



การศึกษาการชะละลายวุลแฟรมไมต์ และการผลิตทั้งสคิกออกไซด์ (WO_3)

การชะละลาย (Leaching) คือการชะละลายเอาสารประกอบของโลหะ หรือแร่ที่ต้องการ หรือไม่ต้องการออกมา โดยใช้สารละลายที่เหมาะสม เช่น น้ำ กรด ค่าง หรือสารละลายพิเศษ เช่น โซดาไฟ (51,52)

การชะละลายมีขั้นตอนต่าง ๆ ได้แก่ การปรับแต่งคุณภาพสินแร่ การละลายธาตุหรือสารประกอบที่ต้องการออกจากแร่ การกรองแยกธาตุหรือสารประกอบออกจากสารละลาย การทิ้งทางแร่หรือกากที่เหลือ และการนำเอาสารละลายที่ใช้แล้วจากการชะละลายกลับมาใช้ใหม่ การที่จะชะละลายแร่ให้ได้ผลดีนั้น ต้องพิจารณาปัจจัยต่าง ๆ ซึ่งมีผลต่อการชะละลาย ได้แก่ การเลือกใช้สารละลายที่เหมาะสม ความเข้มข้นของสารละลาย ปริมาณการใช้สารละลาย และระยะเวลาในการชะละลาย ในบางครั้งอาจต้องใช้ความร้อน หรือ ความดันเข้าช่วย เพื่อให้ปฏิกิริยาระหว่างแร่และสารละลายเกิดขึ้นอย่างรวดเร็ว และได้ผลดียิ่งขึ้น (53)

ในการวิจัยครั้งนี้จะศึกษาเฉพาะการชะละลายวุลแฟรมไมต์ ออกจากโคลัมไบต์ - แทนทาลิต์ แบบการชะละลายทั้งหมด โดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ ($NaOH$) และกรดไฮโดรคลอริก (HCl) เนื่องจากโซเดียมไฮดรอกไซด์และกรดไฮโดรคลอริก ไม่สามารถชะละลายโคลัมไบต์ - แทนทาลิต์ได้ (4) เนื่องจากตัวอย่างที่นำมาวิจัย มีวุลแฟรมไมต์ส่วนหนึ่งเป็นวุลแฟรมไมต์คาบควอร์ตซ์ และเพื่อให้การเกิดปฏิกิริยาเคมีระหว่างแร่และสารละลายเป็นไปอย่างสม่ำเสมอและสมบูรณ์ จึงใช้ตัวอย่างแร่บดขนาดเล็กลงกว่า 200 เมช (4) ส่วนการวิเคราะห์ผลของตัวอย่างที่ผ่านการชะละลายแล้ว ทำการวิเคราะห์เฉพาะส่วนประกอบที่สำคัญ คือ Nb_2O_5 , Ta_2O_5 และ WO_3 ซึ่งเหลือจากการชะละลาย โดยวิธีวิเคราะห์ในห้องปฏิบัติการ เพื่อศึกษาตัวแปรต่าง ๆ ที่มีผลต่อการชะละลาย

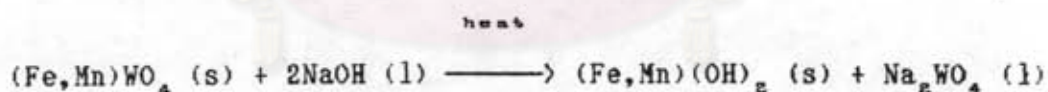
ในการทดลองชะละลายวุลแฟรมไมต์เหนือหัวตัวแปรต่าง ๆ ที่ศึกษา กระทำโดยการกำหนดตัวแปรที่มีผลต่อการชะละลาย ตามลำดับดังนี้

1. อุณหภูมิ
2. ความเข้มข้นของกรดหรือด่าง
3. เปอร์เซ็นต์ของแข็งในน้ำหนักรวม (% Solid)
4. อัตราการกวน (ในการวิจัยครั้งนี้เรียก อัตราการสั่น)
5. เวลาที่ใช้ในการชะละลาย

ขั้นตอนในการทดลองเริ่มจากการชะละลายแร่ซัลไฟด์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ แล้วคัดเลือกอุณหภูมิที่ดีที่สุดในการชะละลายมากำหนดเป็นตัวแปรคงที่ เพื่อทำการทดลองในขั้นต่อไป คือการใช้ความเข้มข้นของกรดหรือด่างเป็นตัวแปร เมื่อได้ความเข้มข้นที่ให้ผลการชะละลายที่ดีที่สุดแล้วจึงกำหนดให้เป็นตัวคงที่อีก จากนั้นจึงทำการทดลองในทำนองเดียวกัน โดยแปรผันตัวแปรอื่น ๆ ซึ่งผลการทดลองที่ได้จะแสดงถึงสภาวะที่ดีที่สุดสำหรับการชะละลายซัลไฟด์ออกจาก โคลัมไบต์ - แทนทาลไซด์ สำหรับการวิจัยครั้งนี้

4.1 การชะละลายด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH)

ซัลไฟด์สามารถละลายได้ใน NaOH (3,4) เกิดเป็นโซเดียมทังสเตต ดังสมการ



โดยที่ $(Fe, Mn)(OH)_2$ จะเกิดเป็นตะกอนขนาดเล็ก ($-10\mu m$) R.J. Allen, A. King และ J.M. Millar(3) ได้ทดลองใช้ NaOH ความเข้มข้น 3-10 N สลายซัลไฟด์ ที่ปนอยู่กับหัวแร่ดีบุก โดยใช้อุณหภูมิ 55 - 100 องศาเซลเซียส ส่วนผสมของแร่กับ NaOH เท่ากับ 40 % และ 50 % ใช้เวลาในการสลาย 2 - 24 ชั่วโมง โดยมีอัตราการกวนตลอดเวลาในภาชนะที่สามารถกวนไอระเหยให้กลับมาเป็นสารละลายได้ ผลจากการทดลองพบว่า ทั้งสลิคออกไซด์ถูกละลายถึง 99 % ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ความเข้มข้น NaOH เท่ากับ 5 N และ 10 N ส่วนผสมของแร่กับ NaOH เท่ากับ 40 % แสดงในตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 ผลการชะละลายวูลแฟรไมต์ที่ปนอยู่กับหัวแร่ดิบ (3)

อุณหภูมิ องศา เซลเซียส	เปอร์เซ็นต์การสกัดทั้งสกัดออกไซด์			
	5 N NaOH (40% solids)	7.5 N NaOH (50% solids)	10 N NaOH	
			40 % solids	50 % solids
55	-	11	-	77
75	62	83	97	90
100	99	-	99	-

พรงค์ กิตติวุฒิ (1) ได้ทำการทดลองแยกวูลแฟรไมต์ ออกจากโคลัมไบต์-แทนทาลाइต์ โดยวิธีการชะละลายทั้งหมดด้วย NaOH และวิธีการชะละลายเฉพาะผิวหน้าของวูลแฟรไมต์ด้วย NaOH ร่วมกับวิธีการแยกแร่ด้วยเครื่องแยกแร่แม่เหล็กไฟฟ้า ผลการทดลองแสดงอยู่ในตารางที่ 4.2 ตารางที่ 4.3 และรูปที่ 4.1

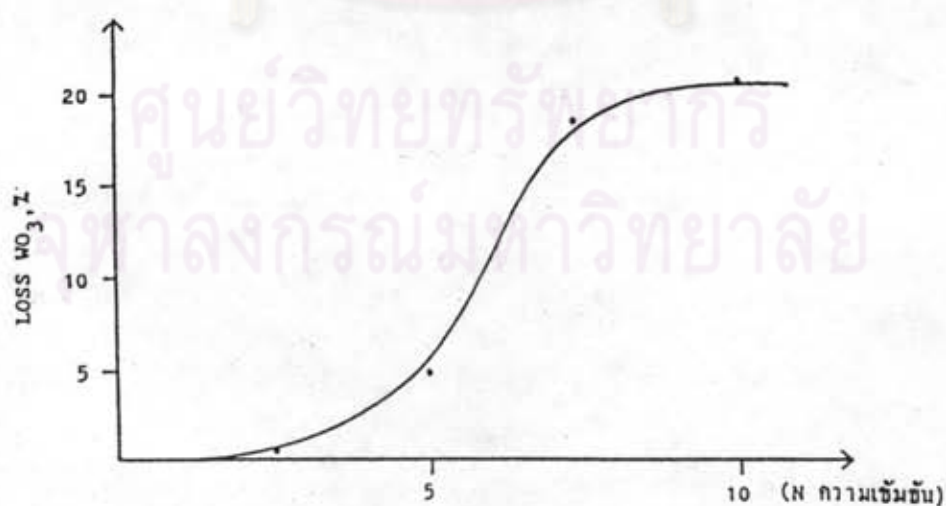
ตารางที่ 4.2 ผลวิเคราะห์ตัวอย่างจากวิธีการชะละลายทั้งหมด (1)

(เวลาในการชะละลาย 4 ชั่วโมง)

	เปอร์เซ็นต์ก่อนการชะละลาย	เปอร์เซ็นต์หลังการชะละลาย
Ta ₂ O ₅	8.07	19.83
Nb ₂ O ₅	5.33	13.21
WO ₃	59.12	7.85
TiO ₂	0.31	0.86
SnO ₂	2.03	5.86

ตารางที่ 4.3 ผลวิเคราะห์ตัวอย่างจากวิธีการชะละลายเฉพาะผิวหน้า
(เวลาในการชะละลาย 4 ชั่วโมง) ร่วมกับวิธีการแยก
แร่ด้วยเครื่องแยกแร่แม่เหล็กไฟฟ้า (1)

ออกไซด์	แร่บ่อน (%)	หัวแร่ลวดแฟรมิค (%)	หัวแร่โคลัมไบต์ (%)
Ta ₂ O ₅	8.07	0.82	42.21
Nb ₂ O ₅	5.33	0.30	29.26
WO ₃	59.12	58.98	5.43
TiO ₂	0.31	0.25	1.19
SnO ₂	2.03	0.31	3.44



รูปที่ 4.1 กราฟแสดงการสูญเสีย (Loss) WO₃ ที่ค่าความเข้มข้นของ NaOH ต่าง ๆ
(จากวิธีการชะละลายเฉพาะผิวหน้า) (1)

4.1.1 การศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อการชะละลาย

4.1.1.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย แสดงในรูปที่ 4.2

1. เครื่องสั่น (Shaker) สามารถปรับอุณหภูมิ และปรับอัตราการสั่นได้ ของบริษัท GFL แบบ 1083
2. ขวดรูปกรวย (Erlenmeyer flask) ขนาด 250 มล.
พร้อมจุกยางเจาะรูระบายอากาศเสียบด้วยหลอดแก้ว
3. บีกเกอร์ (Beaker) ขนาด 400 มล.

4.1.1.2 สารที่ใช้ในการวิจัย

1. ตัวอย่างแอมด์ ขนาด -200 เมช
2. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เกรดพาณิชย์

4.1.1.3 วิธีการวิจัย

1. ชั่งตัวอย่างแอมด์ 10 กรัม ด้วยเครื่องชั่งละเอียดชนิดนิม 4 ตำแหน่ง ใส่ในถ้วยตวงเล็ก ๆ
2. ชั่ง NaOH ความเข้มข้น 7 N ใส่ในขวดรูปกรวย 90 กรัม ปิดด้วยจุกยางที่มีรูระบายอากาศ (10 % solids)
3. เปิดเครื่องสั่น ตั้งอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เพื่ออุ่นน้ำในเครื่องสั่นให้ร้อนจนถึงอุณหภูมิที่กำหนด (ทดลองในตู้เย็น)
4. นำขวดรูปกรวยในข้อ 2 ใส่ในช่องใส่ขวดในเครื่องสั่นอุ่นจน NaOH มีอุณหภูมิเท่าที่กำหนดใช้เวลาประมาณ 20 นาที
5. นำตัวอย่างจากข้อ 1 เทใส่ในขวดรูปกรวย ปรับอัตราการสั่นของเครื่องสั่นเท่ากับ 80 % ใช้เวลาในการชะละลายนาน 1 ชั่วโมง
6. นำตัวอย่างออกจากเครื่องสั่น ในรูปที่ 4.3 เทใส่บีกเกอร์ขนาด 400 มล. เติมน้ำเพื่อเจือจาง NaOH ให้ถึงประมาณขีด 300 มล. แล้วตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนประมาณ 3 ชั่วโมง
7. กรองแยกเอาของแข็งที่เหลือ (Residue) ไปอบแห้งแล้วเผากระดาษกรองทั้ง ชั่งและบันทึกน้ำหนักไว้ นำสารละลาย (Filtrate) มาใส่ขวด



รูปที่ 4.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย



รูปที่ 4.3 ตัวอย่างที่ผ่านการชะละลาย

ปริมาตร (Volumetric flask) ขนาด 500 มล. แล้วเติมน้ำให้ถึงขีด 500 มล. เก็บไว้ สักดั่งสติกออกไซด์

8. วิเคราะห์ตัวอย่างที่เป็นของแข็งที่เหลือเพื่อหาเปอร์เซ็นต์ Nb_2O_5 , Ta_2O_5 และ WO_3

9. ทำการทดลองในทำนองเดียวกัน เพื่อหาตัวแปรที่เหมาะสม โดยการแปรผันตัวแปรตัวหนึ่ง ส่วนตัวแปรตัวอื่น ๆ ให้เป็นตัวแปรคงที่

4.1.1.4 ผลการวิจัย

1. ผลการศึกษาการแปรผันอุณหภูมิแสดงใน ตารางที่ 4.4 และ รูปที่ 4.4

2. ผลการศึกษาการแปรผันความเข้มข้นของ NaOH แสดงใน ตารางที่ 4.5 และ รูปที่ 4.5

3. ผลการศึกษาการแปรผันเปอร์เซ็นต์ของแข็งในน้ำหนักรวม (% solids) แสดงในตารางที่ 4.6 และ รูปที่ 4.6

4. ผลการศึกษาการแปรผันอัตราการสิ้น แสดงในตารางที่ 4.7 และ รูปที่ 4.7

5. ผลการศึกษาการแปรผันระยะเวลาที่ใช้ในการชะละลาย แสดงในตารางที่ 4.8 และรูปที่ 4.8

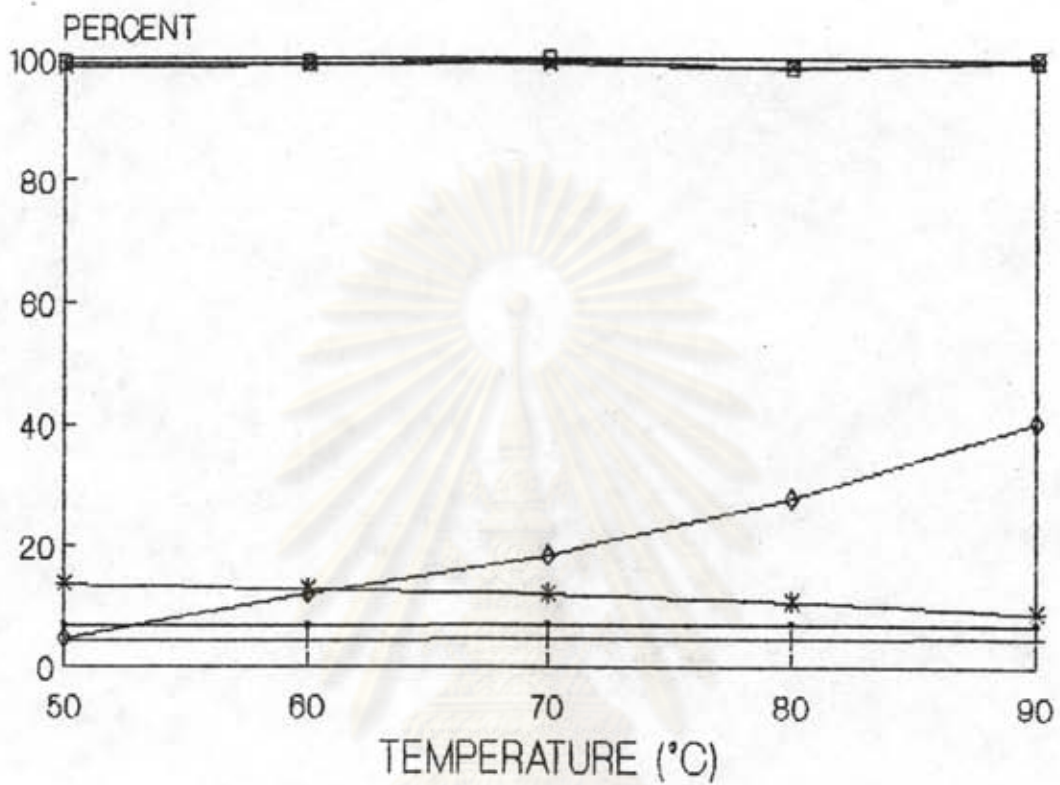
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 4.4 ผลของอุณหภูมิ ที่มีต่อการชะละลาย

อุณหภูมิ °C	นน. ก่อนการ ชะละลาย (กรัม)	นน. หลังการ ชะละลาย (กรัม)	นน. ที่หายไป (%)	Nb ₂ O ₅ (%)	Ta ₂ O ₅ (%)	WO ₃ (%)	การเก็บ Nb ₂ O ₅ ได้ (%)	การเก็บ Ta ₂ O ₅ ได้ (%)	WO ₃ ที่ถูก สกัดออกไป (%)
50	10.0006	9.7974	2.03	6.68	4.39	13.65	99.16	98.64	4.62
60	10.0031	9.7273	2.76	6.73	4.44	12.68	99.16	99.03	12.05
70	10.0031	9.5861	4.17	6.88	4.51	11.94	99.90	99.13	18.39
80	10.0027	9.3597	6.43	6.95	4.60	10.80	98.53	98.72	27.92
90	10.0035	9.2829	7.20	7.11	4.69	9.00	99.97	99.82	40.43

ตัวแปรคงที่

- ความเข้มข้น NaOH 7 N
- อัตราการสั่น 80 %
- % solid (นน./นน.) 10 %
- เวลาที่ใช้ในการชะละลาย 1 ชั่วโมง



- % Nb₂O₅
- +— % Ta₂O₅
- *— % WO₃
- % Recovery of Nb₂O₅
- ×— % Recovery of Ta₂O₅
- ◇— % WO₃ Extracted

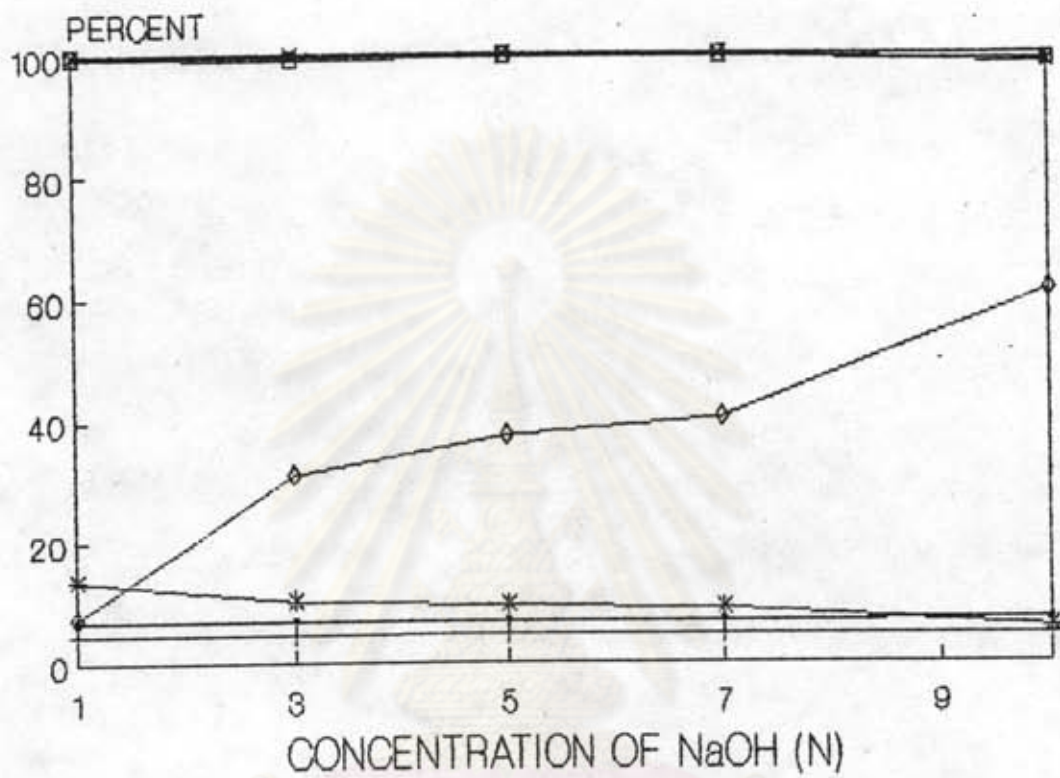
รูปที่ 4.4 ผลของอุณหภูมิในการชะละลายด้วย NaOH

ตารางที่ 4.5 ผลของความเข้มข้นของ NaOH ที่มีผลต่อการชะละลาย

ความเข้มข้น NaOH (N)	นน. ก่อนการชะละลาย (กรัม)	นน. หลังการชะละลาย (กรัม)	นน. ที่หายไป (%)	Nb ₂ O ₅ (%)	Ta ₂ O ₅ (%)	WO ₃ (%)	การเก็บ Nb ₂ O ₅ ได้ (%)	การเก็บ Ta ₂ O ₅ ได้ (%)	WO ₃ ที่ถูกสกัดออกไป (%)
1	10.0035	9.6103	3.93	6.85	4.53	13.51	99.71	99.82	7.43
3	10.0000	9.4132	5.87	6.95	4.63	10.26	99.12	99.96	31.11
5	10.0000	9.3018	6.98	7.07	4.68	9.44	99.64	99.85	37.37
7	10.0035	9.2829	7.20	7.11	4.69	9.00	99.97	99.82	40.43
10	10.0005	8.9952	10.05	7.27	4.78	6.04	99.08	98.61	61.25

ตัวแปรคงที่

- อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส
- อัตราการสั่น 80 ไร่
- % solid (นน./นน.) 10 ไร่
- เวลาที่ใช้ในการชะละลาย 1 ชั่วโมง



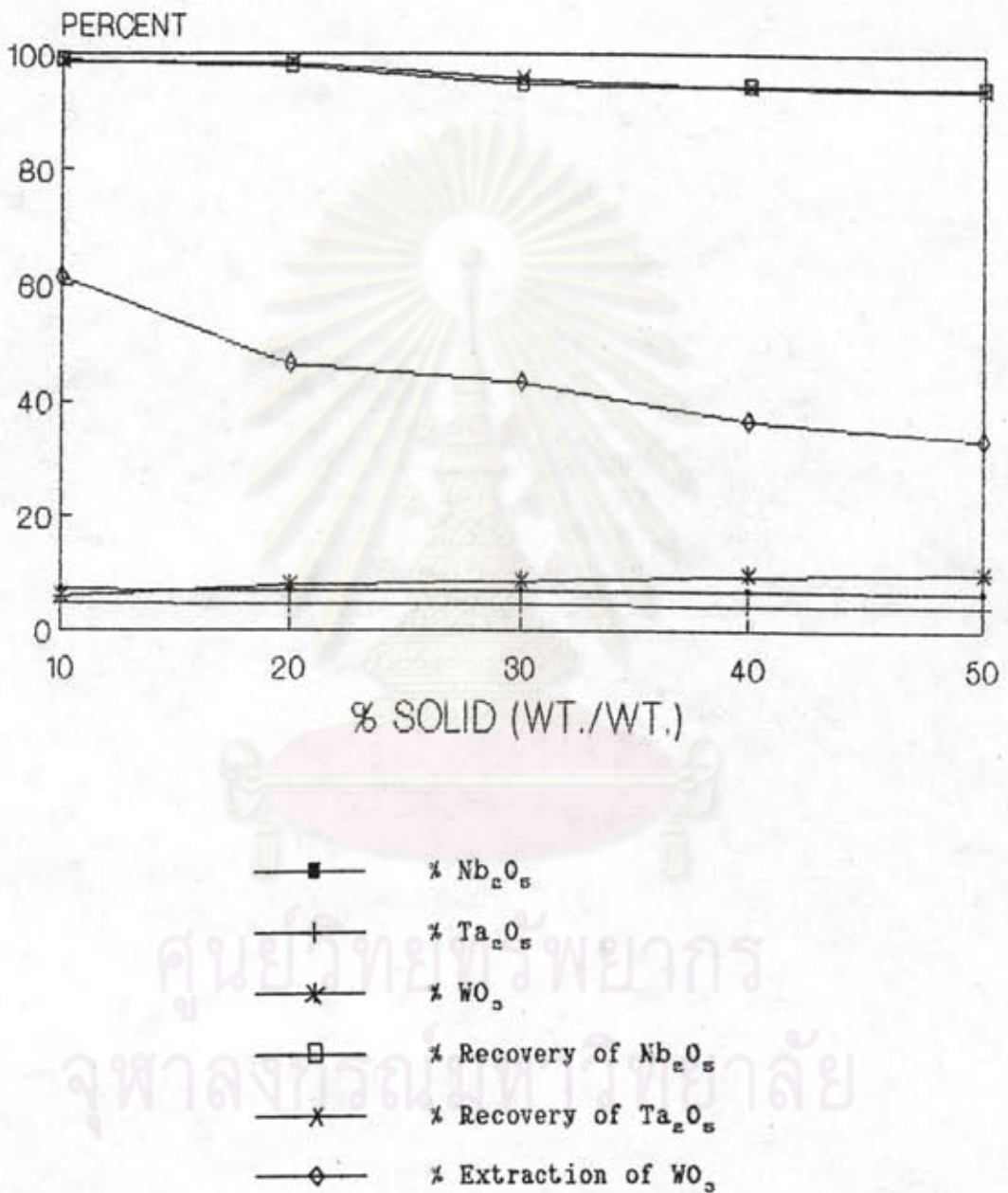
รูปที่ 4.5 ผลของความเข้มข้นของ NaOH ในการชะละลาย

ตารางที่ 4.6 ผลของเปอร์เซ็นต์ของแข็งในน้ำหนักรวม ที่มีผลต่อการชะละลาย

% solid (นน./นน.)	นน.ก่อนการ ชะละลาย (กรัม)	นน.หลังการ ชะละลาย (กรัม)	นน.ที่หายไป (%)	Nb ₂ O ₅ (%)	Ta ₂ O ₅ (%)	WO ₃ (%)	การเก็บ Nb ₂ O ₅ ได้ (%)	การเก็บ Ta ₂ O ₅ ได้ (%)	WO ₃ ที่ถูก สกัดออกไป (%)
10	10.0005	8.9952	10.05	7.27	4.78	6.04	99.08	98.61	61.25
20	20.1219	18.9219	5.96	6.87	4.57	7.98	97.88	98.57	46.48
30	30.0152	27.6152	8.00	6.80	4.53	8.65	94.79	95.59	43.24
40	40.0285	36.9285	7.74	6.76	4.45	9.65	94.49	94.16	36.50
50	50.0123	46.6060	6.81	6.68	4.39	10.32	94.32	93.83	33.33

ตัวแปรคงที่

- อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส
- ความเข้มข้น NaOH 10 N
- อัตราการสั่น 80 ٪
- เวลาที่ใช้ในการชะละลาย 1 ชั่วโมง



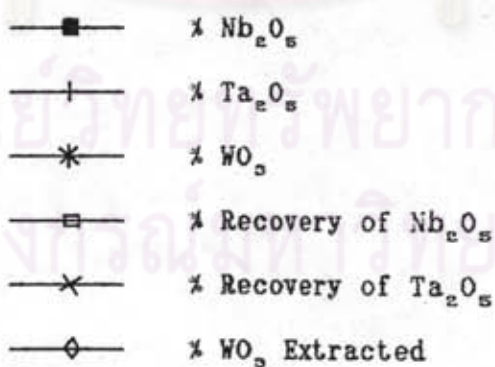
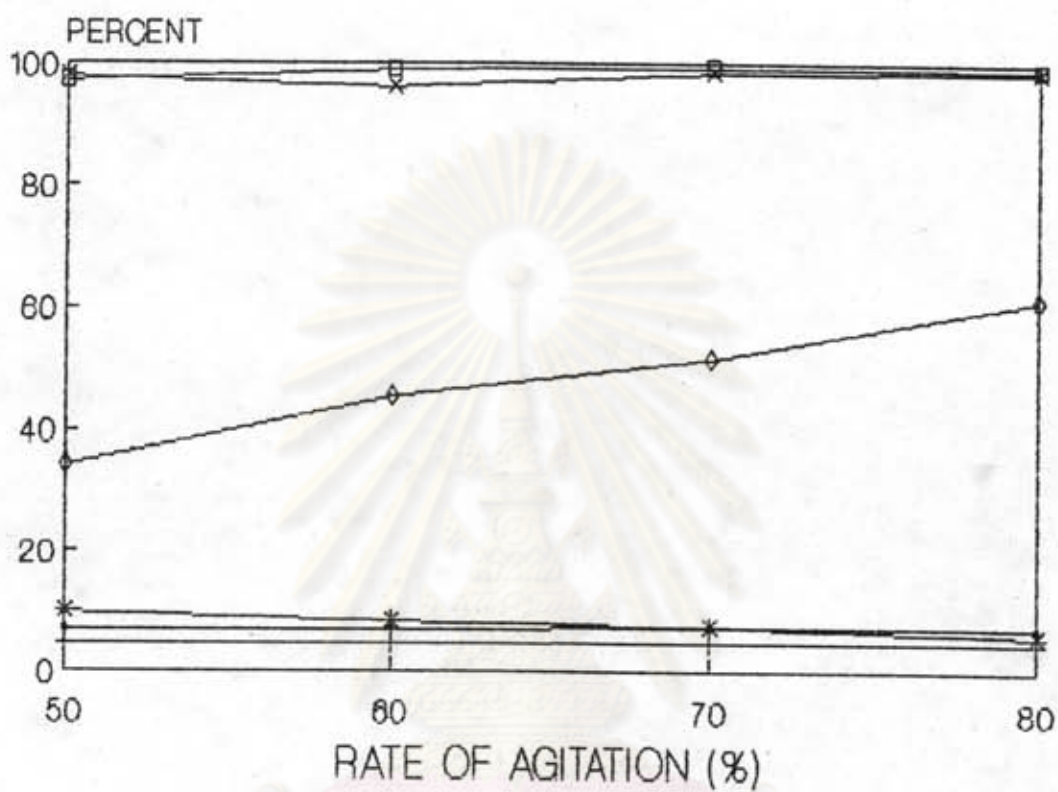
รูปที่ 4.6 ผลของเปอร์เซ็นต์ของแข็งในน้ำหนักรวมในการชะละลายด้วย NaOH

ตารางที่ 4.7 ผลของอัตราการสิ้น ที่ผลต่อการชะละลาย

อัตราการ สิ้น (%)	นน. ก่อนการ ชะละลาย (กรัม)	นน. หลังการ ชะละลาย (กรัม)	นน. ที่หายไป (%)	Nb ₂ O ₅ (%)	Ta ₂ O ₅ (%)	WO ₃ (%)	การเก็บ Nb ₂ O ₅ ได้ (%)	การเก็บ Ta ₂ O ₅ ได้ (%)	WO ₃ ที่ถูก สกัดออกไป (%)
50	10.0034	9.3410	6.62	6.87	4.57	9.89	97.20	97.88	34.13
60	10.0003	9.2504	7.50	7.06	4.53	8.27	98.95	96.11	45.44
70	10.0003	9.1427	8.58	7.18	4.70	7.43	99.39	98.55	51.55
80	10.0005	8.9952	10.05	7.27	4.78	6.04	99.08	98.61	61.25

ตัวแปรคงที่

- อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส
- ความเข้มข้นของ NaOH 10 N
- % solid (นน./นน.) 10 %
- เวลาที่ใช้ในการชะละลาย 1 ชั่วโมง



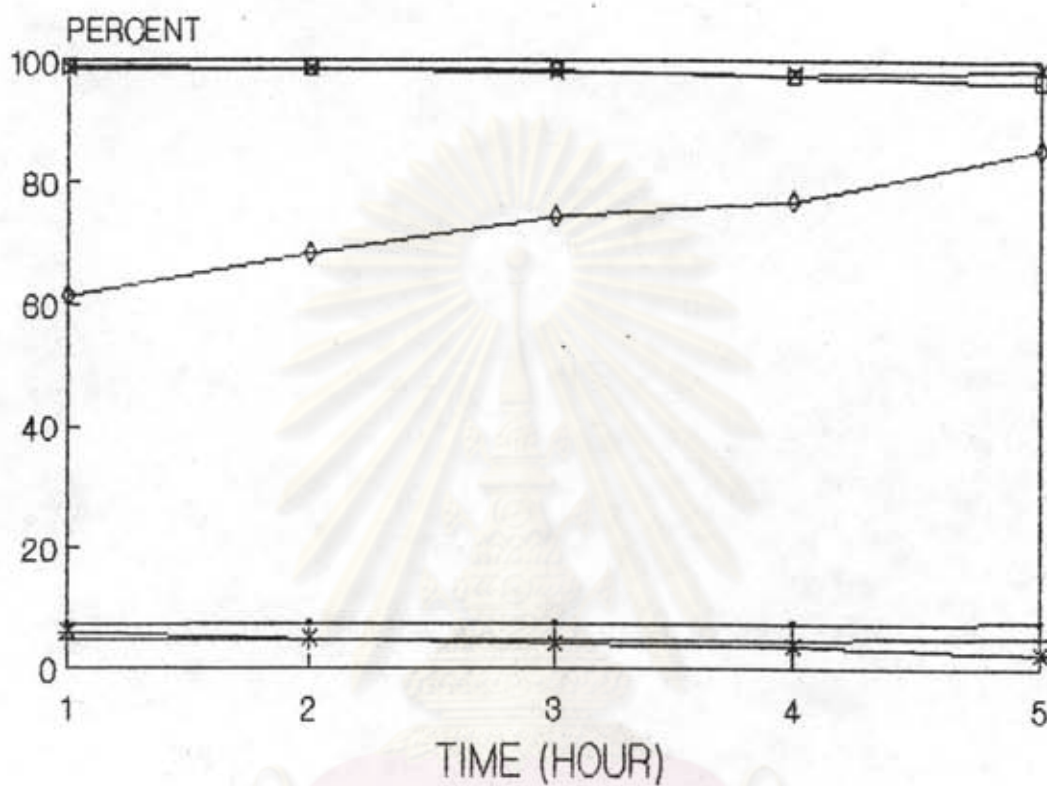
รูปที่ 4.7 ผลของอัตราการสั่น ในการชะละลายด้วย NaOH

ตารางที่ 4.8 ผลของเวลาที่ใช้ ที่มีผลต่อการชะละลาย

เวลาในการ ชะละลาย (ชั่วโมง)	นน. ก่อนการ ชะละลาย (กรัม)	นน. หลังการ ชะละลาย (กรัม)	นน. ที่หายไป (%)	Nb ₂ O ₅ (%)	Ta ₂ O ₅ (%)	WO ₃ (%)	การเก็บ Nb ₂ O ₅ ได้ (%)	การเก็บ Ta ₂ O ₅ ได้ (%)	WO ₃ ที่ถูก สกัดออกไป (%)
1	10.0034	8.9981	10.05	7.27	4.78	6.04	99.08	98.62	61.25
2	10.0010	8.9418	10.59	7.30	4.81	4.94	98.89	98.64	68.50
3	10.0006	8.8534	11.47	7.34	4.83	4.05	98.45	98.07	74.43
4	10.0030	8.6265	13.76	7.45	4.94	3.72	97.35	97.71	77.12
5	10.0035	8.3055	16.98	7.68	5.18	2.45	96.61	98.64	85.49

ตัวแปรคงที่

- อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส
- ความเข้มข้น NaOH 10 N
- % solid (นน./นน.) 10 %
- อัตราการผ่น 80 %



- $\% \text{Nb}_2\text{O}_5$
- +— $\% \text{Ta}_2\text{O}_5$
- *— $\% \text{WO}_3$
- $\% \text{Recovery of Nb}_2\text{O}_5$
- ×— $\% \text{Recovery of Ta}_2\text{O}_5$
- ◇— $\% \text{WO}_3 \text{ Extracted}$

รูปที่ 4.8 ผลของเวลาที่ใช้ในการชะละลายด้วย NaOH

4.1.4 สรุปและอภิปรายผลการวิจัย

จากผลการแปรผันอุณหภูมิ (ตารางที่ 4.4 และรูปที่ 4.4) ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ (ตารางที่ 4.5 และรูปที่ 4.5) อัตราการสั่น (ตารางที่ 4.7 และรูปที่ 4.7) เวลาที่ใช้ในการชะละลาย (ตารางที่ 4.8 และรูปที่ 4.8) พบว่าเมื่อตัวแปร มีค่ามากขึ้น เปอร์เซ็นต์การสกัดทั้งสกัดออกไซด์ (WO_3 extracted, %) มีค่าเพิ่มขึ้นเล็กน้อย ส่วนตัวแปรของแข็งในน้ำหนักรวม (ตารางที่ 4.6 และรูปที่ 4.6) นั้น เมื่อมีค่าเพิ่มขึ้น ปริมาณการชะละลาย WO_3 จะมีค่าลดลง และปริมาณไนโอเบียมแทนทาลัมมีค่าลดลง จะเห็นได้ว่าปริมาณการชะละลายของ WO_3 แปรผันโดยตรงกับอุณหภูมิ และความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ อัตราการสั่นและเวลาที่ใช้ในการละลาย แต่จะแปรผกผันกับเปอร์เซ็นต์ของแข็งในน้ำหนักรวม

จากผลการทดลองการแปรผันอุณหภูมิ ความเข้มข้น เปอร์เซ็นต์ของแข็งในน้ำหนักรวม อัตราการสั่น และเวลาที่ใช้ในการชะละลาย พบว่าสภาวะที่ดีที่สุดของการชะละลาย ในการทดลองครั้งนี้ คือ อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ 10 N อัตราการสั่น 80 % และเวลาที่ใช้ในการชะละลาย 5 ชั่วโมง

ผลการวิเคราะห์ส่วนประกอบทางเคมี ของตัวอย่างที่ผ่านการชะละลายที่สภาวะที่ดีที่สุด (ตัวอย่างที่ผ่านการชะละลาย 5 ชั่วโมง ในตารางที่ 4.8) มีดังนี้

Nb_2O_5	7.68 %
Ta_2O_5	5.18 %
WO_3	2.45 %
Fe_2O_3	12.31 %
MnO	29.75 %
TiO_2	14.83 %
PbO	4.55 %

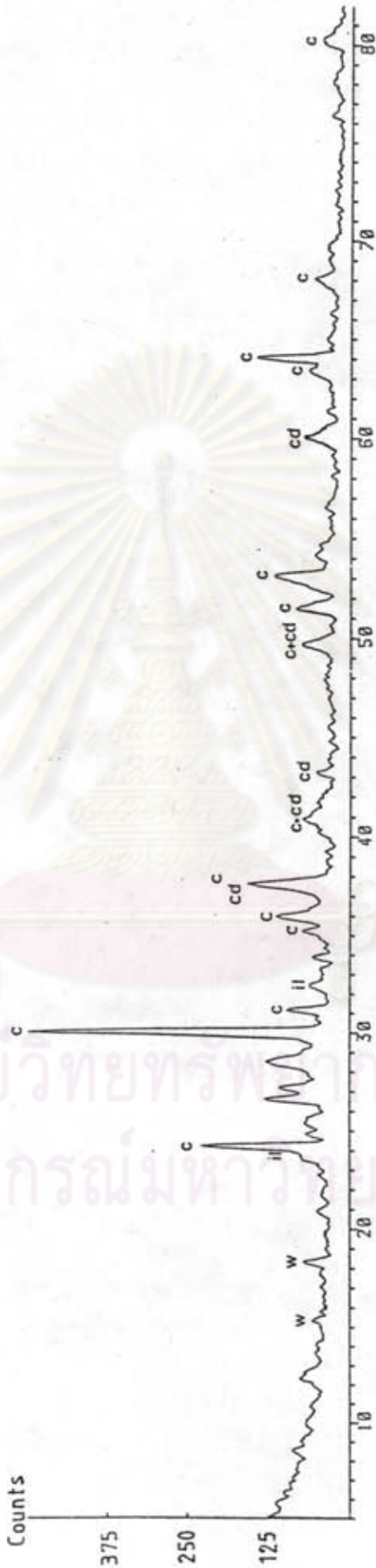
ผลจากการทดลองตรวจสอบชนิดแร่ โดยวิธีรังสีเอกซ์เลเซอร์แบบ ประกอบด้วยโคลัมไบต์-แทนทาลไซด์ คอโรนาโคคัล วุลแฟรไมต์ และอิลเมนไนต์ แสดงในรูปที่ 4.9

c = columbite-tantalite

w = wolframite

cd = coronadite

il = ilmenite

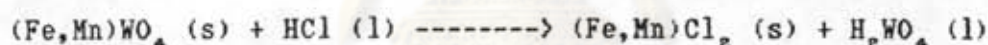


รูปที่ 4.9 ผลการจำแนกชนิดแร่ โดยการตรวจสเปกตรัม มุม 2θ จากค่า d-spacing ใน JCPDS card ของตัวอย่างที่ผ่านการชะละลายด้วยวิธีไดคัมไฮดรอกไซด์ (ตัวอย่างที่ผ่านการชะละลายนาน 5 ชั่วโมง ในตารางที่ 4.8)

จากผลการวิเคราะห์ส่วนประกอบทางเคมี และผลการตรวจสอบชนิดแร่ โดยวิธีรังสีเอกซ์เลี้ยวเบน พบว่าวุลแฟรมที่ถูกระดมละลายเกือบหมด แต่ปริมาณในไอเบียมเพนตอกไซด์ และแทนทาลัมเพนตอกไซด์ เพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อย เนื่องจากว่าการระดมละลาย เหล็ก และแมงกานีส จากวุลแฟรม จะเกิดเป็นเหล็กและแมงกานีสไฮดรอกไซด์ ซึ่งเกิดเป็นตะกอนขนาดละเอียด ปนอยู่ในส่วนของโคลัมไบต์-แทนทาลอไซด์ และคอโรนาโคไซด์ ไม่ละลายในด่าง

4.2 การละลายด้วยกรดไฮโดรคลอริก

วุลแฟรม สามารถที่จะละลายได้ในกรดไฮโดรคลอริก เกิดเป็นกรดทั้งสติก ดังสมการ



โดยที่ $(Fe, Mn)Cl_2$ เป็นสารละลาย และ H_2WO_4 เป็นตะกอน แล้วละลายตะกอน H_2WO_4 ด้วยแอมโมเนีย เพื่อแยกสารละลายออกจาก โคลัมไบต์ - แทนทาลอไซด์

4.2.1 การศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อการละลาย

4.2.1.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย ใช้ชุดเดียวกันกับที่ใช้ในการละลายด้วย NaOH ในรูปที่ 4.2

1. เครื่องสั่น (Shaker)
2. ขวดรูปกรวย ขนาด 250 มล. พร้อมกับจุกยางที่เจาะรูระบายอากาศเสียบด้วยหลอดแก้ว
3. บีกเกอร์ ขนาด 400 มล. และ 600 มล.

4.2.1.2 สารที่ใช้ในการวิจัย

1. ตัวอย่างแร่บด ขนาด -200 เมช
2. กรดไฮโดรคลอริก (HCl) เกรดงานวิเคราะห์
3. แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) เกรดงานวิเคราะห์

4.2.1.3 วิธีการวิจัย

1. ชั่งตัวอย่างแร่ 10 กรัม ด้วยเครื่องชั่งละเอียดทศนิยม 4 ตำแหน่ง ใส่ไว้ในถ้วยตวงเล็ก ๆ
2. ชั่ง HCl ความเข้มข้น 7 N ใส่ในขวดรูปกรวย 90 กรัม (10 % solids) ปิดด้วยจุกยางที่มีรูระบายอากาศ
3. เปิดเครื่องเครื่องสั่น ตั้งอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียสเพื่ออุ่นน้ำในเครื่องสั่นให้ร้อนจนถึงอุณหภูมิที่กำหนด (ทดลองในตู้ควีน)
4. นำขวดรูปกรวยจากข้อ 2 ใส่ในช่องใส่ขวดตัวอย่างอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส ใช้เวลาประมาณ 20 นาที
5. นำตัวอย่างจากข้อ 1 เทใส่ในขวดรูปกรวย ปรับอัตราการสั่นของเครื่องสั่นเท่ากับ 80 % ใช้เวลาในการชะละลายนาน 1 ชั่วโมง
6. นำตัวอย่างออกจากเครื่องสั่น เทใส่ในบีกเกอร์ขนาด 400 มล. เติมน้ำเพื่อเจือจาง HCl ให้ถึงขีดประมาณ 300 มล. เติมนิวิน 10 มล. นำไปอุ่นบนเตาไฟฟ้า ประมาณ 15 นาที แล้วตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนประมาณ 6 ชั่วโมง
7. กรองแยกเอาของแข็งส่วนที่เหลือมาล้างด้วยน้ำกลั่น ลงในบีกเกอร์ขนาด 600 มล. แล้วเติม NH_4OH ประมาณ 20 มล. เพื่อละลายตะกอน H_2WO_4 นำไปอุ่นบนเตาไฟฟ้า ประมาณ 10 นาที ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นแล้วกรอง (ใช้กระดาษกรองเก่า) แยกเอาตะกอนออกไปอบแห้งและเผากระดาษกรองทิ้ง ซึ่งและบันทึกน้ำหนักไว้ ส่วนสารละลายนำไปใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 500 มล. เติมน้ำกลั่นจนถึงขีด 500 มล. เก็บไว้วิเคราะห์และสกัดเอาทั้งสกัดออกไซด์ต่อไป
8. นำตะกอนส่วนที่เหลือไปวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์ของ Nb_2O_5 , Ta_2O_5 และ WO_3
9. ทำการทดลองในทำนองเดียวกันเพื่อหาตัวแปรที่เหมาะสม โดยการแปรผันตัวแปรนั้น ส่วนตัวแปรตัวอื่น ๆ กำหนดให้เป็นตัวแปรคงที่

4.2.1.4 ผลการวิจัย

1. ผลการศึกษาการแปรผันอุณหภูมิ แสดงในตารางที่ 4.9 และ รูปที่ 4.10
2. ผลการศึกษาการแปรผันความเข้มข้นของ HCl แสดงในตารางที่ 4.10 และ รูปที่ 4.11
3. ผลการศึกษาการแปรผันเปอร์เซ็นต์ของแข็งในน้ำหนักรวม (% solids) แสดงในตารางที่ 4.11 และ รูปที่ 4.12
4. ผลการศึกษาการแปรผันอัตราการสิ้น แสดงในตารางที่ 4.12 และ รูปที่ 4.13
5. ผลการศึกษาการแปรผันระยะเวลาที่ใช้ในการชะละลาย แสดงในตารางที่ 4.13 และ รูปที่ 4.14

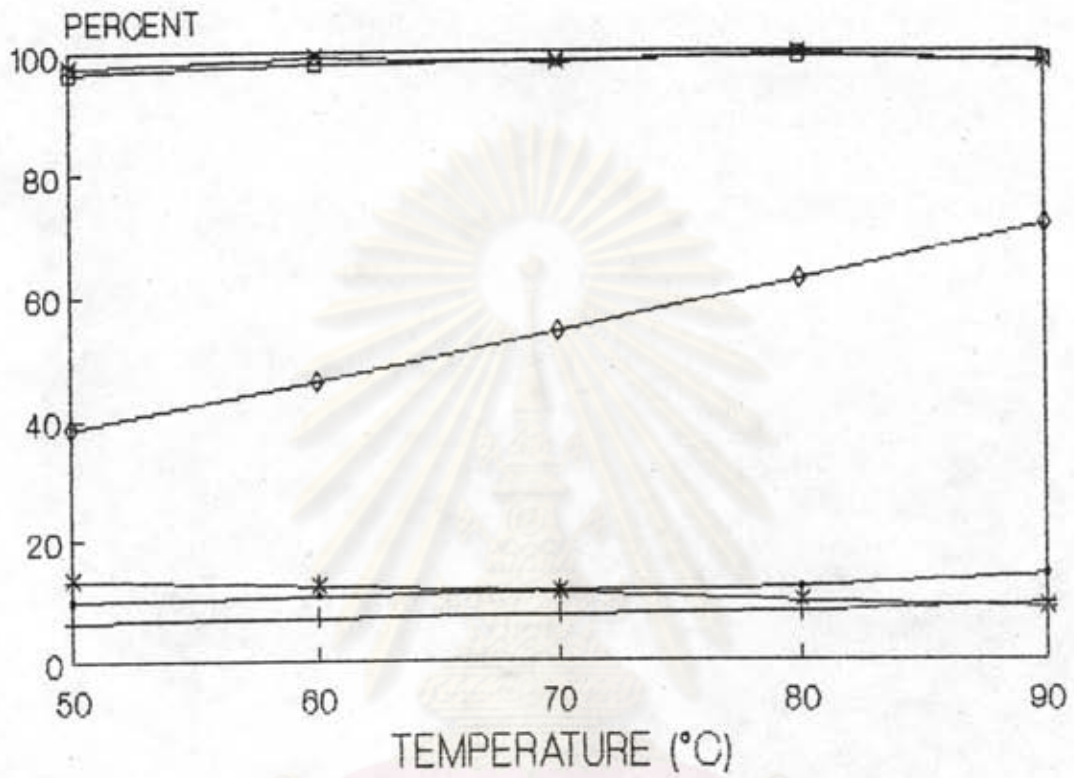
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 4.9 ผลของอุณหภูมิ ที่มีผลต่อการชะละลาย

อุณหภูมิ °C	นน. ก่อนการ ชะละลาย (กรัม)	นน. หลังการ ชะละลาย (กรัม)	นน. ที่หายไป (%)	Nb ₂ O ₅ (%)	Ta ₂ O ₅ (%)	WO ₃ (%)	การเก็บ Nb ₂ O ₅ ได้ (%)	การเก็บ Ta ₂ O ₅ ได้ (%)	WO ₃ ที่ถูก สกัดออกไป (%)
50	10.0006	6.4617	35.39	9.88	6.58	13.35	96.72	97.51	38.47
60	10.0008	6.1619	38.39	10.52	7.02	12.25	98.21	99.20	46.16
70	10.0000	5.7307	42.69	11.36	7.48	11.25	98.64	98.32	54.02
80	10.0010	5.4659	45.35	12.00	7.95	9.59	99.37	99.65	62.62
90	10.0006	4.6326	53.68	14.04	9.25	8.58	98.54	98.28	71.65

ตัวแปรคงที่

- ความเข้มข้น HCl 7 N
- อัตราการสั่น 80 ٪
- ٪ solid (นน./นน.) 10 ٪
- เวลาที่ใช้ในการชะละลาย 1 ชั่วโมง



- % Nb₂O₅
- +— % Ta₂O₅
- *— % WO₃
- % Recovery of Nb₂O₅
- X— % Recovery of Ta₂O₅
- ◇— % WO₃ Extracted

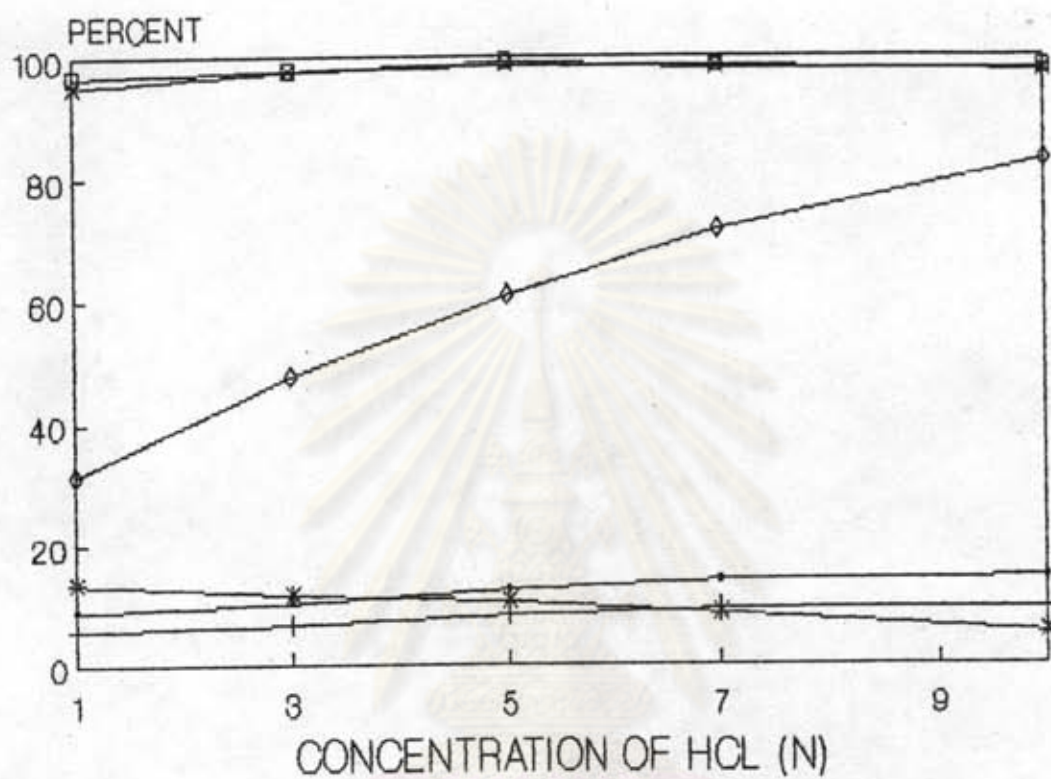
รูปที่ 4.10 ผลของอุณหภูมิในการชะละลายด้วย HCl

ตารางที่ 4.10 ผลของความเข้มข้นของ HCl ที่มีผลต่อการชะละลาย

ความเข้มข้น HCl (N)	นน. ก่อนการชะละลาย (กรัม)	นน. หลังการชะละลาย (กรัม)	นน. ที่หายไป (%)	Nb ₂ O ₅ (%)	Ta ₂ O ₅ (%)	WO ₃ (%)	การเก็บ Nb ₂ O ₅ ได้ (%)	การเก็บ Ta ₂ O ₅ ได้ (%)	WO ₃ ที่ถูกสกัดออกไป (%)
1	10.0006	7.1372	28.63	8.95	5.81	13.51	96.78	95.10	31.23
3	10.0000	6.3283	36.72	10.19	6.72	11.58	97.71	97.54	47.73
5	10.0022	5.2022	48.00	12.59	8.27	10.58	99.21	98.65	60.75
7	10.0006	4.6326	53.68	14.04	9.25	8.58	98.54	98.28	71.65
10	10.0002	4.4002	56.00	14.72	9.68	5.39	98.14	97.69	83.08

ความปรอทที่

- อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส
- อัตราการดัน 80 ٪
- ٪ solid (นน./นน.) 10 ٪
- เวลาที่ใช้ในการชะละลาย 1 ชั่วโมง



- % Nb₂O₅
- +— % Ta₂O₅
- *— % WO₃
- % Recovery of Nb₂O₅
- x— % Recovery of Ta₂O₅
- ◇— % WO₃ Extracted

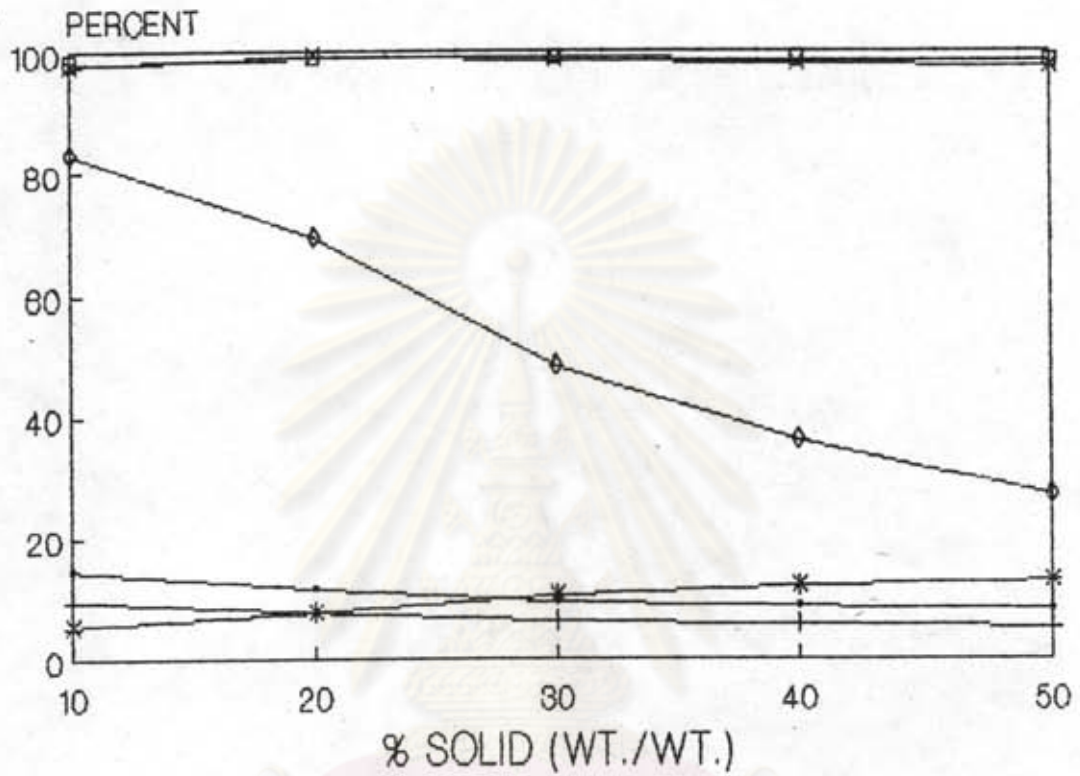
รูปที่ 4.11 ผลของความเข้มข้นของ HCl ในการชะละลาย

ตารางที่ 4.11 ผลของเปอร์เซ็นต์ของแข็งในน้ำหนักรวม ที่มีผลต่อการชะละลาย

% solid (นน./นน.)	นน. ก่อนการ ชะละลาย (กรัม)	นน. หลังการ ชะละลาย (กรัม)	นน. ที่หายไป (%)	Nb ₂ O ₅ (%)	Ta ₂ O ₅ (%)	WO ₃ (%)	การเก็บ Nb ₂ O ₅ ได้ (%)	การเก็บ Ta ₂ O ₅ ได้ (%)	WO ₃ ที่ถูก สกัดออกไป (%)
10	10.0002	4.4002	56.00	14.72	9.68	5.39	98.14	97.69	83.08
20	20.0010	11.2062	43.97	11.67	7.73	7.65	99.07	99.33	69.43
30	30.0007	20.5211	31.60	9.56	6.29	10.57	99.08	98.68	48.43
40	40.0022	29.4072	26.49	8.87	5.82	12.16	98.80	98.13	36.24
50	50.0000	39.2166	21.57	8.28	5.43	13.02	98.40	97.68	27.16

ตัวแปรคงที่

- อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส
- ความเข้มข้น HCl 10 N
- อัตราการสั่น 80 ไร่
- เวลาที่ใช้ในการชะละลาย 1 ชั่วโมง



- % Nb₂O₅
- |— % Ta₂O₅
- *— % WO₃
- % Recovery of Nb₂O₅
- ×— % Recovery of Ta₂O₅
- ◇— % WO₃ Extracted

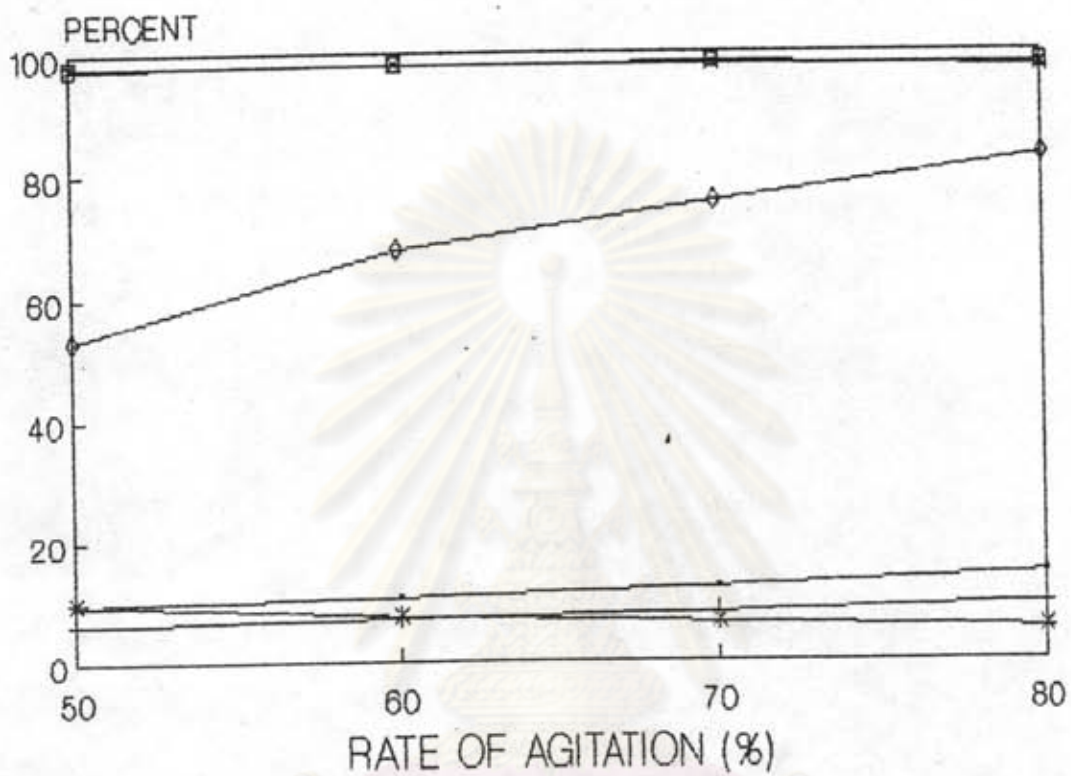
รูปที่ 4.12 ผลของเปอร์เซ็นต์ของแข็งในน้ำหนักรวม ในการชะละลายด้วย HCl

ตารางที่ 4.12 ผลของอัตราภาวณ ที่มีผลต่อการชะละลาย

อัตราภาว น (%)	นน. ก่อนการ ชะละลาย (กรัม)	นน. หลังการ ชะละลาย (กรัม)	นน. ที่หายไป (%)	Nb_2O_5 (%)	Ta_2O_5 (%)	WO_3 (%)	การเก็บ Nb_2O_5 ได้ (%)	การเก็บ Ta_2O_5 ได้ (%)	WO_3 ที่ถูก สกัดออกไป (%)
50	10.0000	6.6673	33.33	9.68	6.40	9.89	97.79	97.87	52.97
60	10.0000	5.9861	40.14	10.81	7.15	7.52	98.05	98.17	67.88
70	10.0002	5.2580	47.42	12.36	8.13	6.48	98.47	98.04	75.70
80	10.0002	4.4002	56.00	14.72	9.69	5.39	98.14	98.79	83.08

ควมปรกต

- อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส
- ความเข้มข้นของ HCl 10 N
- % solid (นน./นน.) 10 %
- เวลาที่ใช้ในการชะละลาย 1 ชั่วโมง



—■— % Nb₂O₅

—+— % Ta₂O₅

—*— % WO₃

—□— % Recovery of Nb₂O₅

—x— % Recovery of Ta₂O₅

—◇— % WO₃ Extracted

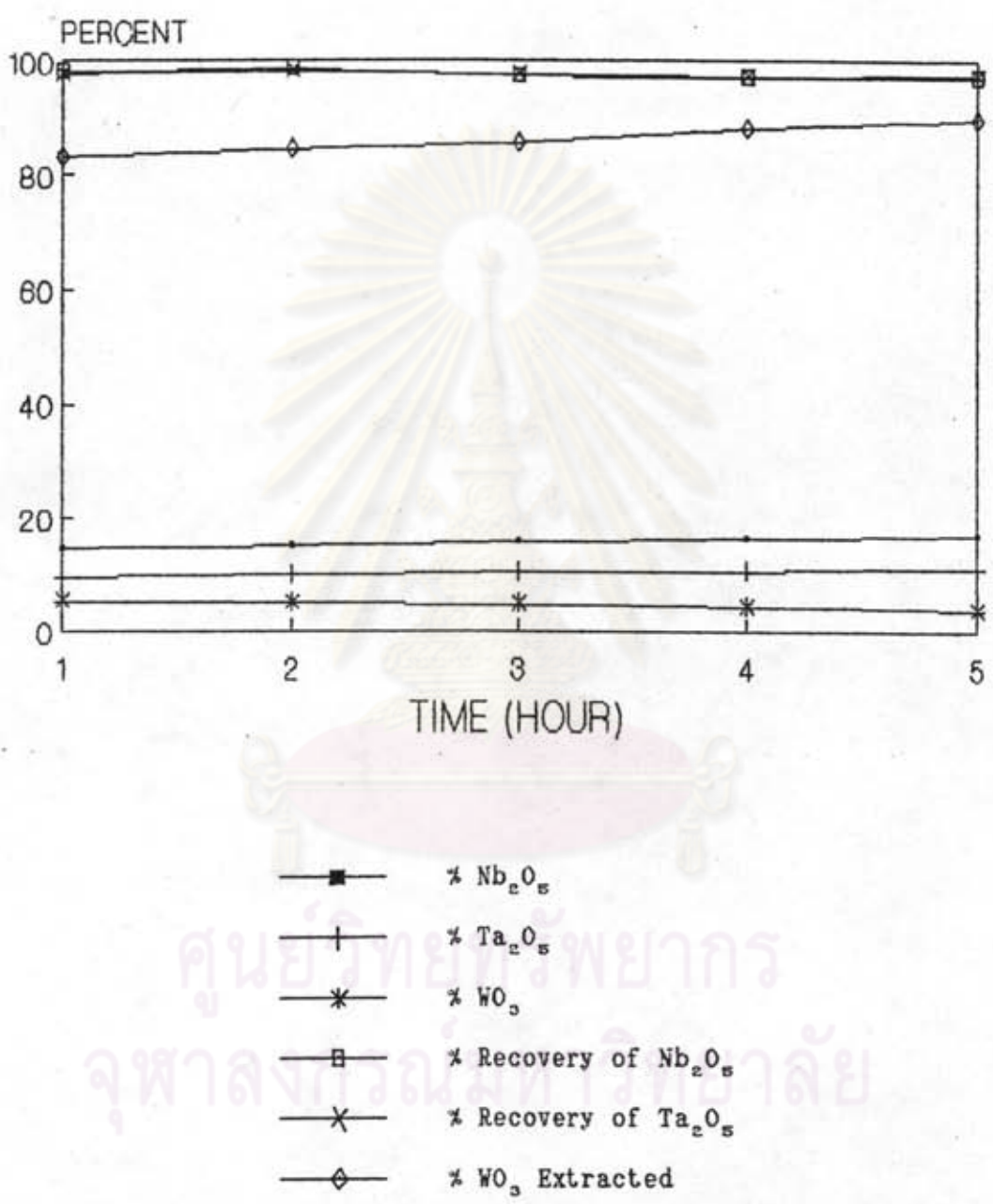
รูปที่ 4.13 ผลของอัตราการสั่น ในการชะละลายด้วย HCl

ตารางที่ 4.13 ผลของเวลาที่ใช้ ที่มีผลต่อการละลาย

เวลาในการ ละลาย (ชั่วโมง)	นน. ก่อนการ ละลาย (กรัม)	นน. หลังการ ละลาย (กรัม)	นน. ที่หายไป (%)	Nb ₂ O ₅ (%)	Ta ₂ O ₅ (%)	WO ₃ (%)	การเก็บ Nb ₂ O ₅ ได้ (%)	การเก็บ Ta ₂ O ₅ ได้ (%)	WO ₃ ที่ถูก สกัดออกไป (%)
1	10.0002	4.4002	56.00	14.72	9.69	5.39	98.14	97.79	83.08
2	10.0001	4.2665	57.34	15.25	10.05	5.12	98.58	98.34	84.42
3	10.0000	4.0639	59.36	15.83	10.48	4.98	97.47	97.68	85.56
4	10.0002	3.9130	60.87	16.37	10.83	4.30	97.05	97.19	88.00
5	10.0000	3.7966	62.43	16.89	11.19	3.81	97.16	97.44	89.68

ตัวแปรคงที่

- อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส
- ความเข้มข้น HCl 10 N
- % solid (นน./นน.) 10 %
- อัตราการสั่น 80 %



รูปที่ 4.14 ผลของเวลาที่ใช้ในการชะละลายด้วย HCl

4.2.4 สรุปและอภิปรายผลการวิจัย

จากผลการชะละลายวุลแฟรมที่ออกจากโคลัมไบต์ - แทนทาลไซด์ เมื่อแปรผันอุณหภูมิ (ตารางที่ 4.9 และรูปที่ 4.10) ความเข้มข้น (ตารางที่ 4.10 และรูปที่ 4.11) อัตราการสิ้น (ตารางที่ 4.12 และรูปที่ 4.13) และเวลาที่ใช้ในการชะละลาย (ตารางที่ 4.13 และรูปที่ 4.14) พบว่าเมื่อตัวแปรเพิ่มมากขึ้น เปอร์เซ็นต์การสกัดทั้งสกัดออกไซด์ที่มีค่าเพิ่มขึ้นและปริมาณไนโอเบียมแทนทาลไซด์ และแทนทาลมแทนทาลไซด์ จะมีค่าเพิ่มขึ้นมาก ส่วนตัวแปรเปอร์เซ็นต์ของแข็งในน้ำหนักรวม (ตารางที่ 4.11 และรูปที่ 4.12) นั้นเมื่อมีค่าเพิ่มมากขึ้น เปอร์เซ็นต์การสกัดทั้งสกัดออกไซด์ที่มีค่าลดลง และปริมาณของไนโอเบียมแทนทาลไซด์ และแทนทาลมแทนทาลไซด์ก็มีค่าลดลง จะเห็นได้ว่าปริมาณการชะละลายของ WO_3 แปรผันโดยตรงกับอุณหภูมิ ความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริก อัตราการสิ้น และเวลาที่ใช้ในการละลาย แต่จะแปรผกผันกับเปอร์เซ็นต์ของแข็งในน้ำหนักรวม

จากผลการทดลองการแปรผัน ตัวแปรอุณหภูมิ ความเข้มข้น เปอร์เซ็นต์ของแข็งในน้ำหนักรวม อัตราการสิ้น และเวลาที่ใช้ในการชะละลาย พบว่าสภาวะที่ดีที่สุดของการชะละลาย ในการทดลองครั้งนี้คือ อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส ความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริก 10 N อัตราการสิ้น 80 % และเวลาที่ใช้ในการชะละลาย 5 ชั่วโมง

ผลการวิเคราะห์ส่วนประกอบทางเคมี ของตัวอย่างที่ผ่านการชะละลายที่ดีที่สุด (ตัวอย่างที่ผ่านการชะละลาย 5 ชั่วโมง ในตารางที่ 4.13) มีดังนี้

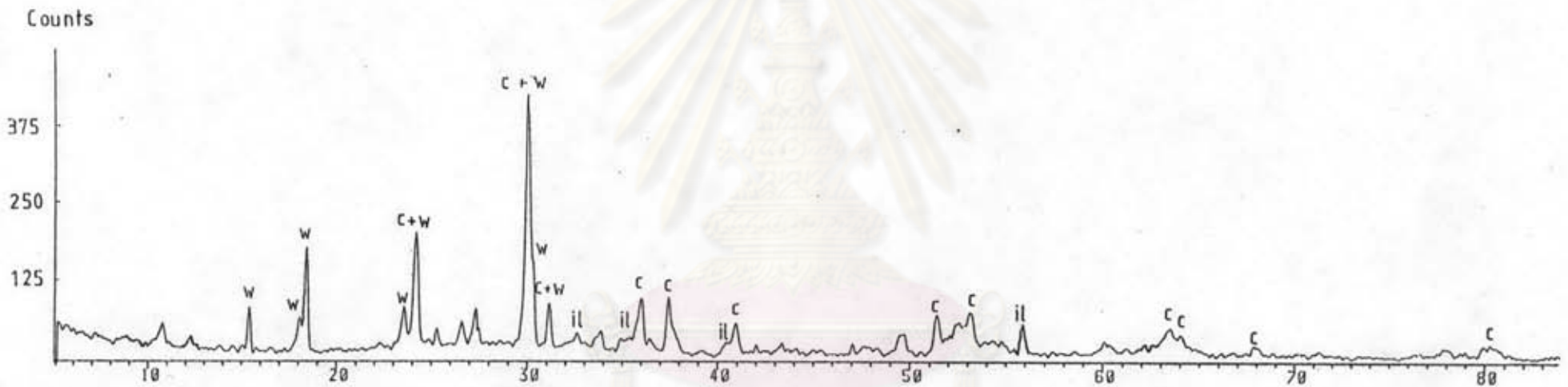
Nb_2O_5	16.89 %
Ta_2O_5	11.19 %
WO_3	3.81 %
Fe_2O_3	13.41 %
MnO	7.38 %
TiO_2	26.28 %
PbO	น้อยมาก

ผลจากการตรวจสอบชนิดแร่โดยวิธี XRD ของตัวอย่างที่ผ่านการชะละลาย 5 ชั่วโมง ในตารางที่ 4.13 พบว่าประกอบด้วย โคลัมไบต์-แทนทาลไซด์ วุลแฟรม และซิลิเกต ในรูปที่ 4.15

c = columbite-tantalite

w = wolframite

il = ilmenite

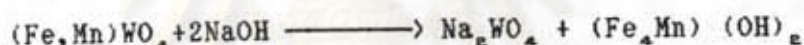


รูปที่ 4.15 ผลการจำแนกชนิดแร่ โดยการตรวจสอบ มุม 2θ จากค่า d-spacing ใน JCPDS card ของตัวอย่างที่ผ่านการชะละลายด้วยกรดไฮโดรคลอริก (ตัวอย่างที่ผ่านการชะละลายนาน 5 ชั่วโมง ในตารางที่ 4.13)

จากผลการวิเคราะห์ส่วนประกอบทางเคมี และการตรวจสอบชนิดแร่โดยวิธีรังสีเอกซ์เลี้ยวเบน สรุปได้ว่าวุลแฟรมไต์ ถูกชะละลายเกือบทั้งหมดและการที่ในโอเบียมเพนตอกไซด์ และ แทนทาลัมเพนตอกไซด์ มีปริมาณเพิ่มขึ้นมาก ก็เนื่องมาจาก เหล็กและแมงกานีสจากการชะละลายวุลแฟรมไต์ เกิดเป็นเหล็ก และแมงกานีสคลอไรด์ ซึ่งเป็นสารละลาย และคอโรนาไดต์ถูกชะละลายออกไปด้วย

4.3 การผลิตทั้งสกัดออกไซด์

การชะละลายวุลแฟรมไต์ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) จะเกิดปฏิกิริยาดังสมการ



ได้โซเดียมทังสเตต (Na_2WO_4) เป็นสารละลาย (จากการทดลองในข้อ 4.1.1.3 ในข้อ 7) เมื่อเติมกรดไนตริก (HNO_3) จะเกิดปฏิกิริยาดังสมการ



ได้กรดทั้งสกัด (H_2WO_4) เมื่อนำไปเผาที่อุณหภูมิ 750 องศาเซลเซียสจะได้ทั้งสกัดออกไซด์

ส่วนการชะละลายด้วยกรดไฮโดรคลอริก (HCl) สารละลายที่ได้จะอยู่ในรูปของแอมโมเนียมทังสเตต (จากการทดลองในข้อ 4.2.1.3 ในข้อ 7) เมื่อเติมกรดไนตริก จะเกิดปฏิกิริยาดังสมการ



ได้กรดทั้งสติก เมื่อนำไปเผาที่อุณหภูมิ 750 องศาเซลเซียส จะได้ทั้งสติกออกไซด์ เช่นเดียวกับกับการชะละลายด้วยต่าง

4.3.1 อุปกรณ์และสารที่ใช้ในการวิจัย

1. บีกเกอร์ขนาด 600 มล.
2. เตาเผาไฟฟ้า
3. กรดไนตริก เกรดห้องงานวิเคราะห์
4. ควินิน (Quinine) เตรียมโดยใช้ควินิน 125 กรัม ละลายในกรดไฮโดรคลอริก (1:1) 1 ลิตร

4.3.2 วิธีการวิจัย

1. ใช้ปิเปตดูดตัวอย่างสารละลายที่ได้จากการชะละลายด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ (ตัวอย่างที่ 5 ในตารางที่ 4.8) มา 100 มล. ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 600 มล. นำไปอุ่นบนเตาไฟฟ้า (Hot plate) ประมาณ 15 นาที
2. เติมกรดไนตริก 40 มล. นำไปอุ่นบนเตาไฟฟ้า ประมาณ 15 นาที
3. เติมน้ำกลั่น ให้ถึงขีด 500 มล. แล้วเติมควินิน 20 มล. คนสารละลายให้เข้ากันนำไปอุ่นต่อบนเตาไฟฟ้า ประมาณ 30 นาที แล้วตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอน 1 คืน
4. กรองตะกอนด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42 แล้วนำตะกอนพร้อมกระดาษกรองใส่เบ้ากระเบื้อง ไปเผาในเตาไฟฟ้า ที่อุณหภูมิ 750 องศาเซลเซียส ประมาณ 30 นาที ปิดเตาแล้วปล่อยให้อุณหภูมิลดลงมาถึง 500 องศาเซลเซียส นำเบ้ากระเบื้องไปใส่ในเคชิกเคเตอร์ ประมาณ 1 ชั่วโมง แล้วนำตะกอนออกมาชั่งน้ำหนัก
5. ใช้ปิเปตดูดตัวอย่างสารละลายที่ได้จากการชะละลายด้วยกรดไฮโดรคลอริก (ตัวอย่างที่ 5 ในตารางที่ 4.18) มา 100 มล. ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 600 มล. แล้วนำไปอุ่น ไล่แอมโมเนียจนเกือบหมด แล้วจึงดำเนินการตามข้อ 2 ถึงข้อ 4

4.3.3 ผลการวิจัย

แสดงผลการวิจัย ในตารางที่ 4.14

ตารางที่ 4.14 ผลการวิจัยการผลิตทั้งสติกออกไซด์

ตัวอย่างที่ผ่าน การชะละลายด้วย	ทั้งสติกออกไซด์ ในสารละลาย (500 กรัม/มล.)	นน. ทั้งสติกออกไซด์ จากสารละลาย 100 มล. (กรัม)	เปอร์เซ็นต์การเก็บ ทั้งสติกออกไซด์
โซเดียมไฮดรอกไซด์	1.1570	0.2282	99.30
กรดไฮโดรคลอริก	1.0208	0.2013	99.06

4.3.4 สรุปและอภิปรายผลการวิจัย

จากผลการทดลองการสกัดทั้งสติกออกไซด์ จากสารละลายที่ได้จาก
การชะละลายด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ และกรดไฮโดรคลอริก สามารถเก็บทั้งสติกออกไซด์ได้
ถึง 99.30 % และ 99.06 %

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย