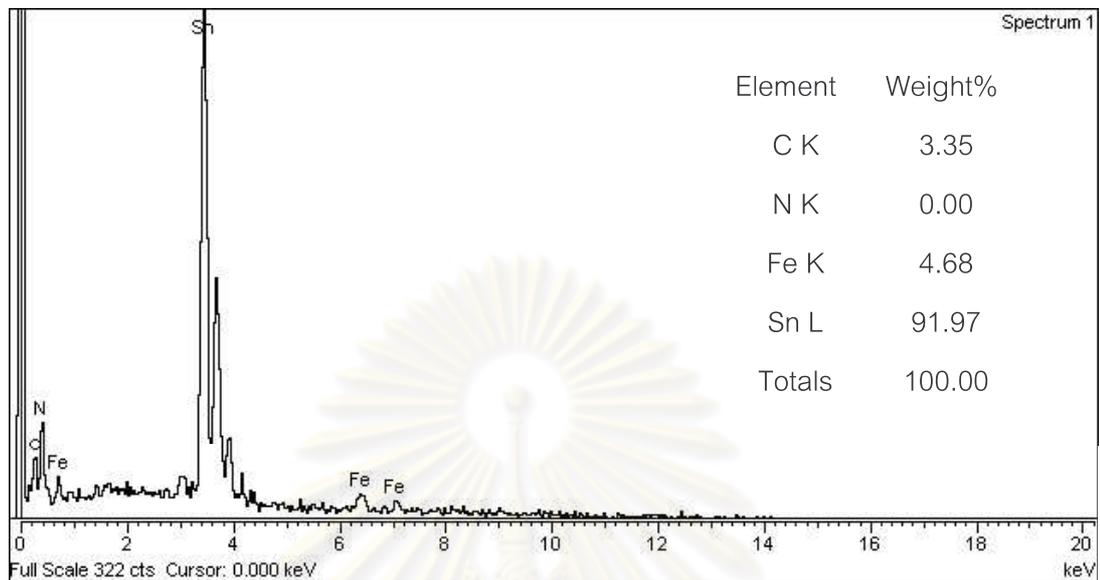
ธาตุผสม	H ₂ O	Sn	Fe	WO ₃	CaO	SiO ₂	S	As
ปริมาณ (ร้อยละโดยน้ำหนัก)	0.44	46.31	41.49	2.1	0.41	2.2	0.64	0.06



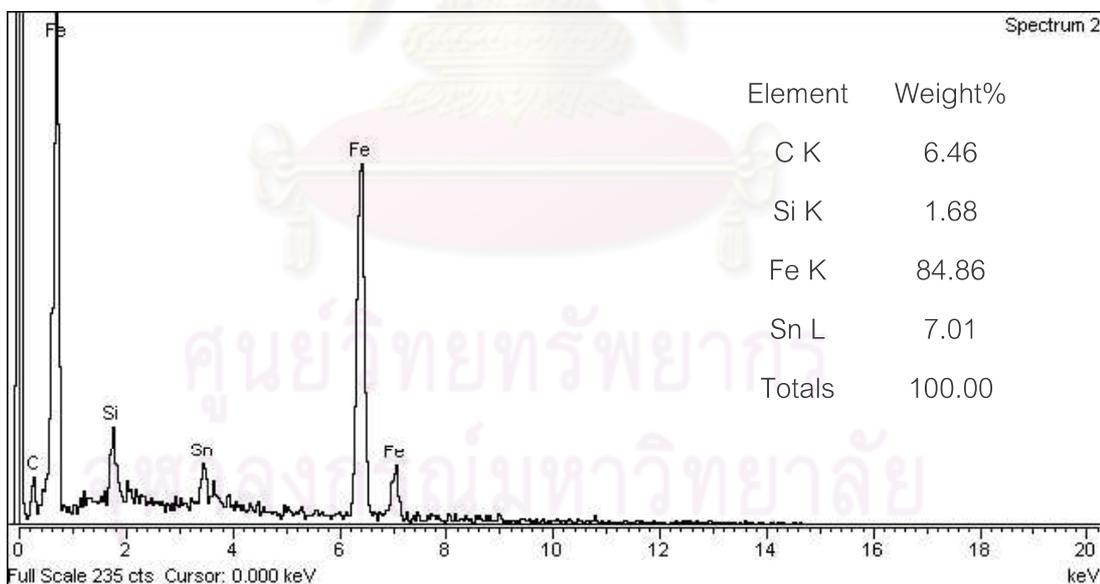
รูปที่ 4.2 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดในโหมด back scatter electron ของภาคตัดขวางของฮาร์ดเฮดที่ใช้ในการทดลอง กำลังขยาย 160 เท่า

อย่างไรก็ตามฮาร์ดเฮดที่ถูกเจาะออกจากเตาถลุงไม่ได้ถูกปล่อยให้เย็นตัวจากสภาพหลอมเหลวอย่างช้าๆ จนถึงอุณหภูมิห้อง แต่ถูกทำให้เย็นตัวลงอย่างรวดเร็วโดยการฉีดด้วยน้ำแรงดันสูง เพื่อให้ได้ฮาร์ดเฮดที่มีขนาดเล็ก สามารถหมุนเวียนเข้าเตาถลุงใหม่ได้ทันทีโดยไม่ต้องนำไปบดก่อน ด้วยเหตุนี้จึงทำให้การเปลี่ยนแปลงของเฟสในฮาร์ดเฮดไม่เป็นไปตามแผนภูมิสมดุลของเฟสดีบุก-เหล็ก แต่มีการเปลี่ยนแปลงจากของเหลวสองเฟสที่อุณหภูมิ 1250-1350 °C ไปเป็นของแข็ง

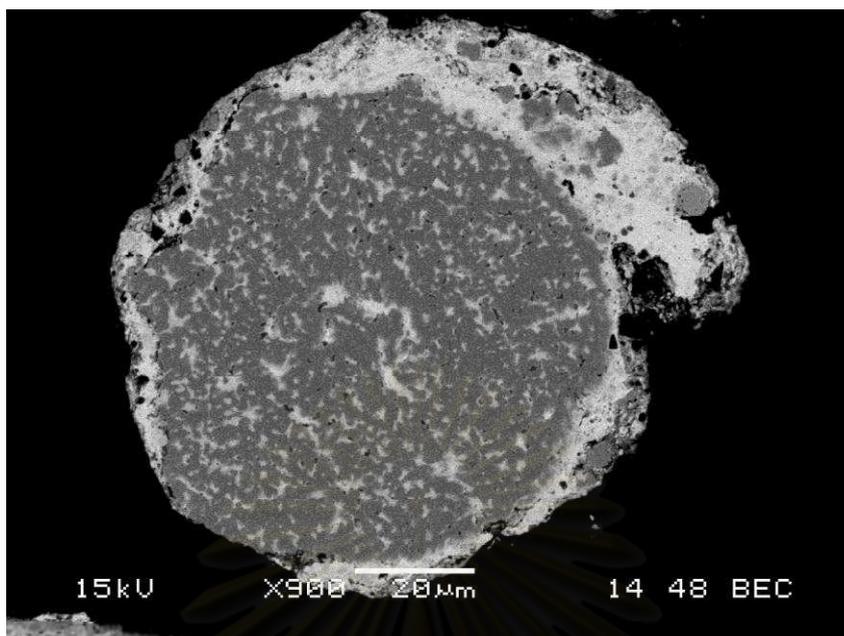
ที่อุณหภูมิห้องทันที เนื่องจากการเย็นตัวที่รวดเร็ว ในที่สุดสเปกตรัมที่ได้จึงประกอบด้วยเฟสของแข็งสองเฟสปะปนกันโดยที่มีส่วนประกอบของโลหะดีบุกและเหล็กในแต่ละเฟสแตกต่างกัน



รูปที่ 4.3 ส่วนประกอบทางเคมีของสเปกตรัมที่ตำแหน่ง Spectrum 1 (เฟสสีขาว)



รูปที่ 4.4 ส่วนประกอบทางเคมีของสเปกตรัมที่ตำแหน่ง Spectrum 2 (เฟสสีเทา)



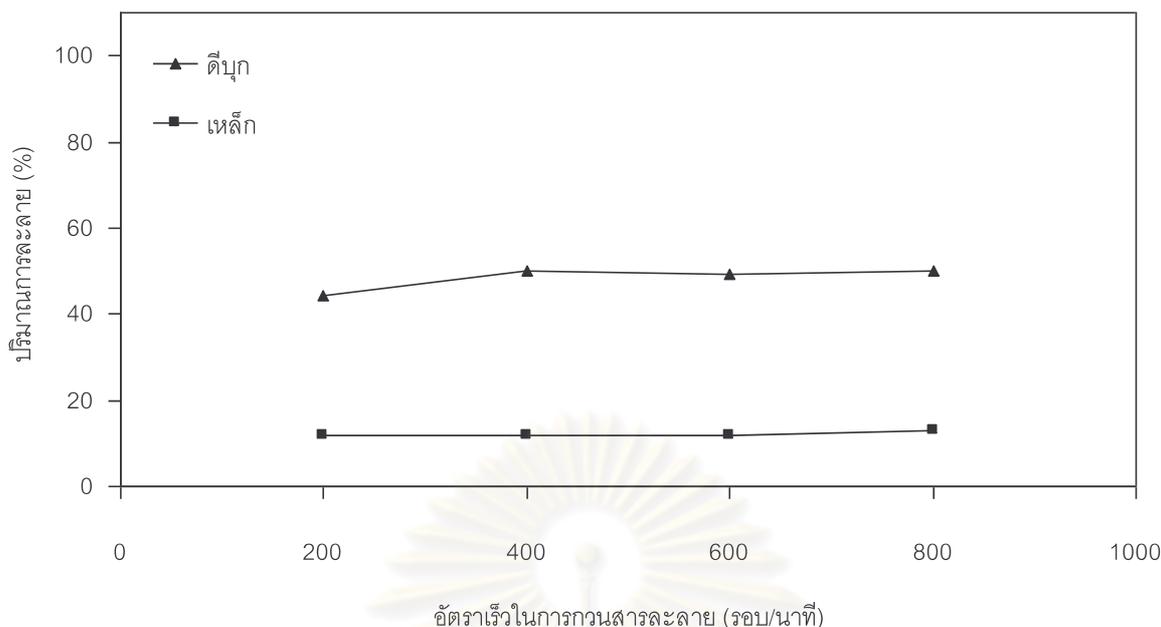
รูปที่ 4.5 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดในโหมด back scatter electron ของภาคตัดขวางของฮาร์ดเฮตที่ใช้ในการทดลอง กำลังขยาย 900 เท่า

4.2 ผลการละลายฮาร์ดเฮตด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก

4.2.1 ผลของอัตราเร็วในการกวนสารละลาย

ตารางที่ 4.2 ปริมาณการละลายของดีบุกและเหล็กที่อัตราเร็วในการกวนต่างๆ โดยใช้ น้ำหนักฮาร์ดเฮต 5 กรัม ขนาดของฮาร์ดเฮต -270 เมช ปริมาตรสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 100 มิลลิลิตร ความเข้มข้น 1 โมลาร์ อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสและเวลา 2 ชั่วโมง

การทดลองที่	อัตราเร็วในการกวน สารละลาย (รอบ/นาที)	ปริมาณการละลาย (เปอร์เซ็นต์)	
		ดีบุก	เหล็ก
1	200	44.48	11.83
2	400	49.88	12.03
3	600	49.23	11.86
4	800	50.10	12.92



รูปที่ 4.6 ผลของอัตราเร็วในการกวนสารละลายต่อเปอร์เซ็นต์การละลายของดีบุกและเหล็ด (น้ำหนักสารสกัด 5 กรัม ขนาดของสารสกัด -270 เมช ปริมาตรสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 100 มิลลิลิตร ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 1 โมลาร์ อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสและเวลา 2 ชั่วโมง)

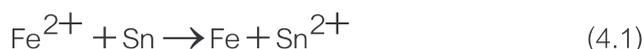
ในการศึกษาผลของอัตราเร็วในการกวน ในการละลายสารสกัดด้วยสารละลาย ได้ใช้สารสกัดขนาด -270 เมช จำนวน 5 กรัม ใช้ปริมาตรสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 100 มิลลิลิตร ที่ความเข้มข้น 1 โมลาร์ อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสและใช้เวลาทำปฏิกิริยา 2 ชั่วโมง โดยแปรเปลี่ยนอัตราเร็วในการกวนที่ 200, 400, 600 และ 800 รอบต่อนาที ได้เปอร์เซ็นต์การละลายของดีบุกและเหล็ดออกจากสารสกัดที่อัตราเร็วที่ใช้ในการกวนต่างๆ ดังตารางที่ 4.2 และพล็อตเป็นกราฟดังรูปที่ 4.6 พบว่าที่อัตราเร็วในการกวน 200 รอบต่อนาที สามารถละลายดีบุกออกจากสารสกัดได้ 44.48 เปอร์เซ็นต์ ในเวลา 2 ชั่วโมง เมื่อใช้อัตราเร็วในการกวนสูงขึ้นเป็น 400 รอบต่อนาที สามารถละลายดีบุกได้มากขึ้นเป็น 49.88 เปอร์เซ็นต์ แต่เมื่อเพิ่มอัตราเร็วในการกวนสารละลายขึ้นไปอีกเป็น 600 รอบต่อนาทีและ 800 รอบต่อนาที ปรากฏว่าไม่มีผลให้เปอร์เซ็นต์การละลายของดีบุกสูงขึ้นอีก ดังนั้นการใช้อัตราเร็วในการกวนตั้งแต่ 400 รอบต่อนาทีขึ้นไป จึงไม่มีผลต่อเปอร์เซ็นต์การละลายของดีบุกที่สภาวะนี้แล้ว กล่าวคือสามารถละลายดีบุกออกมาได้ประมาณ 50 เปอร์เซ็นต์ ในขณะที่เปอร์เซ็นต์การละลายของเหล็ดออกจากสารสกัดค่อนข้างคงที่ที่ประมาณ 12 เปอร์เซ็นต์ ในช่วงอัตราเร็วในการกวน 200 ถึง 800 รอบต่อนาที การที่อัตราเร็วในการกวนเพิ่มขึ้นสามารถละลายดีบุกได้มากขึ้นเนื่องจากการใช้อัตราเร็วในการกวนสูงขึ้นจะส่งผล

ให้ชั้นการแพร่ (diffusion layer) ลดลงทำให้ผลต่างของความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกต่อชั้นการแพร่ (concentration gradient) เพิ่มขึ้น มีผลให้อัตรามวลสารที่เข้าทำปฏิกิริยาสูงขึ้น เมื่ออัตราเร็วในการกวนสูงขึ้นจนชั้นการแพร่ลดลงจนคงที่แล้ว จึงไม่มีผลต่อเปอร์เซ็นต์การละลายของดีบุกออกจากฮาร์ดเฮดเพิ่มขึ้นอีก ดังนั้นในการศึกษาถึงผลของตัวแปรอื่นจึงได้ใช้อัตราเร็วในการกวนสารละลายคงที่ที่ 800 รอบต่อนาที เพื่อตัดผลกระทบของอัตราเร็วในการกวนสารละลายออกไป

4.2.2 ผลของเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา

ในการศึกษาผลของเวลาที่ใช้ในการละลายของดีบุกและเหล็กออกจากฮาร์ด ได้ใช้ฮาร์ดเฮดขนาด -270 เมช จำนวน 5 กรัม ปริมาตรสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 100 มิลลิลิตร ความเข้มข้น 1 โมลาร์ อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสและอัตราเร็วในการกวน 800 รอบต่อนาที โดยแปรเปลี่ยนเวลาที่ใช้ในการละลายตั้งแต่ 30 นาที ถึง 6 ชั่วโมง ผลที่ได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.3 และพล็อตเป็นกราฟดังรูปที่ 4.7 ผลการทดลองข้างต้นชี้ว่าเมื่อใช้เวลาในการละลายมากขึ้นจะสามารถละลายดีบุกและเหล็กออกจากฮาร์ดเฮดได้มากขึ้น โดยที่ดีบุกในฮาร์ดเฮดสามารถละลายออกมาได้ 27.42 เปอร์เซ็นต์ ที่เวลา 30 นาที และเพิ่มขึ้นตามลำดับเป็น 75.58 เปอร์เซ็นต์ เมื่อใช้เวลา 4 ชั่วโมง การเพิ่มเวลาในการละลายเป็น 6 ชั่วโมง ทำให้การละลายของดีบุกเพิ่มขึ้นเล็กน้อยเป็น 76.23 เปอร์เซ็นต์ สำหรับการละลายของเหล็กออกจากฮาร์ดเฮดนั้น พบว่าเมื่อใช้เวลาในการละลายตั้งแต่ 30 นาทีถึง 2 ชั่วโมง เปอร์เซ็นต์การละลายที่ได้ค่อนข้างต่ำและค่อนข้างคงที่อยู่ที่ 10.89-14.03 เปอร์เซ็นต์ แต่เมื่อเวลาในการละลายเพิ่มขึ้นเป็น 4 ชั่วโมง การละลายของเหล็กออกจากฮาร์ดเฮดเพิ่มขึ้นค่อนข้างมากเป็น 57.36 เปอร์เซ็นต์ และละลายได้มากขึ้นอีกเล็กน้อยเป็น 63.15 เปอร์เซ็นต์ เมื่อใช้เวลา 6 ชั่วโมง ผลการทดลองที่ได้ชี้ว่าการใช้เวลา 4 ชั่วโมง เพียงพอสำหรับการละลายดีบุกออกจากฮาร์ดเฮดที่สภาวะดังกล่าว อย่างไรก็ตามในการทดลองที่สภาวะอื่นได้ใช้เวลาในการละลาย 6 ชั่วโมง

ในการละลายฮาร์ดเฮดด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก นอกจากจะเกิดปฏิกิริยาตามสมการที่ 2.6 และ 2.7 แล้วยังมีปฏิกิริยาที่ 4.1

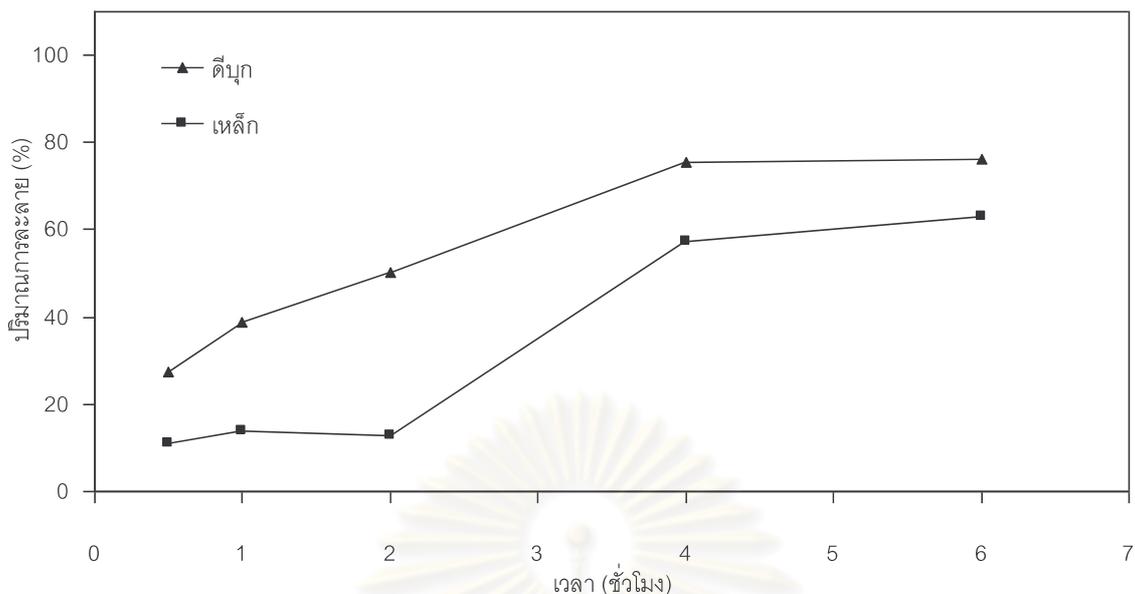


ที่เกิดขึ้นได้ด้วย แม้ว่า standard reduction potential ของโลหะดีบุกจะสูงกว่าของเหล็ก แต่เมื่ออยู่ในสารละลายกรดไฮโดรคลอริก Sn^{2+} ที่ละลายในสารละลายคลอไรด์จะอยู่ในรูปไอออนดีบุกคลอไรด์เชิงซ้อนต่างๆเช่น SnCl^+ , SnCl_3^- และ SnCl_4^{2-} ขึ้นกับความเข้มข้นของคลอไรด์ของ

สารละลาย [5] ดีบุกจะทำตัวเป็นแอโนด (anode) ในขณะที่เหล็กจะเป็นแคโทด (cathode) ทำนองเดียวกับผลการศึกษาการละลายโลหะผสมดีบุกและเหล็กในสารละลาย NaOH ของ W.S. Jun และคณะ[12] ที่พบว่า Sn ใน FeSn_2 ทำตัวเป็นแอโนดจากการเกิดดีบุกเชิงซ้อนในสารละลาย NaOH โลหะดีบุกในสภาวะนี้จะทำปฏิกิริยากับไอออนเหล็กในสารละลายทำให้ได้เหล็ก โดยที่โลหะดีบุกละลายเป็นไอออน ตามสมการที่ 4.1 เท่ากับว่าปฏิกิริยาดังกล่าวช่วยให้ดีบุกละลายได้มากขึ้น ในขณะที่เหล็กละลายได้น้อยลง ในช่วงเวลาสองชั่วโมงแรก เหล็กจึงละลายออกจากสภาวะได้ค่อนข้างต่ำและคงที่ ต่อเมื่อโลหะดีบุกในสภาวะนี้ถูกละลายออกมามากขึ้น โลหะดีบุกในสภาวะนี้เหลือน้อยลง ปฏิกิริยาที่ 4.1 จึงมีบทบาทในการละลายน้อยลงและเหล็กเริ่มละลายได้มากขึ้นที่เวลา 4 ชั่วโมงเป็นต้นไป

ตารางที่ 4.3 ปริมาณการละลายของดีบุกและเหล็กที่เวลาในการทำปฏิกิริยาต่างๆ โดยใช้ น้ำหนักสภาวะ 5 กรัม ขนาดของสภาวะ -270 เมช ปริมาตรสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 100 มิลลิลิตร ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 1 โมลาร์ อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสและ อัตราเร็วในการกวน 800 รอบต่อนาที

การทดลองที่	เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	ปริมาณการละลาย (เปอร์เซ็นต์)	
		ดีบุก	เหล็ก
5	0.5	27.42	10.89
6	1	38.87	14.03
4	2	50.10	12.92
7	4	75.58	57.36
8	6	76.23	63.15



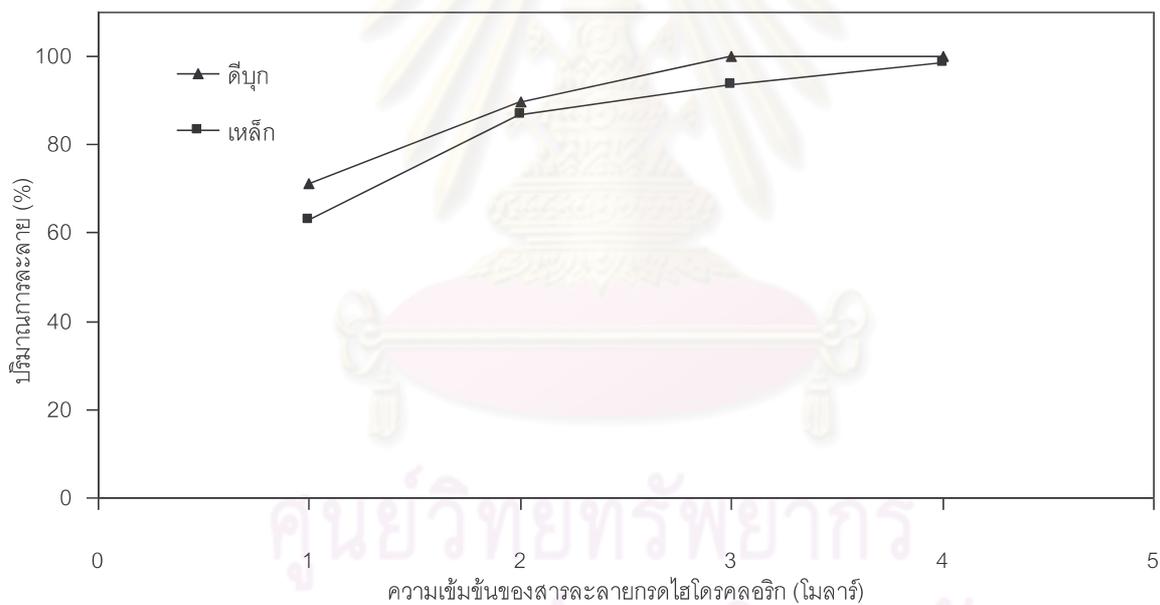
รูปที่ 4.7 ผลของเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาต่อเปอร์เซ็นต์การละลายของดีบุกและเหล็ก (น้ำหนักฮาร์ดเฮด 5 กรัม ขนาดของฮาร์ดเฮด -270 เมช ปริมาตรสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 100 มิลลิลิตร ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 1 โมลาร์ อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสและอัตราเร็วในการกวน 800 รอบต่อนาที)

4.2.3 ผลของความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก

เพื่อศึกษาผลของความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่ใช้ในการละลายฮาร์ดเฮด ได้ใช้ฮาร์ดเฮดขนาด -270 เมช จำนวน 5 กรัม ปริมาตรสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 100 มิลลิลิตร อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสและเวลา 6 ชั่วโมงที่อัตราเร็วในการกวน 800 รอบต่อนาที โดยแปรเปลี่ยนความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่ 1, 2, 3 และ 4 โมลาร์ ซึ่งได้ผลการละลายของดีบุกและเหล็กที่ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกต่างๆ ตามตารางที่ 4.4 และพล็อตเป็นกราฟดังรูปที่ 4.8 พบว่าการเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกสามารถละลายทั้งดีบุกและเหล็กออกจากฮาร์ดเฮดได้มากขึ้น ที่ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 2 โมลาร์ ได้เปอร์เซ็นต์การละลายดีบุกและเหล็ก 89.61 และ 86.77 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ ที่ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 3 โมลาร์ สามารถละลายดีบุกออกจากฮาร์ดเฮดได้หมด ในขณะที่เหล็กละลายได้มากถึง 93.76 เปอร์เซ็นต์ การใช้ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่ 4 โมลาร์ในการทดลองที่สภาวะนี้จึงไม่มีผลในการละลายดีบุกจากฮาร์ดเฮดแต่จะทำให้ละลายเหล็กออกมาได้มากขึ้นเป็น 98.58 เปอร์เซ็นต์ เห็นได้ชัดเจนว่าหากใช้ปริมาณของกรดไฮโดรคลอริกและเวลาให้เพียงพอแล้วจะสามารถละลายดีบุกและเหล็กออกจากฮาร์ดเฮดได้หมด โดยละลายดีบุกออกมาได้หมดก่อนเหล็ก

ตารางที่ 4.4 ปริมาณการละลายของดีบุกและเหล็กที่ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกต่างๆ โดยใช้น้ำหนักฮาร์ดเฮด 5 กรัม ขนาดของฮาร์ดเฮด -270 เมช ปริมาตรสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 100 มิลลิลิตร เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา 6 ชั่วโมงอุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสและอัตราเร็วในการกวน 800 รอบต่อนาที

การทดลองที่	ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก (โมล/ลิตร)	ปริมาณการละลาย (เปอร์เซ็นต์)	
		ดีบุก	เหล็ก
8	1	76.23	63.15
9	2	89.61	86.77
10	3	100.00	93.76
11	4	100.00	98.58



รูปที่ 4.8 ผลของความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกต่อเปอร์เซ็นต์การละลายของดีบุกและเหล็ก (น้ำหนักฮาร์ดเฮด 5 กรัม ขนาดของฮาร์ดเฮด -270 เมช ปริมาตรสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 100 มิลลิลิตร เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา 6 ชั่วโมงอุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสและอัตราเร็วในการกวน 800 รอบต่อนาที)

4.2.4 ผลของขนาดของฮาร์ดเฮด

ในการทดลองใช้ฮาร์ดเฮดที่มีขนาดใหญ่ขึ้นกล่าวคือขนาด -65+100 และ -150+200 เมช โดยทดลองละลายที่อุณหภูมิใน 60 องศาเซลเซียส ใช้น้ำหนักฮาร์ดเฮด 5 กรัม สารละลายกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 3 โมลาร์ จำนวน 100 มิลลิลิตร ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 6 ชั่วโมงที่อัตราเร็วในการกวน 800 รอบต่อนาที ผลการทดลองตามตารางที่ 4.5 ซึ่งว่า แม้ขนาดฮาร์ดเฮดจะใหญ่ขึ้นแต่สามารถละลายดีบุกออกมาได้หมด เช่นเดียวกับขนาด -270 เมช ที่สภาวะการละลายดังกล่าว ส่วนเหล็กในฮาร์ดเฮดขนาดใหญ่ก็ละลายออกมาได้หมดเช่นกัน ในขณะที่ขนาด -270 เมช ละลายเหล็กได้ 93.76 เปอร์เซ็นต์ อย่างไรก็ตามหากคำนึงถึงความคลาดเคลื่อนในการทดลองและความไม่สม่ำเสมอของส่วนประกอบทางเคมีของฮาร์ดเฮดแต่ละขนาดแล้ว อาจกล่าวได้ว่า ในช่วงของขนาดที่ใช้ในการทดลอง ทั้งดีบุกและเหล็กในฮาร์ดเฮดถูกละลายด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกออกมาได้หมด ทั้งนี้เพราะทั้งปริมาณกรดไฮโดรคลอริกและเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาเพียงพอสำหรับฮาร์ดเฮดแต่ละขนาด

ตารางที่ 4.5 ปริมาณการละลายของดีบุกและเหล็กที่ขนาดของฮาร์ดเฮดต่างๆ โดยใช้ น้ำหนักฮาร์ดเฮด 5 กรัม ปริมาตรสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 100 มิลลิลิตร ความเข้มข้น 3 โมลาร์ เวลา 6 ชั่วโมงและอัตราเร็วในการกวน 800 รอบต่อนาที

การทดลองที่	ขนาดของฮาร์ดเฮด (เมช)	ปริมาณการละลาย (เปอร์เซ็นต์)	
		ดีบุก	เหล็ก
12	-65+100	100.00	100.00
13	-150+200	100.00	100.00
10	-270	100.00	93.76

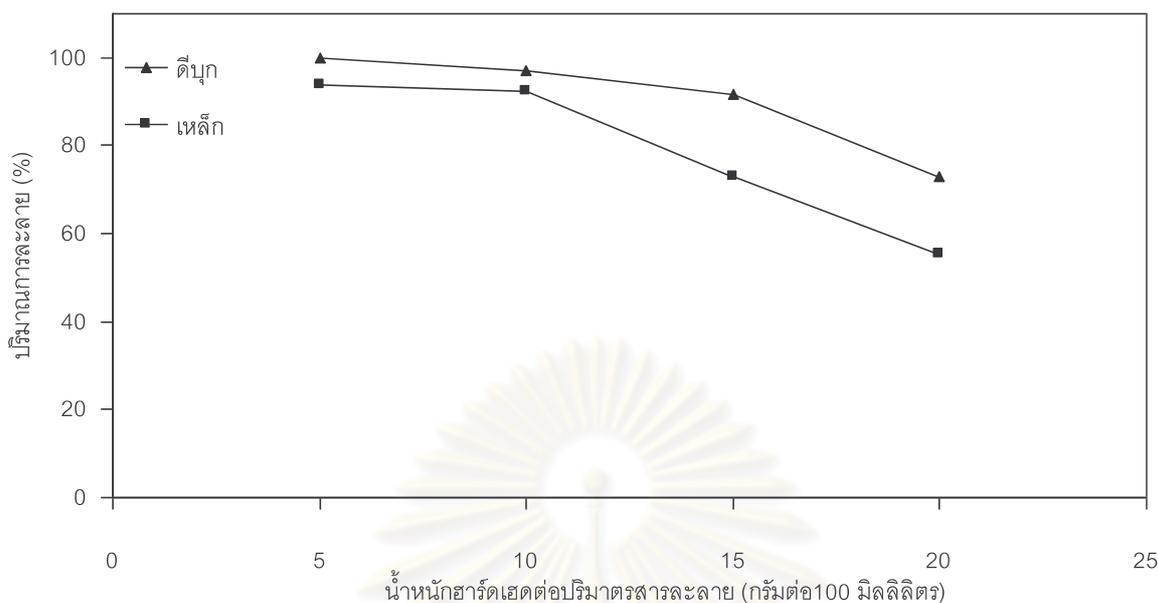
4.2.5 ผลของน้ำหนักฮาร์ดเฮดต่อปริมาตรสารละลาย

ได้ทดลองหาผลของน้ำหนักของฮาร์ดเฮดต่อปริมาตรสารละลาย โดยใช้น้ำหนักฮาร์ดเฮด 5, 10, 15 และ 20 กรัม โดยทำการละลายที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ขนาดของฮาร์ดเฮด -270 เมช ปริมาตรสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 100 มิลลิลิตร ความเข้มข้น 3 โมลาร์ เวลา 6 ชั่วโมงและอัตราเร็วในการกวน 800 รอบต่อนาที ได้ผลตามตารางที่ 4.6 และพล็อตเป็นกราฟดังรูปที่ 4.9 เห็นได้ชัดเจนว่าการใช้น้ำหนักฮาร์ดเฮดต่อปริมาตรสารละลายที่สูงขึ้น ทำให้เปอร์เซ็นต์การละลายของดีบุกและเหล็กจากฮาร์ดเฮดลดลง กล่าวคือถ้าใช้น้ำหนักของฮาร์ดเฮดต่อปริมาตรสารละลาย 5 กรัมต่อ 100 มิลลิลิตร จะสามารถละลายดีบุกออกจากฮาร์ดเฮดได้หมดและละลายเหล็กออก

จากฮาร์ดเฮดได้ 93.76 เปอร์เซ็นต์ เมื่อใช้น้ำหนักของฮาร์ดเฮดต่อปริมาตรสารละลายเพิ่มขึ้นเป็น 10 กรัมต่อ 100 มิลลิลิตร จะได้เปอร์เซ็นต์การละลายของดีบุกและเหล็กออกจากฮาร์ดเฮดลดลงเล็กน้อยเท่ากับ 96.96 และ 92.31 เปอร์เซ็นต์ตามลำดับ และเมื่อใช้น้ำหนักของฮาร์ดเฮดต่อปริมาตรสารละลายเป็น 20 กรัมต่อ 100 มิลลิลิตร เปอร์เซ็นต์การละลายของดีบุกและเหล็กออกจากฮาร์ดเฮดลดลงค่อนข้างมากเหลือเพียง 72.94 และ 55.31 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ ปริมาณของกรดไฮโดรคลอริกที่ใช้ในการทดลองที่น้ำหนักของฮาร์ดเฮดต่อปริมาตรสารละลายเท่ากับ 5 และ 10 กรัมต่อ 100 มิลลิลิตรนั้นมากเกินพอ เมื่อคำนวณจากกรดที่ต้องใช้ตามปฏิกิริยาเคมีที่ 2.11 และ 2.12 แต่เมื่อเพิ่มน้ำหนักของฮาร์ดเฮดต่อปริมาตรสารละลายขึ้นอีกเป็น 15 กรัมต่อ 100 มิลลิลิตร ปริมาณกรดที่ใช้ทดลองไม่เพียงพอที่จะละลายดีบุกและเหล็กออกมาให้หมดได้ โดยเฉพาะที่น้ำหนักของฮาร์ดเฮดต่อปริมาตรสารละลายเท่ากับ 20 กรัมต่อ 100 มิลลิลิตร ซึ่งทำให้เปอร์เซ็นต์การละลายของดีบุกและเหล็กลดลงค่อนข้างมาก เหลือ 72.94 และ 55.31 เปอร์เซ็นต์ตามลำดับ

ตารางที่ 4.6 ปริมาณการละลายของดีบุกและเหล็กที่น้ำหนักของฮาร์ดเฮดต่อปริมาตรสารละลายต่างๆ โดยใช้เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา 6 ชั่วโมงขนาดของฮาร์ดเฮด -270 เมช ปริมาตรสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 100 มิลลิลิตร ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 3 โมลาร์ อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสและอัตราเร็วในการกวน 800 รอบต่อนาที

การทดลองที่	น้ำหนักของฮาร์ดเฮดต่อปริมาตรสารละลาย(กรัมต่อ 100 มิลลิลิตร)	ปริมาณการละลาย (เปอร์เซ็นต์)	
		ดีบุก	เหล็ก
10	5	100.00	93.76
14	10	96.96	92.31
15	15	91.63	73.03
16	20	72.94	55.31



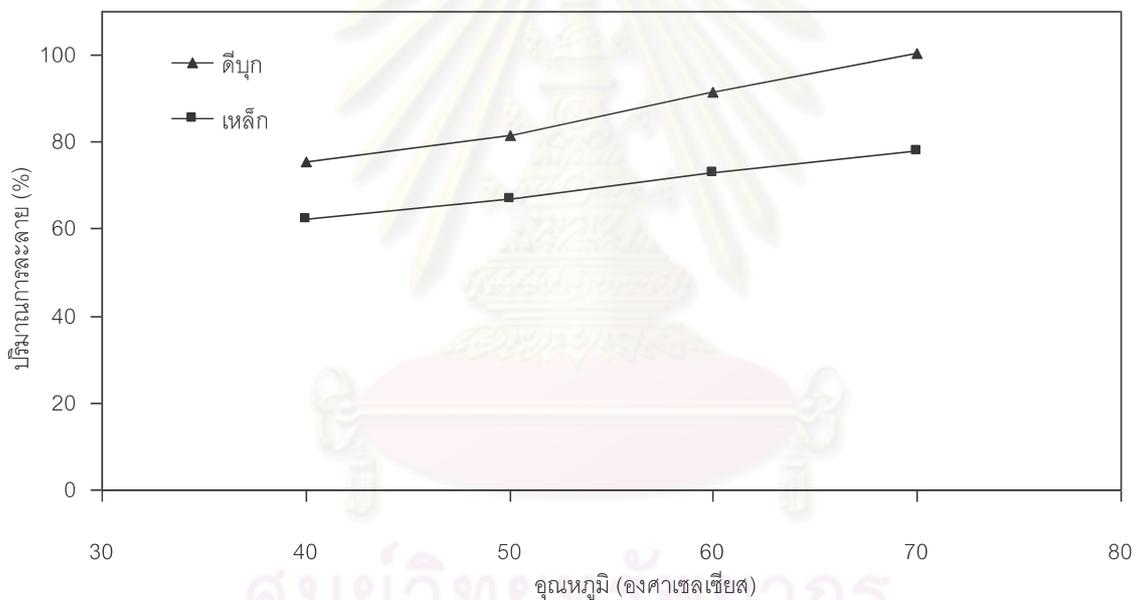
รูปที่ 4.9 ผลของน้ำหนักของฮาร์ดแฮตต่อปริมาตรสารละลายต่อเปอร์เซ็นต์การละลายของดีบุกและเหล็ก (ขนาดของฮาร์ดแฮต -270 เมช ปริมาตรสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 100 มิลลิลิตร ความเข้มข้น 3 โมลาร์ อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เวลาที่ใช้ 6 ชั่วโมงและอัตราเร็วในการกวน 800 รอบต่อนาที)

4.2.6 ผลของอุณหภูมิ

เพื่อศึกษาผลของอุณหภูมิ ได้ทดลองแปรเปลี่ยนอุณหภูมิในการละลายที่ 40, 50, 60 และ 70 องศาเซลเซียส โดยใช้ฮาร์ดแฮตขนาด -270 เมช จำนวน 15 กรัม ปริมาตรสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 100 มิลลิลิตร ความเข้มข้น 3 โมลาร์ เวลา 6 ชั่วโมงและอัตราเร็วในการกวน 800 รอบต่อนาที ผลที่ได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.7 และพล็อตเป็นกราฟดังรูปที่ 4.10 พบว่าการใช้อุณหภูมิที่สูงขึ้นทำให้ได้เปอร์เซ็นต์การละลายของดีบุกและเหล็กออกจากฮาร์ดแฮตเพิ่มขึ้น ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส ดีบุกและเหล็กละลายออกมาได้เพียง 75.58 และ 62.26 เปอร์เซ็นต์ตามลำดับ เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นเป็น 50 องศาเซลเซียส ปริมาณการละลายของดีบุกและเหล็กที่เพิ่มขึ้นมีแนวโน้มใกล้เคียงกัน ช่วงอุณหภูมิตั้งแต่ 50 ถึง 70 องศาเซลเซียส ปริมาณการละลายดีบุกที่เพิ่มขึ้นจะสูงกว่าเล็กน้อย เมื่อเทียบกับปริมาณการละลายของเหล็กที่เพิ่มขึ้น การเพิ่มอุณหภูมิของสารละลายเป็น 70 องศาเซลเซียส สามารถละลายดีบุกออกจากฮาร์ดแฮตได้หมดในขณะที่เหล็กละลายได้ 77.85 เปอร์เซ็นต์ การใช้อุณหภูมิที่สูงขึ้น ช่วยให้เกิดปฏิกิริยาการละลายดีขึ้นและจะเหลือกรดในสารละลายน้อยลง

ตารางที่ 4.7 ปริมาณการละลายของดีบุกและเหล็กที่อุณหภูมิต่างๆ โดยใช้ฮาร์ดเฮด ขนาด -270 เมช จำนวน 15 กรัม ปริมาตรสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 100 มิลลิลิตร ความเข้มข้น 3 โมลาร์ เวลา 6 ชั่วโมง และอัตราเร็วในการกวน 800 รอบต่อนาที

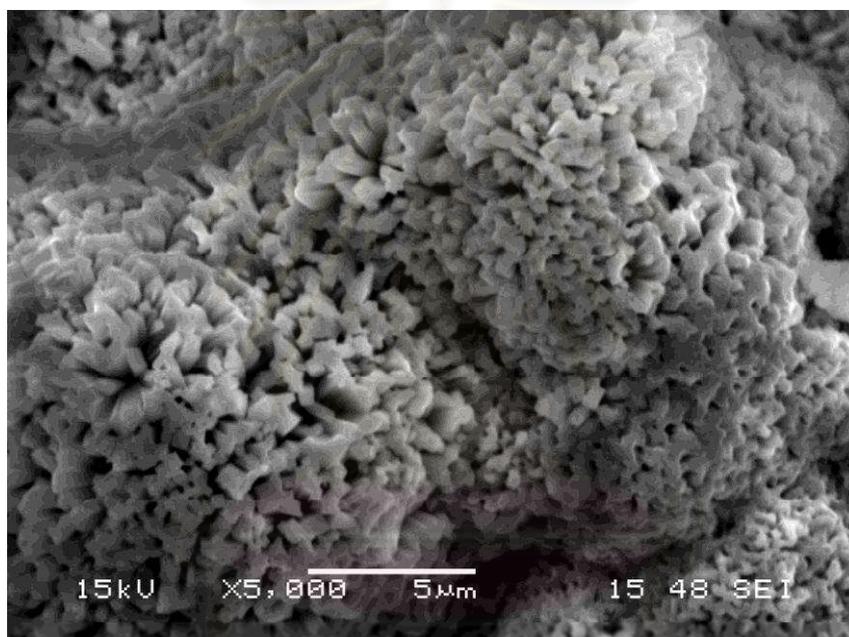
การทดลอง ที่	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ปริมาณการละลาย (เปอร์เซ็นต์)	
		ดีบุก	เหล็ก
17	40	75.58	62.26
18	50	81.55	66.84
15	60	91.63	73.03
19	70	100.00	77.85



รูปที่ 4.10 ผลของอุณหภูมิต่อเปอร์เซ็นต์การละลายของดีบุกและเหล็ก (ฮาร์ดเฮดขนาด -270 เมช จำนวน 15 กรัม ปริมาตรสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 100 มิลลิลิตร ความเข้มข้น 3 โมลาร์ เวลา 6 ชั่วโมง และอัตราเร็วในการกวน 800 รอบต่อนาที)

4.3 ผลการตรวจสอบกากที่เหลือจากการละลายฮาร์ดเสดด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก

รูปที่ 4.11 เป็นภาพของกากฮาร์ดเสดที่เหลือจากการละลาย เมื่อใช้เวลาละลาย 2 ชั่วโมง ซึ่งแสดงให้เห็นความพรุนที่ผิวที่เกิดจากการถูกละลายด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก จากการวิเคราะห์กากดังกล่าวด้วยเครื่อง Energy dispersive X-ray spectroscopy (EDX) พบว่ามีธาตุเหล็ก ดีบุก ออกซิเจน คลอรีนเป็นองค์ประกอบ (ภาคผนวก จ-1) โดยมีปริมาณของธาตุดีบุก เหลืออยู่ค่อนข้างน้อยและมีปริมาณของธาตุเหล็กอยู่มาก ซึ่งสอดคล้องกับผลการละลายที่พบว่าในเวลา 2 ชั่วโมง เหล็กละลายออกจากฮาร์ดเสดได้น้อยกว่าดีบุก ออกซิเจนที่พบในกากนั้นเกิดจากการที่กากถูกออกซิไดส์ ในขณะที่คลอรีนมาจากกรดไฮโดรคลอริกที่ตกค้างอยู่ในกาก



รูปที่ 4.11 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดของกากของแข็งที่เหลือจากการละลายด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก (สภาวะการทดลอง: น้ำหนักฮาร์ดเสด 5 กรัม ขนาดของฮาร์ดเสด -270 เมช ปริมาตรสารละลายไฮโดรคลอริก 100 มิลลิลิตร ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 1 โมลาร์ อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เวลา 2 ชั่วโมงและอัตราเร็วในการกวน 800 รอบต่อนาที)

4.4 ผลการตกตะกอนดีบุก

เนื่องจากการละลายฮาร์ดเสดด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก จะได้สารละลายดีบุก คลอไรด์และเหล็กคลอไรด์ผสมกัน เพื่อแยกดีบุกและเหล็กออกจากกัน จึงได้พิจารณาใช้วิธีการตกตะกอนเป็นไฮดรอกไซด์โดยการปรับ pH ของสารละลาย จากผลวิเคราะห์สารละลายตั้งต้นที่

เตรียมขึ้นจากการละลายฮาร์ดเสดด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก พบว่า มีความเข้มข้นของ ดีบุกและเหล็กในสารละลาย 5.95 และ 4.99 กรัมต่อลิตร ตามลำดับ ในการตกตะกอน ได้นำ สารละลายนี้ 100 มิลลิลิตร มาปรับ pH ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ ที่อุณหภูมิห้อง ใช้อัตราเร็วในการกวนสารละลายระหว่างปรับ pH ที่ 400 รอบต่อนาที โดย ปรับให้ได้ค่า pH สุกท้ายเท่ากับ 2.0, 2.2, 2.4, 2.6, 2.8 และ 3.0 ซึ่งหลังการปรับ pH ของ สารละลาย จะได้อนุภาคของแข็งตกตะกอนออกมาจากสารละลาย จากการวัดปริมาตรของ สารละลายสุกท้ายและวิเคราะห์หาดีบุกและเหล็กในสารละลาย จะคำนวณหาปริมาณดีบุกและ เหล็กที่เหลือในสารละลายที่ pH ต่างๆ และหาเปอร์เซ็นต์การตกตะกอนได้ ผลการตกตะกอน ปรากฏดังรูปที่ 4.12 ซึ่งชี้ให้เห็นว่า เมื่อปรับ pH ของสารละลายให้สูงขึ้น การตกตะกอนของดีบุก จะมากขึ้นจาก 77.35 เปอร์เซ็นต์ที่ pH 2.0 เป็น 97.68 เปอร์เซ็นต์ที่ pH 3.0 ในขณะที่เหล็กยังคง อยู่ในสารละลาย เนื่องจาก pH ของสารละลายยังไม่สูงพอที่จะตกตะกอนเหล็กได้ เพราะเหล็กที่ ละลายออกจากฮาร์ดเสดส่วนใหญ่อยู่ในรูปสารละลาย Fe^{2+} ซึ่งการปรับ pH ของสารละลายให้ Fe^{2+} ตกตะกอนออกมาจากสารละลายได้นั้นจะต้องใช้ pH ค่อนข้างสูง กล่าวคือ pH ต้องสูงกว่า 3.0 ค่อนข้างมาก [5] จะเห็นได้จากผลการวิเคราะห์ตะกอนไฮดรอกไซด์ที่ได้ (ตารางที่ 4.8) ซึ่ง พบว่ามีเหล็กปนอยู่ต่ำ กล่าวคือต่ำกว่าร้อยละหนึ่งและมีเนื้อดีบุกอยู่ร้อยละ 64.20-71.20



รูปที่ 4.12 ผลของ pH ต่อเปอร์เซ็นต์การตกตะกอนของดีบุกจากสารละลาย

ตารางที่ 4.8 ส่วนประกอบทางเคมีของตะกอนที่ได้จากการตกตะกอนดินรูกจากสารละลายที่ค่า pH ต่างๆ

pH สุดท้าย \ %	Sn	Fe	WO ₃	SiO ₂	As	Bi	Pb	Cu	Sb	Zn	Cd	S
2.0	64.20	0.78	<0.1	0.92	<0.01	0.001	0.003	0.007	<0.005	<0.001	<0.001	0.035
2.8	71.20	0.71	<0.1	0.17	<0.01	0.001	0.006	0.007	<0.005	<0.001	<0.001	0.031
3.0	66.84	0.89	<0.1	0.26	<0.01	0.001	0.005	0.006	<0.005	<0.001	<0.001	0.048

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง

งานวิจัยนี้ได้ศึกษาการสกัดดีบุกออกจากฮาร์ดเฮดโดยใช้สารละลายกรดไฮโดรคลอริก และศึกษาการตกตะกอนดีบุกออกจากสารละลายที่ได้โดยการปรับ pH ของสารละลายด้วย โซเดียมไฮดรอกไซด์ ซึ่งสรุปได้ว่า

1. การละลายฮาร์ดเฮดที่มีดีบุก 46.31 % และเหล็ก 41.49% ขนาดอนุภาค -270 เมช ด้วยกรดไฮโดรคลอริก พบว่าปริมาณการละลายของดีบุกขึ้นกับปริมาณกรดไฮโดรคลอริกและเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา การใช้น้ำหนักฮาร์ดเฮด 5 กรัมต่อสารละลาย 100 มิลลิลิตร ที่ความเข้มข้นกรดไฮโดรคลอริก 3 โมลาร์ อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส สามารถสกัดดีบุกออกมาได้หมดในเวลา 6 ชั่วโมง

2. การเพิ่มน้ำหนักฮาร์ดเฮดต่อปริมาตรสารละลายให้มากขึ้นมีผลให้เปอร์เซ็นต์การละลายลดลง ที่น้ำหนักฮาร์ดเฮด 15 กรัมต่อปริมาตรสารละลาย 100 มิลลิลิตร ความเข้มข้น 3 โมลาร์ ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เวลา 6 ชั่วโมงสามารถละลายดีบุกออกจากฮาร์ดเฮดได้ 91.63 เปอร์เซ็นต์ และที่สภาวะเดียวกันเมื่อเพิ่มอุณหภูมิให้สูงขึ้นเป็น 70 องศาเซลเซียส สามารถละลายดีบุกออกจากฮาร์ดเฮดได้หมดและละลายเหล็กได้ 77.8%

3. การใช้ฮาร์ดเฮดที่มีขนาดใหญ่ขึ้นในช่วง -65 ถึง +200 เมช สามารถละลายดีบุกได้หมด เช่นเดียวกับ การใช้ฮาร์ดเฮดขนาด -270 เมช เนื่องจากปริมาณกรดและเวลาที่ใช้ในการละลายเพียงพอ

4. ในการแยกดีบุกจากสารละลายคลอไรด์ที่ได้ใช้วิธีปรับ pH ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ สามารถตกตะกอนดีบุกได้มากกว่า 97% ในรูปของดีบุกไฮดรอกไซด์ที่ค่า pH 3.0 ในขณะที่เหล็กไม่ตกตะกอน

บทที่ 6

ข้อเสนอแนะ

สำหรับการทดลองที่น่าสนใจในการพัฒนากระบวนการสกัดดีบุกออกจากฮาร์ดเสด ใน
ขั้นตอนต่อไปคือ

1. ศึกษาการแยกดีบุกและเหล็กในสารละลายด้วยวิธี solvent extraction
2. ศึกษาวิธีการผลิตเป็นผงดีบุกออกไซด์ที่สามารถนำไปใช้ในอุตสาหกรรม
3. ศึกษาการละลายตะกอนดีบุกไฮดรอกไซด์ด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกและการ
แยกเป็นโลหะดีบุกด้วยวิธีไฟฟ้า



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รายการอ้างอิง

- [1] Wright, P.A., *Extractive Metallurgy of Tin*, New York: American Elsevier, 1966.
- [2] Wright, P.A., *Extractive Metallurgy of Tin*, 2nd ed. New York: Elsevier Scientific Publishing Co., 1982.
- [3] Okamoto, H., *alloys phase diagram*, ASM handbook, International Alloy Phase Diagram and the Handbook Committees. vol3, p.863, 1992.
- [4] Batubara, K. and Mackey, T.S., *Recent Improvements in the rotary furnace smelting of Indonesian tin concentrates*, in fourth world conference on tin, vol 3, p.150-177, Kuala Lumpur, N.L.Phelps, ed, 1974.
- [5] Pourbaix, M., *Atlas of Electrochemical Equilibria in Aqueous Solutions*, p.475-484, p.307-321, NACE, Houston, 1974.
- [6] Barakat, M.A., *Recovery of lead, tin and indium from alloy wire scrap*, Hydrometallurgy 49 (1998): 63-73.
- [7] Barakat, M.A., *Recovery of metal values from zinc solder dross*, Waste Management 19(1999) 503-507.
- [8] Scott, K., Chen, X., Atkinson, J.W., Todd, M. and Armstrong, R.D., *Electrochemical recycling of tin, lead and copper from stripping solution in the manufacture of circuit boards*, Resource, Conservation and Recycling 20 (1997)43-55.
- [9] Rabah, M.A., *Combined hydro-pyrometallurgical method for the recovery of high lead/tin/bronze alloy from industrial scrap*, Hydrometallurgy 47 (1998) 281-295.
- [10] Lee, L.S.Y. and Lawson, F., *The leaching rate of tin metal in oxygenated sodium hydroxide solutions*, Hydrometallurgy 23 (1989) 23-35.
- [11] Tamas Kekesi, Torok, I. and Gabor Kabelik, *Extraction of tin from scrap by chemical and electrochemical methods in alkaline media*, Hydrometallurgy 55 (2000) 213-222.
- [12] Jun, W.S., Yun, P.S. and Lee, E.C., *Leaching behavior of tin from Sn-Fe alloy in sodium hydroxide solutions*, Hydrometallurgy 73 (2004) 71-80.



ภาคผนวก

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

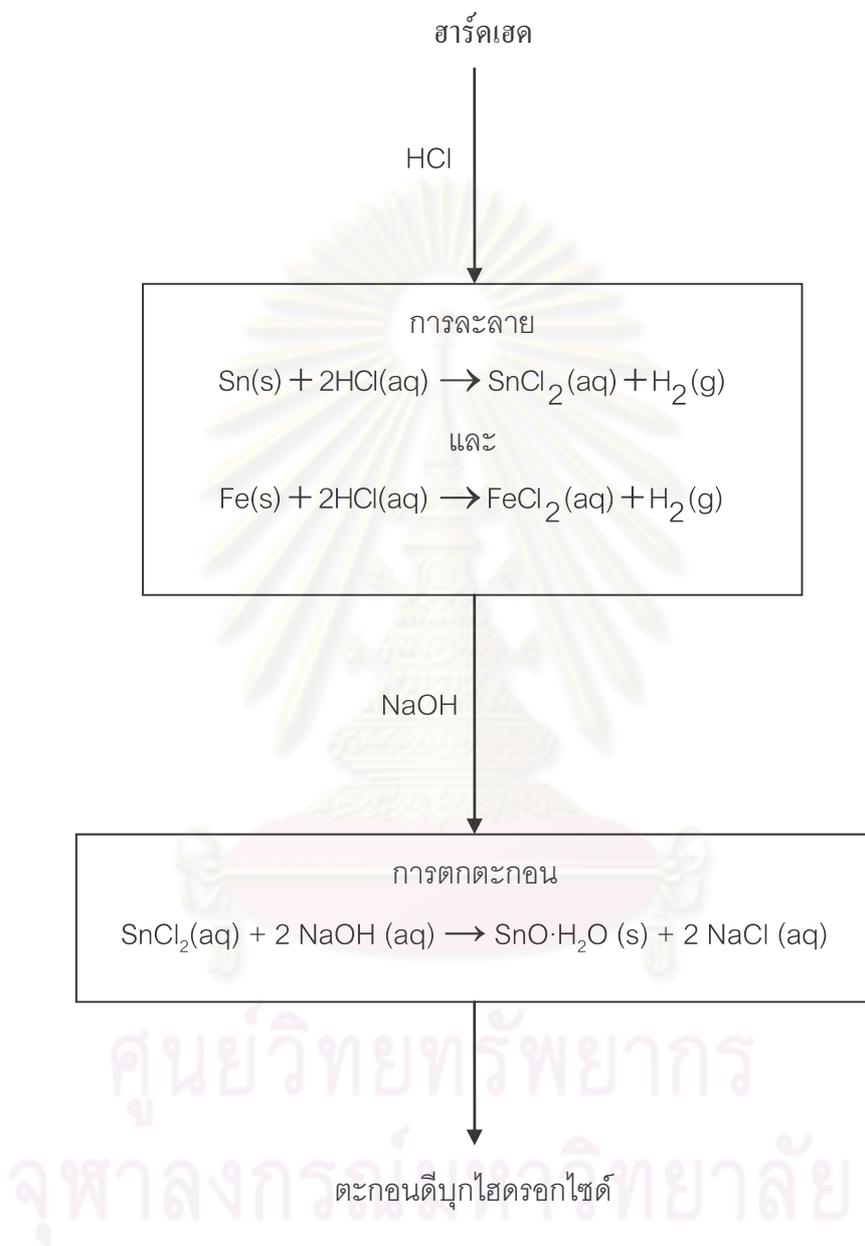


ภาคผนวก ก

กระบวนการสกัดดีบุกออกจากสาร์ตเฮด

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ก-1 กระบวนการสกัดดีบุกออกจากฮาร์ดเสดโดยการละลายด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก



รูปที่ ก-1 กระบวนการสกัดดีบุกออกจากฮาร์ดเสด โดยการละลายด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก และการตกตะกอนเป็นดีบุกไฮดรอกไซด์



ภาคผนวก ข

ตัวอย่างการคำนวณ

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ภาคผนวก ข-1

วิธีการคำนวณปริมาณการละลายของดีบุกและเหล็กโดยหาจากค่าที่วิเคราะห์
ได้จากเครื่อง Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission หรือ ICP

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ข-1-1 วิธีการคำนวณปริมาณการละลายของดีบุกจากกระบวนการสกัดดีบุกจากฮาร์ดเสด โดยการละลายด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก โดยหาค่าที่วิเคราะห์ได้จากเครื่อง Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission หรือ ICP

ปริมาณฮาร์ดเสดที่ใช้ในการทดลอง	A	กรัม
จากการวิเคราะห์มีดีบุกอยู่ในฮาร์ดเสด	B	เปอร์เซ็นต์
ดังนั้นปริมาณดีบุกอยู่ในฮาร์ดเสด	$A \times B / 100$	กรัม
ปริมาณสารละลายที่ใช้ในการละลาย	100	มิลลิลิตร
แสดงว่ามีปริมาณดีบุกอยู่ในสารละลาย	$A \times B / 100$	กรัมต่อ 100 มิลลิลิตร
	$1,000 \times A \times B / 100$	มิลลิกรัมต่อ 100 มิลลิลิตร
	10 AB	มิลลิกรัมต่อ 100 มิลลิลิตร

เมื่อชักตัวอย่างสารละลาย 2 มิลลิลิตร ทำให้เจือจางด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกในขวด ปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission หรือ ICP

นั่นคือในสารละลาย 2 มิลลิลิตร จะมีดีบุกอยู่ทั้งหมด	$2 \times 10 \times AB / 100$	มิลลิกรัม
	0.2AB	มิลลิกรัม

แสดงว่าในสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 100 มิลลิลิตร มีดีบุกอยู่ทั้งหมด 0.2AB มิลลิกรัมเช่นกัน

นั่นคือ มีดีบุกอยู่ในสารละลายกรดไฮโดรคลอริก	0.2AB	มิลลิกรัมต่อ 100 มิลลิลิตร
	2AB	มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร

ถ้าผลวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission หรือ ICP มีปริมาณ ดีบุกที่ถูกละลาย

	C	มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร
ดังนั้นเปอร์เซ็นต์ดีบุกที่ถูกละลายออกจากฮาร์ดเสด	$C \times 100 / 2AB$	เปอร์เซ็นต์
	$50C / AB$	เปอร์เซ็นต์

ข-1-2 วิธีการคำนวณปริมาณการละลายของเหล็กจากกระบวนการสกัดดีบุกจากฮาร์ดเสด
โดยการละลายด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก โดยหาค่าที่วิเคราะห์ได้จากเครื่อง
Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission หรือ ICP

ปริมาณฮาร์ดเสดที่ใช้ในการทดลอง	A	กรัม
จากการวิเคราะห์ที่มีปริมาณเหล็กอยู่ในฮาร์ดเสด	D	เปอร์เซ็นต์
ดังนั้นมีปริมาณเหล็กอยู่ในฮาร์ดเสด	AxD/100	กรัม
ปริมาณสารละลายที่ใช้ในการละลาย	100	มิลลิลิตร
แสดงว่ามีปริมาณเหล็กอยู่ในสารละลาย	AxD/100	กรัมต่อ 100 มิลลิลิตร
	1,000 AxD/100	มิลลิกรัมต่อ100 มิลลิลิตร
	10 AD	มิลลิกรัมต่อ100 มิลลิลิตร

เมื่อชักตัวอย่างสารละลาย 2 มิลลิลิตร ทำให้เจือจางด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกในขวด
ปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Inductively Coupled Plasma – Atomic
Emission หรือ ICP

นั่นคือในสารละลาย 2 มิลลิลิตร จะมีเหล็กอยู่ทั้งหมด	2x10AD/100	มิลลิกรัม
	0.2AD	มิลลิกรัม

แสดงว่าในสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 100 มิลลิลิตร มีเหล็กอยู่ทั้งหมด 0.2AD มิลลิกรัมเช่นกัน

นั่นคือ มีเหล็กอยู่ในสารละลายกรดไฮโดรคลอริก	0.2AD	มิลลิกรัมต่อ100 มิลลิลิตร
	2AD	มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร

ถ้าผลวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission หรือ ICP มีปริมาณ
เหล็กที่ถูกละลาย
 E | มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร |

ดังนั้นเปอร์เซ็นต์เหล็กที่ถูกละลายออกจากฮาร์ดเสด	Ex100/2AD	เปอร์เซ็นต์
	50E/AD	เปอร์เซ็นต์



ภาคผนวก ข-2

วิธีการคำนวณการตกตะกอนของดีบุกและเหล็กจากสารละลายโดยใช้เครื่อง
Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission หรือ ICP

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ข-2-1 วิธีการคำนวณปริมาณการตกตะกอนของดีบุกจากกระบวนการสกัดดีบุกจากสารสกัดโดยการตกตะกอนด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ โดยหาค่าที่วิเคราะห์ได้จากเครื่อง Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission หรือ ICP

จากการวิเคราะห์มีปริมาณดีบุกในสารละลายเริ่มต้น A กรัม
 ปริมาณสารละลายที่ใช้ในการตกตะกอน 100 มิลลิตร

ชักตัวอย่างสารละลาย 2 มิลลิตร ทำให้เจือจางด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกในขวดปริมาตรขนาด 100 มิลลิตร นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission หรือ ICP ผลวิเคราะห์มีปริมาณดีบุกที่ถูกละลาย = B มิลลิกรัมต่อลิตร

ความเข้มข้นของดีบุกที่เหลือในสารละลายหลังตกตะกอน
 $= (B \times 100) / 2$ มิลลิกรัมต่อลิตร
 $= 0.05B$ กรัมต่อลิตร

ปริมาณสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในการตกตะกอน
 $= C$

มิลลิตร

ปริมาณสารละลายทั้งหมดหลังการตกตะกอน $= C + 100$

มิลลิตร

$= (C + 100) / 1000$ ลิตร

ปริมาณของดีบุกที่เหลือในสารละลายหลังตกตะกอน $= [0.001(C + 100)] \times 0.05B$ กรัม

ดังนั้นเปอร์เซ็นต์ดีบุกที่ตกตะกอน

$= 100[A - 0.001(C + 100) \times 0.05B] / A$ เปอร์เซ็นต์

ข-2-2 วิธีการคำนวณปริมาณการตกตะกอนของเหล็กจากกระบวนการสกัดดีบุกจากสารดีไฮด์โดยการตกตะกอนด้วยสารละลายไซเตียมไฮดรอกไซด์ โดยหาค่าที่วิเคราะห์ได้จากเครื่อง Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission หรือ ICP

จากการวิเคราะห์มีปริมาณเหล็กในสารละลายเริ่มต้น	D	กรัม
ปริมาณสารละลายที่ใช้ในการตกตะกอน	100	
มิลลิลิตร		

ชักตัวอย่างสารละลาย 2 มิลลิลิตร ทำให้เจือจางด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกในขวดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission หรือ ICP ผลวิเคราะห์มีปริมาณเหล็กที่ถูกละลาย = E มิลลิกรัมต่อลิตร

ความเข้มข้นของเหล็กที่เหลือในสารละลายหลังตกตะกอน		
	= (E×100)/2	มิลลิกรัมต่อลิตร
	= 0.05E	กรัมต่อลิตร

ปริมาณสารละลายไซเตียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในการตกตะกอน	
	= F

มิลลิลิตร

ปริมาณสารละลายทั้งหมดที่ใช้ในการตกตะกอน	= F+100
---	---------

มิลลิลิตร

	= (F+100)/1000	ลิตร
--	----------------	------

ปริมาณของเหล็กที่เหลือในสารละลายหลังตกตะกอน	= [0.001(F+100)] × 0.05E	กรัม
---	--------------------------	------

ดังนั้นเปอร์เซ็นต์เหล็กที่ถูกตกตะกอน

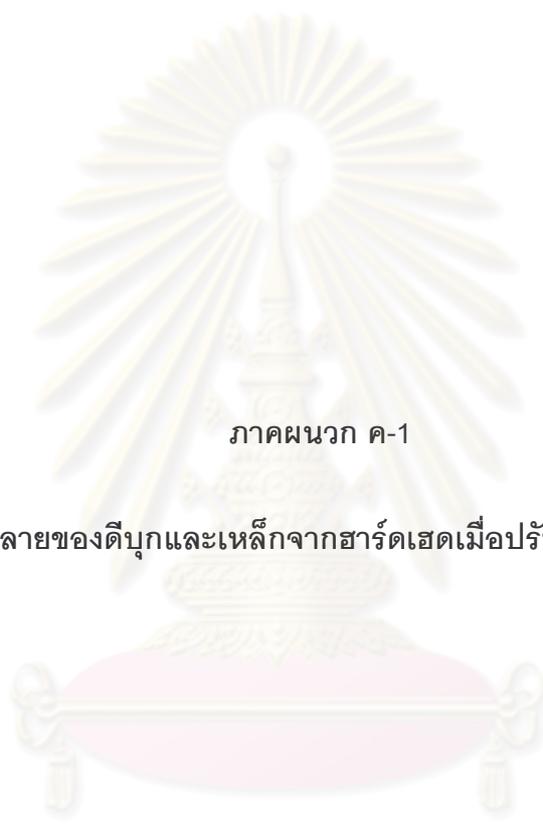
	= 100[D - 0.001(F+100) × 0.05E]/D	เปอร์เซ็นต์
--	-----------------------------------	-------------



ภาคผนวก ค

ผลการละลายของดีบุกและเหล็กจากฮาร์ดสแควด วิเคราะห์โดยใช้เครื่อง
Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission

ศูนย์วิจัยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ภาคผนวก ค-1

ผลการการละลายของดีบุกและเหล็กจากฮาร์ดเสดเมื่อปรับอัตราเร็วในการกวน

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ค-1-1 ตารางแสดงผลการละลายดีบุกและเหล็กจากฮาร์ดเฮดที่อัตราเร็วในการกวน
สารละลายต่างๆ

สภาวะการทดลอง

น้ำหนักฮาร์ดเฮดต่อปริมาตรสารละลาย	5	กรัมต่อ 100 มิลลิลิตร
ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก	1	โมลาร์
ขนาดของฮาร์ดเฮด	-270	เมช
อุณหภูมิ	60	องศาเซลเซียส
เวลา	2	ชั่วโมง
ปริมาตรสารละลาย	100	มิลลิลิตร

การทดลอง ที่	อัตราในการกวน สารละลาย (รอบ/นาที)	ปริมาณในสารละลาย (มิลลิกรัมต่อลิตร)		ปริมาณการละลาย (เปอร์เซ็นต์)	
		ดีบุก	เหล็ก	ดีบุก	เหล็ก
1	200	206	49.1	44.48	11.83
2	400	231	49.9	49.88	12.03
3	600	228	49	49.23	11.86
4	800	232	55.2	50.10	12.92

หมายเหตุ

- น้ำหนักฮาร์ดเฮดต่อปริมาตรสารละลาย 5 กรัมต่อ 100 มิลลิลิตร ซึ่งฮาร์ดเฮด 5 กรัม
- วิเคราะห์โดยใช้เครื่อง Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission หรือ ICP
ชักตัวอย่าง 2 มิลลิลิตร เติมสารละลายกรดไฮโดรคลอริกจนมีปริมาตร 100 มิลลิลิตร



ภาคผนวก ค-2

ผลการละลายของดีบุกและเหล็กจากสารดีไฮด์ที่เวลาต่างๆ ในการทำปฏิกิริยา

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ค-2-1 ตารางแสดงผลการละลายดีบุกและเหล็กจากฮาร์ดเฮดที่เวลาต่างๆ ในการทำปฏิกิริยา

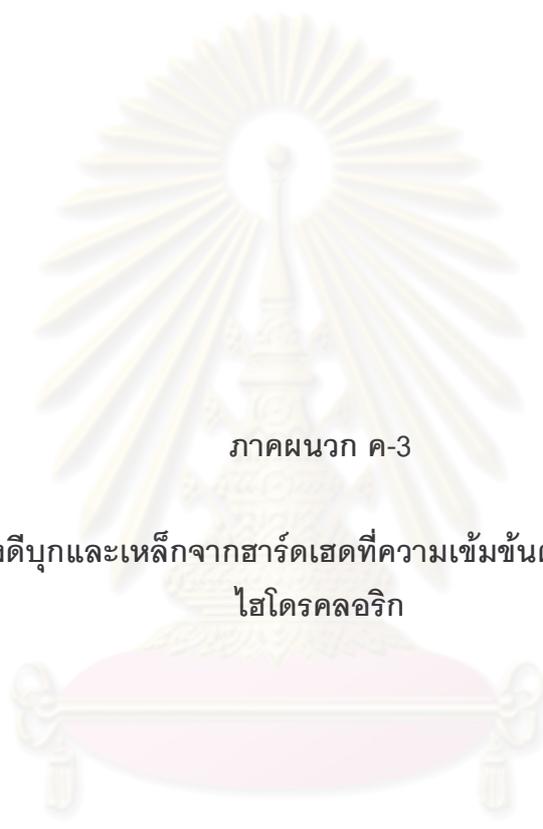
สภาวะการทดลอง

น้ำหนักฮาร์ดเฮด ต่อปริมาตรสารละลาย	5	กรัมต่อ 100 มิลลิลิตร
ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก	1	โมลาร์
ขนาดของฮาร์ดเฮด	-270	เมช
อุณหภูมิ	60	องศาเซลเซียส
ปริมาตรสารละลาย	100	มิลลิลิตร
อัตราเร็วในการกวนสารละลาย	800	รอบต่อนาที

การทดลองที่	เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา (นาที)	ปริมาณในสารละลาย (มิลลิกรัมต่อลิตร)		ปริมาณการละลาย (เปอร์เซ็นต์)	
		ดีบุก	เหล็ก	ดีบุก	เหล็ก
5	30	127	45.2	27.42	10.89
6	60	180	58.2	38.87	14.03
7	240	350	238	75.58	57.36
8	360	353	262	76.23	63.15

หมายเหตุ

- น้ำหนักฮาร์ดเฮดต่อปริมาตรสารละลาย 5 กรัมต่อ 100 มิลลิลิตร ซึ่งฮาร์ดเฮด 5 กรัม
- วิเคราะห์โดยใช้เครื่อง Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission หรือ ICP ซักตัวอย่าง 2 มิลลิลิตร เติมสารละลายกรดไฮโดรคลอริกจนมีปริมาตร 100 มิลลิลิตร



ภาคผนวก ค-3

ผลการละลายของดินุกและเหล็กจากฮาร์ดเสดที่ความเข้มข้นต่างๆ ของสารละลายกรด
ไฮโดรคลอริก

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ค-3-1 ตารางแสดงผลการละลายดีบุกและเหล็กจากฮาร์ดเฮดที่ความเข้มข้นต่างๆ ของ สารละลายกรดไฮโดรคลอริก

สภาวะการทดลอง

น้ำหนักฮาร์ดเฮดต่อปริมาตรสารละลาย	5	กรัมต่อ 100 มิลลิลิตร
ขนาดของฮาร์ดเฮด	-270	เมซ
อุณหภูมิ	60	องศาเซลเซียส
ปริมาตรสารละลาย	100	มิลลิลิตร
เวลา	6	ชั่วโมง
อัตราเร็วในการกวนสารละลาย	800	รอบต่อนาที

การทดลอง ที่	ความเข้มข้นของ สารละลายกรดไฮโดร คลอริก (โมลต่อลิตร)	ปริมาณในสารละลาย (มิลลิกรัมต่อลิตร)		ปริมาณการละลาย (เปอร์เซ็นต์)	
		ดีบุก	เหล็ก	ดีบุก	เหล็ก
9	2	415	360	89.61	86.77
10	3	464	389	100.00	93.76
11	4	468	409	100.00	98.58

หมายเหตุ

- น้ำหนักฮาร์ดเฮดต่อปริมาตรสารละลาย 5 กรัมต่อ 100 มิลลิลิตร ซั่งฮาร์ดเฮด 5 กรัม
- วิเคราะห์โดยใช้เครื่อง Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission หรือ ICP ซักตัวอย่าง 2 มิลลิลิตร เติมสารละลายกรดไฮโดรคลอริกจนมีปริมาตร 100 มิลลิลิตร

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ภาคผนวก ค-4

ผลการละลายของดีบุกและเหล็กจากฮาร์ดเสดที่ขนาดของฮาร์ดเสดต่างๆ

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ค-4-1 ตารางแสดงผลการละลายดีบุกและเหล็กจากฮาร์ดเฮดที่ที่ขนาดของฮาร์ดเฮดต่าง ๆ

สภาวะการทดลอง

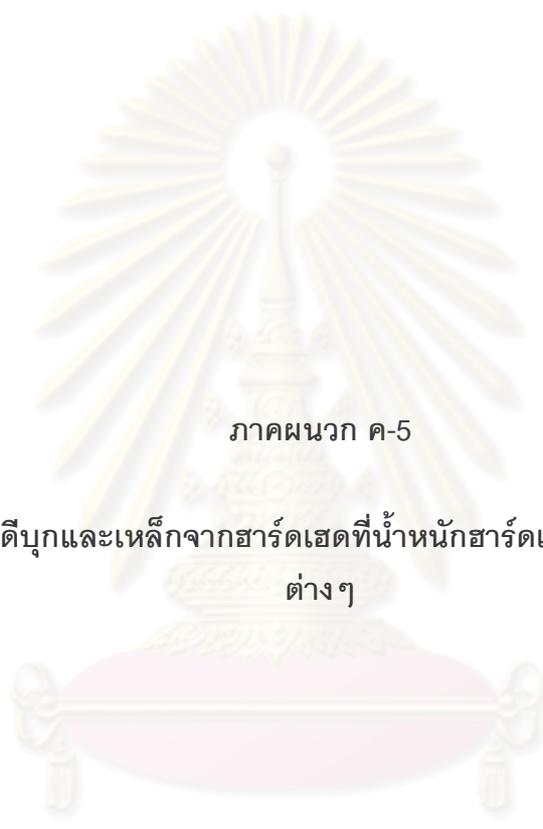
น้ำหนักฮาร์ดเฮดต่อปริมาตรสารละลาย	5	กรัมต่อ 100 มิลลิลิตร
ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก	3	โมลาร์
อุณหภูมิ	60	องศาเซลเซียส
ปริมาตรสารละลาย	100	มิลลิลิตร
อัตราเร็วในการกวนสารละลาย	800	รอบต่อนาที

การทดลอง ที่	ขนาดของฮาร์ด เฮด (เมซ)	ปริมาณในสารละลาย (มิลลิกรัมต่อลิตร)		ปริมาณการละลาย (เปอร์เซ็นต์)	
		ดีบุก	เหล็ก	ดีบุก	เหล็ก
12	-65+100	480	451	100	100
13	-150+200	466	419	100	100

หมายเหตุ

- น้ำหนักฮาร์ดเฮดต่อปริมาตรสารละลาย 5 กรัมต่อ 100 มิลลิลิตร ซึ่งฮาร์ดเฮด 5 กรัม
- วิเคราะห์โดยใช้เครื่อง Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission หรือ ICP ซักตัวอย่าง 2 มิลลิลิตร เติมสารละลายกรดไฮโดรคลอริกจนมีปริมาตร 100 มิลลิลิตร

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ภาคผนวก ค-5

ผลการละลายของดีบุกและเหล็กจากฮาร์ดเสดที่นำนักฮาร์ดเสดต่อปริมาตรสารละลาย
ต่างๆ

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ค-5-1 ตารางแสดงผลการละลายดีบุกและเหล็กจากฮาร์ดเฮดที่น้ำหนักฮาร์ดเฮดต่อ ปริมาตรสารละลายต่างๆ

สภาวะการทดลอง

ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก	3	โมลาร์
ขนาดของฮาร์ดเฮด	-270	เมช
อุณหภูมิ	60	องศาเซลเซียส
ปริมาตรสารละลาย	100	มิลลิลิตร
เวลา	6	ชั่วโมง
อัตราเร็วในการกวนสารละลาย	800	รอบต่อนาที

การทดลอง ที่	น้ำหนักฮาร์ดเฮดต่อ ปริมาตรสารละลาย (กรัมต่อ 100 มิลลิลิตร)	ปริมาณในสารละลาย (มิลลิกรัมต่อลิตร)		ปริมาณการละลาย (เปอร์เซ็นต์)	
		ดีบุก	เหล็ก	ดีบุก	เหล็ก
14	10	415	360	96.96	92.31
15	15	464	389	91.63	73.03
16	20	468	409	72.94	55.31

หมายเหตุ

- น้ำหนักฮาร์ดเฮดต่อปริมาตรสารละลาย 5 กรัมต่อ 100 มิลลิลิตร ซึ่งฮาร์ดเฮด 5 กรัม
- น้ำหนักฮาร์ดเฮดต่อปริมาตรสารละลาย 10 กรัมต่อ 100 มิลลิลิตร ซึ่งฮาร์ดเฮด 10 กรัม
- น้ำหนักฮาร์ดเฮดต่อปริมาตรสารละลาย 15 กรัมต่อ 100 มิลลิลิตร ซึ่งฮาร์ดเฮด 15 กรัม
- น้ำหนักฮาร์ดเฮดต่อปริมาตรสารละลาย 20 กรัมต่อ 100 มิลลิลิตร ซึ่งฮาร์ดเฮด 20 กรัม
- วิเคราะห์โดยใช้เครื่อง Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission หรือ ICP ซักตัวอย่าง 2 มิลลิลิตร เติมสารละลายกรดไฮโดรคลอริกจนมีปริมาตร 100 มิลลิลิตร



ภาคผนวก ค-6

ผลการละลายของดีบุกและเหล็กจากฮาร์ดเสดที่อุณหภูมิต่างๆ

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ค-6-1 ตารางแสดงผลการละลายดีบุกและเหล็กจากฮาร์ดสเปคที่อุณหภูมิต่างๆ

สภาวะการทดลอง

น้ำหนักฮาร์ดสเปค ต่อปริมาตรสารละลาย	15	กรัมต่อ 100 มิลลิลิตร
ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก	3	โมลาร์
ขนาดของฮาร์ดสเปค	-270	เมช
ปริมาตรสารละลาย	100	มิลลิลิตร
เวลา	6	ชั่วโมง
อัตราเร็วในการกวนสารละลาย	800	รอบต่อนาที

การทดลอง ที่	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ปริมาณในสารละลาย (มิลลิกรัมต่อลิตร)		ปริมาณการละลาย (เปอร์เซ็นต์)	
		ดีบุก	เหล็ก	ดีบุก	เหล็ก
17	40	1050	775	75.58	62.26
18	50	1133	832	81.55	66.84
19	70	1397	969	100.00	77.85

หมายเหตุ

- น้ำหนักฮาร์ดสเปคต่อปริมาตรสารละลาย 15 กรัมต่อ 100 มิลลิลิตร ซึ่งฮาร์ดสเปค 15 กรัม
- วิเคราะห์โดยใช้เครื่อง Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission หรือ ICP ซักตัวอย่าง 2 มิลลิลิตร เติมสารละลายกรดไฮโดรคลอริกจนมีปริมาตร 100 มิลลิลิตร

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ภาคผนวก ง

ผลการคำนวณการตกตะกอนของดีบุกและเหล็กจากสารละลายโดยใช้เครื่อง

Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission

ศูนย์วิทยพัทยาการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ง-1 ตารางแสดงผลการตกตะกอนของดีบุกจากสารละลายที่ pH ต่างๆ

สภาวะการทดลอง

ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์	0.1	โมลาร์
ปริมาตรสารละลาย	100	มิลลิลิตร
อัตราเร็วในการกวนสารละลาย	400	รอบต่อนาที
อุณหภูมิ	ห้อง	

pH	ปริมาณดีบุกในสารละลายเริ่มต้น (กรัม)	ปริมาณดีบุกที่เหลือในสารละลายหลังปรับค่า pH (กรัม)	ปริมาณการตกตะกอนของดีบุก (เปอร์เซ็นต์)
2.0	5.95	1.348	77.35
2.2	5.95	0.702	88.22
2.4	5.95	0.651	89.07
2.6	5.95	0.431	92.76
2.8	5.95	0.204	96.58
3.0	5.95	0.138	97.68

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

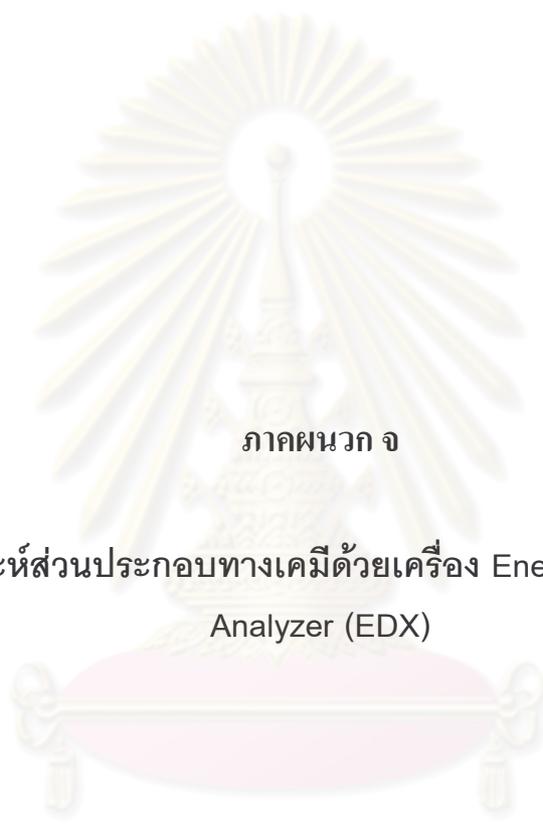
ง-2 ตารางแสดงผลการตกตะกอนของเหล็กจากสารละลายที่ pH ต่างๆ

สภาวะการทดลอง

ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์	0.1	โมลาร์
ปริมาตรสารละลาย	100	มิลลิลิตร
อัตราเร็วในการกวนสารละลาย	400	รอบต่อนาที
อุณหภูมิ	อุณหภูมิห้อง	

pH	ปริมาณเหล็กในสารละลายเริ่มต้น (กรัม)	ปริมาณเหล็กที่เหลือในสารละลายหลังปรับค่า pH (กรัม)	ปริมาณการตกตะกอนของเหล็ก (เปอร์เซ็นต์)
2.0	4.99	4.924	1.33
2.2	4.99	5.025	-0.71
2.4	4.99	4.983	0.15
2.6	4.99	5.005	-0.29
2.8	4.99	5.020	-0.61
3.0	4.99	5.015	-0.50

หมายเหตุ : ปริมาณเหล็กที่เหลือในสารละลายหลังปรับ pH เพิ่มขึ้นเล็กน้อยในบางตัวอย่างเนื่องจากความคลาดเคลื่อนในการทดลอง

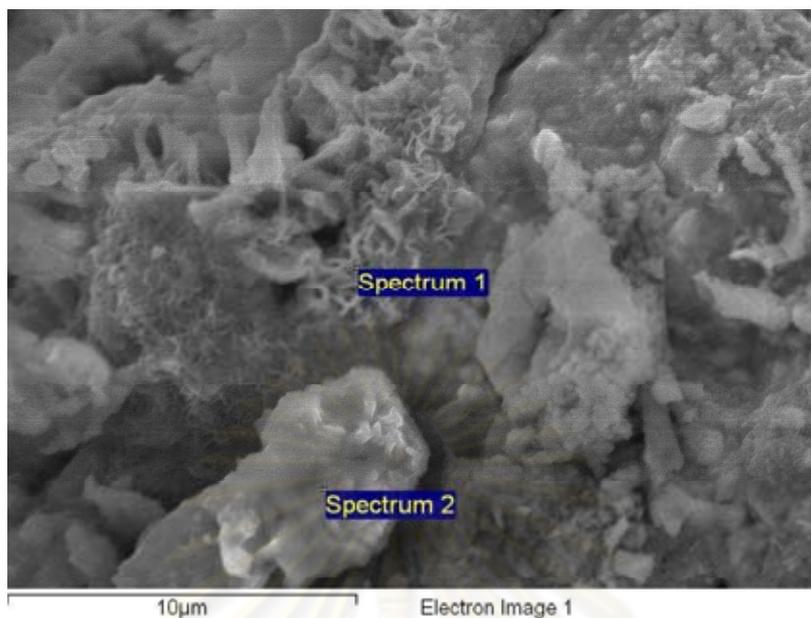


ภาคผนวก จ

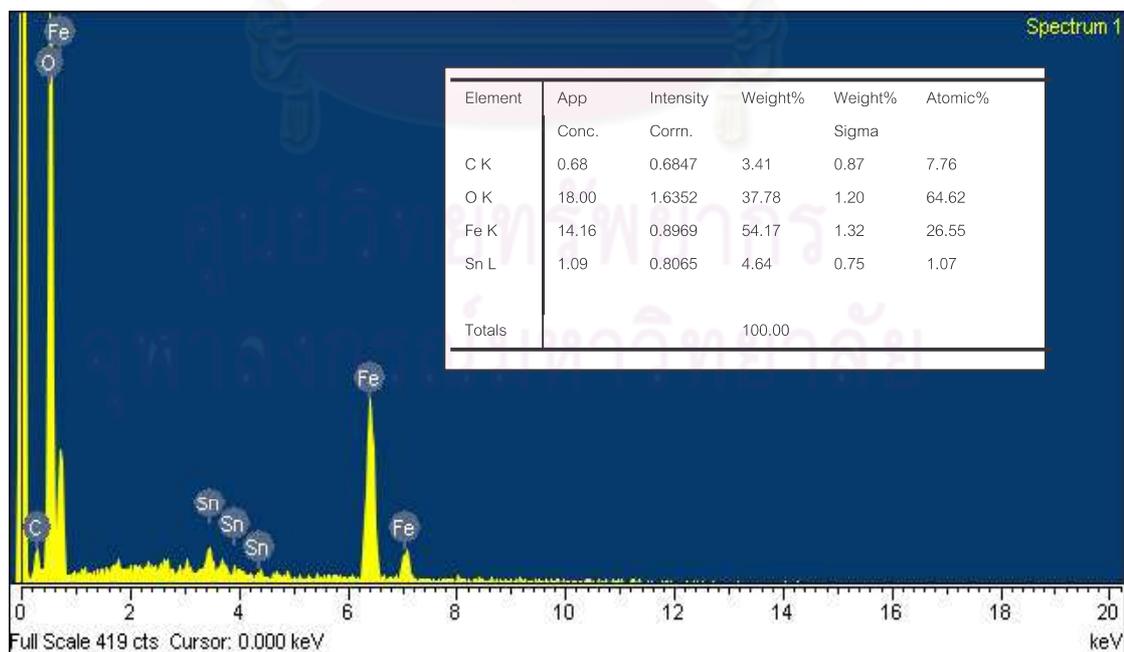
ผลการวิเคราะห์ส่วนประกอบทางเคมีด้วยเครื่อง Energy Dispersive X-ray
Analyzer (EDX)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

จ-1 ผลการวิเคราะห์ส่วนประกอบทางเคมีของฮาร์ดเฮดหลังละลาย

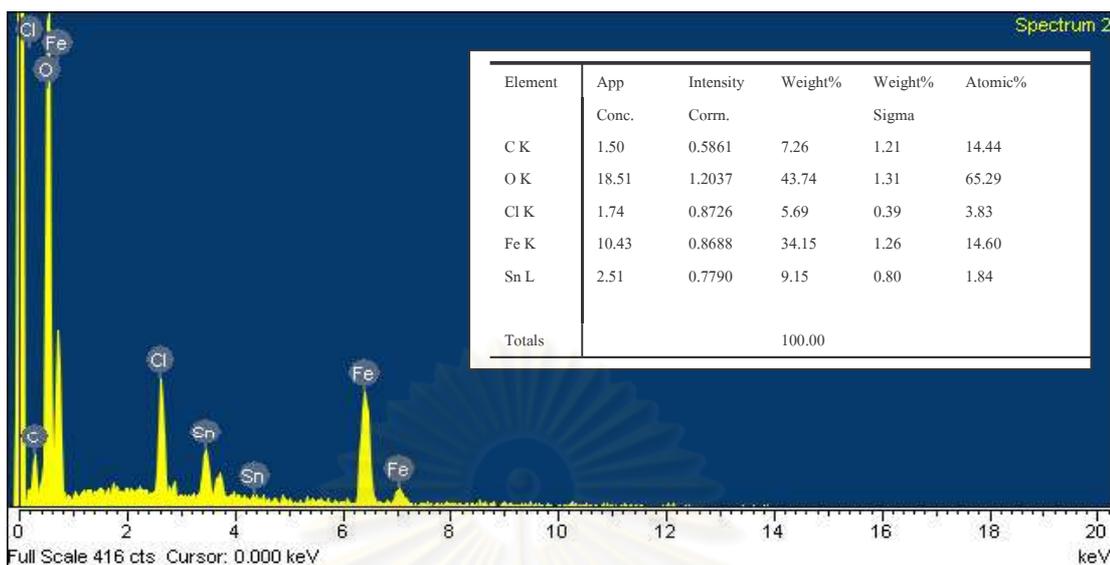


รูปที่ จ-1 ภาพของฮาร์ดเฮดที่เหลือจากการละลาย ถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกาว (สภาวะการทดลอง: น้ำหนักฮาร์ดเฮด 5 กรัม ขนาดของฮาร์ดเฮด -270 เมช ปริมาตรสารละลายไฮโดรคลอริก 100 มิลลิลิตร ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 1 โมลาร์ อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เวลา 2 ชั่วโมงและอัตราเร็วในการกวาด 800 รอบต่อนาที)



รูปที่ จ-2 ส่วนประกอบทางเคมีของฮาร์ดเฮดที่ตำแหน่ง Spectrum 1

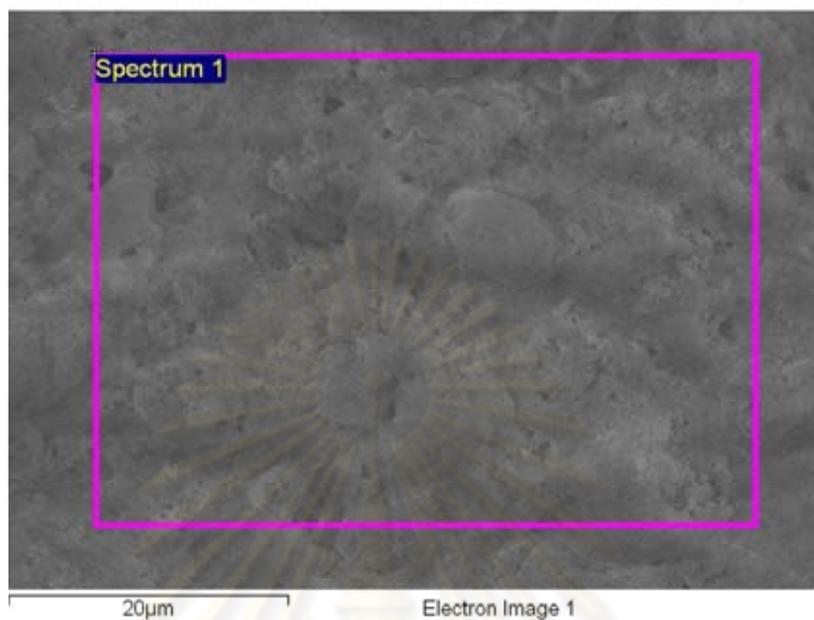
จ-1 ผลการวิเคราะห์ส่วนประกอบทางเคมีของฮาร์ดสแควดหลังละลาย (ต่อ)



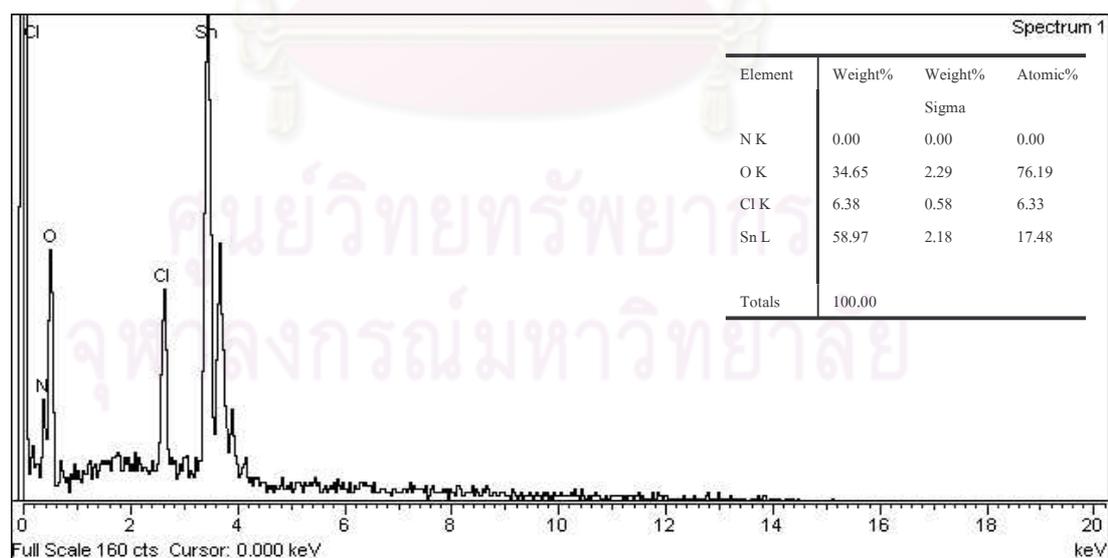
รูปที่ จ-3 ส่วนประกอบทางเคมีของฮาร์ดสแควดที่ตำแหน่ง Spectrum 2

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

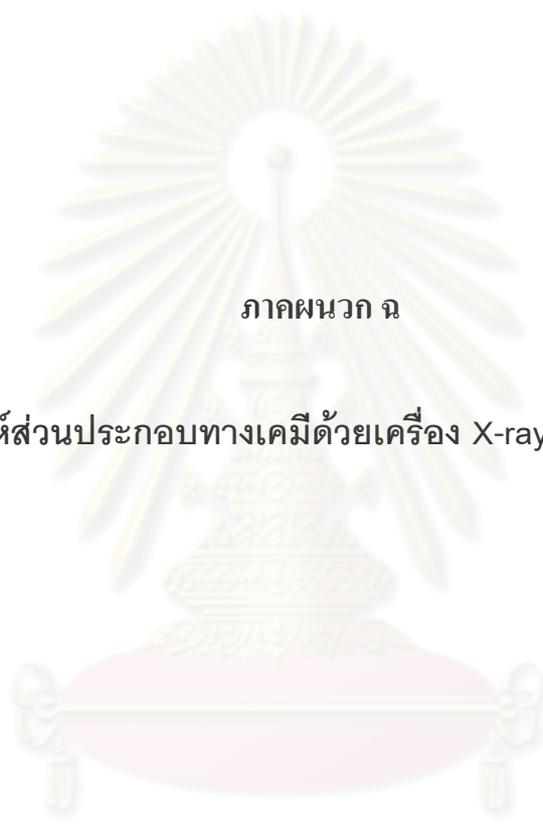
จ-2 ผลการวิเคราะห์ส่วนประกอบทางเคมีของตะกอนไฮดรอกไซด์จากการตกตะกอนด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์



รูปที่ จ-4 ตะกอนไฮดรอกไซด์ ถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด (สภาวะการทดลอง: ปรับ pH ของสารละลายไปที่ 2.4 ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.1 โมลต่อลิตร ใช้อัตราเร็วในการกวาดสารละลาย 400 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิห้อง)



รูปที่ จ-5 ส่วนประกอบทางเคมีของฮาร์ดแฮตที่ตำแหน่ง Spectrum 1

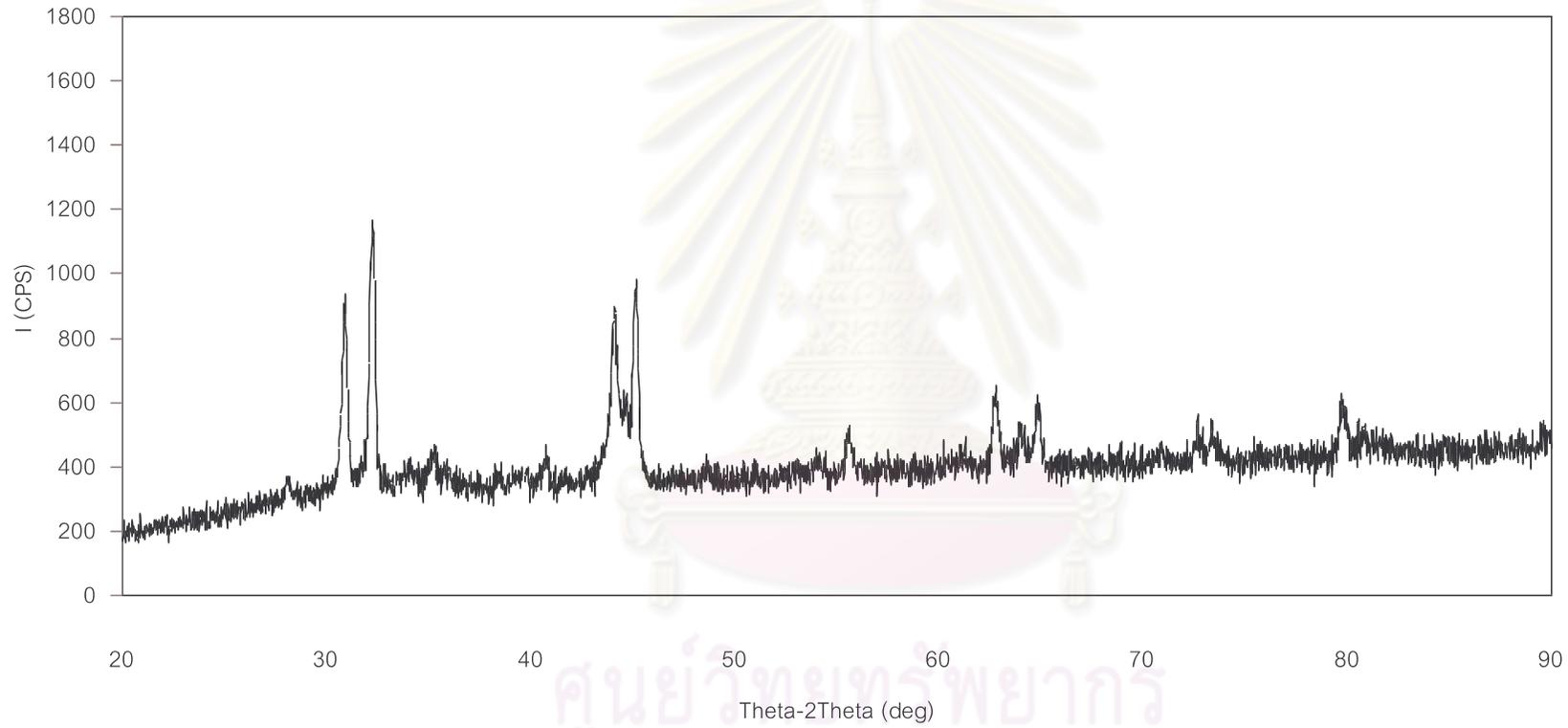


ภาคผนวก ฉ

ผลการวิเคราะห์ส่วนประกอบทางเคมีด้วยเครื่อง X-ray Diffractometer (XRD)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

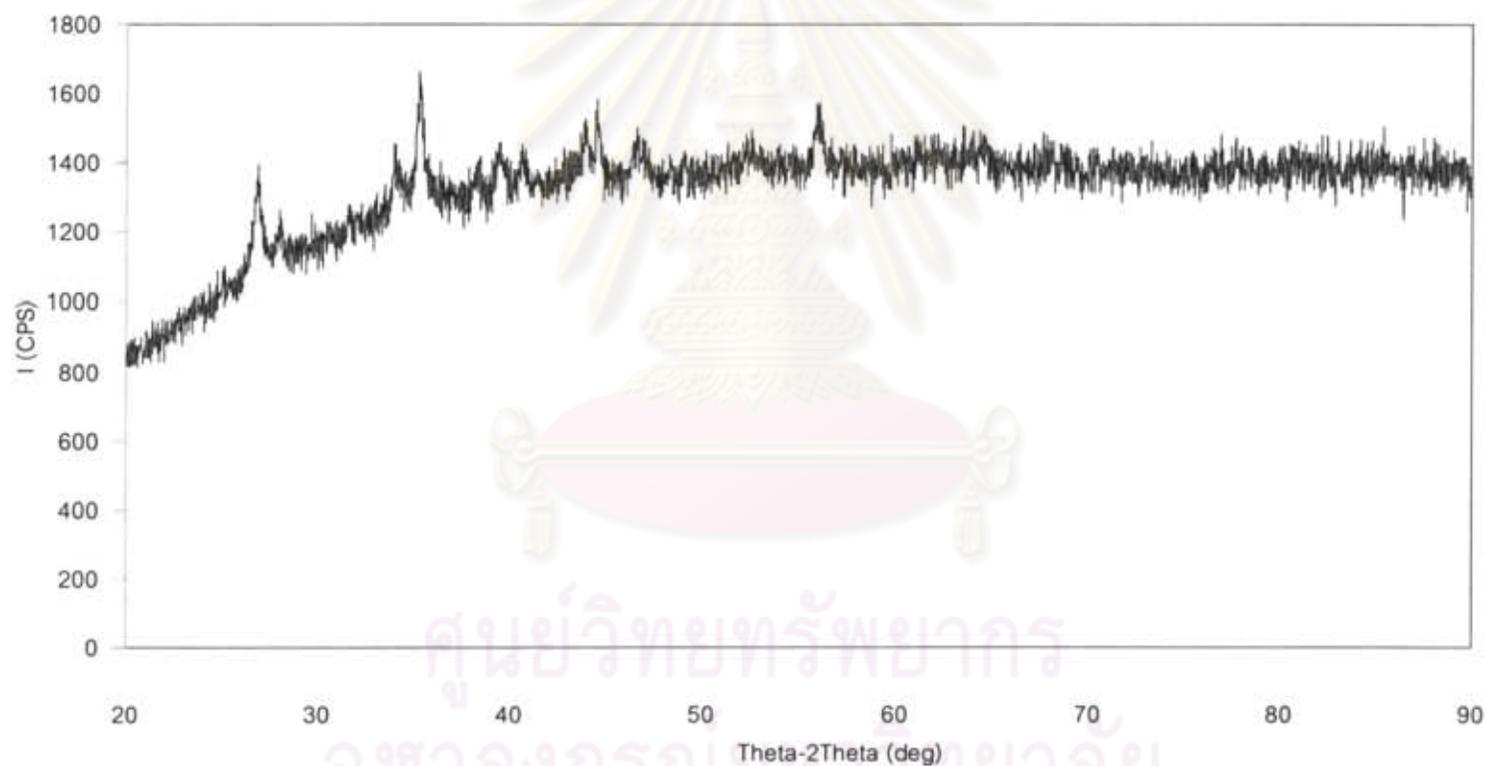
จ-1 ผลการตรวจสอบฮาร์ดสเฟดที่ใช้ในการทดลอง



ศูนย์วิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

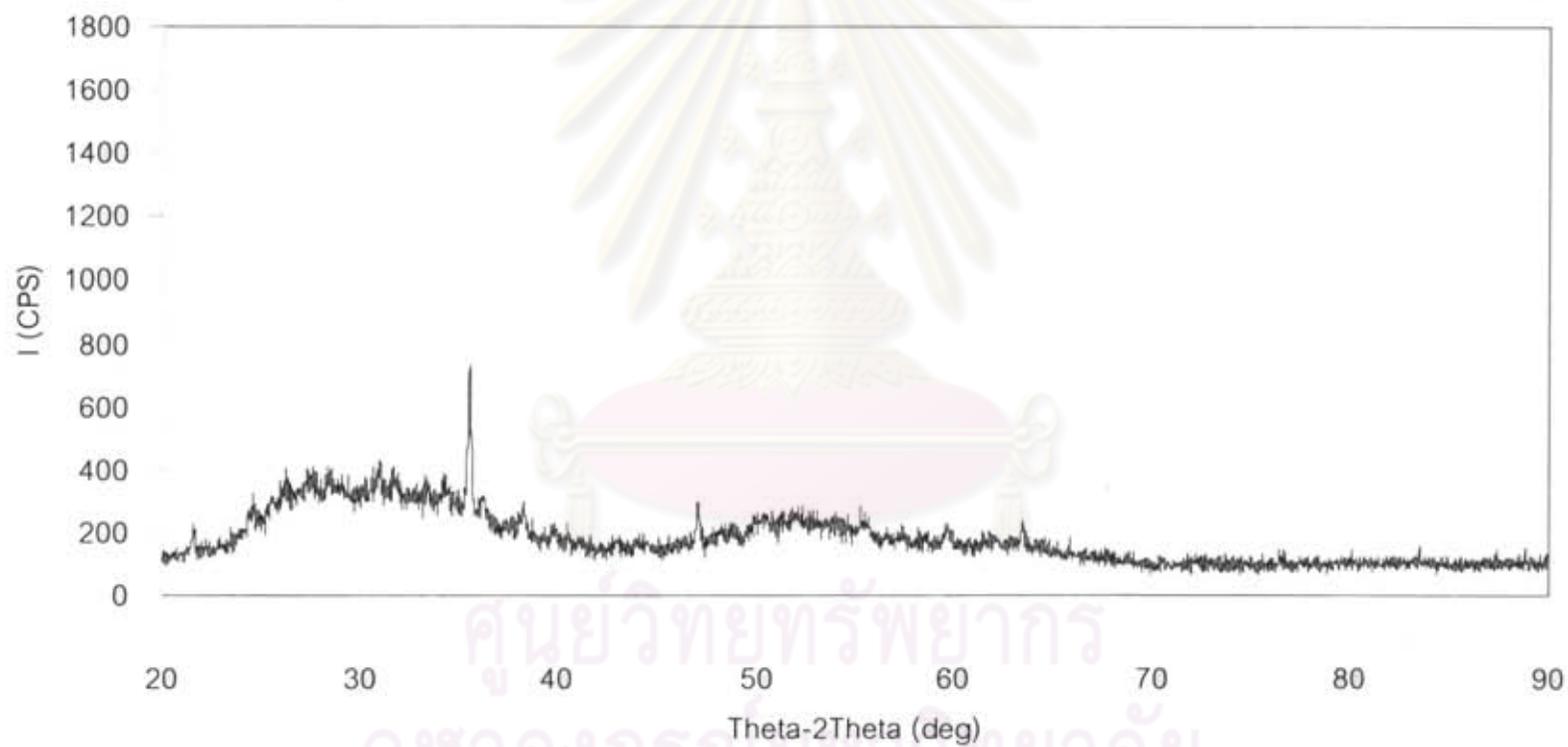
จ-2 ผลการตรวจสอบกากของแข็งที่เหลือจากการละลายฮาร์ดเซตด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก

สภาวะการทดลอง: น้ำหนักฮาร์ดเซต 5 กรัม ขนาดของฮาร์ดเซต -270 เมช ปริมาตรสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 100 มิลลิลิตร ความเข้มข้นของสารละลายไฮโดรคลอริก 1 โมลาร์ อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เวลา 2 ชั่วโมงและอัตราเร็วในการกวนสารละลาย 800 รอบต่อนาที



จ-3 ผลการตรวจสอบตะกอนไฮดรอกไซด์จากการตกตะกอนด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

สภาวะการทดลอง: สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.1 โมลต่อลิตร ใช้อัตราในการกวนสารละลาย 400 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิห้อง pH สุดท้ายเท่ากับ 2.4



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นางสาวสิริพร ทองบ่อ เกิดวันที่ 5 ตุลาคม พ.ศ.2526 จบการศึกษาระดับอนุปริญญา จาก สาขาวิชาปิโตรเคมี คณะเทคโนโลยีอุตสาหกรรม วิทยาลัยเทคนิคระยอง เมื่อปี พ.ศ. 2546 และ จบการศึกษาระดับปริญญาบัณฑิตจากภาควิชาวิศวกรรมเครื่องมือและวัสดุ คณะ วิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี เมื่อปี พ.ศ. 2549 จากนั้นได้เข้ารับ การศึกษาต่อในระดับปริญญามหาบัณฑิต ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ตั้งแต่เดือนพฤศจิกายน พ.ศ. 2550 เป็นต้นมา



ศูนย์วิทยพัทธยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย