บทที่ 5

การดำเนินการทดลอง เครื่องมือและวิธีการทดลอง

5.1 ขอบเขตการวิจัย การดำเนินการวิจัย และประโยชน์ที่จะได้รับ

5.1.1 ขอบเขตการวิจัย

การผลิตทองแดงจากแร่ทองแดงเปอร์เซนต์ต่ำโดยวิธีทางไฮโดรเมตัลเลอยีมีขั้นตอนในการผลิต 4 ขั้นตอนคือ 1)การละลายแร่ด้วยกรด 2)การสกัดทองแดงด้วยตัวสกัด 3)การล้างทองแดงออกจากตัวสกัด 4)การแยกทองแดงด้วยไฟฟ้า ในการวิจัยนี้มุ่งศึกษาเฉพาะขั้นตอนการสกัดทองแดงด้วยตัวสกัดเท่านั้น โดยศึกษาในเรื่อง

1) ศึกษาคุณสมบัติความสามารถจับทองแดง (loading capacity) ของตัวสกัด LIX64N เพื่อพิจารณาองค์ประกอบที่มีอิทธิพลต่อคุณสมบัติดังกล่าว

2) ศึกษาคุณสมบัติการจับทองแดงของตัวสกัด LIX64N ที่ภาวะสมดุลของการเกิดปฏิกริยาการสกัดทองแดง (equilibrium loading capacity) เพื่อพิจารณาองค์ประกอบที่มีอิทธิพลต่อคุณสมบัติดังกล่าว

3) ศึกษาการสกัดทองแดงด้วยเครื่องสกัดแบบให้สารละลายไหลสวนทางกัน 3 stage อย่างต่อเนื่อง เพื่อพิจารณาองค์ประกอบที่มีอิทธิพลต่อประสิทธิภาพการสกัดทองแดง ได้แก่ ความเข้มข้นของกรดในสารละลายทองแดงที่จะต้องการสกัด (pH) ความเข้มข้นของตัวสกัด (% vol LIX64N) และอัตราส่วนการใช้สารละลายตัวสกัดต่อสารละลายทองแดง (O/A)

4) ศึกษาการสกัดทองแดงด้วยเครื่องสกัดแบบคอลัมน์ RDC เพื่อพิจารณาองค์ประกอบที่มีอิทธิพลต่อประสิทธิภาพการสกัดทองแดง ได้แก่ความเข้มข้นของกรดในสารละลายทองแดงที่ต้องการสกัด (pH) และอัตราส่วนการใช้สารละลายตัวสกัดต่อสารละลายทองแดง (O/A)

5.1.2 การดำเนินการวิจัย

การหาค่าความสามารถจับทองแดงไว้ได้สูงสุดของตัวสกัด ซึ่งเป็นปริมาณทองแดงที่มากที่สุดที่ตัวสกัดสามารถรับไว้ได้ ทำโดยการนำตัวสกัดไปจับทองแดงซ้ำกันหลาย ๆ ครั้ง โดยใช้ตัวสกัดตัวเดิมแต่เปลี่ยนสารละลายทองแดงใหม่ ทำการสกัดจนปริมาณทองแดงในสารละลายตัวสกัดไม่เพิ่มขึ้นอีก ในการวิจัยนี้จะศึกษาความสามารถจับทองแดงของสารละลายตัวสกัดที่มีค่าความเข้มข้นของตัวสกัดต่าง ๆ กัน เมื่อทำการสกัดทองแดงจากสารละลายที่มีค่า pH ต่าง ๆ กัน

การหาความสามารถจับทองแดงของตัวสกัดที่ภาวะสมดุลของการสกัดทองแดง ทำโดยการนำเอาสารละลายทองแดงที่มีความเข้มข้นทองแดงและค่า pH ต่าง ๆ กัน มาสกัดกับสารละลายตัวสกัดโดยใช้อัตราส่วน O/A หลาย ๆ ค่า ทำการสกัดทองแดงจนถึงจุดสมดุลของปฏิกริยาการสกัดทองแดง ซึ่งการเปลี่ยนอัตราส่วน O/A แต่ละครั้งจะทำให้ได้ความเข้มข้นทองแดงในสารละลายที่ภาวะสมดุลใหม่อีกค่าหนึ่ง สามารถนำไปสร้างกราฟความสัมพันธ์ที่สภาวะสมดุลระหว่างความเข้มข้นทองแดงในสารละลายตัวสกัดกับความเข้มข้นทองแดงในสารละลายทองแดง

การสกัดทองแดงแบบให้สารละลายไหลสวนทางกัน 3stage ทำโดยการกวนสารละลายให้ผสมกันในมิคเกอร์และใช้เวลาในการกวนให้นานเพียงพอที่จะทำให้การถ่ายเทมวลสารระหว่างสารละลายสองเฟสเข้าสู่ภาวะสมดุลแล้วจึงแยกสารละลายนำไปสกัดทองแดงในมิคเกอร์ถัดไป โดยจัดให้ลำดับการถ่ายเทสารละลายเป็นแบบการไหลสวนทางกัน ซึ่งจะทำให้ตัวสกัดสามารถจับทองแดงไว้ได้มากเนื่องจากการจับทองแดงจะเพิ่มขึ้นทีละน้อย แล้วจึงศึกษาองค์ประกอบที่มีอิทธิพลต่อประสิทธิภาพการสกัดทองแดง อาทิเช่น ค่า pH ของสารละลายทองแดง อัตราส่วนการใช้สารละลายตัวสกัด (O/A) และความเข้มข้นของตัวสกัดเป็นต้น

การสกัดทองแดงในคอลัมน์แบบ RDC ทำโดยการนำเอาคอลัมน์ RDC ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 7.62 เซนติเมตร สูง 90.17 เซนติเมตรมาใช้ การนำคอลัมน์มาใช้งานจะต้องทดลองหาขีดความสามารถในการทำงานได้สูงสุดโดยไม่เกิดการ flooding ซึ่งพิจารณาได้จากค่าความจุของคอลัมน์แล้วจึงนำมาสกัดทองแดงเพื่อศึกษาองค์ประกอบที่มีอิทธิพลต่อประสิทธิภาพการสกัดทองแดง อาทิเช่น ค่า pH ของสารละลายทองแดง ค่าอัตราส่วนการใช้สารละลายตัวสกัด (O/A)

5.1.3 ประโยชน์ที่จะได้รับจากการวิจัย

จากการศึกษาคุณสมบัติของตัวสกัดและองค์ประกอบที่มีอิทธิพลต่อคุณสมบัติของตัวสกัดจะทำให้รู้ขอบเขตของการนำเอาตัวสกัดไปใช้งานให้เหมาะสมกับคุณลักษณะของสารละลายทองแดงที่ได้จากการละลายแร่ด้วยกรด ซึ่งมีความเข้มข้นของกรดและความเข้มข้นของทองแดงที่แตกต่างกันไปตามแบบของการละลายแร่ด้วยกรด และชนิดของแร่ทองแดง

การศึกษาการใช้เครื่องสกัดแบบให้สารละลายไหลสวนทางกัน 3 stage อย่างต่อเนื่องและเครื่องสกัดแบบคอลัมน์เพื่อสกัดทองแดงจากสารละลายทองแดงที่ได้จากการละลายแร่ด้วยกรดจะ

ใช้เป็นข้อมูลเพื่อนำเอาตัวสกัดไปใช้งานในเครื่องสกัดที่ใช้ในโรงงานอุตสาหกรรมเพื่อการผลิตทองแดงจากแร่ทองแดงเปอร์เซนต์ต่ำต่อไปในอนาคต

5.2 <u>เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง</u>

5.2.1 เครื่องกวนแบบกังหันใบพัดสี่ใบ (รูปที่ 5.1)

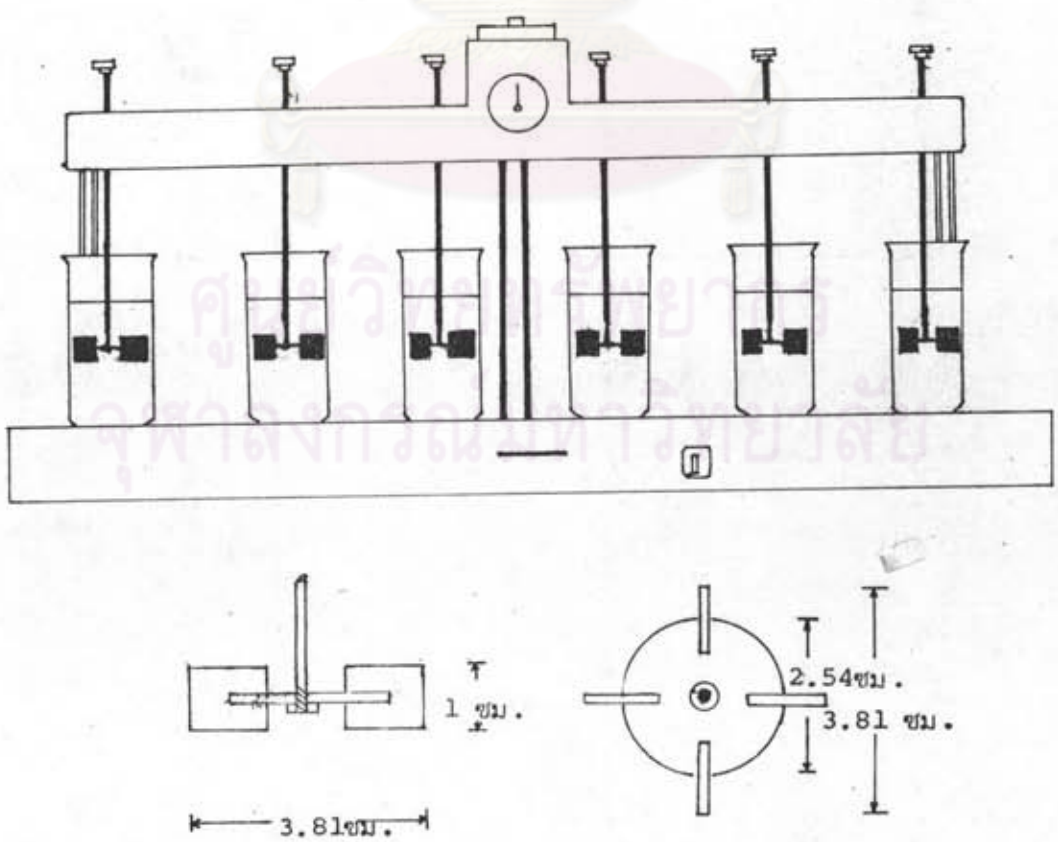
ลักษณะเครื่องมือเป็นการใช้ใบพัดแบบกังหัน (Turbine) เพื่อกวนสารละลายผสมระหว่างสารละลายทองแดงและสารละลาย LIX64N ซึ่งละลายอยู่ในน้ำมันก๊าด ทำให้สารละลาย LIX64N แตกตัวเป็นหยดเล็ก ๆ แทรกเข้าไปในสารละลายทองแดง และสามารถทำงานได้ดี เมื่อทำการกวนสารละลายประมาณ 300 มิลลิลิตรในบีคเกอร์ขนาด 500 มิลลิลิตร

รายละเอียดเกี่ยวกับเครื่องมือ มีดังนี้

ใบพัดชนิดพลาสติกขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 3.81 เซนติเมตร

รอบการหมุน 400 รอบต่อนาที (สามารถปรับรอบให้ช้าลงได้)

แรงขับใบพัด มอเตอร์ D.C.220V.ขนาด1/12 แรงม้า



รูปที่ 5.1 เครื่องกวนแบบกังหันใบพัดสี่ใบ และขนาดของใบพัดกวน

5.2.2 เครื่องสกัดแบบคอลัมน์

ลักษณะของเครื่องสกัดแบบคอลัมน์ RDC มีขนาดส่วนต่าง ๆ พิจารณาได้จากรูปที่ 5.2 มีรายละเอียดดังนี้

ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางคอลัมน์ (d_T) = 7.62 เซนติเมตร

ความสูงของคอลัมน์ (Z_T) = 90.17 เซนติเมตร

ช่องเปิดขั้นกั้นวงแหวน (d_S) = 4.76 เซนติเมตร

ระยะห่างระหว่างขั้นกั้นวงแหวน (Z_C) = 3.81 เซนติเมตร

ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางใบพัดกวน (d_R) = 4.13 เซนติเมตร

วัสดุที่ใช้ทำคอลัมน์และการควบคุมการทำงานพิจารณาได้จากรูปที่ 5.3 ดังนี้

คอลัมน์ PVC สี่เหาทึบแสง ขั้นกั้นวงแหวน และใบพัดกวนทำจากพลาสติกชนิด acrylic plastic มีความหนา 0.48 ซม. ส่วนใบพัดกวนติดอยู่กับแกนหมุนสแตนเลส ซึ่งมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.79 ซม. ตอนบนของแกนหมุนติดอยู่กับมู่เล่ ซึ่งต่อสายพานรับกำลังจากมอเตอร์ขนาด 1/4 แรงม้าการปรับรอบของแกนหมุน สามารถปรับได้เป็น 420 รอบต่อนาที และ 770 รอบต่อนาที โดยใช้วิธีเปลี่ยนขนาดของมู่เล่ และการวัดรอบของการหมุนใช้เครื่องวัดรอบ (Tachometer)

สารละลายทั้งสองเฟสจะถูกสูบขึ้นไปบนถังเก็บเหนือคอลัมน์ ซึ่งถังเก็บจะมีท่อน้ำล้นเพื่อรักษาระดับของสารละลายให้คงที่ตลอดเวลาในการทดลอง สารละลายถูกปล่อยเข้าสู่คอลัมน์โดยผ่านโรตามิเตอร์ เพื่อวัดและควบคุมอัตราการไหลของสารละลาย

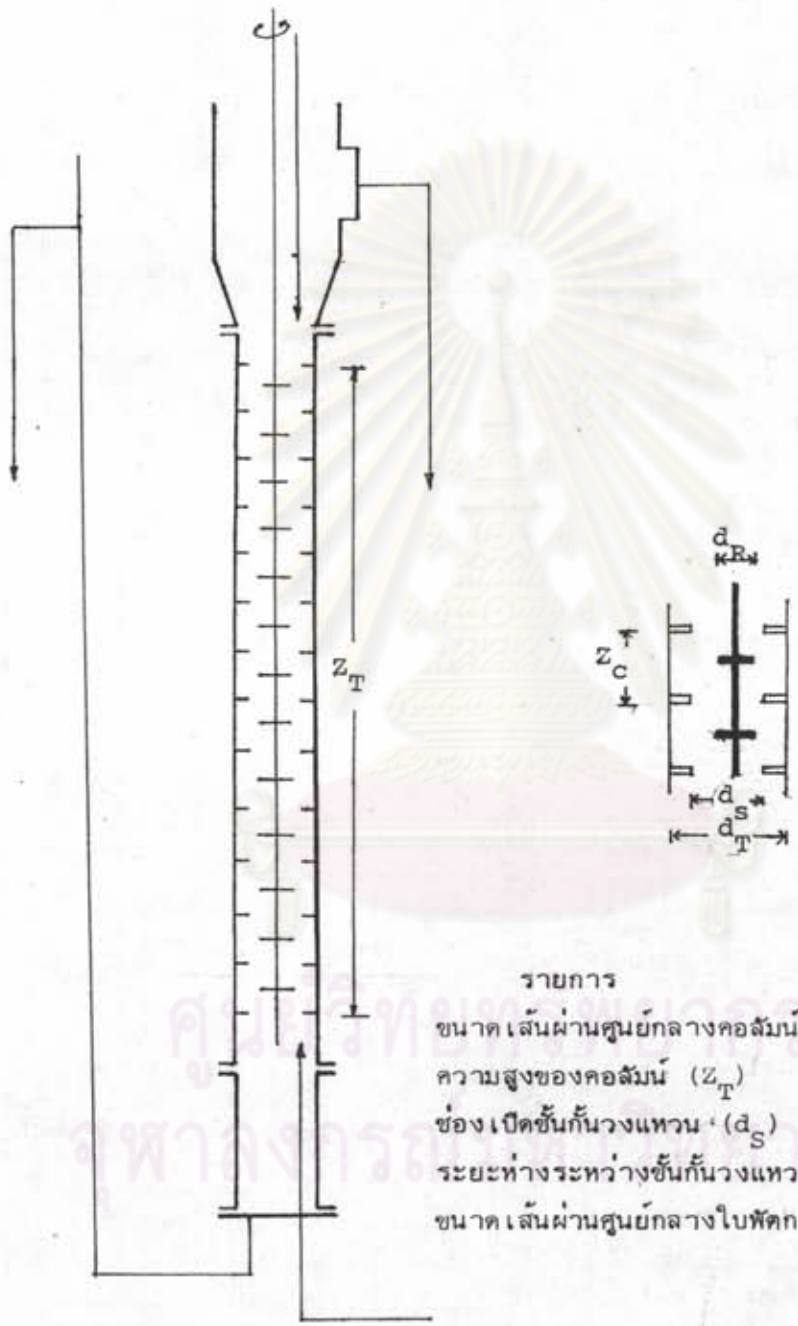
ส่วนการควบคุมระดับของผิวสัมผัสระหว่างเฟส ในคอลัมน์ใช้วิธียกระดับของทางออกของสารละลายทองแดงให้สูงขึ้นซึ่งจะทำให้ผิวสัมผัสระหว่างเฟสของสารละลายยกระดับสูงตามด้วย

5.3 วิธีทดลอง

5.3.1 การหาความสามารถจับทองแดงไว้ได้สูงสุดของตัวสกัด

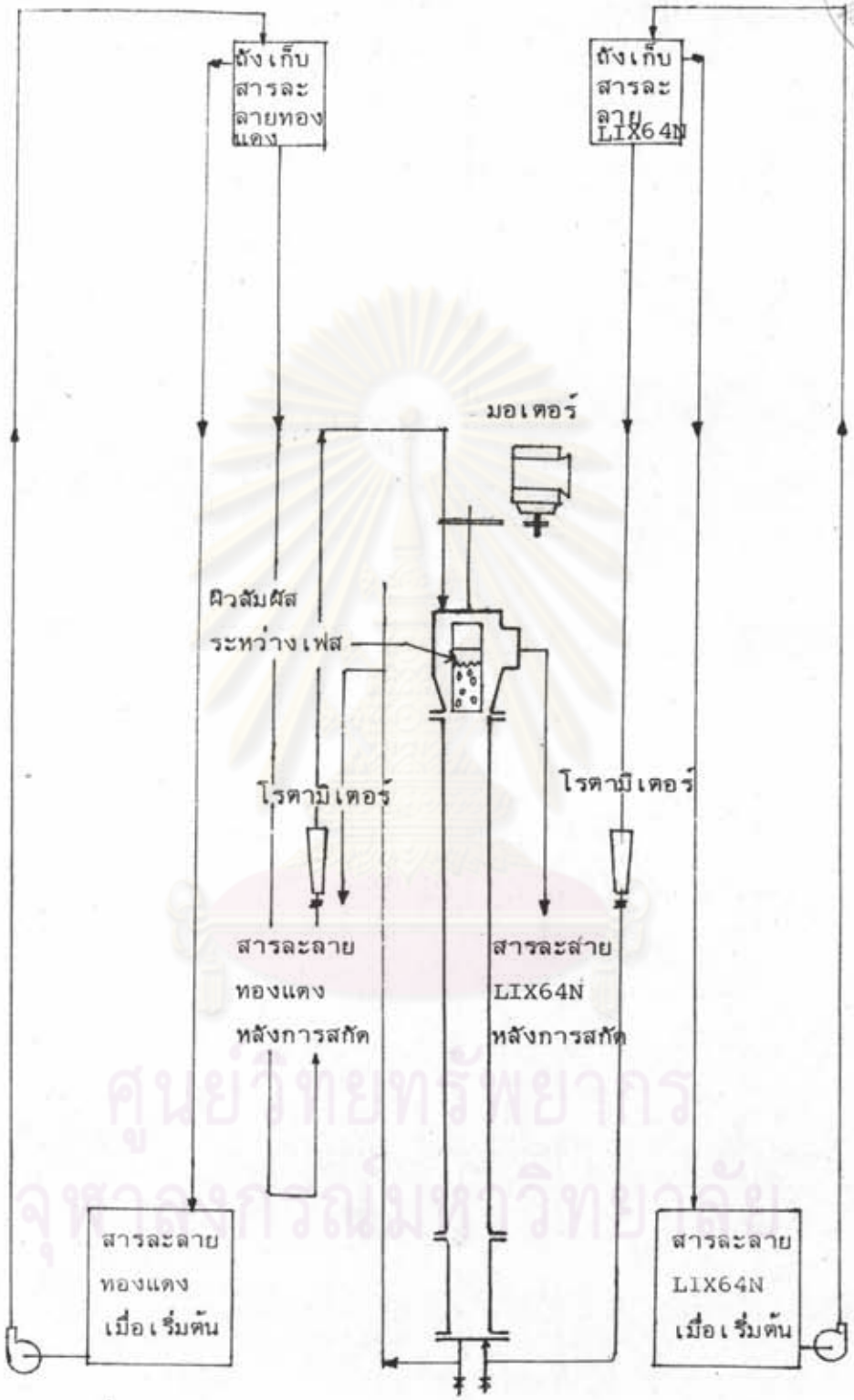
1) เตรียมสารละลาย LIX64N ที่มีความเข้มข้นร้อยละ 5 ร้อยละ 9.5 และร้อยละ 15 โดยปริมาตร โดยละลาย LIX64N ในน้ำมันก๊าดชนิด commercial grade

2) เตรียมสารละลายทองแดงที่มีความเข้มข้นประมาณ 4 กรัม ต่อลิตร โดยใช้ผลึกทองแดงซัลเฟตละลายในน้ำ แล้วปรับความเป็นกรดด่าง (pH) ของสารละลายด้วยสารละลายกรดกำมะถัน และด่างโซดาแผดเผา



รายการ	ขนาด	
ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางคอลัมน์ (d_T)	7.62	เซนติเมตร
ความสูงของคอลัมน์ (Z_T)	90.17	เซนติเมตร
ช่องเปิดชั้นกั้นวงแหวน (d_S)	4.76	เซนติเมตร
ระยะห่างระหว่างชั้นกั้นวงแหวน (Z_C)	3.81	เซนติเมตร
ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางใบพัดกวน (d_R)	4.13	เซนติเมตร

รูปที่ 5.2 ขนาดของคอลัมน์ RDC



รูปที่5.3 การทำงานของเครื่องสกัดแบบคอลัมน์ RDC

3) นำสารละลายทั้งสองผสมกันในกรวยแยก (separation funnel) ขนาด 500 มิลลิลิตร โดยมีอัตราส่วนผสมชนิดละ 100 มิลลิลิตร เขย่าอย่างต่อเนื่องใช้เวลาในการเขย่า 15 นาที

4) ทิ้งไว้ให้สารละลายแยกชั้นจากกันเป็นเวลา 20 นาที แล้วแยกสารละลายทองแดงซัลเฟตออกให้หมดนำไปวัดค่า pH แล้วเติมสารละลายทองแดงซัลเฟตที่เตรียมในข้อ (2) ลงไปใหม่

5) เขย่าเพื่อทำการสกัดต่อไป จนกว่าสารละลายทองแดงซัลเฟตที่เติมเข้าไปใหม่จะมีค่า pH ไม่เปลี่ยนแปลง

6) วิเคราะห์หาความเข้มข้นของทองแดงในสารละลาย LIX 64N โดยใช้เครื่อง Atomic absorption spectrophotometer (Varian Model AA 4)

5.3.2 การหาภาวะสมดุลของการแลกเปลี่ยนประจุทองแดง

1) เตรียมสารละลาย LIX 64N ที่มีความเข้มข้นร้อยละ 9.5 และร้อยละ 15 โดยปริมาตร โดยละลาย LIX 64N ด้วยน้ำมันก๊าด ชนิด commercial grade

2) เตรียมสารละลายทองแดงซัลเฟต ที่มีความเข้มข้นทองแดงตั้งแต่ 1.0 ถึง 5.0 กรัมต่อลิตร และมีค่า pH ตั้งแต่ 0.85 ถึง 1.7 โดยใช้ผลึกทองแดงซัลเฟตชนิด commercial grade ละลายในน้ำแล้วปรับความเป็นกรด-ด่าง (pH) ของสารละลาย ด้วยสารละลายกรดกำมะถันหรือด่างโซดาแผดเผา

3) นำสารละลายทั้งสองผสมกันในบีคเกอร์ขนาด 500 มิลลิลิตร โดยมีอัตราส่วนผสม O/A (O = organic, A = aqueous) ดังนี้

Organic/Aqueous	คิดเป็นอัตราส่วนผสม O/A
50 ml/200 ml	1/4
50 ml/100 ml	1/2
100 ml/100 ml	1/1
150 ml/100 ml	3/2
100 ml/ 50 ml	2/1
200 ml/ 50 ml	4/1

4) กวนสารละลายผสมทั้งสองเข้าด้วยกัน ด้วยเครื่องกวนแบบกังหันใบพัด 4 ใบ ใช้เวลาในการกวน 15 นาที

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

5) แยกชั้นน้ำสารละลายทองแดงซัลเฟตไปวัดค่า pH และวิเคราะห์หาปริมาณทองแดงโดยใช้เครื่อง Atomic absorption spectrophotometer ส่วนปริมาณทองแดงในสารละลาย LIX 64N คำนวณได้จากปริมาณทองแดงที่ถูกสกัดไปจากสารละลายทองแดงซัลเฟต

5.3.3 การสกัดแบบให้สารละลายไหลสวนทางกัน 3 stage

1) เตรียมสารละลายทองแดงซัลเฟต ที่มีความเข้มข้นทองแดงประมาณ 3.0 กรัมต่อลิตร และมีความเป็นกรดที่ค่า pH 0.6 ถึง 1.8

2) เตรียมสารละลาย LIX 64N ที่มีความเข้มข้นร้อยละ 9.5 และร้อยละ 15 โดยปริมาตรโดยละลาย LIX 64N ในน้ำมันก๊าดชนิด commercial grade

3) เติมสารละลายทั้งสองลงในบีคเกอร์ปริมาตร 500 มิลลิลิตร จำนวน 3 ใบ แต่ละใบใช้ปริมาตรของสารละลาย LIX 64N และสารละลายทองแดงซัลเฟตชนิดละ 100 มิลลิลิตร

4) กวนสารละลายให้ผสมกันด้วยเครื่องกวนแบบใบพัดสี่ใบ เป็นเวลา 15 นาที แล้วเทลงในกรวยแยก (Separation Funnel) ตั้งไว้ให้สารละลายแยกตัวออกจากกันเป็นเวลา 20 นาที

5) เปลี่ยนสารละลายที่ใช้ผสมกันในแต่ละบีคเกอร์ โดยปล่อยสารละลายทั้งสองจากกรวยแยกลงในบีคเกอร์ ดังนี้

ชั้นของสารละลาย LIX 64N

ปล่อยสารละลาย LIX 64N จากบีคเกอร์ที่ 1 ออกเก็บไว้

ปล่อยสารละลาย LIX 64N จากบีคเกอร์ที่ 2 ลงในบีคเกอร์ที่ 1

ปล่อยสารละลาย LIX 64N จากบีคเกอร์ที่ 3 ลงในบีคเกอร์ที่ 2

เติมสารละลาย LIX 64N เข้าไปใหม่ในบีคเกอร์ที่ 3

ชั้นของสารละลายทองแดงซัลเฟต

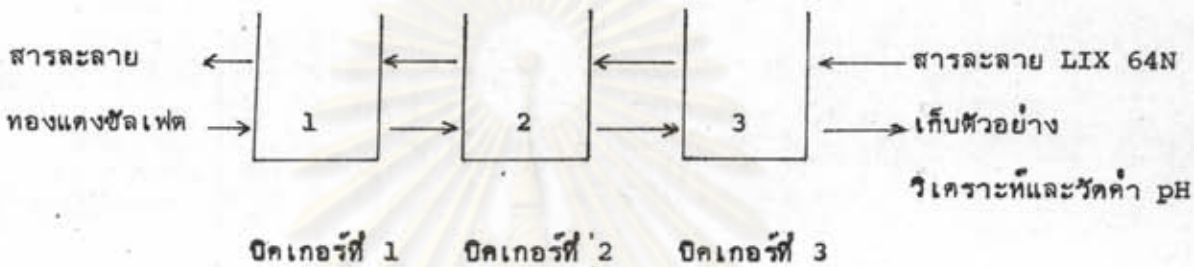
ปล่อยสารละลายทองแดงซัลเฟต จากบีคเกอร์ที่ 3 เก็บตัวอย่างวัดค่า pH และหาค่าความเข้มข้นของทองแดง

ปล่อยสารละลายทองแดงซัลเฟต จากบีคเกอร์ที่ 2 ลงในบีคเกอร์ที่ 3

ปล่อยสารละลายทองแดงซัลเฟต จากบีคเกอร์ที่ 1 ลงในบีคเกอร์ที่ 2

เติมสารละลายทองแดงซัลเฟต เข้าไปใหม่ในบีคเกอร์ที่ 1

6) ทำการทดลองซ้ำในข้อ 4 และข้อ 5 ต่อไป จนกว่าค่า pH ของสารละลายทองแดงซัลเฟตที่ปล่อยออกจากบีคเกอร์ที่ 3 จะมีค่า pH คงที่ติดต่อกัน 3 ครั้ง จึงหยุดการทดลอง แล้วหาปริมาณทองแดงในสารละลายทองแดงซัลเฟตที่ปล่อยจากบีคเกอร์ที่ 3 ใน 3 ครั้งสุดท้ายและในขั้นทั้งสองของสารละลายในบีคเกอร์ทั้ง 3 ใบ โดยใช้เครื่อง Atomic absorption spec - trophotometer



รูปที่ 5.4 แผนภูมิการสกัดแบบให้สารละลายไหลสวนทางกัน 3 stage

5.3.4 การสกัดทองแดงโดยใช้เครื่องสกัดแบบคอลัมน์ RDC

5.3.4.1 การหาค่าความจุของคอลัมน์

1) ปล่อยให้น้ำสะอาดไหลเข้าคอลัมน์ทางด้านบน ปรับทางออกของน้ำซึ่งอยู่ที่ส่วนล่างของคอลัมน์ โดยการยกระดับทางออกของน้ำให้สูงขึ้นจนมีน้ำบรรจุอยู่เต็มคอลัมน์ก่อนไหลออกจากคอลัมน์ไป

2) ปล่อยให้น้ำมันก๊าดไหลเข้าทางด้านล่างของคอลัมน์ แล้วลอยผ่านตัวกวนแบบ แผ่นกลม ซึ่งสามารถปรับอัตราเร็วของการหมุนได้ ที่ส่วนบนของคอลัมน์จะเกิดแนวระดับของสารละลายทั้งสองแยกขั้นออกจากกัน (interface)ซึ่งจะมีระดับคงที่อยู่ต่ำกว่าทางออกของน้ำมัน

3) เพิ่มอัตราการไหลของน้ำมันก๊าดทีละน้อย จนกว่าระดับผิวสัมผัสระหว่างเฟสเริ่มจะสูงขึ้น ซึ่งต่อมาจะสูงขึ้นเรื่อย ๆ จนในที่สุดจะมีน้ำปนกับน้ำมันไหลออกทางช่องทางออกของน้ำมัน

4) เปลี่ยนอัตราการไหลของน้ำที่ไหลเข้าคอลัมน์ใหม่ พร้อมกับหาอัตราไหลของน้ำมันที่ทำให้เกิดการ flooding ซึ่งผลรวมอัตราการไหลของสารละลายทั้งสองเฟสของการทดลองแต่ละครั้ง เรียกว่าความจุสูงสุดของคอลัมน์

5.3.4.2 การหาประสิทธิภาพการสกัดทองแดงโดยใช้เครื่องสกัดแบบคอลัมน์ RDC

1) เตรียมสารละลาย LIX64N ร้อยละ 15โดยปริมาตร ประมาณ 50 ลิตร โดยละลาย LIX64N ในน้ำมันก๊าดชนิด commercial grade

2) เตรียมสารละลายทองแดงความเข้มข้นทองแดงประมาณ 3.50 กรัมต่อลิตร ปริมาตร 50 ลิตร โดยเตรียมจากผลึกทองแดงซัลเฟตชนิด commercial grade และปรับค่า pH ของสารละลายด้วยกรดกำมะถัน หรือ ด่างโซดาแผดเผา

3) ปล่อยให้สารละลายทองแดงไหลเข้าคอลัมน์จนเต็ม โดยปล่อยให้เข้าทางด้านบนของคอลัมน์ พร้อมทั้งให้มีการกวนสารละลาย โดยใช้รอบในการกวน 770 รอบต่อนาที

4) ปล่อยให้สารละลาย LIX 64N ไหลเข้าคอลัมน์ทางด้านล่างของคอลัมน์ พร้อมทั้งปรับอัตราการไหลของสารละลายตามต้องการ โดยไม่เกิดการ flooding

5) เก็บตัวอย่างของสารละลายทองแดงที่ออกจากคอลัมน์ทุก 10 นาทีถึง 30 นาที เพื่อนำไปวัดค่า pH และวิเคราะห์ความเข้มข้นของทองแดง

6) ดำเนินการทดลองต่อไปจนกว่าค่า pH หรือความเข้มข้นของสารละลายทองแดงจะมีค่าคงที่ติดต่อกันเป็นเวลาอย่างน้อย 30 นาที

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย