

การสกัดดีบุกออกจากสาร์ตเฮดโดยการย่างแร่แบบออกไซด์และหลอมกับโซเดียมไฮดรอกไซด์

นางสาวจุฑาลักษณ์ บุญนาคคำ

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมโลหการ ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ

คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2554

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทคัดย่อและแฟ้มข้อมูลฉบับเต็มของวิทยานิพนธ์ตั้งแต่ปีการศึกษา 2554 ที่ให้บริการในคลังปัญญาจุฬาฯ (CUIR)  
เป็นแฟ้มข้อมูลของนิสิตเจ้าของวิทยานิพนธ์ที่ส่งผ่านทางบัณฑิตวิทยาลัย

The abstract and full text of theses from the academic year 2011 in Chulalongkorn University Intellectual Repository (CUIR)  
are the thesis authors' files submitted through the Graduate School.

EXTRACTION OF TIN FROM HARDHEAD BY  
OXIDIZING ROAST AND FUSION WITH SODIUM HYDROXIDE

Miss Chudhalak Bunnakkha

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 2011

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การสกัดดีบุกออกจากฮาร์ดเสดโดยการย่างแร่แบบออกไซด์ และหลอมกับโซเดียมไฮดรอกไซด์
โดย	นางสาวจุฑาลักษณ์ บุญาคำ
สาขาวิชา	วิศวกรรมโลหการ
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	รองศาสตราจารย์ ชاکกร จารุพิสิฐธร

---

คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้หัวข้อวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วน  
หนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

..... คณบดีคณะวิศวกรรมศาสตร์  
(รองศาสตราจารย์ ดร. บุญสม เลิศหิรัญวงศ์)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

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

..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก  
(รองศาสตราจารย์ ชاکกร จารุพิสิฐธร)

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

..... กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย  
(ดร. กิตติพันธุ์ บางยี่ขัน)



# # 5170262021: MAJOR METALLURGICAL ENGINEERING

KEYWORDS : TIN / TIN CONCENTRATE / TIN - IRON ALLOY / HARDHEAD /  
OXIDIZING ROAST / OXIDATION / FUSION WITH NaOH / LEACHING

CHUDHALAK BUNNAKHA: EXTRACTION OF TIN FROM HARDHEAD BY  
OXIDIZING ROAST AND FUSION WITH SODIUM HYDROXIDE. ADVISOR:  
ASSOC. PROF. CHARKORN JARUPISITTHORN, 77 pp.

In this research work, the extraction of tin from tin - iron alloy or hardhead which is the product obtained during tin smelting was investigated. The hardhead containing 32.40 %Sn and 45.81 %Fe was ground to different sizes and oxidized at 500 to 800 °C for 1 to 6 hours to form SnO<sub>2</sub> and Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. The results indicated that an increase in oxidation temperature decreased the oxidation time. However, too high oxidation temperature (800 °C) resulted in sintering of the oxide particle obtained

In sodium hydroxide fusion stage, effects of fusion temperature, fusion time, the amount of NaOH and oxide particle sizes on tin leaching were investigated. When the oxide particle of -400+500 mesh size was fused with 750% excess of NaOH at 700 °C for 2 hours it was found that 96.66% tin in the form of Na<sub>2</sub>SnO<sub>3</sub> could be extracted by hot water (60°C) while the iron oxide remained in residues.

Department : Metallurgical Engineering.. Student's Signature .....

Field of Study : Metallurgical Engineering.. Advisor's Signature .....

Academic Year : 2011.....

## สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ฅ
สารบัญภาพ.....	ญ
บทที่	
1. บทนำ.....	1
1.1 กระบวนการถลุงแร่ดีบุก.....	1
1.2 ความสำคัญและความเป็นมา.....	3
1.3 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย.....	4
1.4 ขอบเขตงานวิจัย.....	5
1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	5
1.6 คำสำคัญ.....	6
2. ทัศนวิสัยวรรณกรรม.....	7
2.1 แนวคิดและทฤษฎี.....	7
2.2 ทัศนวิสัยวรรณกรรม.....	8
3. ขั้นตอนและวิธีการทดลอง.....	12
3.1 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง.....	12
3.2 สารเคมี.....	13
3.3 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง.....	13
3.4 การตรวจวิเคราะห์ฮาร์ดเฮดที่ใช้ในการทดลอง.....	14
3.5 ขั้นตอนการทดลอง.....	14
3.6 การตรวจสอบกากของแข็งที่เหลือจากการละลาย.....	18
3.7 รายละเอียดของตัวแปรในแต่ละการทดลอง.....	18

4. ผลการทดลองและการอภิปราย.....	21
4.1 ผลการตรวจวิเคราะห์สสารที่นำมาใช้ในการทดลอง.....	21
4.2 ขั้นตอนการออกซิไดซ์สสาร.....	21
4.3 ขั้นตอนการหลอมอนุภาคออกไซด์กับไซเดียมไฮดรอกไซด์.....	30
4.4 กระบวนการสกัดดีบุกจากสสารที่เสนอ.....	37
5. สรุปผลการทดลอง.....	41
6. ข้อเสนอแนะ.....	42
รายการอ้างอิง.....	43
ภาคผนวก.....	45
ภาคผนวก ก Ellingham diagram.....	46
ภาคผนวก ข แผนภูมิ Pourbaix.....	48
ภาคผนวก ค ตัวอย่างการคำนวณ.....	53
ภาคผนวก ง ผลการละลายดีบุกและเหล็กออกจากผลผลิตที่ได้จากการหลอมอนุภาค... ออกไซด์กับไซเดียมไฮดรอกไซด์ วิเคราะห์โดยใช้เครื่องอะตอมมิค..... แอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์.....	62
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์.....	77

## สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
3.1	ผลการวิเคราะห์ขนาดของฮาร์ดเสดโดยการร่อนด้วยชุดตะแกรงทดสอบ.....	12
3.2	ส่วนผสมทางเคมีของฮาร์ดเสดที่นำมาใช้ในการทดลอง (Lot No. 139).....	13
3.3	สภาวะที่ใช้ในการทดลองเพื่อออกซิไดซ์ฮาร์ดเสด ที่อัตราการไหลของแก๊สออกซิเจน 50 มิลลิลิตรต่อนาที.....	19
3.4	สภาวะที่ใช้ในการทดลองหลอมฮาร์ดเสดที่ผ่านการออกซิไดซ์แล้วหรืออนุภาคออกไซด์กับโซเดียมไฮดรอกไซด์เพื่อสกัดดีบุก.....	20
4.1	น้ำหนักของฮาร์ดเสดที่ถูกออกซิไดซ์เป็นกรัม (ขนาดฮาร์ดเสด -270+325 เมช น้ำหนักฮาร์ดเสดเริ่มต้น 5.00 กรัม ใช้อัตราการไหลของออกซิเจน 50 มิลลิลิตรต่อนาที).....	24
4.2	ลักษณะทางกายภาพของตัวอย่างฮาร์ดเสดก่อนและหลังผ่านการออกซิไดซ์.....	25
4.3	น้ำหนักของฮาร์ดเสดที่ถูกออกซิไดซ์ที่เปลี่ยนแปลงตามเวลาที่ขนาดอนุภาคต่างๆ (น้ำหนักฮาร์ดเสดเริ่มต้น 5.00 กรัม อัตราการไหลของออกซิเจน 50 มิลลิลิตรต่อนาที อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส).....	26
4.4	เปอร์เซ็นต์การละลายของดีบุกและเหล็กออกจากผลผลิตที่ได้จากการหลอมอนุภาคออกไซด์กับโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เวลาต่างๆ (ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์มากเกินพอ 250 % อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส).....	31
4.5	เปอร์เซ็นต์การละลายของดีบุกและเหล็กออกจากผลผลิตที่ได้จากการหลอมอนุภาคออกไซด์กับโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิต่างๆ (ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์มากเกินพอ 250 % เวลาหลอม 2 ชั่วโมง).....	32
4.6	เปอร์เซ็นต์การละลายของดีบุกและเหล็กออกจากผลผลิตที่ได้จากการหลอมอนุภาคออกไซด์ขนาด -325+400 เมช กับโซเดียมไฮดรอกไซด์ ที่ปริมาณการใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ต่างๆ (อุณหภูมิหลอม 700 °C เวลาหลอม 2 ชั่วโมง).....	34
4.7	เปอร์เซ็นต์การละลายของดีบุกและเหล็กออกจากผลผลิตที่ได้จากการหลอมอนุภาคออกไซด์ที่มีขนาดแตกต่างกันกับโซเดียมไฮดรอกไซด์ในปริมาณต่างๆ (อุณหภูมิหลอม 700 องศาเซลเซียส เวลาหลอม 2 ชั่วโมง).....	34



## สารบัญภาพ

ภาพที่		หน้า
1.1	แผนผังกระบวนการถลุงดีบุกแบบสองขั้นตอน.....	4
3.1	ขั้นตอนการทดลองสกัดดีบุกออกจากฮาร์ดเฮด.....	17
4.1	รูปแบบ XRD ของฮาร์ดเฮดที่ได้รับมา.....	23
4.2	น้ำหนักของฮาร์ดเฮดที่ถูกออกซิไดซ์ที่เปลี่ยนแปลงตามเวลาที่อุณหภูมิต่างๆ (ขนาดฮาร์ดเฮด -270+325 เมช น้ำหนักฮาร์ดเฮดเริ่มต้น 5.00 กรัม ใช้อัตราการไหลของออกซิเจน 50 มิลลิลิตรต่ออนาที).....	24
4.3	น้ำหนักฮาร์ดเฮดที่ถูกออกซิไดซ์ซึ่งเปลี่ยนแปลงตามเวลาที่ขนาดอนุภาคต่างๆ (น้ำหนักฮาร์ดเฮด 5.00 กรัม อัตราการไหลของออกซิเจน 50 มิลลิลิตรต่ออนาที อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส).....	26
4.4	รูปแบบ XRD ของฮาร์ดเฮดที่ผ่านการออกซิไดซ์ (ขนาดอนุภาคฮาร์ดเฮด -270+325 เมช อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เวลา 4 ชั่วโมง).....	28
4.5	รูปแบบ XRD ของฮาร์ดเฮดที่ผ่านการออกซิไดซ์ (ขนาดอนุภาคฮาร์ดเฮด 325+400 เมช อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เวลา 2 ชั่วโมง).....	29
4.6	ปริมาณการละลายดีบุกและเหล็ก (ร้อยละ) ตามปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์ ที่ใช้.....	35
4.7	ปริมาณการละลายดีบุกตามปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ ที่ขนาดอนุภาคออกไซด์ต่างๆ.....	35
4.8	รูปแบบ XRD ของผลผลิตที่ได้จากการหลอมอนุภาคออกไซด์ 5.00 กรัม กับโซเดียมไฮดรอกไซด์บดละเอียดปริมาณ 9.28 กรัม (ปริมาณมากเกินพอ 750%) อุณหภูมิหลอม 700 องศาเซลเซียส เวลาหลอม 2 ชั่วโมง.....	38
4.9	รูปแบบ XRD ของกากที่เหลือจากการใช้สารละลายน้ำ ละลายผลผลิตที่ได้จาก การหลอมอนุภาคออกไซด์ 5.00 กรัม กับโซเดียมไฮดรอกไซด์บดละเอียด ปริมาณ 9.28 กรัม (ปริมาณมากเกินพอ 750%) อุณหภูมิหลอม 700 องศาเซลเซียส เวลาหลอม 2 ชั่วโมง.....	39
4.10	กระบวนการสกัดดีบุกจากฮาร์ดเฮดที่เสนอ.....	40

# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 กระบวนการถลุงแร่ดีบุก

การถลุงแร่ดีบุกในประเทศไทยเกิดขึ้นครั้งแรกในปีพุทธศักราช 2500 โดยกรมทรัพยากรธรณี จากนั้นในปี พ.ศ. 2508 ประเทศไทยมีโรงถลุงแร่ดีบุกที่ทันสมัยแห่งแรกที่จังหวัดภูเก็ต จากราคาแร่ในช่วงนั้นที่สูงทำให้มีการเปิดกิจการเหมืองแร่ดีบุกกันอย่างกว้างขวาง หลังจากนั้นได้มีการจัดตั้งโรงถลุงแร่ดีบุกขึ้นอีกหลายแห่ง จนกระทั่งปัจจุบันมีโรงถลุงของบริษัทไทยแลนด์สเมลดิง แอนดรีไฟนิง จำกัด ที่จังหวัดภูเก็ต เพียงแห่งเดียวที่ยังเปิดดำเนินการ กระบวนการถลุงแร่ดีบุกโดยทั่วไปนิยมถลุง 2 ชั้นหรือแบ่งกระบวนการถลุงออกได้เป็น 2 วัฏจักร ตามแผนผังในรูปที่ 1.1 เพื่อให้เหลือสแลกที่มีดีบุกตกค้างอยู่น้อยที่สุด [1 - 4]

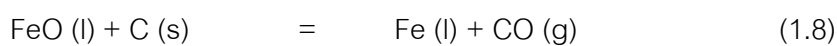
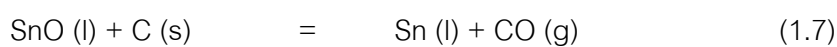
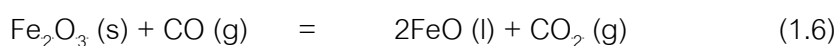
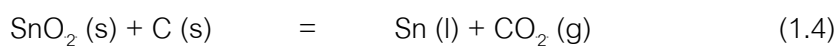
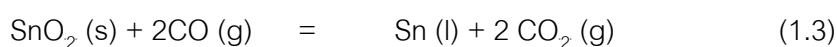
#### วัฏจักรปฐมภูมิหรือการถลุงขั้นแรก (primary cycle)

เริ่มต้นจากการนำหัวแร่ดีบุก (cassiterite concentrate) มาผสมกับถ่านโค้ก หินปูน ฝุ่นดีบุก และฮาร์ดเฮด (hardhead) จากนั้นนำไปถลุงในเตาถลุง (reverberatory furnace) ที่อุณหภูมิประมาณ 1250 ถึง 1350 องศาเซลเซียส เพื่อลดออกซิเจนจากแร่ ซึ่งวิธีดึงออกซิเจนหรือลดออกซิเจนทำได้หลายวิธี แต่วิธีที่ง่ายและเป็นที่ยอมรับคือ การใช้ถ่านไม้หรือถ่านหินเป็นตัวดึงออกซิเจนออกจากเม็ดแร่ดีบุก ได้ผลผลิตคือสแลกแรก (first slag) และดีบุกดิบ (crude tin) เมื่อพิจารณาจาก free energy diagram (ภาคผนวก ก) จะพบว่าดีบุกออกไซด์ถูกรีดิวซ์ได้ง่ายกว่าเหล็กออกไซด์ เพราะฉะนั้นหากจำกัดปริมาณตัวรีดิวซ์ (reducing agent) คือใส่ให้พอเหมาะ เหล็กออกไซด์ไม่ควรถูกรีดิวซ์ไปอยู่ในดีบุกดิบ แต่เนื่องจากเส้นของเหล็กและดีบุกอยู่ใกล้กัน ดังนั้นจึงมีเหล็กออกไซด์บางส่วนถูกรีดิวซ์เป็นโลหะ ทำให้มีเหล็กปนอยู่ในดีบุกดิบ เพราะฉะนั้นในการถลุงขั้นแรกจึงใช้ตัวรีดิวซ์จำนวนจำกัด เพื่อให้ได้ดีบุกดิบที่มีเหล็กปนอยู่น้อย (ต่ำกว่า 1%) จากนั้นดีบุกดิบจะถูกนำไปทำให้บริสุทธิ์ต่อไป สำหรับสแลกแรกที่ยังมีดีบุกอยู่มาก ถูกนำไปถลุงต่อในวัฏจักรทุติยภูมิหรือการถลุงขั้นที่สอง โดยใช้อุณหภูมิสูงกว่า และใช้สภาวะที่เป็นรีดิวซ์มากกว่าการถลุงขั้นแรก

## วัฏจักรทุติยภูมิหรือการถลุงขั้นที่สอง (secondary cycle)

ขั้นตอนนี้เป็นการถลุงสแลก โดยนำสแลกแรกมาถลุงอีกครั้งร่วมกับถ่านโค้กและหินปูน โดยดีบุกออกไซด์และเหล็กออกไซด์ที่อยู่ในสแลกแรก จะถูกรีดิวซ์เป็นโลหะได้ผลผลิตออกมาเป็นสแลกสุดท้ายที่มีปริมาณดีบุกต่ำไม่เกิน 1% กับโลหะผสมระหว่างดีบุกและเหล็ก หรือที่เรียกว่า ฮาร์ดเฮด ซึ่งฮาร์ดเฮดที่เกิดขึ้นไม่สามารถนำไปขายได้ เนื่องจากอยู่ในรูปของโลหะที่ใช้ประโยชน์ไม่ได้ จึงไม่เป็นที่ต้องการของตลาด ดังนั้นจึงต้องนำกลับไปหมุนเวียนในกระบวนการใหม่ โดยการใส่ปูนเข้าไปกับวัตถุดิบเริ่มต้นในเตาถลุงหมุนเวียนเช่นนี้เรื่อยไป โดยปริมาณฮาร์ดเฮดคิดเป็นร้อยละ 8 ของน้ำหนักหัวแร่ดีบุกที่ถูกถลุง

ปฏิกิริยาเคมีที่เกิดในระหว่างการถลุงดีบุกดังนี้



สำหรับหินปูนซึ่งจะสลายตัวเป็นปูนขาวตามสมการที่ (1.9) ใส่เข้าไปเพื่อช่วยแยกสารมลทินออกมาในรูปของสแลก



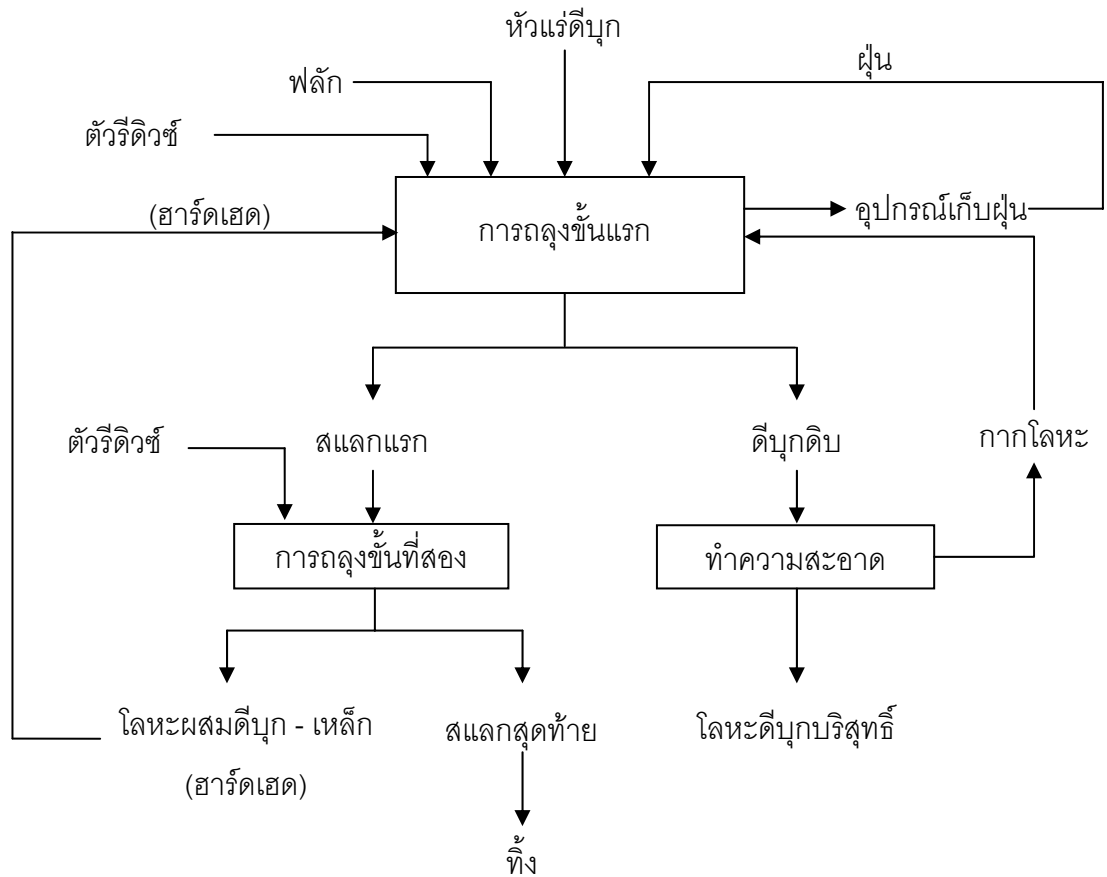
เวลาที่ใช้ในการถลุงแร่ดีบุกประมาณ 8 ถึง 24 ชั่วโมง ขึ้นอยู่กับขนาดเตา แต่ทั้งนี้เวลาต้องนานพอที่จะทำให้โลหะและสแลกอยู่ที่สภาวะสมดุล (equilibrium state)

## 1.2 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ดีบุกเป็นโลหะพื้นฐานที่มีค่าทางเศรษฐกิจเนื่องจากนำมาใช้ประโยชน์ในทางอุตสาหกรรม แร่ดีบุกที่พบในประเทศไทยส่วนใหญ่เป็นชนิดแบล็กออกไซด์ (black oxide) หรือที่เรียกว่า แคลสซิเทอไรต์ มีสูตรทางเคมีคือ  $\text{SnO}_2$  (stannic oxide) ประกอบด้วยธาตุดีบุกและออกซิเจนร้อยละ 78 และ 22 โดยมวลตามลำดับ [5] หินที่เป็นต้นกำเนิดแร่ดีบุกคือหินแกรนิต จึงมักพบแหล่งแร่ตามแนวเทือกหินชนิดนี้ โดยแหล่งแร่ดีบุกในประเทศไทยมี 2 แบบคือ แบบปฐมภูมิ (primary deposit) ซึ่งพบแร่อยู่ในหินต้นกำเนิดเดิมที่ยังไม่ผุพัง และแบบทุติยภูมิ (secondary deposit) ซึ่งเป็นแบบที่มีความสำคัญทางเศรษฐกิจมาก เกิดจากแร่ดีบุกที่ผุพังหลุดออกจากต้นกำเนิดเดิมแล้วพัดพาไปสะสมตัวอยู่ ณ ที่แห่งใหม่ [6]

โลหะดีบุกที่ผลิตในประเทศจะถูกส่งไปจำหน่ายยังต่างประเทศเช่นประเทศญี่ปุ่น มาเลเซีย และสิงคโปร์ เป็นต้นบางส่วนนำมาใช้ประโยชน์ในอุตสาหกรรมในประเทศเช่น การนำดีบุกมาเคลือบแผ่นเหล็กเป็นเหล็กกิลาส (Tinplate) ซึ่งนำมาใช้ในการทำภาชนะบรรจุอาหารและเครื่องดื่ม เนื่องจากดีบุกเป็นโลหะที่ทนต่อการกัดกร่อนได้ดี และไม่เป็นพิษ ผสมดีบุกกับโลหะทองแดงเป็นสำริด (bronze) นำมาผสมตะกั่วเป็นโลหะบัดกรี นอกจากนี้สารประกอบของดีบุกเช่น สแตนนิกคลอไรด์ ( $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) ยังสามารถนำมาใช้ในอุตสาหกรรมกระดาษพิมพ์ที่ไวต่อแสงได้อีก เป็นต้น [7]

จากกระบวนการถลุงแร่ดีบุกตามที่กล่าวมาข้างต้น ฮาร์ดเฮดที่เกิดจากกระบวนการถลุงขั้นที่สอง ซึ่งมีดีบุกและเหล็กเป็นส่วนประกอบหลัก ไม่สามารถนำไปใช้ประโยชน์อื่นได้ นอกจากนำมาหมุนเวียนโดยการผสมกับวัสดุดิบตั้งต้นในกระบวนการถลุงขั้นแรก ส่งผลให้สิ้นเปลืองพลังงานในการถลุงและกินพื้นที่ของเตาถลุง ทำให้กำลังการผลิตของเตาลดลง จึงเป็นที่มาของงานวิจัยนี้ ที่ต้องการสกัดดีบุกออกจากฮาร์ดเฮด โดยไม่ต้องหมุนเวียนฮาร์ดเฮดเข้าสู่กระบวนการถลุง ซึ่งงานวิจัยนี้จะทดลองใช้วิธีออกซิไดซ์ฮาร์ดเฮด ให้ดีบุกและเหล็กในฮาร์ดเฮดเปลี่ยนเป็นออกไซด์ จากนั้นจึงหลอมฮาร์ดเฮดที่ผ่านการออกซิไดซ์แล้วกับโซเดียมไฮดรอกไซด์ เพื่อเปลี่ยนให้ดีบุกไปอยู่ในรูปที่ละลายน้ำได้ดีเพื่อสกัดดีบุกออกไปอยู่ในสารละลาย



รูปที่ 1.1 แผนผังกระบวนการคั่วกาแฟแบบสองขั้นตอน [1]

### 1.3 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

- 1.3.1 สกัดดิบูกออกจากฮาร์ดเฮด โดยการออกซิไดซ์ฮาร์ดเฮดให้เป็นออกไซด์และหลอมอนุภาคออกไซด์ที่ได้กับโซเดียมไฮดรอกไซด์
- 1.3.2 เพื่อศึกษาตัวแปรในการออกซิไดซ์ฮาร์ดเฮด ได้แก่ อุณหภูมิ เวลาและขนาดอนุภาคฮาร์ดเฮด
- 1.3.3 เพื่อศึกษาตัวแปรในการหลอมอนุภาคออกไซด์กับโซเดียมไฮดรอกไซด์ ได้แก่ อุณหภูมิในการหลอม เวลาในการหลอม ปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ และขนาดอนุภาคออกไซด์

#### 1.4 ขอบเขตของการวิจัย

ขั้นตอนการทดลองการสกัดดีบุกออกจากฮาร์ดเสดในงานวิจัยนี้สามารถแบ่งออกได้เป็น 2 การทดลองหลักดังต่อไปนี้

1.4.1 การทดลองเพื่อหาสภาวะในการออกซิไดซ์ฮาร์ดเสด โดยมีขอบเขตในการศึกษาดังต่อไปนี้

1.4.1.1 อุณหภูมิที่ใช้ในการออกซิไดซ์ฮาร์ดเสดตั้งแต่ 500 ถึง 800 องศาเซลเซียส

1.4.1.2 เวลาที่ใช้ในการออกซิไดซ์ฮาร์ดเสดตั้งแต่ 1 ถึง 6 ชั่วโมง

1.4.1.3 ขนาดอนุภาคฮาร์ดเสด ได้แก่ -150+200 เมช -270+325 เมช และ -325+400 เมช

1.4.2 การทดลองเพื่อหาสภาวะในการหลอมอนุภาคออกไซด์กับโซเดียมไฮดรอกไซด์ มีขอบเขตในการศึกษาดังต่อไปนี้

1.4.2.1 เวลาที่ใช้หลอมอนุภาคออกไซด์กับโซเดียมไฮดรอกไซด์ตั้งแต่ 15 นาที ถึง 2 ชั่วโมง

1.4.2.2 อุณหภูมิที่ใช้หลอมอนุภาคออกไซด์กับโซเดียมไฮดรอกไซด์ ที่ 500 600 และ 700 องศาเซลเซียส

1.4.2.3 ปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในการทำปฏิกิริยากับอนุภาคออกไซด์ โดยใช้ปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์มากเกินไป 250, 500 และ 750%

1.4.2.4 ขนาดอนุภาคออกไซด์ที่ใช้หลอมกับโซเดียมไฮดรอกไซด์เท่ากับ -325+400 เมช และ -400+500 เมช

#### 1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.5.1 ช่วยให้ทราบถึงสภาวะที่เหมาะสมในการออกซิไดซ์ฮาร์ดเสดให้ได้บุกและเหล็ก เปลี่ยนเป็นออกไซด์ทั้งหมด

1.5.2 ช่วยให้ทราบถึงสภาวะที่เหมาะสมในการหลอมอนุภาคออกไซด์กับโซเดียมไฮดรอกไซด์ เพื่อให้ละลายดีบุกออกมาได้

1.5.3 สามารถนำผลที่ได้จากการทดลองไปประยุกต์ใช้ในกระบวนการผลิตจริง เพื่อไม่ต้องหมุนเวียนฮาร์ดแฮดเข้าสู่กระบวนการถูชั้นแรก ซึ่งเป็นการสิ้นเปลืองพลังงาน

## 1.6 คำจำกัดความที่ใช้ในการวิจัย

ดีบุก หัวแร่ดีบุก โลหะผสมดีบุก – เหล็ก ฮาร์ดแฮด การย៉างแบบออกไซด์ การออกซิไดซ์ การหลอมกับไซเดียมไฮดรอกไซด์ การละลาย

## บทที่ 2

### ปรีทัศน์วรรณกรรม

#### 2.1 แนวคิดและทฤษฎี

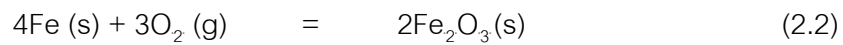
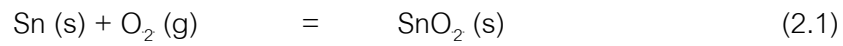
โดยปกติในกระบวนการถลุงแร่ดีบุกแบบสองขั้นเหมาะสำหรับถลุงแร่ดีบุกเกรดสูง ซึ่งจะเกิดฮาร์ดเฮดในชั้นถลุงสแลกดีบุก และต้องหมุนเวียนฮาร์ดเฮดกลับเข้าสู่ชั้นถลุงแร่ใหม่ เพื่อให้ได้ % recovery ในการถลุงแร่ดีบุกสูง แต่การหมุนเวียนฮาร์ดเฮดมีผลให้กำลังการผลิตของเตาถลุงลดลง และสิ้นเปลืองพลังงานในการถลุงดังที่ได้กล่าวมาแล้ว กรรมวิธีถลุงสแลกดีบุกโดยใช้ความร้อนที่นำมาประยุกต์ใช้ได้คือ การทำ sulfide fuming ซึ่งอาจใช้ทำต่อแร่ดีบุกหรือสแลกดีบุก ทำให้ไม่มีการผลิตฮาร์ดเฮดในกระบวนการ กรรมวิธีนี้เหมาะสำหรับแร่ดีบุกที่มีเหล็กปนค่อนข้างสูง กล่าวคือเป็นแร่ดีบุกเกรดปานกลางหรือเกรดต่ำ นอกจากนี้ยังมีข้อด้อยคือ ปัญหามลภาวะทางอากาศ เนื่องจากเกิดแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ในระหว่างการทำ fuming ด้วย [3, 4]

โดยที่ฮาร์ดเฮดเป็นโลหะผสมดีบุก - เหล็ก การสกัดดีบุกออกจากฮาร์ดเฮดอาจใช้วิธีละลายด้วยสารละลายกรดหรือ สารละลายด่าง จากแผนภาพ Pourbaix สำหรับระบบดีบุก - น้ำ และเหล็ก - น้ำ (ภาคผนวก ข) ซึ่งในสารละลายกรด โลหะดีบุกจะละลายเป็น  $\text{Sn}^{2+}$  หรือ  $\text{Sn}^{4+}$  เช่นเดียวกับเหล็กที่จะละลายเป็น  $\text{Fe}^{2+}$  หรือ  $\text{Fe}^{3+}$  อยู่ในสารละลาย [8] สิทธิพร ทองบ่อและ ชวกร จารุพิสิฐธร [9] ได้ศึกษาการละลายฮาร์ดเฮดด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก พบว่ากรดไฮโดรคลอริกสามารถละลายดีบุกและเหล็กออกจากฮาร์ดเฮดได้โดยง่าย เมื่อใช้สารละลายกรดไฮโดรคลอริก 3 โมลต่อลิตร น้ำหนักฮาร์ดเฮดต่อปริมาตรสารละลาย 15 กรัมต่อ 100 มิลลิลิตร อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส สามารถละลายดีบุกออกจากฮาร์ดเฮดได้หมด และละลายเหล็กออกมาได้ 77% ในเวลา 6 ชั่วโมง และเมื่อปรับ pH ของสารละลายคลอไรด์ที่ได้ไปที่ 3.0 ดีบุกไฮดรอกไซด์จะตกตะกอนออกมา ผลที่ได้ซึ่งสามารถแยกดีบุกออกจากฮาร์ดเฮดได้ถึง 97% โดยได้ดีบุกที่มีความบริสุทธิ์อยู่ในช่วง 64 ถึง 72% Sn ซึ่งสามารถนำไปถลุงพร้อมกับหัวแร่ดีบุกให้เป็นโลหะดีบุกได้ และเป็นการกำจัดเหล็กออกไปจากวงจรถลุงแร่ดีบุกได้ด้วย

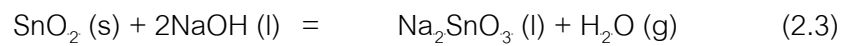
สำหรับการละลายที่ pH ค่อนข้างสูง ดีบุกออกไซด์จะถูกละลายออกมาได้ในรูป  $\text{SnO}_3^{2-}$  ในขณะที่เหล็กออกไซด์ไม่ละลาย ดังนั้นจึงเป็นไปได้ที่จะเลือกละลายเฉพาะดีบุกให้อยู่ในสารละลายด่าง โดยที่เหล็กไม่ละลาย ซึ่งทำให้สามารถแยกดีบุกและเหล็กออกจากกันได้ งานวิจัย



นี่จึงพิจารณาใช้ต่างคือ โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ในการสกัดดีบุก โดยเริ่มจากการออกซิไดซ์ ดีบุกและเหล็กในฮาร์ดเฮด เพื่อเปลี่ยนสภาพจากโลหะให้เป็นออกไซด์ตามสมการ



จากนั้นจึงเปลี่ยน SnO<sub>2</sub> ที่เกิดขึ้นให้อยู่ในรูป Na<sub>2</sub>SnO<sub>3</sub> โดยใช้ NaOH ทำปฏิกิริยา ตามสมการ

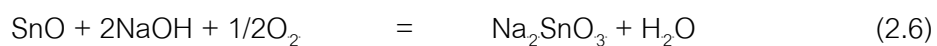
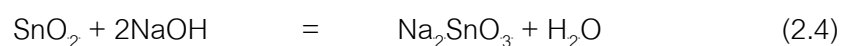


โดยโซเดียมสแตนเนต (Na<sub>2</sub>SnO<sub>3</sub>) มีสมบัติในการละลายน้ำได้ดี ดังนั้นจึงสามารถใช้น้ำละลาย Na<sub>2</sub>SnO<sub>3</sub> ออกไปได้ โดยที่ปล่อยเหล็กไว้ในกากของแข็ง

## 2.2 ปรีทรรศน์วรรณกรรม

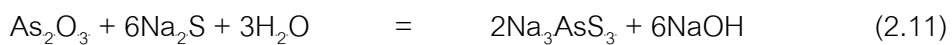
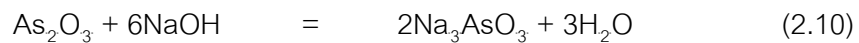
นอกจากการสกัดดีบุกจากฮาร์ดเฮดโดยใช้สารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่ได้กล่าวถึงข้างต้นแล้ว ไม่ปรากฏงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสกัดดีบุกจากฮาร์ดเฮดโดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์แต่อย่างใด แต่มีงานวิจัยที่ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ในการสกัดแร่ดีบุก ผุ่นดีบุก และโลหะดีบุก

Luis W. Pommier และ Saul J. Escalera [10] ได้ศึกษาการแยกโลหะดีบุกจากสารละลายต่างด้วยวิธีไฟฟ้า โดยใช้ผุ่นดีบุกจากการทำ sulfide fuming ซึ่งมีดีบุก 35.1%, S 5.6% และมีมลทิน As, Bi, Sb, Cu, Pb และ Zn ดีบุกในผุ่นดังกล่าวอยู่ในรูป SnO<sub>2</sub>, SnO และ SnS สามารถละลายในสารละลายผสมระหว่างโซเดียมไฮดรอกไซด์ และโซเดียมซัลไฟด์ (Na<sub>2</sub>S) ได้ดังสมการ



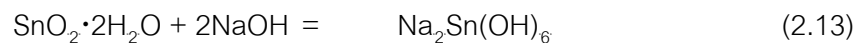
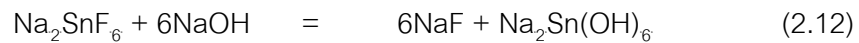


เมื่อใช้สารละลายผสมที่เข้มข้นขึ้น สามารถละลายดีบุกออกจากฝุ่นได้มากขึ้น ที่อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส เวลา 8 ชั่วโมง สามารถละลายดีบุกออกมาได้ไม่ต่ำกว่า 98% เมื่อสารละลายผสมมีความเข้มข้นของ NaOH และ Na<sub>2</sub>S (Na ใน NaOH : Na ใน Na<sub>2</sub>S เท่ากับ 3:1) เท่ากับ 350% ของสตอยชิโอเมตริกโซเดียมจำนวน 500 มิลลิลิตร ต่อฝุ่น 300 กรัม ในขณะที่สารหนูที่อยู่ในฝุ่นถูกละลายออกมาด้วยไม่ต่ำกว่า 97% ในการแยกดีบุกจากสารละลายดีบุกที่ได้ด้วยวิธีไฟฟ้าที่ 90 องศาเซลเซียส หลังจากตกตะกอนสารหนูออกไปจากสารละลายพบว่า ประสิทธิภาพการใช้กระแสไฟฟ้าสูงขึ้น เมื่อใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงขึ้น กล่าวคือที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 0.5 A/dm<sup>2</sup> ได้ประสิทธิภาพการใช้กระแสไฟฟ้า 85.42% และเพิ่มขึ้นเป็น 98.42% ที่ 2 A/dm<sup>2</sup> ในบทวิจารณ์ระบุว่า การละลายดีบุกออกไซด์ด้วยสารละลายต่าง มักไม่ประสบความสำเร็จ เมื่อเป็นดีบุกออกไซด์ที่เกิดตามธรรมชาติ เช่นการละลายจากแร่ แต่การทดลองของนักวิจัยทั้งสองเป็นการละลายดีบุกจากฝุ่นที่มาจากการทำ fuming จึงได้ผลดีสอดคล้องกับงานของ Pailin Veerothai [11] ซึ่งได้ทดลองขจัดสารหนูจากฝุ่นของเตาย่างแร่ดีบุกที่มีสารหนูประมาณ 40% และมีดีบุกประมาณ 6% ด้วยการใส่สารละลาย Na<sub>2</sub>S, NaOH และ NaOH ผสม Na<sub>2</sub>S ละลายสารหนูออกมา เพื่อลดสารหนูในฝุ่นลงให้เหลือต่ำกว่า 1% พบว่าสารละลายที่ใช้สามารถขจัดสารหนูออกไปจากฝุ่นของเตาย่างแร่ได้ 96 ถึง 99% ปฏิกริยาที่เกิดขึ้นเป็นไปตามสมการ



แต่ SnO<sub>2</sub> ในฝุ่นไม่ได้ถูกละลายออกมาด้วย เมื่อใช้สารละลายที่มีความเข้มข้นของต่างประมาณ 10% ที่สัดส่วนของฝุ่นต่อสารละลายเท่ากับ 1:1 โดยละลายที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ในกรณีของประภาพรรณ ยังยี่น [12] ก็ไม่ประสบความสำเร็จในการสกัดดีบุกออกจากฝุ่นเตาย่างแร่ที่มีดีบุกอยู่ประมาณ 50% โดยใช้สารละลายอัลคาไลน์ กล่าวคือละลายดีบุกออกจากฝุ่นเตาย่างแร่ได้ประมาณ 10% ที่ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ 2 โมลต่อลิตร สัดส่วนของฝุ่นต่อปริมาตรสารละลายเท่ากับ 1:20 โดยใช้อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง การใช้สารละลายโซเดียมซัลไฟด์สกัดฝุ่นดีบุกไม่ได้ผลเช่นกัน เนื่องจากสกัดดีบุกออกมาได้ต่ำเพียงประมาณ 2%

ชาคร จารุพิสิฐธร และคณะ [13] ได้ทดลองสกัดดีบุกจาก tin sludge ซึ่งเป็นของเสียจากโรงงานผลิตแผ่นเหล็กเคลือบดีบุกด้วยไฟฟ้า tin sludge มี  $\text{Na}_2\text{SnF}_6$  และ  $\text{SnO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  เป็นองค์ประกอบซึ่งละลายได้ดีในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ตามสมการ



tin sludge มีดีบุกประมาณ 30% หากละลายด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1.5 โมลต่อลิตร ที่อุณหภูมิห้อง และใช้ tin sludge 5% จะละลายดีบุกออกมาได้ 97% ในเวลา 15 นาที แต่หากใช้ Tin sludge 10% สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 2.0 โมลต่อลิตร จะละลายดีบุกออกมาได้ 85%

นอกจากนี้โกสีย์ นวลเล่มห์ และคณะ [14] ได้ทดลองแยกดีบุกจากสารละลายที่สกัดจาก tin sludge ด้วยวิธีไฟฟ้า สารละลายที่ใช้มีดีบุก 22.0 กรัมต่อลิตร ประสิทธิภาพการใช้ไฟฟ้าสูงขึ้น เมื่ออุณหภูมิของสารละลายสูงขึ้น แต่ลดลงเมื่อใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงขึ้น ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า  $0.5 \text{ A/dm}^2$  จะได้ประสิทธิภาพการใช้ไฟฟ้าไม่ต่ำกว่า 92%

W.S. Jun และคณะ [15] ศึกษาพฤติกรรมการละลายของดีบุกจากโลหะดีบุก และจากโลหะผสมดีบุก - เหล็ก ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ โดยใช้ rotating disc อัตราการละลายเพิ่มขึ้นเมื่อความดันย่อยของแก๊สออกซิเจนเพิ่มขึ้นในช่วง 0.21 ถึง 1.0 บรรยากาศ อัตราการละลายเพิ่มขึ้นตามความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ในช่วง 0.1 ถึง 0.5 โมลต่อลิตร และเริ่มลดลงเมื่อใช้ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์สูงขึ้นไปอีก เนื่องจากสารละลายหนืดขึ้นและมีผลต่อการแพร่ของแก๊สออกซิเจนที่เข้าทำปฏิกิริยากับโลหะดีบุก อัตราการละลายของดีบุกในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ค่อนข้างต่ำมากประมาณ  $8 \times 10^{-9}$  โมลต่อตารางเซนติเมตรต่อวินาที ที่ความเข้มข้นโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.5 โมลต่อลิตร เมื่อใช้อากาศในการออกซิไดซ์

P. Choosri และคณะ [16] ศึกษาการเตรียม Zinc hydroxystannate ( $\text{ZnSn}(\text{OH})_6$ ) จากแร่ดีบุก (76.5% Sn) โดยการหลอมกับโซเดียมไฮดรอกไซด์ให้เป็น  $\text{Na}_2\text{SnO}_3$  ที่ 700 องศาเซลเซียส แล้วละลายออกด้วยน้ำร้อน (80 องศาเซลเซียส) ในช่วงแรกได้ใช้แร่ดีบุกขนาด -100 เมช แต่การทำปฏิกิริยาไม่ดี ได้ปริมาณการสกัดดีบุกเพียง 9% จึงต้องบดแร่ให้ละเอียดเป็น -300 เมช

หลอมกับโซเดียมไฮดรอกไซด์ในปริมาณที่มากเกินไป 100, 200 และ 300% โดยสกัดดีบุกออกมาได้ 63.7, 61.2 และ 68.8% ตามลำดับ

ประภาพรรณ ยั่งยืน [12] ได้สกัดดีบุกจากฝุ่นเตาอย่างแร่ โดยการเผาฝุ่นดีบุกกับโซเดียมไฮดรอกไซด์ก่อนการละลาย สามารถสกัดดีบุกได้มากกว่า 98% เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส ใช้สัดส่วนของโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อดีบุกออกไซด์ในฝุ่นเท่ากับ 1.43:1 หรือใช้ปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็น 2.13 เท่าของปริมาณสตอยชิโอเมตรี เหตุที่ได้ผลดีกว่าอาจเนื่องมาจากฝุ่นดีบุกมีขนาดเล็กกว่าแร่ดีบุกที่ P. Choosri และคณะใช้มาก

Jung – Chul Park [17] ได้ทดลองขจัดดีบุกออกจากเศษ Indium – tin oxide (มีดีบุกออกไซด์ประมาณ 10%) โดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ หลังจากเผากับโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ 500 องศาเซลเซียส จะได้  $\text{Na}_2\text{SnO}_3$  ซึ่งใช้น้ำล้างออกไปได้

เมื่อพิจารณาจากข้อมูลเบื้องต้นแล้ว กล่าวได้ว่าสามารถใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์สกัดดีบุกจากฮาร์ดสเปคได้ โดยจะต้องออกซิไดซ์ดีบุกให้เป็นออกไซด์ และเปลี่ยนดีบุกออกไซด์ให้เป็น  $\text{Na}_2\text{SnO}_3$  ที่ละลายน้ำได้ งานวิจัยนี้จึงทำการทดลองสองขั้นตอนคือ ขั้นตอนออกซิไดซ์ฮาร์ดสเปคและขั้นตอนการหลอมกับโซเดียมไฮดรอกไซด์

### บทที่ 3

#### ขั้นตอนและวิธีการทดลอง

##### 3.1 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง

ฮาร์ดเฮดที่ใช้ในการทดลองได้จากโรงถลุงแร่ดีบุกของบริษัทไทยแลนด์สแมลติงแอนดรีไฟนิงจำกัด จังหวัดภูเก็ต ผ่านการบดมาแล้ว ลักษณะเป็นเม็ดกลม มีการกระจายตัวของอนุภาคตามตารางที่ 3.1 และองค์ประกอบทางเคมีที่ได้รับจากบริษัทปรากฏตามตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.1 ผลการวิเคราะห์ขนาดของฮาร์ดเฮดโดยการร่อนด้วยชุดตะแกรงทดสอบ

ขนาดเป็นเมช	ขนาดเป็นไมโครเมตร	น้ำหนัก, %
มากกว่า 12	มากกว่า 1680	13
-12 + 18	-1680 + 1000	51
- 18 + 30	- 1000 + 595	25
-30 + 45	- 595 + 354	5
- 45 + 65	- 354 + 212	2.1
-65 + 100	- 212 + 149	1.2
-100 +150	- 149 + 106	1.0
-150+ 200	- 106 + 74	0.3
-200+ 270	- 74 + 53	0.6
-270+ 325	- 53 + 44	0.3
-325+ 400	- 44 + 37	0.4
-400+ 500	- 37 + 25	0.1

ตารางที่ 3.2 ส่วนผสมทางเคมีของฮาร์ดแฮดที่นำมาใช้ในการทดลอง (Lot No. 139)

ธาตุ	H <sub>2</sub> O	Sn	Fe	Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	TiO <sub>2</sub>	WO <sub>3</sub>	S	As
ร้อยละโดยน้ำหนัก	0.47	32.40	45.81	0.9	1.4	1.3	4.2	0.31	0.06

### 3.2 สารเคมี

สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง ได้แก่

3.2.1 โซเดียมไฮดรอกไซด์เพลเล็ต (NaOH pellet) ของ Mallinckrodt ความบริสุทธิ์ 98.5%

3.2.2 กรดไฮโดรคลอริกของ J.T Baker ความเข้มข้น 36.5% HCl

3.2.3 น้ำกลั่น

### 3.3 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

3.3.1 หม้ออบรูปทรงกระบอก

3.3.2 ลูกบดทรงกลม (milling ball)

3.3.3 โกร่งบดสาร (agate mortar)

3.3.4 ตะแกรงร่อน (sieve) ขนาด 100, 150, 200, 270, 325, 400 และ 500 เมช

3.3.5 ซ้อนตักสารเคมี

3.3.6 ถ้วยพอร์ซเลน (porcelain) ขนาด 50 มิลลิเมตร

3.3.7 ปีกเกอร์ขนาด 500 มิลลิลิตร

3.3.8 แผ่นอะลูมิเนียมฟอยล์ (aluminium foil)

3.3.9 แท่งแม่เหล็ก (magnetic bar) สำหรับกวนสาร

3.3.10 เทอร์โมมิเตอร์

3.3.11 ขาดังเทอร์โมมิเตอร์

3.3.12 ขวดปริมาตร (Volumetric flask) ขนาด 50, 500 และ 1000 มิลลิลิตร

3.3.12 กววยกรอง

3.3.13 กระดาษกรอง (filter paper) เบอร์ 41

- 3.3.14 แท่งแก้วคนสาร
- 3.3.15 ปิเปตขนาด 2, 5, 10 และ 20 มิลลิลิตร
- 3.3.16 ขวดรูปชมพู่ (erlenmeyer flask) ขนาด 500 มิลลิลิตร
- 3.3.17 ขวดเก็บสารละลายตัวอย่างเพื่อส่งทดสอบ
- 3.3.18 เดซิกเคเตอร์
- 3.3.19 เครื่องบดแบบลูกบอล (ball-milling)
- 3.3.20 เครื่องชั่งไฟฟ้าความละเอียด 4 ตำแหน่ง
- 3.3.21 เตาเผาไฟฟ้า
- 3.3.22 เครื่องกวนสารแบบให้ความร้อน (hotplate stirrer)
- 3.3.23 เครื่อง X-Ray Diffractometer (XRD)
- 3.3.24 เครื่อง Atomic Absorption Spectrometer (AAS) ยี่ห้อ Varian รุ่น AA 280 FS

#### 3.4 การตรวจวิเคราะห์ฮาร์ดเฮดที่ใช้ในการทดลอง

ใช้เครื่อง XRD ในการตรวจองค์ประกอบของฮาร์ดเฮดที่ได้รับมา

#### 3.5 ขั้นตอนการทดลอง

ในการสกัดดีบุกออกจากฮาร์ดเฮด เริ่มจากการบดฮาร์ดเฮด เพื่อคัดขนาด นำฮาร์ดเฮดไปเปลี่ยนสภาพให้เป็นออกไซด์ โดยการเผาในบรรยากาศที่มีออกซิเจน จากนั้นหลอมฮาร์ดเฮดที่ผ่านการออกซิไดซ์แล้วหรืออนุภาคออกไซด์กับไซเดียมไฮดรอกไซด์ แล้วจึงละลายดีบุกออกจากผลผลิตที่ได้ด้วยน้ำร้อน วิเคราะห์หาปริมาณดีบุกและเหล็กในสารละลายที่ได้ รูปที่ 3.1 แสดงลำดับขั้นตอนในการทดลอง

##### 3.5.1 การบดและคัดขนาดฮาร์ดเฮด

ขั้นตอนนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อให้ฮาร์ดเฮดที่นำไปเผาเกิดการออกซิไดซ์ได้ง่ายและทั่วถึง โดยบดและคัดฮาร์ดเฮดให้มีขนาด  $-150+200$  เมช  $-270+325$  เมช และ  $-325+400$  เมช มีวิธีทำดังต่อไปนี้

- 3.5.1.1 นำตัวอย่างฮาร์ดเฮดใส่ลงในเครื่องบดโดยบดครั้งละ 50 กรัม เป็นเวลา 1 ชั่วโมง
- 3.5.1.2 นำฮาร์ดเฮดที่บดแล้วไปร่อนคัดขนาดที่ต้องการ โดยใช้ตะแกรงร่อน

### 3.5.1.3 เก็บฮาร์ดสแควที่ได้ขนาดแล้วไว้ในเดซีกเคเตอร์

## 3.5.2 การเผาฮาร์ดสแควให้เป็นสารประกอบออกไซด์

ขั้นตอนนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อออกซิไดซ์ดีบุกและเหล็กในฮาร์ดสแควให้อยู่ในรูปออกไซด์ทั้งหมด การทดลองจะแปรเปลี่ยนอุณหภูมิที่ใช้เผา และขนาดของฮาร์ดสแคว โดยมีวิธีทำดังต่อไปนี้

### 3.5.2.1 ชั่งฮาร์ดสแคว 5 กรัมใส่ในถ้วยพอร์ซเลน

### 3.5.2.2 ตั้งอุณหภูมิของเตาไฟฟ้า

3.5.2.3 เมื่อเตามีอุณหภูมิคงที่ตามที่กำหนด ใส่ถ้วยพอร์ซเลนไว้บริเวณกลางเตา ผ่านแก๊สออกซิเจนเข้าเตา 50 มิลลิตรต่อนาที ในระหว่างการเผาจะนำถ้วยพอร์ซเลนที่ใส่ฮาร์ดสแควออกมาชั่งน้ำหนักและบันทึกค่าทุกๆ ชั่วโมง จากนั้นใส่กลับเข้าไปในเตาเพื่อให้ความร้อนต่อจนกระทั่งครบเวลาตามกำหนดหรือน้ำหนักของสารคงที่ จึงนำถ้วยพอร์ซเลนออกจากเตาและปล่อยให้เย็นตัวลงมาจนถึงอุณหภูมิห้อง

3.5.2.4 นำตัวอย่างที่เผาตามอุณหภูมิและเวลาที่กำหนดมาวัด จากนั้นนำมาคัดขนาดอนุภาคโดยการร่อนผ่านตะแกรกร่อนจนได้ฮาร์ดสแควที่ผ่านการออกซิไดซ์ที่มีขนาดตามต้องการ

## 3.5.3 การหลอมอนุภาคออกไซด์ให้รวมตัวกับไซเดียมไฮดรอกไซด์ และการละลายผลผลิตที่ได้ด้วยน้ำร้อน

ขั้นตอนนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อให้ดีบุกออกไซด์ ( $\text{SnO}_2$ ) ที่เกิดขึ้นในอนุภาคออกไซด์ทำปฏิกิริยากับไซเดียมไฮดรอกไซด์ กลายเป็นไซเดียมแทนแทนที่ซึ่งละลายน้ำได้ดี

โดยมีวิธีการทดลองดังต่อไปนี้

### 3.5.3.1 ชั่งอนุภาคออกไซด์ที่มีขนาดตามกำหนด 5 กรัม

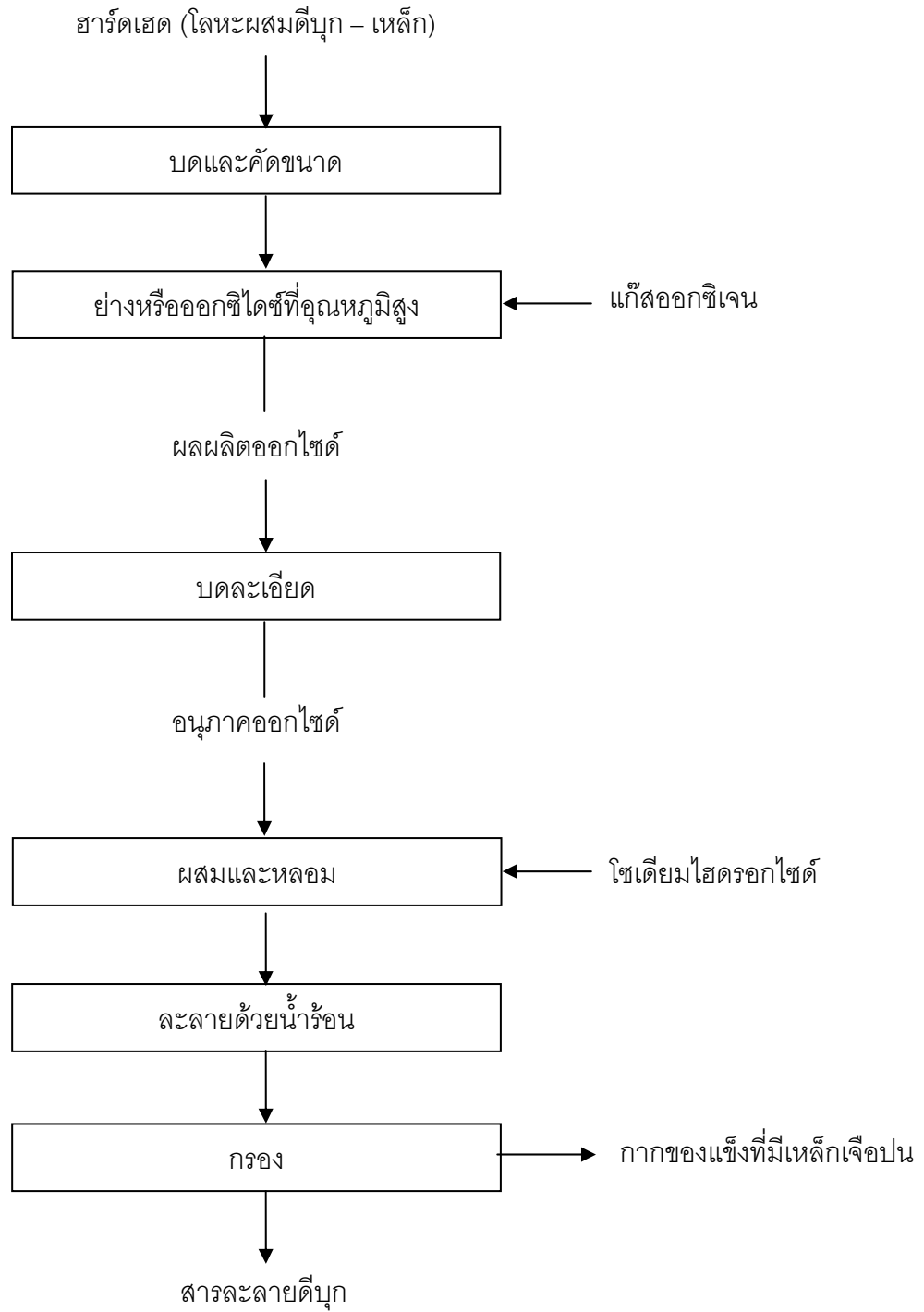
### 3.5.3.2 นำไซเดียมไฮดรอกไซด์มาวัดเป็นเวลา 10 นาที

### 3.5.3.3 ชั่งไซเดียมไฮดรอกไซด์ที่บดแล้วตามปริมาณที่กำหนด

### 3.5.3.4 ผสมอนุภาคออกไซด์กับไซเดียมไฮดรอกไซด์ที่บดละเอียดในถ้วยพอร์ซเลน



- 3.5.3.5 ตั้งอุณหภูมิของเตาไฟฟ้าตามที่กำหนด
- 3.5.3.6 เมื่ออุณหภูมิของเตาคงที่ นำถ้วยพอร์ซเลนใส่ไว้บริเวณกลางเตา
- 3.5.3.7 หลอมสารตามเวลาที่กำหนด จากนั้นนำถ้วยพอร์ซเลนออกจากเตาและปล่อยให้เย็นจนถึงอุณหภูมิห้อง
- 3.5.3.8 เตรียมน้ำกลั่นปริมาตร 500 มิลลิลิตร
- 3.5.3.9 ใส่น้ำกลั่นและแท่งแม่เหล็กที่ใช้สำหรับการกวนสารละลายลงในปิกเกอร์
- 3.5.3.10 เปิดสวิตช์เครื่องกวนสารแบบให้ความร้อน นำปิกเกอร์ขึ้นไปวางบนเครื่อง ปิดกระดาดฟอยล์ที่ปากปิกเกอร์เพื่อป้องกันการระเหยของน้ำ และติดตั้งเทอร์โมมิเตอร์เพื่อวัดอุณหภูมิของสารละลายน้ำ
- 3.5.3.11 เมื่อสารละลายน้ำมีอุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส จึงใส่ถ้วยพอร์ซเลนที่มีผลผลิตจากการหลอมลงไปนในสารละลาย เปิดสวิตช์เพื่อกวนสารละลาย โดยให้อัตราการกวนสารละลาย 800 รอบต่อนาที จากนั้นปล่อยให้ทำปฏิกิริยาตามเวลาที่กำหนด
- 3.5.3.12 เมื่อตัวอย่างในถ้วยพอร์ซเลนละลายออกมาหมดแล้ว ให้ทำปฏิกิริยาต่อไปจนครบ 2 ชั่วโมง จากนั้นชั่งตัวอย่างสารละลายด้วยปิเปตจำนวน 10 มิลลิลิตร กรองสารละลายที่ได้ด้วยกระดาษกรองเบอร์ 41
- 3.5.3.13 ชั่งตัวอย่างสารละลายที่กรองแล้วด้วยปิเปตจำนวน 5 มิลลิลิตร เจือจางด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1 โมลต่อลิตร จนมีปริมาตร 500 มิลลิลิตร จากนั้นเก็บตัวอย่างสารละลายที่เจือจางแล้วปริมาณ 50 มิลลิลิตร ในขวดเก็บสารละลายเพื่อรอวิเคราะห์
- 3.5.3.14 นำสารละลายตัวอย่างไปวิเคราะห์หาปริมาณดีบุกและ เหล็กในสารละลายด้วยเครื่อง AAS



รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการทดลองสกัดดีบุกออกจากฮาร์ดเฮด

### 3.6 การตรวจสอบกากของแข็งที่เหลือจากการละลาย

หลังจากละลายผลผลิตที่ได้จากการหลอมอนุภาคออกไซด์กับโซเดียมไฮดรอกไซด์ นำกากของแข็งที่เหลือจากการละลายไปตรวจสอบองค์ประกอบที่เหลืออยู่ด้วยเครื่อง XRD

### 3.7 รายละเอียดของตัวแปรในแต่ละการทดลอง

#### 3.7.1 การออกซิไดซ์ฮาร์ดเฮด

##### 3.7.1.1 ผลของอุณหภูมิ

ในการทดลองออกซิไดซ์ฮาร์ดเฮด กระทำโดยใช้ฮาร์ดเฮดขนาด -270+325 เมช ปริมาณ 5.00 กรัม ใช้อุณหภูมิ 500 ถึง 800 องศาเซลเซียส โดยผ่านแก๊สออกซิเจนด้วยอัตราการไหล 50 มิลลิลิตรต่อนาที เป็นเวลาไม่เกิน 6 ชั่วโมง เพื่อหาผลของอุณหภูมิก่อนออกซิเดชัน (ตารางที่ 3.3)

##### 3.7.1.2 ผลของขนาดอนุภาคฮาร์ดเฮด

เพื่อศึกษาผลของขนาดอนุภาคฮาร์ดเฮด ได้เลือกขนาดอนุภาคฮาร์ดเฮด ในช่วง -150+200 เมช -270+325 เมช และ -325+400 เมช ปริมาณฮาร์ดเฮด 5 กรัม มาเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส โดยผ่านแก๊สออกซิเจนด้วยอัตราการไหล 50 มิลลิลิตรต่อนาที และใช้เวลาไม่เกิน 6 ชั่วโมง (ตารางที่ 3.3)

#### 3.7.2 การหลอมอนุภาคออกไซด์กับโซเดียมไฮดรอกไซด์

ในการทดลองได้ศึกษาผลของเวลาในการหลอม อุณหภูมิหลอม ปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์และขนาดอนุภาคออกไซด์ สภาวะการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 3.4

ตารางที่ 3.3 สภาวะที่ใช้ในการทดลองเพื่อออกซิไดซ์ฮาร์ดเฮด ที่อัตราการไหลของแก๊สออกซิเจน 50 มิลลิตรต่อนาที

หมายเลขการทดลอง	น้ำหนักฮาร์ดเฮด (กรัม)	ขนาดอนุภาคฮาร์ดเฮด (เมซ)	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)
1	5.00	-270+325	500
2	5.00	-270+325	600
3	5.00	-270+325	700
4	5.00	-270+325	800
5	5.00	-150+200	700
6	5.00	-270+325	700
7	5.00	-325+400	700

ตารางที่ 3.4 สภาวะที่ใช้ในการทดลองหลอมฮาร์ดสเตดที่ผ่านการออกซิไดซ์แล้วหรืออนุภาคออกไซด์กับโซเดียมไฮดรอกไซด์เพื่อสกัดดีบุก

หมายเลข การทดลอง	น้ำหนักอนุภาคออกไซด์ (กรัม)	ขนาดอนุภาคออกไซด์ (เมซ)	น้ำหนักโซเดียมไฮดรอกไซด์ (กรัม)	อุณหภูมิหลอม (องศาเซลเซียส)	เวลาหลอม (นาที)
8	5.00	-325+400	3.83 (250% excess)	500	15
9	5.00	-325+400	3.83 (250% excess)	500	30
10	5.00	-325+400	3.83 (250% excess)	500	60
11	5.00	-325+400	3.83 (250% excess)	500	120
12	5.00	-325+400	3.83 (250% excess)	500	120
13	5.00	-325+400	3.83 (250% excess)	600	120
14	5.00	-325+400	3.83 (250% excess)	700	120
15	5.00	-325+400	3.83 (250% excess)	700	120
16	5.00	-325+400	6.55 (500% excess)	700	120
17	5.00	-325+400	9.28 (750% excess)	700	120
18	5.00	-325+400	9.28 (750% excess)	700	120
19	5.00	-400+500	9.28 (750% excess)	700	120
20	5.00	-400+500	6.55 (500% excess)	700	120

## บทที่ 4

### ผลการทดลองและการอภิปราย

#### 4.1 ผลการตรวจวิเคราะห์สาร์ตเฮดที่นำมาใช้ในการทดลอง

สาร์ตเฮดที่ใช้ในการทดลองได้รับจากโรงถลุงแร่ดีบุกของบริษัทไทยแลนด์สแมลตีงแอนดรีไฟนิ่ง จำกัด จังหวัดภูเก็ต มีโลหะดีบุกและเหล็กเป็นองค์ประกอบหลักคือ มีดีบุกและเหล็กร้อยละ 32.40 และ 45.81 โดยน้ำหนักตามลำดับ มีลักษณะเป็นเม็ดค่อนข้างกลม เมื่อนำมาร่อนด้วยชุดตะแกรงทดสอบพบว่าร้อยละ 89 มีขนาดใหญ่กว่า 30 เมช ตามตารางที่ 3.1 รูปที่ 4.1 เป็นรูปแบบ XRD ของสาร์ตเฮดซึ่งปรากฏพีคของดีบุกและเหล็ก

#### 4.2 ขั้นตอนการออกซิไดซ์สาร์ตเฮด

##### 4.2.1 ผลของอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ออกซิไดซ์สาร์ตเฮด

ในการศึกษาผลของอุณหภูมิออกซิเดชันและเวลาที่ใช้ออกซิไดซ์สาร์ตเฮด ได้บดสาร์ตเฮดและคัดให้มีขนาด  $-270+325$  เมช ใช้น้ำหนักสาร์ตเฮดเริ่มต้น 5.00 กรัม เผาในเตาไฟฟ้าที่ 500, 600, 700 และ 800 องศาเซลเซียส โดยผ่านแก๊สออกซิเจนเข้าเตาที่อัตราการไหล 50 มิลลิลิตรต่อนาที่เพื่อช่วยในการออกซิไดซ์ ใช้เวลาในการออกซิไดซ์ตั้งแต่ 1 ถึง 6 ชั่วโมง เมื่อสาร์ตเฮดถูกออกซิไดซ์จะเกิดการเปลี่ยนแปลงทางเคมี ทำให้มีน้ำหนักเพิ่มขึ้น เมื่อออกซิไดซ์จนน้ำหนักของตัวอย่างไม่เปลี่ยนแปลงอีกแล้ว จึงถือว่าตัวอย่างสาร์ตเฮดถูกออกซิไดซ์หมดแล้ว

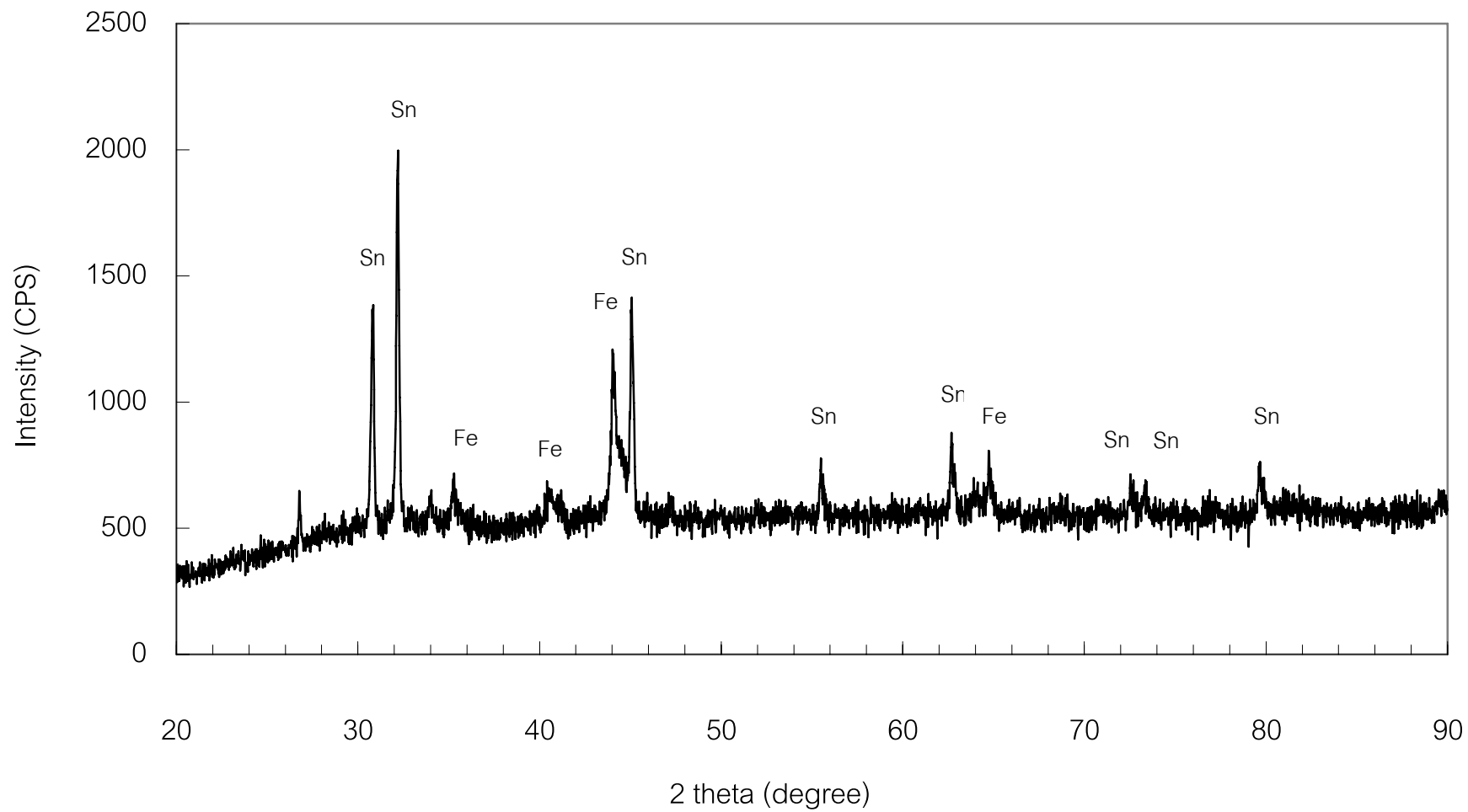
น้ำหนักของสาร์ตเฮดที่ถูกออกซิไดซ์ที่เปลี่ยนแปลงตามเวลาที่อุณหภูมิต่างๆ แสดงไว้ในตารางที่ 4.1 และแสดงเป็นกราฟดังรูปที่ 4.2 ซึ่งชี้ให้เห็นว่าน้ำหนักสาร์ตเฮดที่ถูกออกซิไดซ์เพิ่มขึ้นอย่างชัดเจนในชั่วโมงแรกและการใช้อุณหภูมิออกซิเดชันที่สูงกว่า ทำให้น้ำหนักเพิ่มขึ้นมากกว่า กล่าวคือที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส น้ำหนักตัวอย่างที่ถูกออกซิไดซ์เพิ่มขึ้นจาก 5.00 กรัม เป็น 5.35 กรัม ในเวลา 1 ชั่วโมง แต่น้ำหนักตัวอย่างเพิ่มขึ้นค่อนข้างน้อยในชั่วโมงถัดไป การออกซิไดซ์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ให้ผลคล้ายคลึงกับการทำที่ 500 องศาเซลเซียส แต่ได้น้ำหนักเพิ่มขึ้นมากกว่าเล็กน้อย จะเห็นว่าการออกซิไดซ์ที่อุณหภูมิ 500 และ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง น้ำหนักของตัวอย่างยังมีการเปลี่ยนแปลง ในขณะที่การทำที่อุณหภูมิ 700 องศา

เซลเซียส พบว่าน้ำหนักตัวอย่างเพิ่มขึ้นจาก 5.00 กรัม เป็น 5.80 กรัม ในเวลา 1 ชั่วโมง และน้ำหนักจะคงที่ที่ 5.92 กรัม ในที่สุด

การออกซิไดซ์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ทำให้น้ำหนักของตัวอย่างคงที่ที่ 5.92 กรัม ภายในเวลา 1 ชั่วโมง นอกจากน้ำหนักตัวอย่างที่เพิ่มขึ้นแล้ว สภาพของตัวอย่างที่ถูกออกซิไดซ์ก็เปลี่ยนแปลงไป ฮาร์ดเสดก่อนถูกออกซิไดซ์มีลักษณะเป็นผงละเอียดสีเทาเข้ม หลังถูกออกซิไดซ์ดี เปลี่ยนไปเป็นสีน้ำตาลแดง ในการออกซิไดซ์ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส อนุภาคออกไซด์ที่ได้จับตัวกันเป็นก้อน แต่สามารถบดให้แตกละเอียดได้โดยง่าย ในขณะที่การออกซิไดซ์ที่ 800 องศาเซลเซียส อนุภาคออกไซด์ที่เกิดขึ้นจับตัวกันเป็นก้อนแข็ง ไม่สามารถบดให้แตกละเอียดเป็นผงได้ ดังรายละเอียดในตารางที่ 4.2 ดังนั้นในการทดลองถัดไปจึงเลือกใช้อุณหภูมิออกซิเดชันที่ 700 องศาเซลเซียส เนื่องจากผลการออกซิไดซ์ใกล้เคียงกับการออกซิไดซ์ที่ 800 องศาเซลเซียส คือได้น้ำหนักคือ 5.92 กรัม ในเวลา 3 ชั่วโมง และอนุภาคออกไซด์ที่ได้แม้จะจับตัวกันเป็นก้อนตามลักษณะของถ้วยพอร์ซเลน แต่สามารถบดให้เป็นผงละเอียดได้

#### 4.2.2 ผลของขนาดอนุภาคฮาร์ดเสด

ในการศึกษาผลของขนาดอนุภาคฮาร์ดเสดที่นำมาออกซิไดซ์ ได้ใช้ฮาร์ดเสดขนาด -150+200 เมช -270+325 เมช และ -325+400 เมช น้ำหนักฮาร์ดเสดเริ่มต้น 5.00 กรัม อัตราการไหลของออกซิเจน 50 มิลลิลิตรต่ออนาที โดยเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ถึง 6 ชั่วโมง ผลการทดลองปรากฏตามตารางที่ 4.3 และแสดงเป็นกราฟดังรูปที่ 4.3 พบว่าเมื่อใช้ขนาดอนุภาคใหญ่ขึ้นกล่าวคือที่ขนาดอนุภาค -150+200 เมช น้ำหนักของตัวอย่างเพิ่มขึ้นจาก 5.00 กรัม เป็น 5.50 กรัม ต้องใช้เวลาถึง 6 ชั่วโมง และน้ำหนักของตัวอย่างยังไม่คงที่ เปรียบเทียบกับการใช้ขนาดอนุภาคฮาร์ดเสด -270+325 เมช สามารถออกซิไดซ์ตัวอย่างให้มีน้ำหนักคงที่ที่ 5.92 กรัม ได้ในเวลา 3 ชั่วโมง และเมื่อใช้ขนาดอนุภาคเล็กลงเป็น -325+400 เมช สามารถออกซิไดซ์ให้น้ำหนักคงที่ที่ 5.92 กรัม ภายในเวลา 1 ชั่วโมง เท่านั้น

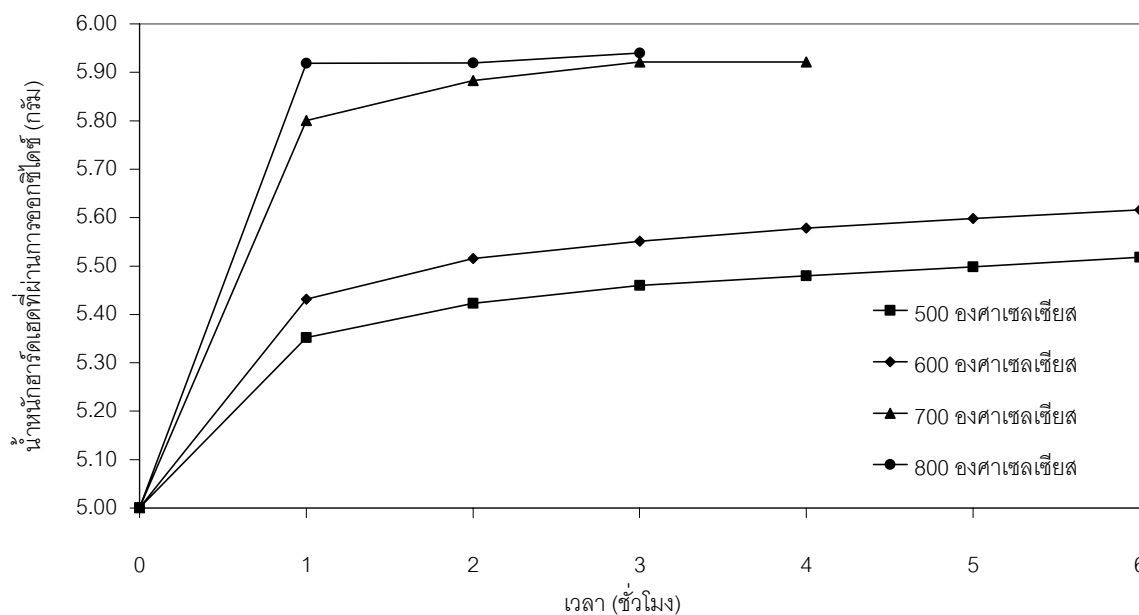


รูปที่ 4.1 รูปแบบ XRD ของฮาร์ดเอดที่ได้รับมา



ตารางที่ 4.1 น้ำหนักของฮาร์ดเสดที่ถูกออกซิไดซ์เป็นกรัม (ขนาดฮาร์ดเสด -270+325 เมช น้ำหนักฮาร์ดเสดเริ่มต้น 5.00 กรัม ใช้อัตราการไหลของออกซิเจน 50 มิลลิลิตรต่อนาที)

เวลา (ชั่วโมง)	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)			
	500	600	700	800
0	5.00	5.00	5.00	5.00
1	5.35	5.43	5.80	5.92
2	5.42	5.52	5.88	5.92
3	5.46	5.55	5.92	-
4	5.48	5.58	5.92	-
5	5.50	5.60	-	-
6	5.52	5.62	-	-



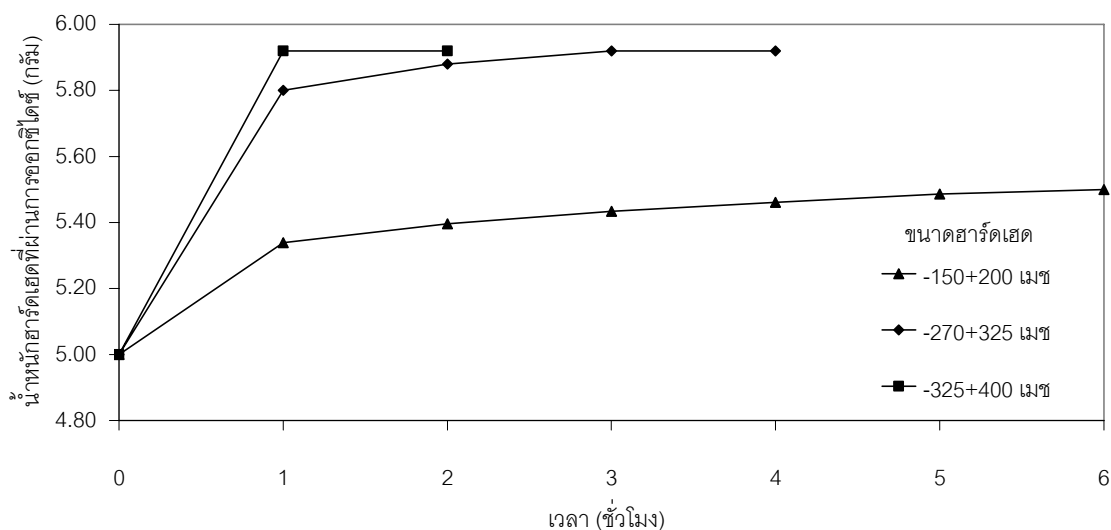
รูปที่ 4.2 น้ำหนักของฮาร์ดเสดที่ถูกออกซิไดซ์ที่เปลี่ยนแปลงตามเวลาที่อุณหภูมิต่างๆ (ขนาดฮาร์ดเสด -270+325 เมช น้ำหนักฮาร์ดเสดเริ่มต้น 5.00 กรัม ใช้อัตราการไหลของออกซิเจน 50 มิลลิลิตรต่อนาที)

ตารางที่ 4.2 ลักษณะทางกายภาพของตัวอย่างฮาร์ดเสดก่อนและหลังผ่านการออกซีไดซ์

อุณหภูมิ ออกซีไดซ์ (องศาเซลเซียส)	สีของฮาร์ดเสด		ลักษณะของฮาร์ดเสด	
	ก่อนออกซีไดซ์	หลังออกซีไดซ์	ก่อนออกซีไดซ์	หลังออกซีไดซ์
500	เทาเข้ม	น้ำตาลแดง	ผงละเอียด	มีบางส่วนที่จับตัวกันเป็นก้อนเล็กๆ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.5 ถึง 1 มิลลิเมตร
600	เทาเข้ม	น้ำตาลแดง	ผงละเอียด	มีบางส่วนที่จับตัวกันเป็นก้อนเล็กๆ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.5 ถึง 1 มิลลิเมตร
700	เทาเข้ม	น้ำตาลแดง	ผงละเอียด	อนุภาคออกไซด์ที่เกิดขึ้นจับตัวกันเป็นก้อนตามลักษณะของถ้วยพอร์ซเลน แต่เมื่อบดด้วยโกร่งบดแล้วได้ผงละเอียดตามเดิม
800	เทาเข้ม	น้ำตาลแดง	ผงละเอียด	อนุภาคออกไซด์ที่เกิดขึ้นจับตัวกันเป็นก้อนตามลักษณะของถ้วยพอร์ซเลน ไม่สามารถบดด้วยโกร่งบดให้เป็นผงละเอียดตามเดิมได้

ตารางที่ 4.3 น้ำหนักของฮาร์ดเสดที่ถูกออกซิไดซ์ที่เปลี่ยนแปลงตามเวลา ที่ขนาดอนุภาคต่างๆ (น้ำหนักฮาร์ดเสดเริ่มต้น 5.00 กรัม อัตราการไหลของออกซิเจน 50 มิลลิลิตรต่อนาที อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส)

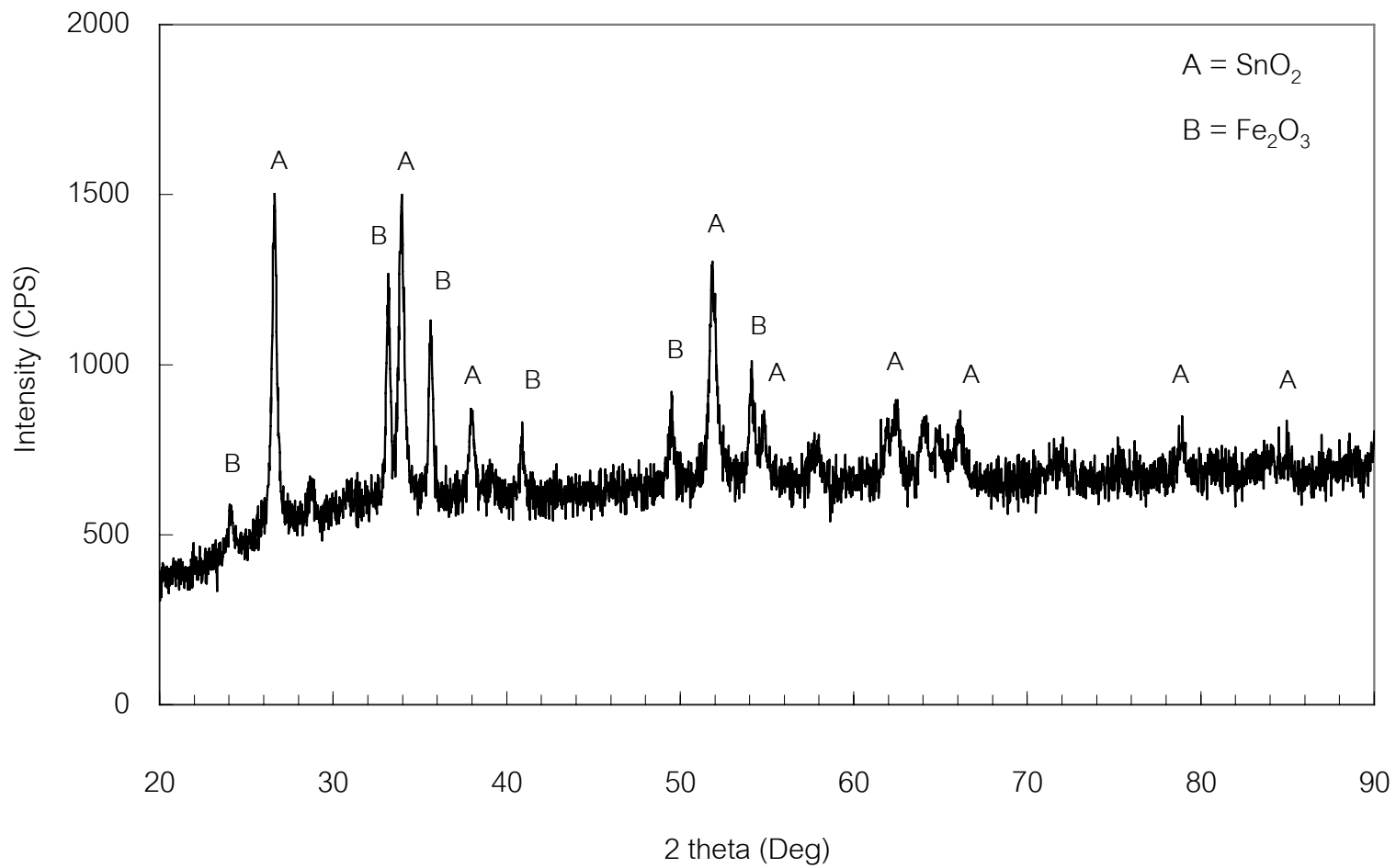
เวลา (ชั่วโมง)	ขนาดอนุภาคฮาร์ดเสด		
	-150+200 เมช	-270+325 เมช	-325+400 เมช
0	5.00	5.00	5.00
1	5.34	5.80	5.92
2	5.40	5.88	5.92
3	5.43	5.92	-
4	5.46	5.92	-
5	5.49	-	-
6	5.50	-	-



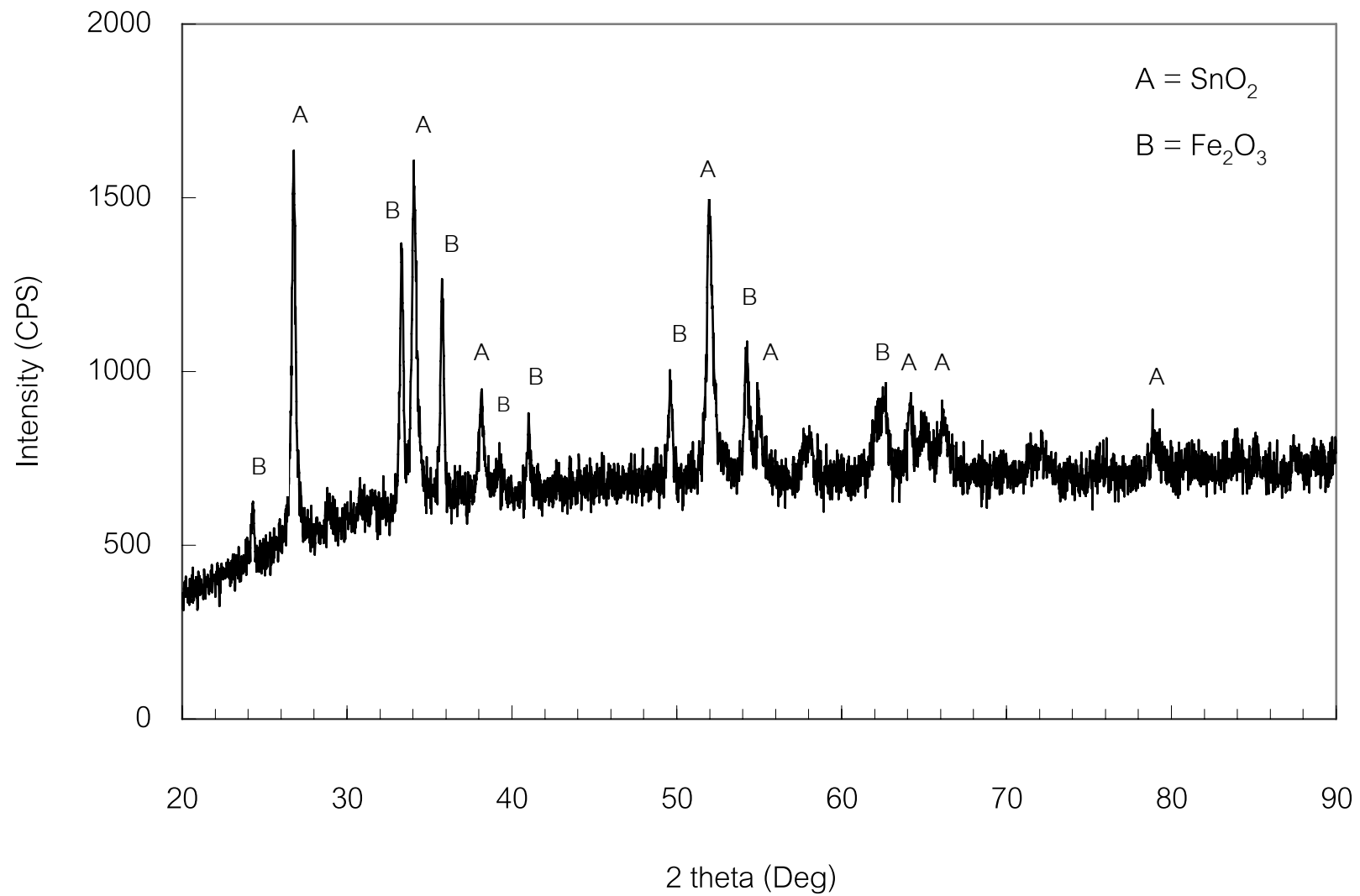
รูปที่ 4.3 น้ำหนักฮาร์ดเสดที่ถูกออกซิไดซ์ซึ่งเปลี่ยนแปลงตามเวลาที่ขนาดอนุภาคต่างๆ (น้ำหนักฮาร์ดเสด 5.00 กรัม อัตราการไหลของออกซิเจน 50 มิลลิลิตรต่อนาที อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส)

#### 4.2.2 ผลการตรวจสอบตัวอย่างฮาร์ดเฮดที่ผ่านการออกซิไดซ์หรือตัวอย่างอนุภาคออกไซด์ที่ได้

ในการตรวจสอบตัวอย่างฮาร์ดเฮดขนาด  $-270+325$  เมช ที่ผ่านการออกซิไดซ์ ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ด้วยเครื่อง XRD ได้ผลดังในรูปที่ 4.4 พบว่า องค์ประกอบหลักที่เกิดขึ้นหลังผ่านการออกซิไดซ์จนน้ำหนักคงที่แล้วคือ ดีบุกออกไซด์ ( $\text{SnO}_2$ ) และเหล็กออกไซด์ ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) ซึ่งเป็นไปตามสมการที่ (2.1) และ (2.2) รูปที่ 4.5 เป็นผลการตรวจสอบตัวอย่างฮาร์ดเฮดขนาด  $-325+400$  เมช ที่ผ่านการออกซิไดซ์จนได้น้ำหนักคงที่ที่ 700 องศาเซลเซียส ในเวลา 2 ชั่วโมง ซึ่งได้  $\text{SnO}_2$  และ  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  เป็นองค์ประกอบสุดท้ายเช่นกัน



รูปที่ 4.4 รูปแบบ XRD ของฮาร์ดสเฟดที่ผ่านการออกซิไดซ์ (ขนาดอนุภาคฮาร์ดสเฟด -270+325 เมช อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เวลา 4 ชั่วโมง)



รูปที่ 4.5 รูปแบบ XRD ของฮาร์ดสเฟดที่ผ่านการออกซิไดซ์ (ขนาดอนุภาคฮาร์ดสเฟด -325+400 เมช อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เวลา 2 ชั่วโมง)

#### 4.3 ขั้นตอนการหลอมอนุภาคออกไซด์กับโซเดียมไฮดรอกไซด์

ในการทดลองนี้ได้ศึกษาผลของเวลา และอุณหภูมิในการหลอมตัวอย่างอนุภาคออกไซด์กับโซเดียมไฮดรอกไซด์ ตลอดจนแปรเปลี่ยนปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์ และขนาดอนุภาคออกไซด์ โดยพิจารณาจากปริมาณดีบุกและเหล็กที่ละลายออกมาจากผลผลิตที่ได้จากการหลอมอนุภาคออกไซด์กับโซเดียมไฮดรอกไซด์ในน้ำ โดยใช้สภาวะการละลายดังต่อไปนี้คือ ปริมาตรสารละลายน้ำ 500 มิลลิลิตร อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส อัตราการกวน 800 รอบต่อนาที เวลาในการละลาย 2 ชั่วโมง

##### 4.3.1 ผลของเวลาในการหลอม

ในการศึกษาผลของเวลาในการหลอม ได้ใช้อนุภาคออกไซด์ที่บดให้มีขนาด  $-325+400$  เมช ปริมาณ 5.00 กรัม ผสมกับโซเดียมไฮดรอกไซด์บดละเอียดปริมาณ 3.83 กรัม (250 % excess) หลอมที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส โดยใช้เวลาในการหลอมตั้งแต่ 15 นาที ถึง 2 ชั่วโมง จากนั้นนำผลผลิตที่ได้ไปละลายตามสภาวะที่ระบุข้างต้น ผลที่ได้ปรากฏตามตารางที่ 4.4 ซึ่งพบว่าเมื่อใช้เวลาในการหลอมนานขึ้น จะได้ปริมาณการละลายของดีบุกมากขึ้น กล่าวคือเมื่อใช้เวลาหลอม 15 นาที ดีบุกละลายออกมาได้ร้อยละ 19.60 แต่เมื่อเพิ่มเวลาในการหลอมเป็น 30 นาที สามารถละลายดีบุกได้มากขึ้นเป็นร้อยละ 22.00 การเพิ่มเวลาหลอมให้นานขึ้นเป็น 1 และ 2 ชั่วโมง สามารถเพิ่มปริมาณการละลายของดีบุกได้อีกเพียงเล็กน้อยเท่านั้น อาจกล่าวได้ว่าที่สภาวะดังกล่าวสามารถละลายดีบุกได้ร้อยละ 22.00 ในขณะที่เหล็กละลายออกมาได้น้อยมาก โดยเหล็กส่วนใหญ่ยังคงอยู่ในกากที่ได้ นอกจากนี้ยังอาจกล่าวได้ว่า เวลาที่ใช้หลอม 2 ชั่วโมง เพียงพอแล้วสำหรับการทำปฏิกิริยาระหว่างดีบุกออกไซด์ในตัวอย่างกับโซเดียมไฮดรอกไซด์ ให้เปลี่ยนไปอยู่ในรูปโซเดียมสแตนเนตที่ละลายในน้ำได้ ทำให้สามารถแยกดีบุกออกจากเหล็กในฮาร์ดเสดได้

##### 4.3.2 ผลของอุณหภูมิหลอม

ในการศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้หลอม ได้ใช้อนุภาคออกไซด์ขนาด  $-325+400$  เมช ปริมาณ 5.00 กรัม ผสมกับโซเดียมไฮดรอกไซด์บดละเอียดปริมาณ 3.83 กรัม (ปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์มากเกินไป 250 %) หลอมที่อุณหภูมิ 500, 600 และ 700

องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง นำผลผลิตที่ได้ไปละลายน้ำ ได้ผลการทดลองตาม ตารางที่ 4.5 ซึ่งชี้ให้เห็นว่าการเพิ่มอุณหภูมิในการหลอมให้สูงขึ้น ช่วยให้ได้ปริมาณการ ละลายของดีบุกเพิ่มขึ้นจากร้อยละ 22.94 ที่ 500 องศาเซลเซียส เป็นร้อยละ 29.22 และ ร้อยละ 35.58 ที่อุณหภูมิ 600 และ 700 องศาเซลเซียส ตามลำดับ เนื่องจากการใช้ อุณหภูมิหลอมที่สูงขึ้น ทำให้การทำปฏิกิริยาระหว่างดีบุกออกไซด์กับโซเดียมไฮดรอกไซด์ ดีขึ้นนั่นเอง

ผลการทดลองที่ได้ข้างต้นสอดคล้องกับผลการทดลองของประภาพรณ ยังยืน [11] ซึ่งพบว่าปริมาณการละลายดีบุกออกจากฝุ่นเตาอย่างแรงสูงขึ้น เมื่อใช้อุณหภูมิหลอม สูงขึ้น และการหลอมที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียสขึ้นไป ไม่มีผลต่อการละลายดีบุกออก จากฝุ่นอีกต่อไป ดังนั้นการทดลองถัดไปในงานวิจัยนี้จึงเลือกใช้ใช้อุณหภูมิหลอมที่ 700 องศาเซลเซียส เนื่องจากเป็นอุณหภูมิที่สูงเพียงพอแล้ว สำหรับการทำให้ปฏิกิริยาระหว่าง ดีบุกออกไซด์ในอนุภาคออกไซด์และโซเดียมไฮดรอกไซด์

ตารางที่ 4.4 เปรอ์เซ็นต์การละลายของดีบุกและเหล็กออกจากผลผลิตที่ได้จากการหลอมอนุภาค ออกไซด์กับโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เวลาต่างๆ (ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ในปริมาณมากเกินพอ 250 % อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส)

เวลาหลอม (ชั่วโมง)	% การละลายของดีบุก	% การละลายของเหล็ก
0.25	19.60	0.25
0.5	22.00	0.10
1.0	22.69	0.45
2.0	22.94	0.39



ตารางที่ 4.5 เปอร์เซ็นต์การละลายของดีบุกและเหล็กออกจากผลผลิตที่ได้จากการหลอมอนุภาค ออกไซด์กับโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิต่างๆ (ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ในปริมาณมากเกินไป 250 % เวลาหลอม 2 ชั่วโมง)

อุณหภูมิหลอม (องศาเซลเซียส)	% การละลายของดีบุก	% การละลายของเหล็ก
500	22.94	0.38
600	29.22	0.36
700	35.58	0.31

#### 4.3.3 ผลของปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์

เพื่อศึกษาผลของปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์ ได้ใช้อุณหภูมิหลอมที่คงที่ซึ่งบดให้มีขนาด  $-325+400$  เมช ปริมาณ 5.00 กรัม ผสมกับโซเดียมไฮดรอกไซด์บดละเอียด ปริมาณ 3.83, 6.55 และ 9.28 กรัม (คิดเป็นปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์มากเกินไป 250, 500 และ 750%) หลอมที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ผลการละลาย เป็นไปตามตารางที่ 4.6 และแสดงเป็นกราฟดังรูปที่ 4.6 พบว่าการใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์มากขึ้นมีผลให้ปริมาณการละลายของดีบุกมากขึ้น ในขณะที่เหล็กยังคงเหลืออยู่ในกาก ปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มากเกินไป 250% ทำให้ดีบุกละลายออกมาร้อยละ 35.58 แต่เมื่อเพิ่มปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มากเกินไปเป็น 500 และ 750% พบว่า สามารถละลายดีบุกออกมาร้อยละ 45.28 และ 62.79 ตามลำดับ

การใช้ปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์ในการหลอมให้มากขึ้น มีผลให้เกิดโซเดียมสแตนท์มากขึ้น จึงสามารถละลายดีบุกออกมาได้มากขึ้น อย่างไรก็ตามแม้ว่าจะใช้ปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์มากเกินไปถึง 750% แต่ปริมาณการละลายของดีบุกที่ได้สูงสุดเพียง 62.79% ต่ำกว่าการทดลองของ P. Choosri และคณะ [15] เล็กน้อยที่สกัดดีบุกจากแร่แคสซิเทอไรต์ขนาด  $-300$  เมช โดยใช้ปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์มากเกินไป 300% หลอมกับแร่ที่ 700 องศาเซลเซียส ในขณะที่ประภาพรณ ยั่งยืน [11] สามารถสกัดดีบุกออกจากฝุ่นเตาอย่างแร่ได้ถึง 98.56% เมื่อใช้ปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์หลอมกับฝุ่นในปริมาณที่มากเกินไปเพียง 100% ทั้งนี้เพราะฝุ่นเตาอย่างมีขนาดที่ค่อนข้างละเอียดมาก เมื่อเทียบกับขนาดอนุภาคออกไซด์ที่ใช้ในการหลอมในขั้นตอนนี้

นอกจากนี้การที่ต้องใช้ปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มากเกินไปสูงถึง 750% เนื่องจากเปอร์เซ็นต์ของดีบุกในฮาร์ดเฮดที่ใช้ในการทดลองค่อนข้างต่ำกล่าวคือมีดีบุกในฮาร์ดเฮด 32.40% เทียบกับเปอร์เซ็นต์ดีบุกในฝุ่นเตาอย่างและแร่ดีบุกที่สูงถึง 55.84% และ 76.50% ตามลำดับ ทำให้โอกาสที่เนื้อดีบุกออกไซด์จะสัมผัสถูกกับโซเดียมไฮดรอกไซด์เพื่อทำปฏิกิริยากันจึงน้อยกว่า อย่างไรก็ตามข้อมูลที่ปรากฏชี้ว่าขนาดของอนุภาคออกไซด์มีบทบาทอย่างยิ่งต่อการเปลี่ยนดีบุกออกไซด์ให้เป็นโซเดียมสแตนเนต ดังนั้นจึงได้พิจารณาใช้ขนาดอนุภาคออกไซด์ที่เล็กลงอีก เพื่อเพิ่มพื้นที่ผิวในการทำปฏิกิริยาระหว่างดีบุกออกไซด์กับโซเดียมไฮดรอกไซด์

#### 4.3.4 ผลของขนาดอนุภาคออกไซด์

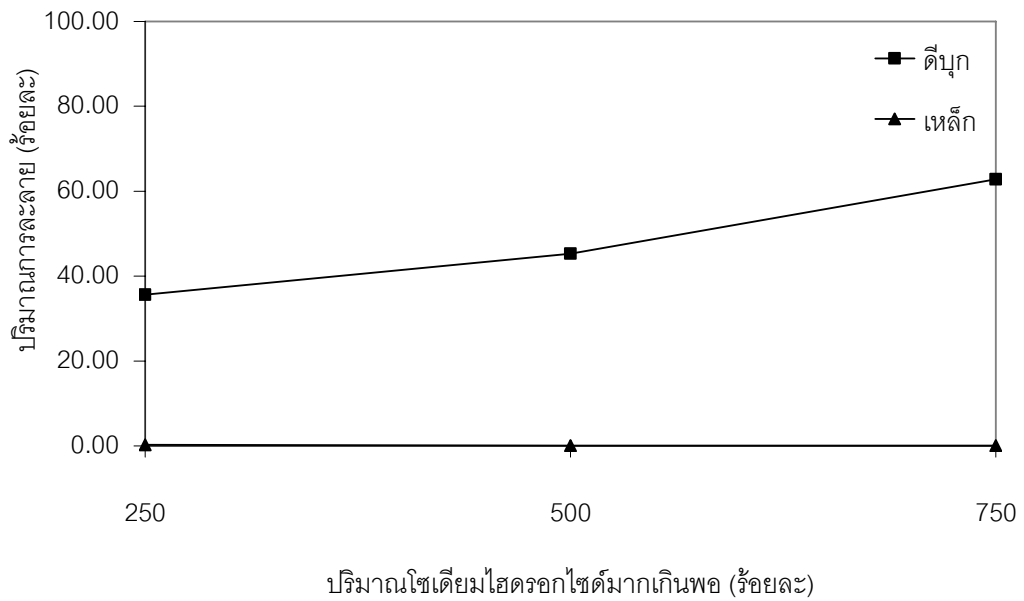
ในการศึกษาผลของขนาดอนุภาคออกไซด์ได้ใช้อนุภาคออกไซด์ที่ผ่านการบดและคัดให้มีขนาด -400+500 เมช ปริมาณ 5.00 กรัม ผสมกับโซเดียมไฮดรอกไซด์บดละเอียด ปริมาณ 9.28 กรัม (ปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์มากเกินไปสูงถึง 750%) หลอมที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ได้ผลตามที่ปรากฏในตารางที่ 4.7 และแสดงเป็นกราฟดังรูปที่ 4.7 จะเห็นว่าเมื่อขนาดอนุภาคออกไซด์เล็กลงถึง -400+500 เมช ทำให้ละลายดีบุกได้สูงถึงร้อยละ 96.66 ทั้งนี้เนื่องจากขนาดอนุภาคออกไซด์ที่ละเอียดมากขึ้นมีผลให้การทำปฏิกิริยาระหว่างดีบุกออกไซด์กับโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นไปอย่างทั่วถึง จึงได้โซเดียมสแตนเนตที่ละลายในสารละลายน้ำมากขึ้น อย่างไรก็ตามเมื่อใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ในปริมาณที่ลดลงกล่าวคือ ใช้ปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์มากเกินไปสูง 500% พบว่าปริมาณการละลายของดีบุกลดลงเหลือร้อยละ 78.12

ตารางที่ 4.6 เปอร์เซ็นต์การละลายของดีบุกและเหล็กออกจากผลผลิตที่ได้จากการหลอมอนุภาค ออกไซด์ขนาด -325+400 เมชกับโซเดียมไฮดรอกไซด์ ที่ปริมาณการใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ต่างๆ (อุณหภูมิหลอม 700 องศาเซลเซียส เวลาหลอม 2 ชั่วโมง)

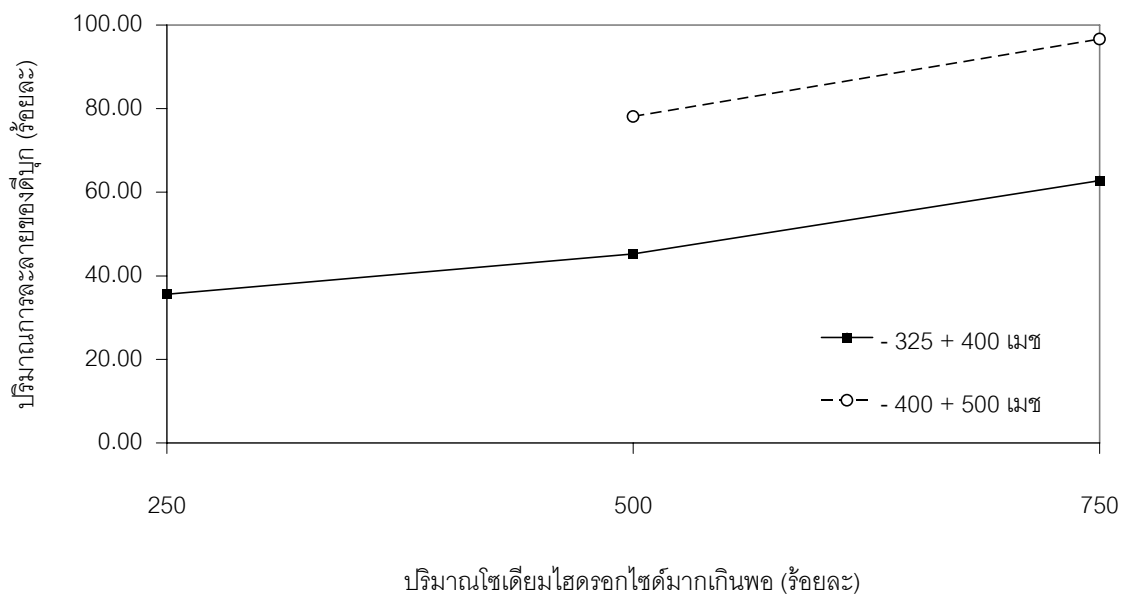
ปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์ มากเกินไปเป็น %	% การละลายของดีบุก	% การละลายของเหล็ก
250	35.58	0.31
500	45.28	0.08
750	62.79	0.10

ตารางที่ 4.7 เปอร์เซ็นต์การละลายของดีบุกและเหล็กออกจากผลผลิตที่ได้จากการหลอมอนุภาค ออกไซด์ที่มีขนาดแตกต่างกันกับโซเดียมไฮดรอกไซด์ในปริมาณต่างๆ (อุณหภูมิหลอม 700 องศาเซลเซียส เวลาหลอม 2 ชั่วโมง)

ปริมาณ โซเดียมไฮดรอกไซด์ มากเกินไปเป็น %	% การละลายของดีบุก		% การละลายของเหล็ก	
	- 325 + 400 เมช	- 400 +500 เมช	- 325 + 400 เมช	- 400 +500 เมช
250	35.579	-	0.31	-
500	45.278	78.12	0.08	0.13
750	62.789	96.66	0.10	0.32



รูปที่ 4.6 ปริมาณการละลายของดีบุกและเหล็กจากผลผลิตที่ได้จากการหลอมอนุภาคออกไซด์กับไซเดียมไฮดรอกไซด์ตามปริมาณที่ใช้



รูปที่ 4.7 ปริมาณการละลายของดีบุกจากผลผลิตที่ได้จากการหลอมอนุภาคออกไซด์กับไซเดียมไฮดรอกไซด์ตามปริมาณที่ใช้ ที่ขนาดอนุภาคออกไซด์ต่างๆ

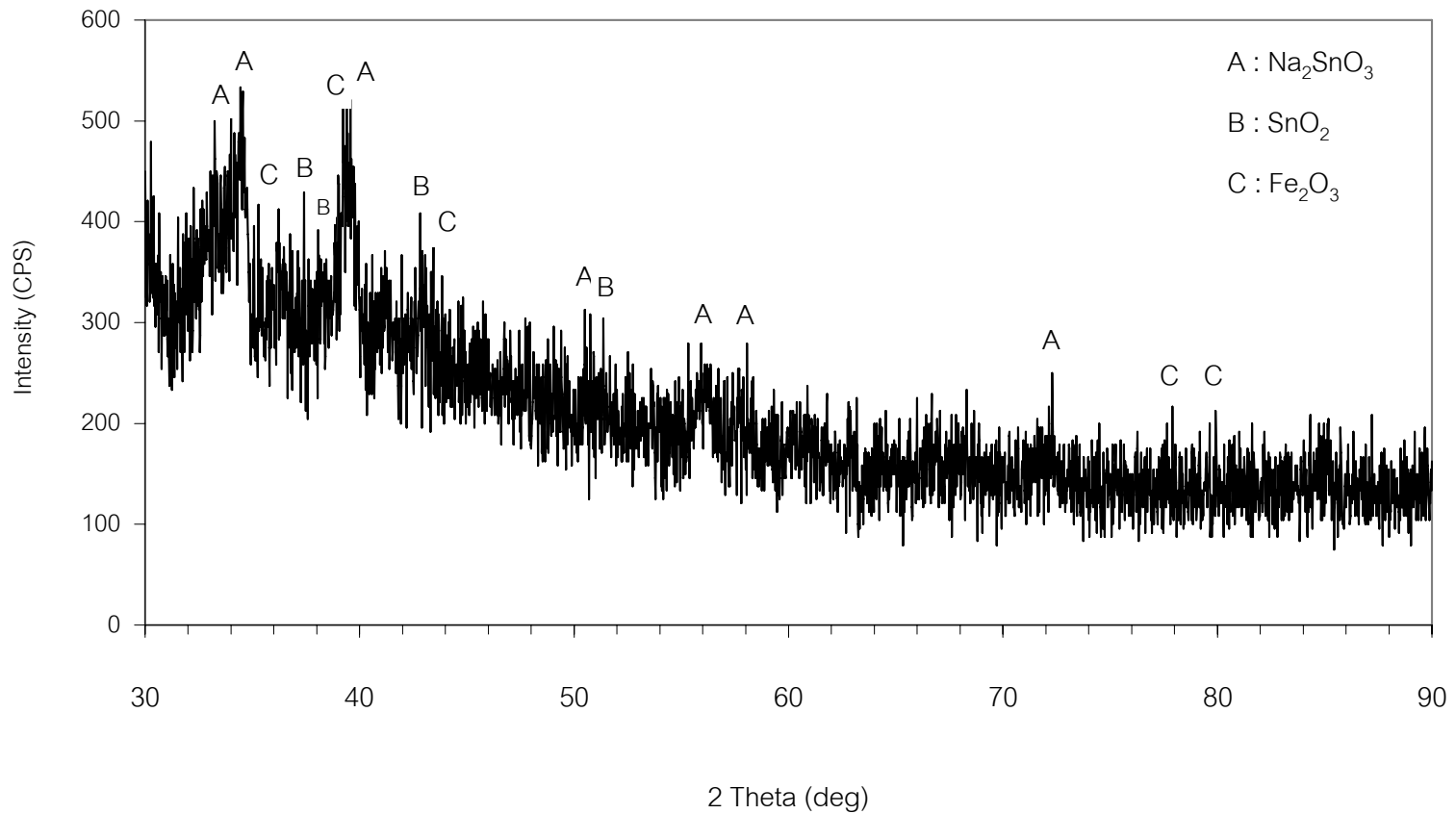
#### 4.3.5 ผลการตรวจสอบผลผลิตที่ได้จากการหลอมอนุภาคออกไซด์กับโซเดียมไฮดรอกไซด์และกากที่เหลือจากการละลาย

ในการตรวจสอบผลผลิตที่ได้จากการหลอมอนุภาคออกไซด์กับโซเดียมไฮดรอกไซด์ด้วยเครื่อง XRD ได้ใช้ตัวอย่างผลผลิตที่ได้จากการหลอมอนุภาคออกไซด์ขนาด 325+400 เมช กับโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในปริมาณมากเกินไป 750% อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ใช้เวลาหลอม 2 ชั่วโมง ได้ผลตามรูปที่ 4.8 โดยพบ  $\text{SnO}_2$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  และ  $\text{Na}_2\text{SnO}_3$  ในผลผลิตดังกล่าว ซึ่งชี้ให้เห็นว่าเกิดปฏิกิริยาระหว่าง  $\text{SnO}_2$  ในอนุภาคออกไซด์กับ  $\text{NaOH}$  กลายเป็น  $\text{Na}_2\text{SnO}_3$  แต่การเกิดปฏิกิริยายังไม่สมบูรณ์จึงมี  $\text{SnO}_2$  เหลืออยู่ จากการละลายผลผลิตที่ได้จากสภาวะนี้ด้วยสารละลายน้ำ ได้ปริมาณการละลายของดีบุก 62.79% และการละลายของเหล็ก 0.10% เมื่อตรวจสอบกากที่เหลืออยู่ด้วยเครื่อง XRD ได้ผลดังรูปที่ 4.9 ซึ่งพบองค์ประกอบที่เป็น  $\text{SnO}_2$  และ  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  แต่ไม่พบ  $\text{Na}_2\text{SnO}_3$  เนื่องจาก  $\text{Na}_2\text{SnO}_3$  ถูกละลายออกไปแล้ว ซึ่งเป็นการยืนยันว่าเวลา 2 ชั่วโมงที่ใช้ในการละลายผลผลิตที่ได้จากการหลอมอนุภาคออกไซด์กับโซเดียมไฮดรอกไซด์เพียงพอสำหรับการละลายดีบุกที่อยู่ในรูป  $\text{Na}_2\text{SnO}_3$  ออกมา แม้ว่าสารละลายน้ำจะมีโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้หลอมกับอนุภาคออกไซด์เหลืออยู่ซึ่งจะละลายในน้ำทำให้ได้สารละลายต่าง ซึ่งสามารถละลาย  $\text{SnO}_2$  ได้ แต่ไม่มีผลต่อเปอร์เซ็นต์การละลายของดีบุกอย่างมีนัยสำคัญ ตามผลการศึกษาของประภาพรณ ยั่งยืน [11] และผลการศึกษาของ Pailin Veerothai [10] ที่พบว่า  $\text{SnO}_2$  ในฝุ่นเตาอย่างแรกไม่ได้ถูกละลายออกมาในสารละลายต่างด้วย เมื่อละลายฝุ่นด้วยสารละลายที่มีความเข้มข้นของต่างประมาณ 10% นอกจากนี้จากผลการทดลองของ W.S. Jun และคณะ [14] ซึ่งว่าอัตราการละลายดีบุกจากโลหะดีบุกในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ค่อนข้างต่ำมากประมาณ  $8 \times 10^{-9}$  โมลต่อตารางเซนติเมตรต่อวินาที ที่ความเข้มข้นโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.5 โมลต่อลิตร เมื่อใช้อากาศในการออกซิไดซ์ในระหว่างการละลาย

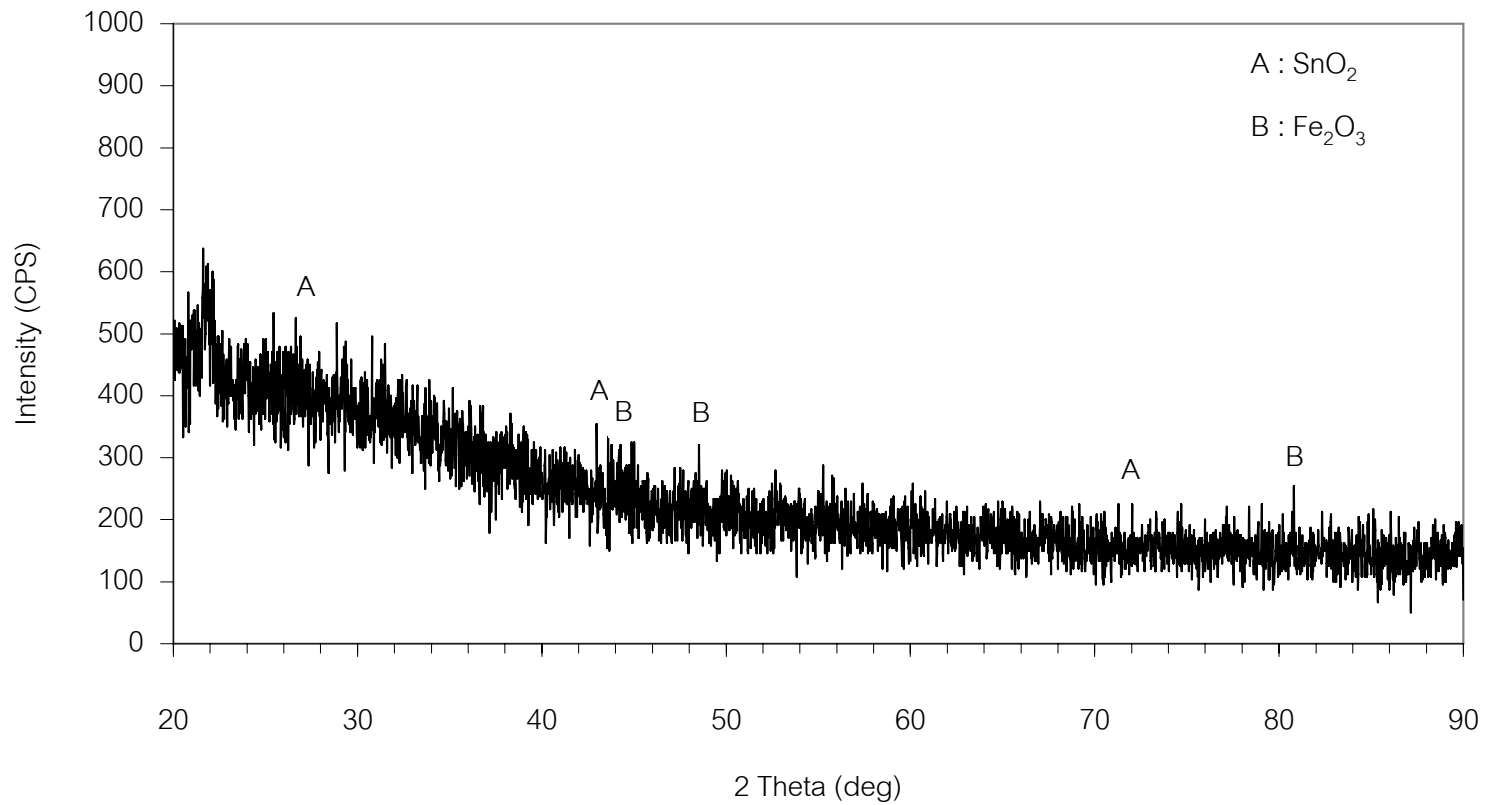
ผลการทดลองชี้ว่าดีบุกที่อยู่ในรูป  $\text{SnO}_2$  นั้นละลายในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ได้ค่อนข้างช้ามาก จึงไม่เหมาะที่จะใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในการสกัดดีบุกออกไซด์ที่อุณหภูมิปกติ แต่จำเป็นต้องเปลี่ยนสภาพ  $\text{SnO}_2$  เป็น  $\text{Na}_2\text{SnO}_3$  โดยการหลอมกับโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิสูงก่อนจึงสามารถละลายดีบุกออกมาได้

#### 4.4 กระบวนการสกัดดีบุกจากฮาร์ดเสดที่เสนอ

อาศัยผลการทดลองที่ได้ศึกษามา สามารถเสนอกระบวนการสกัดดีบุกจากฮาร์ดเสด โดยการออกซิไดซ์และหลอมกับโซเดียมไฮดรอกไซด์ตามรูปที่ 4.10 โดยเริ่มจากการบดฮาร์ดเสดให้มีขนาด -270 เมช นำไปออกซิไดซ์ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจน เป็นเวลาประมาณ 3 ชั่วโมง จะได้ดีบุกออกไซด์และเหล็กออกไซด์เป็นองค์ประกอบหลักในผลผลิตที่ได้ บดผลผลิตออกไซด์ที่ได้ให้มีขนาด -400 เมช นำไปผสมกับโซเดียมไฮดรอกไซด์ บดละเอียด โดยใช้ปริมาณที่มากเกินพอ 750% หลอมที่ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ละลายผลผลิตที่ได้ด้วยน้ำร้อนอุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ประมาณ 2 ชั่วโมง กรองแยกสารละลายโซเดียมสแตนเนตออกจากกากของแข็งที่มีเหล็กออกไซด์เจือปน สารละลายโซเดียมสแตนเนตที่ได้หากไม่มีธาตุมลทินที่มีปัญหาสามารถส่งไปแยกดีบุกออกจากสารละลายด้วยวิธีทางไฟฟ้า ซึ่งจะได้โลหะดีบุกที่แคโทดเป็นผลผลิต

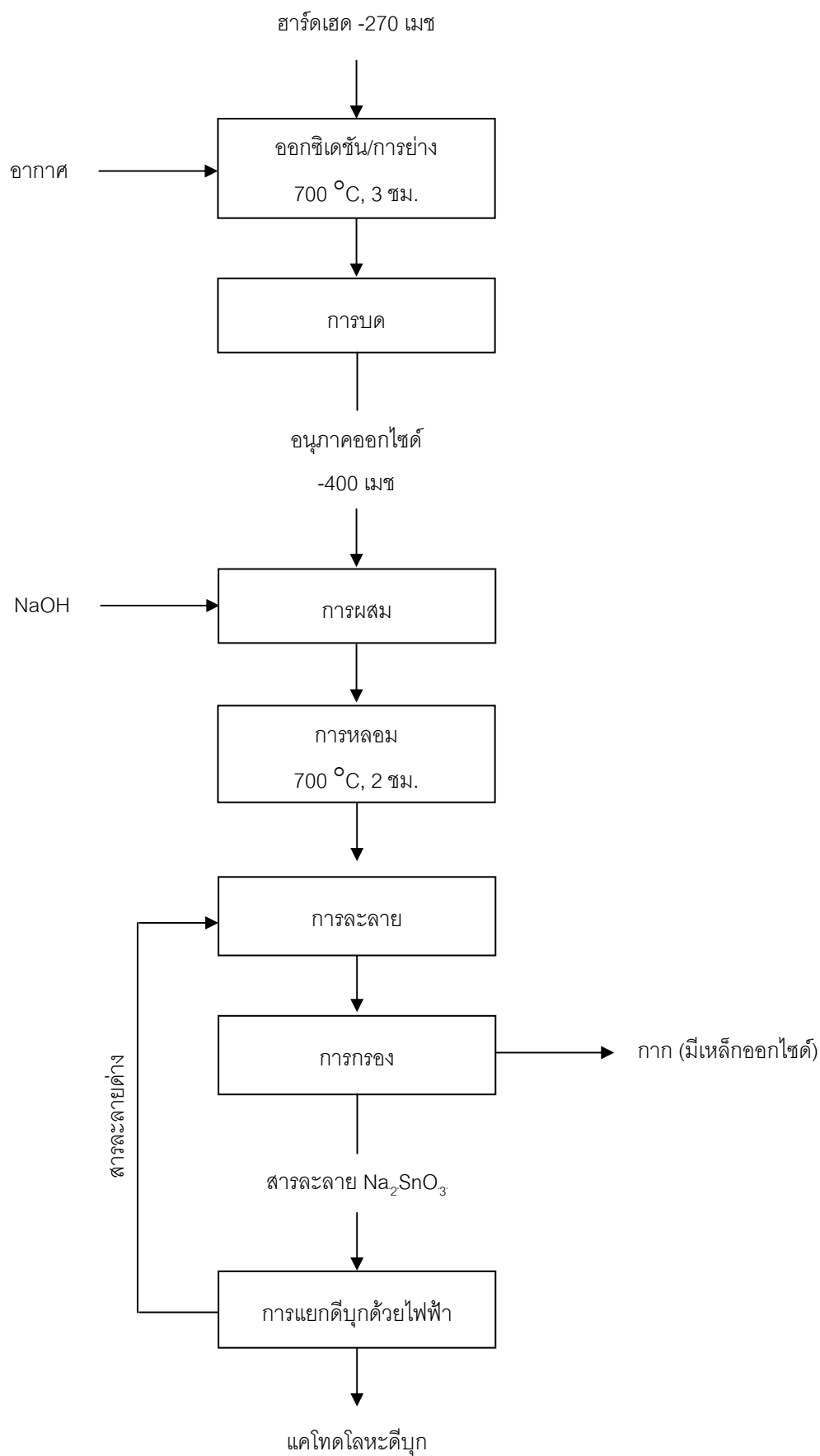


รูปที่ 4.8 รูปแบบ XRD ของผลผลิตที่ได้จากการหลอมอนุภาคออกไซด์ 5.00 กรัม กับโซเดียมไฮดรอกไซด์  
 บดละเอียดปริมาณ 9.28 กรัม (ปริมาณมากเกินพอ 750%) อุณหภูมิหลอม 700 องศาเซลเซียส เวลาหลอม 2 ชั่วโมง



รูปที่ 4.9 รูปแบบ XRD ของกากที่เหลือจากการใช้สารละลายน้ำ ละลายผลผลิตที่ได้จากการหลอมอนุภาคออกไซด์ 5.00 กรัม กับไซเดียมไฮดรอกไซด์บดละเอียดปริมาณ 9.28 กรัม (ปริมาณมากเกินไป 750%) อุณหภูมิหลอม 700 องศาเซลเซียส เวลาหลอม 2 ชั่วโมง





รูปที่ 4.10 กระบวนการสกัดดีบุกจากฮาร์ดเฮดที่เสนอ

## บทที่ 5

### สรุปผลการทดลอง

งานวิจัยนี้ศึกษาการสกัดดีบุกออกจากสาร์ดเฮด ที่ได้มาจากโรงถลุงแร่ดีบุกของบริษัทไทย แลนด์สเมลติ้งแอนด์รีไฟนิง จำกัด จังหวัดภูเก็ต โดยการออกซิไดซ์สาร์ดเฮดให้เป็นออกไซด์ก่อน จากนั้นจึงหลอมกับโซเดียมไฮดรอกไซด์ สามารถสรุปผลการทดลองได้ดังต่อไปนี้

1. ในการออกซิไดซ์สาร์ดเฮดให้เป็นออกไซด์ ได้เผาสาร์ดเฮดขนาด  $-325+400$  เมช ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส โดยผ่านแก๊สออกซิเจนที่อัตราการไหล 50 มิลลิลิตรต่อนาที สามารถออกซิไดซ์ตัวอย่างให้มีน้ำหนักคงที่ได้ในเวลา 1 ชั่วโมง โดยดีบุกในสาร์ดเฮดถูกออกซิไดซ์เป็น  $\text{SnO}_2$  ในขณะที่เหล็กเปลี่ยนไปเป็น  $\text{Fe}_2\text{O}_3$

2. เมื่อหลอมอนุภาคออกไซด์ที่ได้กับโซเดียมไฮดรอกไซด์ ดีบุกออกไซด์ถูกเปลี่ยนไปเป็นโซเดียมสแตนเนต ( $\text{Na}_2\text{SnO}_3$ ) ทำให้สามารถละลายเฉพาะดีบุกออกไปได้ด้วยน้ำ ในขณะที่เหล็กออกไซด์คงเหลืออยู่ในกาก

3. เมื่อใช้ขนาดอนุภาคออกไซด์  $-325+400$  เมช ในการหลอมกับโซเดียมไฮดรอกไซด์ ในปริมาณที่มากเกินพอ 750% ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง สามารถละลายดีบุกออกมาได้ 62.75% แต่เมื่อใช้ขนาดอนุภาคออกไซด์  $-400+500$  เมช สามารถละลายดีบุกเพิ่มขึ้นเป็น 96.66% เนื่องจากการใช้ขนาดที่ละเอียดมากขึ้น ทำให้การทำปฏิกิริยาระหว่างดีบุกออกไซด์ในอนุภาคออกไซด์กับโซเดียมไฮดรอกไซด์ให้เป็นโซเดียมสแตนเนตเป็นไปอย่างทั่วถึง

4. กรรมวิธีนี้สามารถแยกดีบุกและเหล็กในสาร์ดเฮดออกจากกันได้ โดยได้สารละลายโซเดียมสแตนเนตเป็นผลผลิต

## บทที่ 6

### ข้อเสนอแนะ

การทดลองขั้นตอนต่อไปที่น่าสนใจในการพัฒนากระบวนการสกัดดีบุกจากฮาร์ดสแควดโดยการออกซิไดซ์ฮาร์ดสแควดและหลอมอนุภาคออกไซด์กับโซเดียมไฮดรอกไซด์ คือ

1. การทำสารละลายโซเดียมสแตนเนตที่ได้ให้บริสุทธิ์ โดยหาวิธีแยกมลทินที่มีในฮาร์ดสแควดและละลายอยู่ในสารละลายโซเดียมสแตนเนต
2. การแยกดีบุกจากสารละลายโซเดียมสแตนเนตด้วยวิธีไฟฟ้า (electrolysis)

## รายการอ้างอิง

- [1] H.A. UYS, The metallurgy of tin smelting in submerged arc furnace. Journal of south African institute of mining and metallurgy. (January 1977): 121-125.
- [2] John M. Floyd. Recovery of Tin from Slags. Commonwealth Scientific and Industrial Research Organization. (August 1974): 1- 10.
- [3] Peter A. Wright. Extractive Metallurgy of Tin. 1<sup>st</sup> ed. Elsevier Publishing Co., New York. 1966.
- [4] Peter A. Wright. Extractive Metallurgy of Tin. 2<sup>nd</sup> ed. Elsevier Scientific Publishing., New York. 1982.
- [5] สุชาติ ศรีไพโรจน์กุล. การศึกษาเปรียบเทียบผลวิเคราะห์ดีบุกโดยวิธี XRF และ Iodometry. ฝ่ายวิเคราะห์แร่และหิน กองวิเคราะห์ กรมทรัพยากรธรณี กระทรวงอุตสาหกรรม: มิถุนายน 2539.
- [6] Ernest S. Hedges. Tin and its alloys. 1<sup>st</sup> ed. Edward Arnold Publisher LTD., London. 1960.
- [7] นิมนวล แสงศิลา. การตรวจสอบปริมาณดีบุกในแร่ตะกั่ว. ฝ่ายวิเคราะห์แร่และหิน กองวิเคราะห์ กรมทรัพยากรธรณี กระทรวงอุตสาหกรรม: ธันวาคม 2538.
- [8] M. Pourbaix, Atlas of Electrochemical Equilibria in Aqueous Solutions. Nation Association of Corrosion Engineers, USA, (1974) p. 307 – 313 and 476 – 479.
- [9] สิริพร ทองป่อ และชาคร จารุพิสิษฐธร. การสกัดดีบุกออกจากฮาร์ดเสดโดยการละลายด้วยกรดไฮโดรคลอริก. วารสารวิศวกรรมศาสตร์. 4 (2553): 17 – 26.
- [10] Luis W. Pommier and Saul J. Escalera. Processing of Tin from Impure Raw Materials. Journal of metals. (April 1979): 9 – 12.
- [11] Pailin Veerothai. The Removal of Arsenic from Tin-roaster Dust. Seminar on beneficiation of tin and associated minerals. Metallurgy Division Department of Mineral Resources Bangkok, Thailand.

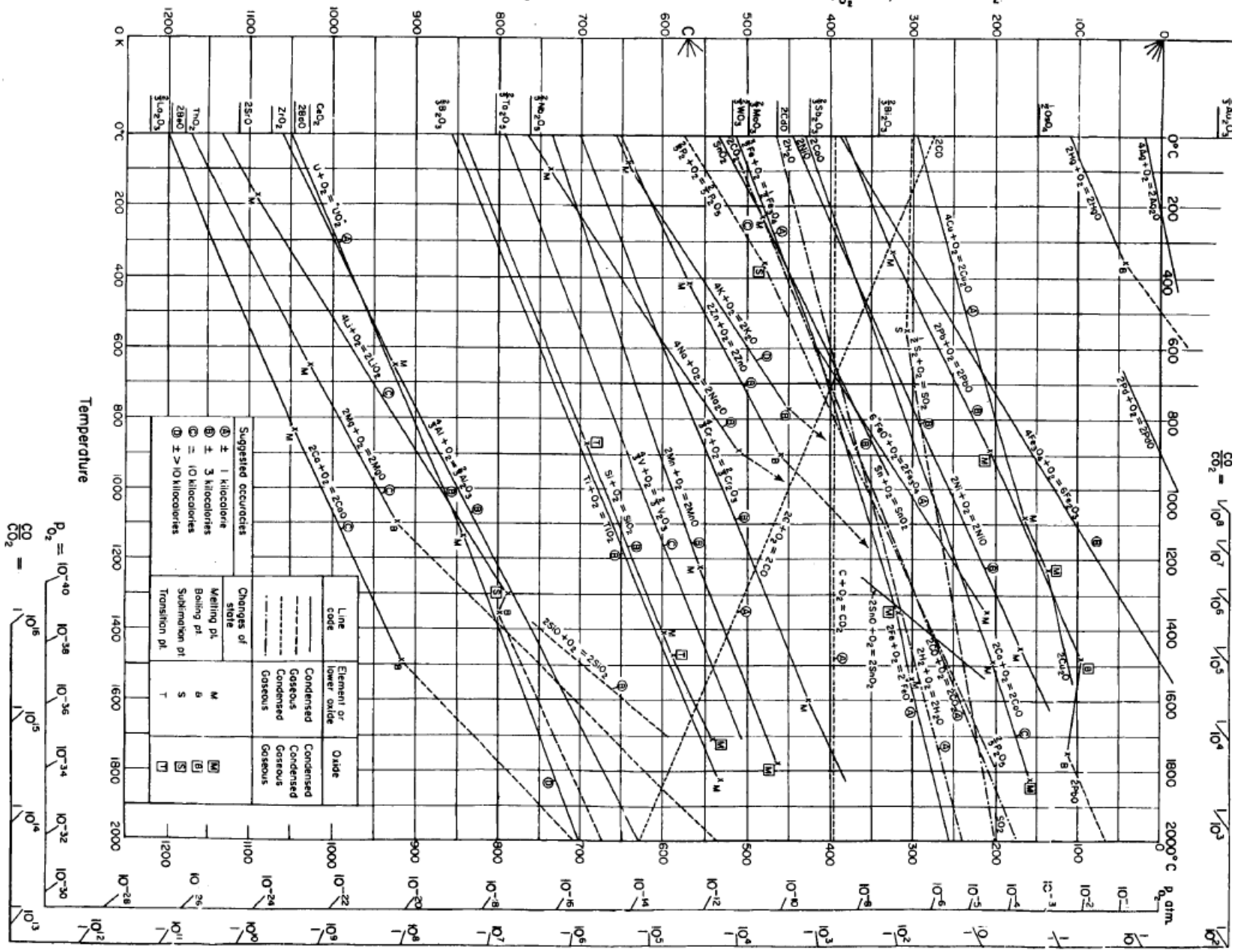
- [12] ประภาพรณ ยั้งยืน. การสกัดดีบุกจากฝุ่นเตาอย่างแร่โดยการละลายด้วยอัลคาไลน์.  
วิทยานิพนธ์ปริญญาโทมหาบัณฑิต, สาขาวิชาวิศวกรรมโลหการ  
คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2544.
- [13] ชากร จารุพิสิฐธร พิชัย อรุณทรัพย์และ อัฐชัย พิริยะวัฒน์. การสกัดดีบุกจากตะกอนดีบุก  
โดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์. วารสารโลหะ วัสดุ และแร่ (ธันวาคม 2538) 59 -63.
- [14] โกสีย์ นวลเล่มห์ สงบ คำค้อและ ชากร จารุพิสิฐธร. การแยกโลหะดีบุกจากสารละลายที่  
สกัดจากตะกอนดีบุกด้วยวิธีไฟฟ้า. วารสารโลหะ วัสดุ และแร่ 6, 1 (ธันวาคม  
2539): 56 – 65.
- [15] W.S. Yun, P.S. Yun and E.C. Lee. Leaching behavior of tin from Sn-Fe alloys in  
sodium hydroxide solutions. Hydrometallurgy. 73 (2004) 71-80.
- [16] P. Choosri, A.J. Crowe and J. Ratcliffe. Preliminary Study on the Production of  
Tin Chemicals from Cassiterite. การประชุมวิชาการกรมทรัพยากรธรณี เรื่อง  
การจัดการทรัพยากรธรณีประจำปี. โรงแรมอินทราจีเจนท์. (2533) 261-263.
- [17] Jung – Chul Park. The Removal of Tin from ITO-scrap Using Molten NaOH. Bull.  
Korean Chem. Soc. 29,1 (2008): 255-256.

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก

Ellingham diagram

Standard free energies of formation of oxides ( $-\Delta G^\circ = -RT \ln p_{O_2}$ ): kilojoules/mole  $O_2$



$P_{O_2} = 10^{-40}$   
 $CO = 10^{16}$   
 $CO_2 = 10^{15}$

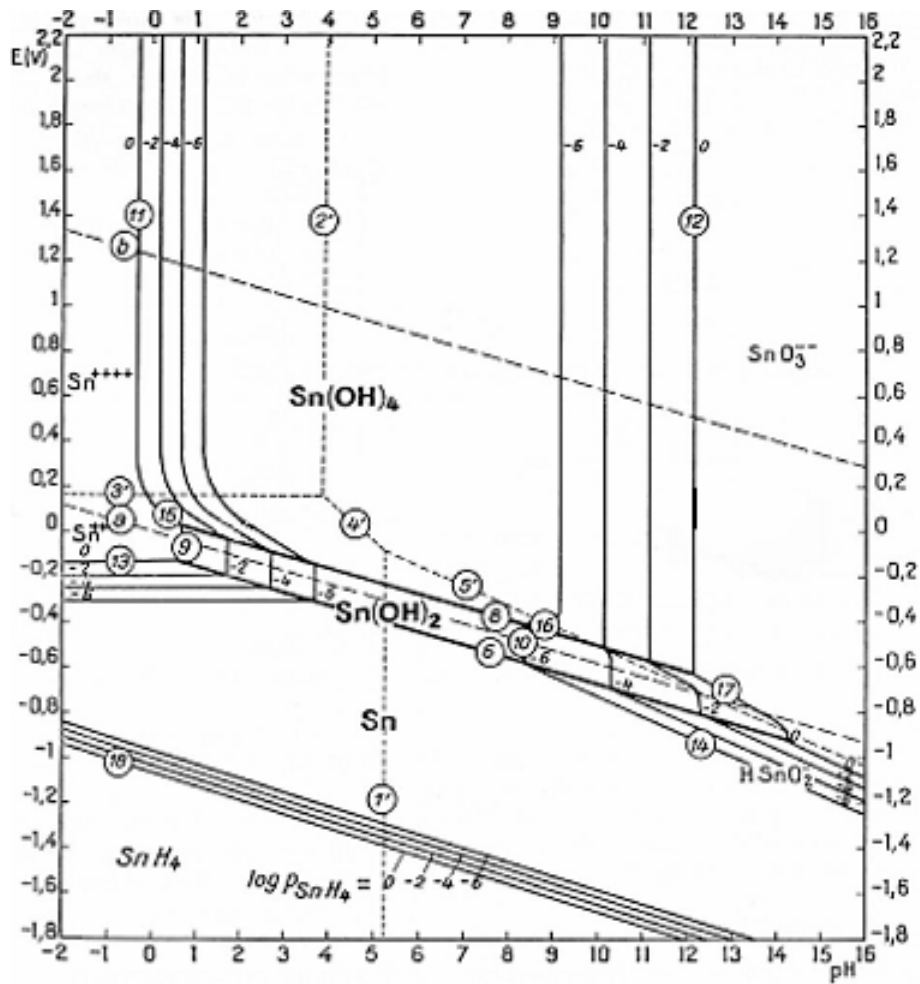


ภาคผนวก ข

แผนภูมิ Pourbaix

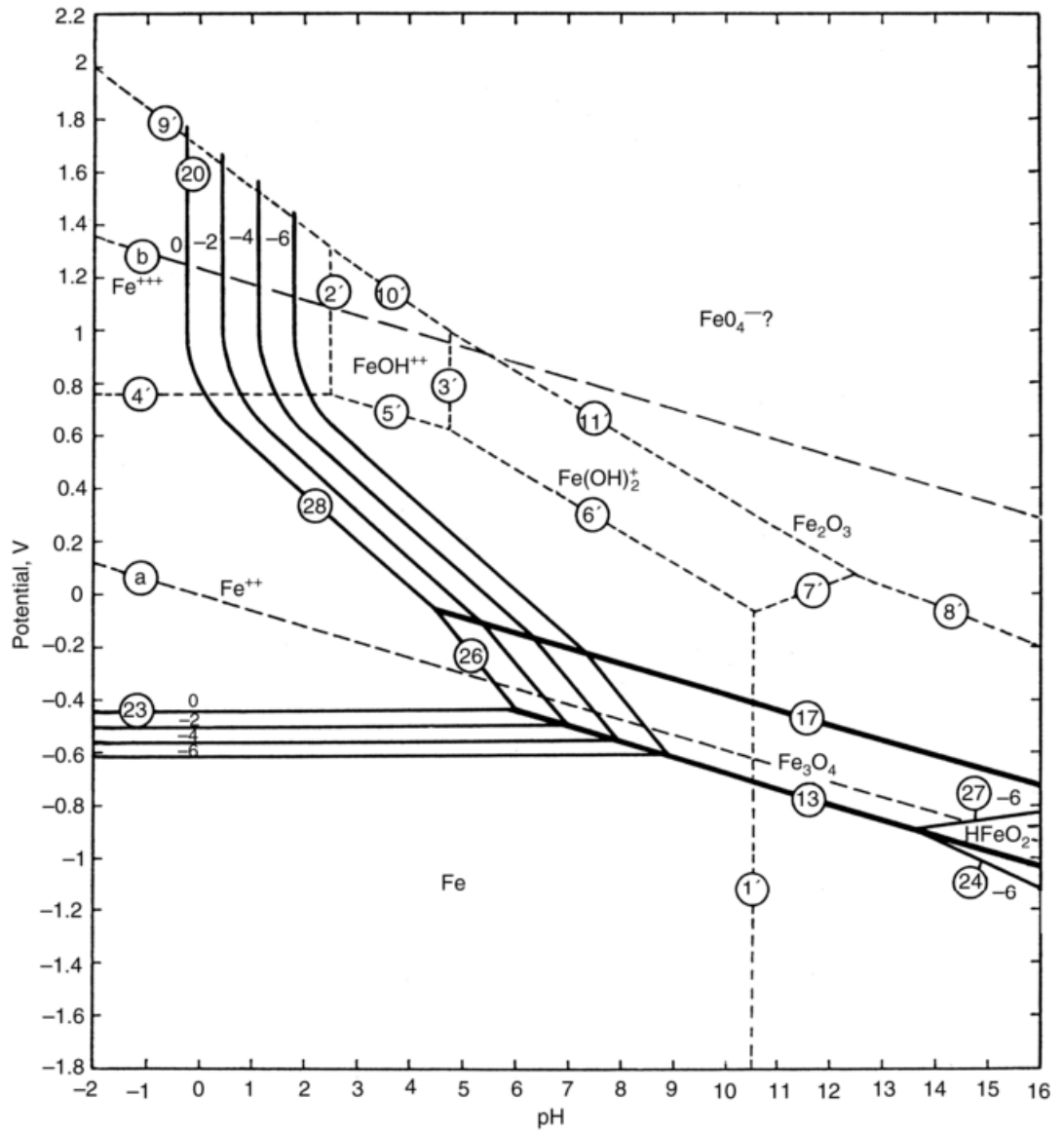
ภาคผนวก ข-1

แผนภูมิ Pourbaix ของดีบุก – น้ำ ที่ 25 องศาเซลเซียส



ภาคผนวก ข-2

แผนภูมิ Pourbaix ของเหล็ก – น้ำ ที่ 25 องศาเซลเซียส



ภาคผนวก ค

ตัวอย่างการคำนวณ

ภาคผนวก ค-1

วิธีการคำนวณปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา

## วิธีการคำนวณปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา

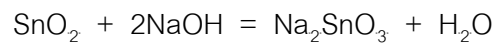
ปริมาณฮาร์ดเฮดที่ใช้ในการทดลอง	A	กรัม
จากการวิเคราะห์มีปริมาณดีบุก (Sn) อยู่ในฮาร์ดเฮด	B	เปอร์เซ็นต์
ดังนั้นมีปริมาณดีบุกอยู่ในฮาร์ดเฮด	$= \frac{A \times B}{100}$	กรัม
ดีบุก (Sn) มีมวลอะตอม	118.71	กรัมต่อโมล
ดีบุกออกไซด์ (SnO <sub>2</sub> ) มีมวลโมเลกุล	150.71	กรัมต่อโมล

ดังนั้นในฮาร์ดเฮดที่ผ่านการออกซิไดซ์ A กรัม มีดีบุกออกไซด์

$$= \left( \frac{A \times B}{100} \right) \left( \frac{1}{118.7} \right) (150.71)$$

$$= 0.0127AB \quad \text{กรัม}$$

จากสมการเคมี



แสดงว่าดีบุกออกไซด์ 1 โมล ทำปฏิกิริยาพอดีกับโซเดียมไฮดรอกไซด์ 2 โมล  
โซเดียมไฮดรอกไซด์ มีมวลโมเลกุล 40 กรัมต่อโมล

นั่นคือดีบุกออกไซด์ 150.71 กรัม ทำปฏิกิริยาพอดีกับโซเดียมไฮดรอกไซด์ 2 × 40 กรัม

ถ้าดีบุกออกไซด์ 0.0127AB กรัม จะทำปฏิกิริยาพอดีกับโซเดียมไฮดรอกไซด์

$$= \frac{(2 \times 40)(0.0127AB)}{150.71}$$

$$= 0.0067AB \quad \text{กรัม}$$

เพราะฉะนั้น

0% excess ต้องใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ = 0.0067AB × 1 = 1.092 กรัม

250% excess ต้องใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ = 0.0067AB × 3.5 = 3.822 กรัม

500% excess ต้องใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ = 0.0067AB × 6 = 6.552 กรัม

750% excess ต้องใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ = 0.0067AB × 8.5 = 9.282 กรัม



ภาคผนวก ค-2

วิธีการคำนวณปริมาณดิบูกและเหล็กในอนุภาคออกไซด์

ภาคผนวก ค-2-1 การคำนวณปริมาณดีบุกในสาร์ตเฮดที่ผ่านการออกซิไดซ์

จากการวิเคราะห์หมีปริมาณดีบุก (Sn) อยู่ในสาร์ตเฮด	32.40	เปอร์เซ็นต์
ในสาร์ตเฮด 5.00 กรัม มีดีบุก	1.62	กรัม
สาร์ตเฮด 5 กรัม ผ่านการออกซิไดซ์แล้วจะมีน้ำหนักเพิ่มขึ้นเป็น	5.7387	กรัม
ในสาร์ตเฮดที่ผ่านการออกซิไดซ์ 5.7387 กรัม มีดีบุกออกไซด์ (SnO <sub>2</sub> )	2.0567	กรัม
เพราะฉะนั้น ถ้าใช้สาร์ตเฮดที่ผ่านการออกซิไดซ์มาทำการทดลอง 5 กรัม จะมี SnO <sub>2</sub>	= 1.7920	กรัม
SnO <sub>2</sub> 1.7920 กรัม คิดเป็น Sn	= $\frac{118.71}{150.71} \times 1.7920$	
	= 1.4115	กรัม
คิดเป็น O <sub>2</sub>	= $\frac{32}{150.71} \times 1.7920$	
	= 0.3805	กรัม

ในสาร์ตเฮดที่ผ่านการออกซิไดซ์ 5.00 กรัม มีดีบุกอยู่ 1.4115 กรัม คิดเป็น 28.23 %

ภาคผนวก ค-2-2 การคำนวณปริมาณเหล็กในฮาร์ดเสดที่ผ่านการออกซิไดซ์

จากการวิเคราะห์ห้มีปริมาณเหล็ก (Fe) อยู่ในฮาร์ดเสด			45.81	เปอร์เซ็นต์
ในฮาร์ดเสด	5.00	กรัม มีเหล็ก	2.2905	กรัม

ฮาร์ดเสด 5 กรัม ผ่านการออกซิไดซ์แล้วจะมีน้ำหนักเพิ่มขึ้นเป็น 5.7387 กรัม  
 ในฮาร์ดเสดที่ผ่านการออกซิไดซ์ 5.7387 กรัมมีเหล็กออกไซด์ (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) 3.2735 กรัม  
 เพราะฉะนั้น ถ้าใช้ฮาร์ดเสดที่ผ่านการออกซิไดซ์มาทำการทดลอง 5 กรัม จะมี Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>  
 = 2.8521 กรัม

$$\begin{aligned}
 \text{Fe}_2\text{O}_3 \quad 2.8521 \quad \text{กรัม คิดเป็น Fe} &= \frac{55.84 \times 2}{159.68} \times 2.8521 \\
 &= 1.9948 \quad \text{กรัม} \\
 \text{คิดเป็น O} &= \frac{48}{159.63} \times 2.8521 \\
 &= 0.8576 \quad \text{กรัม}
 \end{aligned}$$

ในอนุภาคออกไซด์ 5.00 กรัม มีเหล็กอยู่ 1.9948 กรัม คิดเป็น 39.90 %

ภาคผนวก ค-3

วิธีการคำนวณปริมาณการละลายของดินบุกและเหล็ก จากการหลอมอนุภาคออกไซด์กับ  
โซเดียมไฮดรอกไซด์ แล้วละลายด้วยน้ำ โดยหาจากค่าที่วิเคราะห์ได้จากเครื่องอะตอม  
มิกแอบซอร์ปชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

ภาคผนวก ค-3-1 วิธีการคำนวณปริมาณการละลายของดีบุก จากการหลอมอนุภาค ออกไซด์กับโซเดียมไฮดรอกไซด์ แล้วละลายด้วยน้ำ โดยหาจากค่าที่วิเคราะห์ได้จาก เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

ปริมาณอนุภาคออกไซด์ที่ใช้ในการทดลอง	A	กรัม
จากการวิเคราะห์มีปริมาณดีบุกอยู่ในอนุภาคออกไซด์	B	เปอร์เซ็นต์
ดังนั้นมีปริมาณดีบุกอยู่ในอนุภาคออกไซด์	$A \times B / 100$	กรัม
ปริมาณสารละลายที่ใช้ในการละลาย	500	มิลลิลิตร
แสดงว่ามีปริมาณดีบุกอยู่ในสารละลาย	$A \times B / 100$	กรัมต่อ 500 มิลลิลิตร
	$= 1,000AB / 100$	มิลลิกรัมต่อ 500 มิลลิลิตร
	$= 10 AB$	มิลลิกรัมต่อ 500 มิลลิลิตร

เมื่อชักตัวอย่างสารละลายที่กรองแล้ว 5 มิลลิลิตร ทำให้เจือจางด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก ใน Volumetric Flask ขนาด 500 มิลลิลิตร นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ นั่นคือในสารละลาย 5 มิลลิลิตร มีดีบุกอยู่ทั้งหมด

$$= 5 \times 10AB / 500 \quad \text{มิลลิกรัม}$$

$$= 0.1 AB \quad \text{มิลลิกรัม}$$

แสดงว่าในสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 500 มิลลิลิตร มีดีบุกอยู่ทั้งหมด 0.1 AB มิลลิกรัม เช่นกัน นั่นคือ มีเหล็กอยู่ในสารละลายกรดไฮโดรคลอริก

$$= 0.1 AB \quad \text{มิลลิกรัมต่อ 500 มิลลิลิตร}$$

$$= 0.2 AB \quad \text{มิลลิกรัมต่อลิตร}$$

หากผลวิเคราะห์ด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์มีปริมาณดีบุกที่ถูกละลาย

$$= C \quad \text{มิลลิกรัมต่อลิตร}$$

ดังนั้นเปอร์เซ็นต์ดีบุกที่ถูกละลายออกจากฝุ่น

$$= (C \times 100) / 0.2 AB \quad \text{เปอร์เซ็นต์}$$

$$= 500C / AB \quad \text{เปอร์เซ็นต์}$$

ภาคผนวก ค-3-2 วิธีการคำนวณปริมาณเหล็กที่ถูกละลายจากการหลอมอนุภาคออกไซด์กับโซเดียมไฮดรอกไซด์ แล้วละลายด้วยน้ำ โดยหาจากค่าที่วิเคราะห์ได้จากเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

ปริมาณอนุภาคออกไซด์ที่ใช้ในการทดลอง	A	กรัม
จากการวิเคราะห์มีปริมาณเหล็กอยู่ในอนุภาคออกไซด์	B	เปอร์เซ็นต์
ดังนั้นมีปริมาณเหล็กอยู่ในอนุภาคออกไซด์	$A \times B / 100$	กรัม
ปริมาณสารละลายที่ใช้ในการละลาย	500	มิลลิลิตร
แสดงว่ามีปริมาณเหล็กอยู่ในสารละลาย	$A \times B / 100$	กรัมต่อ 500 มิลลิลิตร
	$= 1,000AB / 100$	มิลลิกรัมต่อ 500 มิลลิลิตร
	$= 10 AB$	มิลลิกรัมต่อ 500 มิลลิลิตร

เมื่อชักตัวอย่างสารละลายที่กรองแล้ว 5 มิลลิลิตร ทำให้เจือจางด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกใน Volumetric Flask ขนาด 500 มิลลิลิตร นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์นั้นคือ ในสารละลาย 5 มิลลิลิตร มีเหล็กอยู่ทั้งหมด

$$= 5 \times 10AB / 500 \quad \text{มิลลิกรัม}$$

$$= 0.1 AB \quad \text{มิลลิกรัม}$$

แสดงว่าในสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 500 มิลลิลิตร มีดีบุกอยู่ทั้งหมด 0.1 AB มิลลิกรัม เช่นกัน นั่นคือ มีเหล็กอยู่ในสารละลายกรดไฮโดรคลอริก

$$= 0.1 AB \quad \text{มิลลิกรัมต่อ 500 มิลลิลิตร}$$

$$= 0.2 AB \quad \text{มิลลิกรัมต่อลิตร}$$

หากผลวิเคราะห์ด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์มีปริมาณเหล็กที่ถูกละลาย

$$= C \quad \text{มิลลิกรัมต่อลิตร}$$

ดังนั้นเปอร์เซ็นต์เหล็กที่ถูกละลายออกจากฝุ่น

$$= (C \times 100) / 0.2 AB \quad \text{เปอร์เซ็นต์}$$

$$= 500C / AB \quad \text{เปอร์เซ็นต์}$$

ภาคผนวก ง

ผลการละลายดีบุกและเหล็กออกจากผลผลิต  
ที่ได้จากการหลอมอนุภาคออกไซด์กับไซเดียมไฮดรอกไซด์  
วิเคราะห์โดยใช้เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

ภาคผนวก ง-1

ผลการละลายดีบุกและเหล็กออกจากผลผลิตที่ได้จาก  
การหลอมอนุภาคออกไซด์กับโซเดียมไฮดรอกไซด์ วิเคราะห์โดยใช้เครื่อง  
อะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์เมื่อแปรเปลี่ยนเวลาที่ใช้หลอม



ภาคผนวก ง-1-1 ตารางแสดงผลการละลายดีบุกออกจากผลผลิตที่ได้จากการหลอม  
 อนุภาคออกไซด์กับโซเดียมไฮดรอกไซด์ วิเคราะห์โดยใช้เครื่องอะตอมมิกแอบ  
 ซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ เมื่อแปรเปลี่ยนเวลาที่ใช้หลอม

**สภาวะการทดลอง**

ปริมาณอนุภาคออกไซด์	5.00	กรัม
ปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์	3.8244 (250% excess)	กรัม
ขนาดอนุภาคออกไซด์	- 325 + 400	เมช
อุณหภูมิหลอม	500	องศาเซลเซียส
ปริมาตรน้ำกลั่น	500	มิลลิลิตร
เวลาที่ใช้ในการละลาย	2	ชั่วโมง
อุณหภูมิสารละลาย	60	องศาเซลเซียส
อัตราการกวนสารละลาย	800	รอบต่อนาที

หมายเลข การทดลอง	เวลาหลอม (ชั่วโมง)	ความเข้มข้นของดีบุก ในสารละลาย (มิลลิกรัมต่อลิตร)	น้ำหนักดีบุกที่ ละลายออกมา (กรัม)	% การละลาย ของดีบุก
1-1	0.25	553.4	0.28	19.60
1-2	0.5	621.0	0.31	22.00
1-3	1.0	640.5	0.32	22.69
1-4	2.0	647.7	0.32	22.94

ภาคผนวก ง-1-2 ตารางแสดงผลการละลายเหล็กออกจากผลผลิตที่ได้จากการหลอม  
 อนุภาคออกไซด์กับโซเดียมไฮดรอกไซด์ วิเคราะห์โดยใช้เครื่องอะตอมมิกร  
 ซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ เมื่อแปรเปลี่ยนเวลาที่ใช้หลอม

สภาวะการทดลอง

ปริมาณอนุภาคออกไซด์	5.00	กรัม
ปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์	3.8244 (250% excess)	กรัม
ขนาดอนุภาคออกไซด์	- 325 + 400	เมช
อุณหภูมิหลอม	500	องศาเซลเซียส
ปริมาตรน้ำกลั่น	500	มิลลิลิตร
เวลาที่ใช้ในการละลาย	2	ชั่วโมง
อุณหภูมิสารละลาย	60	องศาเซลเซียส
อัตราการกวนสารละลาย	800	รอบต่อนาที

หมายเลข การทดลอง	เวลาหลอม (ชั่วโมง)	ความเข้มข้นของเหล็ก ในสารละลาย (มิลลิกรัมต่อลิตร)	น้ำหนักเหล็กที่ ละลายออกมา (กรัม)	% การละลาย ของเหล็ก
2-1	0.25	9.9	0.0050	0.25
2-2	0.5	3.8	0.0019	0.10
2-3	1.0	16.6	0.0083	0.45
2-4	2.0	15.35	0.0077	0.39

ภาคผนวก ง-2

ผลการละลายดีบุกและเหล็กออกจากผลผลิตที่ได้จาก  
การหลอมอนุภาคออกไซด์กับโซเดียมไฮดรอกไซด์วิเคราะห์โดยใช้  
เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์ปชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์เมื่อแปรเปลี่ยนคุณสมบัติที่ใช้หลอม

ภาคผนวก ง-2-1 ตารางแสดงผลการละลายดีบุกออกจากผลผลิตที่ได้จากการหลอม  
 อนุภาคออกไซด์กับโซเดียมไฮดรอกไซด์ วิเคราะห์โดยใช้เครื่องอะตอมมิกแอส  
 ซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ เมื่อแปรเปลี่ยนอุณหภูมิที่ใช้หลอม

สภาวะการทดลอง

ปริมาณอนุภาคออกไซด์	5.00	กรัม
ปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์	3.8244 (250% excess)	กรัม
ขนาดอนุภาคออกไซด์	- 325 + 400	เมช
เวลาหลอม	2	ชั่วโมง
ปริมาตรน้ำกลั่น	500	มิลลิลิตร
เวลาที่ใช้ในการละลาย	2	ชั่วโมง
อุณหภูมิสารละลาย	60	องศาเซลเซียส
อัตราการกวนสารละลาย	800	รอบต่อนาที

หมายเลข การทดลอง	อุณหภูมิหลอม (องศาเซลเซียส)	ความเข้มข้นของดีบุก ในสารละลาย (มิลลิกรัมต่อลิตร)	น้ำหนักดีบุกที่ ละลายออกมา (กรัม)	% การละลาย ของดีบุก
3-1	500	647.7	0.32	22.94
3-2	600	824.8	0.41	29.22
3-3	700	1004.4	0.50	35.58

ภาคผนวก ง-2-2 ตารางแสดงผลการละลายเหล็กออกจากผลผลิตที่ได้จากการหลอม  
 อนุภาคออกไซด์กับโซเดียมไฮดรอกไซด์ วิเคราะห์โดยใช้เครื่องอะตอมมิกแอส  
 ซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ เมื่อแปรเปลี่ยนอุณหภูมิที่ใช้หลอม

**สภาวะการทดลอง**

ปริมาณอนุภาคออกไซด์	5.00	กรัม
ปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์	3.8244 (250% excess)	กรัม
ขนาดอนุภาคออกไซด์	- 325 + 400	เมช
เวลาหลอม	2	ชั่วโมง
ปริมาตรน้ำกลั่น	500	มิลลิลิตร
เวลาที่ใช้ในการละลาย	2	ชั่วโมง
อุณหภูมิสารละลาย	60	องศาเซลเซียส
อัตราการกวนสารละลาย	800	รอบต่อนาที

หมายเลข การทดลอง	อุณหภูมิหลอม (องศาเซลเซียส)	ความเข้มข้นของเหล็ก ในสารละลาย (มิลลิกรัมต่อลิตร)	น้ำหนักเหล็กที่ ละลาย ออกมา (กรัม)	% การละลาย ของเหล็ก
4-1	500	15.35	0.0077	0.39
4-2	600	14.2	0.0071	0.36
4-3	700	12.2	0.0061	0.31

ภาคผนวก ง-3

ผลการละลายดีบุกและเหล็กออกจากผลผลิตที่ได้จาก  
การหลอมอนุภาคออกไซด์กับโซเดียมไฮดรอกไซด์วิเคราะห์โดยใช้เครื่อง  
อะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์เมื่อแปรเปลี่ยนปริมาณ NaOH ที่ใช้หลอม

ภาคผนวก ง-3-1 ตารางแสดงผลการละลายดีบุกออกจากผลผลิตที่ได้จากการหลอม  
อนุภาคออกไซด์กับโซเดียมไฮดรอกไซด์ วิเคราะห์โดยใช้เครื่องอะตอมมิกแอส  
ซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ เมื่อแปรเปลี่ยนปริมาณ NaOH ที่ใช้หลอม

**สภาวะการทดลอง**

ปริมาณอนุภาคออกไซด์	5.00	กรัม
ขนาดอนุภาคออกไซด์	- 325 + 400	เมช
เวลาหลอม	2	ชั่วโมง
อุณหภูมิหลอม	700	องศาเซลเซียส
ปริมาตรน้ำกลั่น	500	มิลลิลิตร
เวลาที่ใช้ในการละลาย	2	ชั่วโมง
อุณหภูมิสารละลาย	60	องศาเซลเซียส
อัตราการกวนสารละลาย	800	รอบต่อนาที

หมายเลข การทดลอง	ปริมาณ NaOH (% excess)	ความเข้มข้นของดีบุก ในสารละลาย (มิลลิกรัมต่อลิตร)	น้ำหนักดีบุกที่ ละลาย ออกมา (กรัม)	% การละลาย ของดีบุก
5-1	250	1004.4	0.50	35.58
5-2	500	1162	0.64	45.28
5-3	750	1477.1	0.89	62.79

หมายเหตุ การทดลองที่ 5-1 ใช้ปริมาตรน้ำกลั่น 550 มิลลิลิตร  
การทดลองที่ 5-2 และ 5-3 ใช้ปริมาตรน้ำกลั่น 600 มิลลิลิตร

ภาคผนวก ง-3-2 ตารางแสดงผลการละลายเหล็กออกจากผลผลิตที่ได้จากการหลอม  
อนุภาคออกไซด์กับไซเดียมไฮดรอกไซด์ วิเคราะห์โดยใช้เครื่องอะตอมมิกแอส  
ซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ เมื่อแปรเปลี่ยนปริมาณ NaOH ที่ใช้หลอม

**สภาวะการทดลอง**

ปริมาณอนุภาคออกไซด์	5.00	กรัม
ขนาดอนุภาคออกไซด์	- 325 + 400	เมช
เวลาหลอม	2	ชั่วโมง
อุณหภูมิหลอม	700	องศาเซลเซียส
ปริมาตรน้ำกลั่น	500	มิลลิลิตร
เวลาที่ใช้ในการละลาย	2	ชั่วโมง
อุณหภูมิสารละลาย	60	องศาเซลเซียส
อัตราการกวนสารละลาย	800	รอบต่อนาที

หมายเลข การทดลอง	ปริมาณ NaOH (% excess)	ความเข้มข้นของเหล็ก ในสารละลาย (มิลลิกรัมต่อลิตร)	น้ำหนักเหล็กที่ ละลาย ออกมา (กรัม)	% การละลาย ของเหล็ก
6-1	250	12.2	0.0061	0.31
6-2	500	2.9	0.0016	0.08
6-3	750	3.4	0.0021	0.10

หมายเหตุ การทดลองที่ 6-1 ใช้ปริมาตรน้ำกลั่น 550 มิลลิลิตร  
การทดลองที่ 6-2 และ 6-3 ใช้ปริมาตรน้ำกลั่น 600 มิลลิลิตร



#### ภาคผนวก ง-4

ผลการละลายดีบุกและเหล็กออกจากผลผลิตที่ได้จาก  
การหลอมอนุภาคออกไซด์กับโซเดียมไฮดรอกไซด์วิเคราะห์โดยใช้เครื่องอะตอมมิก-  
แอบซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ เมื่อแปรเปลี่ยนขนาดอนุภาคออกไซด์ที่นำมาหลอม

ภาคผนวก ง-4-1 ตารางแสดงผลการละลายดีบุกออกจากผลผลิตที่ได้จากการหลอม  
 อนุภาคออกไซด์กับโซเดียมไฮดรอกไซด์ วิเคราะห์โดยใช้เครื่องอะตอมมิกแอส  
 ซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ เมื่อแปรเปลี่ยนขนาดอนุภาคออกไซด์ที่นำมาหลอม

**สภาวะการทดลอง**

ปริมาณฮาร์ดเฮดที่ผ่านการออกซีไดซ์	5.00	กรัม
ปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์	9.282 (750% excess)	กรัม
อุณหภูมิหลอม	700	องศาเซลเซียส
เวลาหลอม	2	ชั่วโมง
ปริมาตรน้ำกลั่น	500	มิลลิลิตร
เวลาที่ใช้ในการละลาย	2	ชั่วโมง
อุณหภูมิสารละลาย	60	องศาเซลเซียส
อัตราการกวนสารละลาย	800	รอบต่อนาที

หมายเลข การ ทดลอง	ขนาดอนุภาค ออกไซด์ (เมช)	ความเข้มข้นของดีบุก ในสารละลาย (มิลลิกรัมต่อลิตร)	น้ำหนักดีบุกที่ ละลาย ออกมา (กรัม)	% การละลาย ของดีบุก
7-1	-325+400	1477.1	0.88626	62.79
7-2	-400+500	2728.8	1.3644	96.66

ภาคผนวก ง-4-2 ตารางแสดงผลการละลายเหล็กออกจากผลผลิตที่ได้จากการหลอม  
 อนุภาคออกไซด์กับโซเดียมไฮดรอกไซด์ วิเคราะห์โดยใช้เครื่องอะตอมมิกแอส  
 ซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ เมื่อแปรเปลี่ยนขนาดอนุภาคออกไซด์ที่นำมาหลอม

**สภาวะการทดลอง**

ปริมาณอนุภาคออกไซด์	5.00	กรัม
ปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์	9.282 (750% excess)	กรัม
อุณหภูมิหลอม	700	องศาเซลเซียส
เวลาหลอม	2	ชั่วโมง
ปริมาตรน้ำกลั่น	500	มิลลิลิตร
เวลาที่ใช้ในการละลาย	2	ชั่วโมง
อุณหภูมิสารละลาย	60	องศาเซลเซียส
อัตราการกวนสารละลาย	800	รอบต่อนาที

หมายเลข การ ทดลอง	ขนาดอนุภาค ออกไซด์ (เมซ)	ความเข้มข้นของเหล็ก ในสารละลาย (มิลลิกรัมต่อลิตร)	น้ำหนักเหล็กที่ ละลาย ออกมา (กรัม)	% การละลาย ของเหล็ก
8-1	-325+400	3.4	0.00204	0.10
8-2	-400+500	12.9	0.00645	0.32

ภาคผนวก ง-4-3 ตารางแสดงผลการละลายดีบุกออกจากผลผลิตที่ได้จากการหลอม  
 อนุภาคออกไซด์กับโซเดียมไฮดรอกไซด์ วิเคราะห์โดยใช้เครื่องอะตอมมิกแอบ  
 ซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ที่ขนาดอนุภาคออกไซด์ -400+500 เมช และปริมาณ  
 โซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มากเกินไป 500%

**สภาวะการทดลอง**

ปริมาณอนุภาคออกไซด์	5.00	กรัม
ขนาดอนุภาคออกไซด์	- 400 + 500	เมช
ปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์	6.552 (500% excess)	กรัม
อุณหภูมิหลอม	700	องศาเซลเซียส
เวลาหลอม	2	ชั่วโมง
ปริมาตรน้ำกลั่น	500	มิลลิลิตร
เวลาที่ใช้ในการละลาย	2	ชั่วโมง
อุณหภูมิสารละลาย	60	องศาเซลเซียส
อัตราการกวนสารละลาย	800	รอบต่อนาที

หมายเลข การทดลอง	ความเข้มข้นของดีบุก ในสารละลาย (มิลลิกรัมต่อลิตร)	น้ำหนักดีบุกที่ ละลายออกมา (กรัม)	% การละลาย ของดีบุก
9-1	2728.8	1.3644	96.66

ภาคผนวก ง-4-4 ตารางแสดงผลการละลายเหล็กออกจากผลผลิตที่ได้จากการหลอม  
 อนุภาคออกไซด์กับโซเดียมไฮดรอกไซด์ วิเคราะห์โดยใช้เครื่องอะตอมมิกแอบ  
 ซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ที่ขนาดอนุภาคออกไซด์ -400+500 เมช และปริมาณ  
 โซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มากเกินไป 500%

**สภาวะการทดลอง**

ปริมาณอนุภาคออกไซด์	5.00	กรัม
ขนาดอนุภาคออกไซด์	- 400 + 500	เมช
ปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์	6.552 (500% excess)	กรัม
อุณหภูมิหลอม	700	องศาเซลเซียส
เวลาหลอม	2	ชั่วโมง
ปริมาตรน้ำกลั่น	500	มิลลิลิตร
เวลาที่ใช้ในการละลาย	2	ชั่วโมง
อุณหภูมิสารละลาย	60	องศาเซลเซียส
อัตราการกวนสารละลาย	800	รอบต่อนาที

หมายเลข การทดลอง	ความเข้มข้นของเหล็ก ในสารละลาย (มิลลิกรัมต่อลิตร)	น้ำหนักเหล็กที่ ละลายออกมา (กรัม)	% การละลาย ของเหล็ก
10-1	12.9	0.00645	0.32

## ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นางสาวจุฑาลักษณ์ บุญนาคคำ เกิดวันที่ 20 มิถุนายน พ.ศ. 2529 จบการศึกษาระดับปริญญาบัณฑิตสาขาวิศวกรรมวัสดุ จากภาควิชาวิศวกรรมวัสดุและเทคโนโลยีการผลิต คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าพระนครเหนือ เมื่อปี พ.ศ. 2551 จากนั้นได้เข้าศึกษาต่อในระดับปริญญาโทบัณฑิต สาขาวิศวกรรมโลหการ ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ตั้งแต่เดือนมิถุนายน พ.ศ. 2551 เป็นต้นมา