

การดำเนินการทดลอง เครื่องมือ และผลการทดลอง

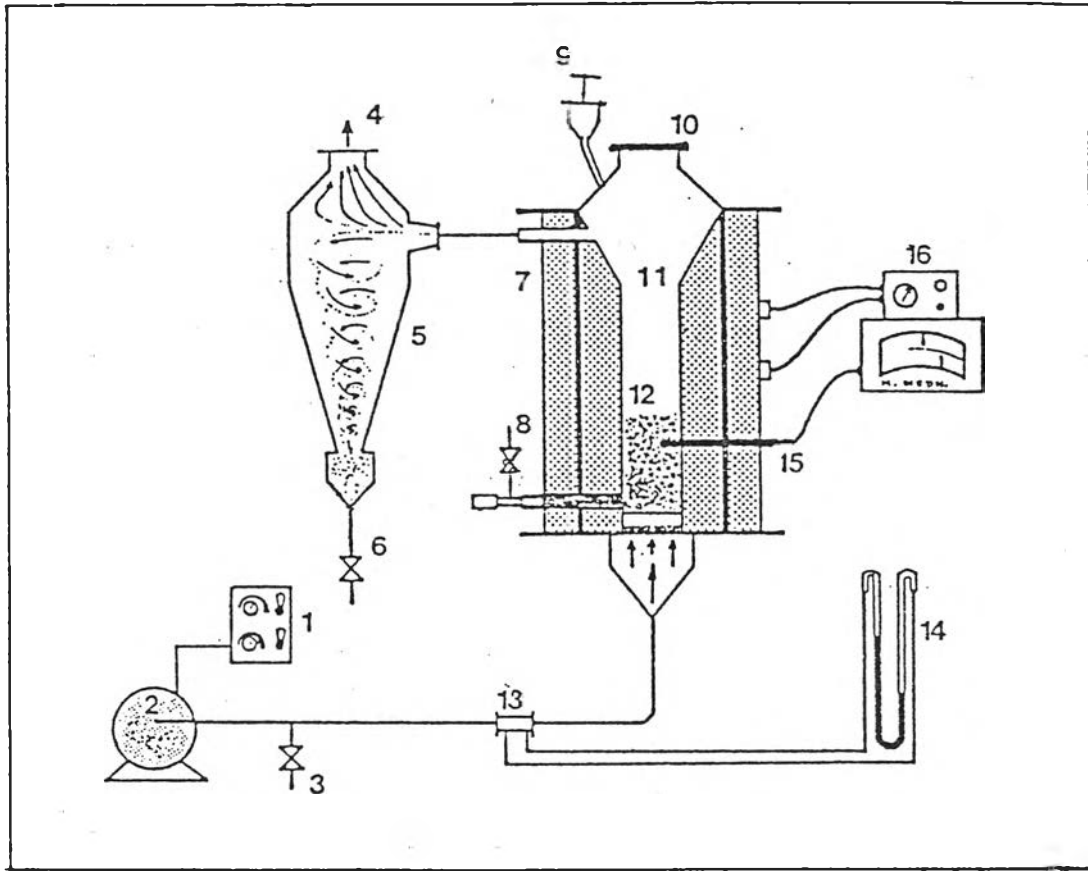
3.1 เครื่องมือและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง มีดังนี้

1. เครื่อง Atomic absorption/flame emission spectrophotometer model AA-670 ของบริษัท Shimadzu
2. เครื่อง Flame photometer model 400 ของบริษัท Corning ประเทศสหรัฐอเมริกา
3. เครื่อง X-ray fluorescence spectrometer model JSX-60 ของบริษัท Jeol และเครื่อง X-ray fluorescence spectrometer model EDXRF XR-200 ของบริษัท Link System Ltd.
4. เครื่อง X-ray diffraction spectrometer ของบริษัท Phillips model TW 1130/91 (generator) Cu K α (radiator)
5. เครื่อง Thermal analyzer model DT-30 ของบริษัท Shimadzu
6. เครื่อง Inductive coupled plasma spectrometer model TCPS-50 ของบริษัท Shimadzu
7. เตาไฟฟ้า (Electric furnace) ที่ควบคุมอุณหภูมิได้สูงสุด 1200 องศาเซลเซียส ของบริษัท Thermolyne
8. ตู้อบไฟฟ้า (Oven) ที่ควบคุมอุณหภูมิได้สูงสุด 220 องศาเซลเซียส ของบริษัท Yamato model DFM-61
9. เครื่องย่อยหิน (Jaw Crusher) ผลิตโดยคณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
10. เครื่องบดละเอียด (Disc mill) Type T.2 250 ของบริษัท Siebtechnik

11. เครื่องร่อนสารพร้อมเครื่องเขย่า ของบริษัท Retch ประเทศเยอรมันนี
12. เครื่องดูดสุญญากาศ (Vacuum pump) ของบริษัท General electric
13. เครื่องให้ความร้อนแบบผิวหน้าเรียบ (Hot plate) ของบริษัท SYBRON/Thermolyne
14. เครื่องคนด้วยแม่เหล็ก (Magnetic stirrer) ของบริษัท Fisher
15. เครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง (pH-meter) model PHM.83 ของบริษัท Radiometer Copenhagen
16. ขวดหาความถ่วงจำเพาะ (Pycnometer) ขนาด 10.0 cm^3
17. เตาเผาแบบฟลูอิดไอเซชัน (Fluidization furnace) เป็นเตาแบบทรงกระบอกตั้งตรง ดังแสดงในรูปที่ 3.1

เตานี้สร้างด้วยเหล็กทรงกระบอก ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางภายนอก 30 เซนติเมตร สูง 65.0 เซนติเมตร ภายในมีซีเมนต์ทนไฟหล่อติดผนังต่อเหล็กหนา 11.5 เซนติเมตร สูงเท่ากับความสูงของเตา ด้านล่างเป็นตะแกรงเจาะรูขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 200 ไมโครเมตร รองรับแร่โคโลไมต์ที่จะเผา ด้านข้างของเตาเจาะรูขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 4.0 เซนติเมตร อยู่เหนือแผ่นตะแกรง 5.0 เซนติเมตร มีวาล์ว (valve) ปิดเปิดสำหรับเป็นทางนำแร่ที่ผ่านการเผาแล้วออกจากเตา ส่วนบนของเตามีช่องที่ต่อกับวาล์วสำหรับเติมวัตถุดิบ และมีแผ่นไม้ก้ำไส สำหรับมองดูการทำงานภายในเตา มีทางออกสำหรับอากาศที่ผ่านจากเตาซึ่งต่อเข้ากับไซโคลอนใช้สำหรับจับฝุ่น หรือแร่ที่ลอยออกมาที่อากาศร้อน สำหรับชั้นของซีเมนต์ทนไฟ มีขลวดความร้อนขนาด 15 กิโลวัตต์ ขดอยู่รอบ ๆ เตา ตั้งแต่ด้านล่างของเตาจนถึงความสูงประมาณ 25 เซนติเมตร จากลวดความร้อนมีสายไฟแรงสูงต่อกับเครื่องควบคุมอุณหภูมิที่สามารถควบคุมอุณหภูมิได้ถึง 1200 องศาเซลเซียส ในเตามีช่องสำหรับสอดเทอร์โมคัปเพิล (Thermocouple) และต่อเข้ากับเครื่องควบคุมอุณหภูมิ เพื่อใช้วัดอุณหภูมิภายในเตา ส่วนด้านล่างของเตาต่อกับท่อที่ติดกับพัดลม สำหรับดูดอากาศที่จะทำให้เกิดปฏิกิริยาภายในเตา โดยมีอาร์มิเตอร์วัดความเร็วลมติดไว้ด้วย



- | | |
|--|---|
| 1. เครื่องควบคุมความเร็วของพัดลม | 9. ทางบ่อนวัตถุดิบ |
| 2. พัดลม | 10. ช่องกระจก |
| 3. By pass | 11. ส่วนเหนือเบด |
| 4. ทางออกของแก๊สร้อน | 12. ฟลูอิไดซ์เบด |
| 5. ไซโคลน | 13. Orifice |
| 6. ทางออกของฝุ่น | 14. Manometer |
| 7. ท่อจากเตาฟลูอิโคเซชันไปยังไซโคลน | 15. Thermocouple |
| 8. ทางเอา Product ออก และใช้สำหรับ
อุ่นเตาได้ด้วย | 16. เครื่องวัดและควบคุมอุณหภูมิภายใน
เตา |

รูปที่ 3.1 แสดงลักษณะเตาเผาฟลูอิโคเซชันที่ใช้ในการทดลอง

3.1.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง เป็น reagent grade ยกเว้นที่เขียน AR เป็น analytical grade

	บริษัทผู้ผลิต
กรดไฮโดรคลอริก	MERCK
กรดซัลฟูริก	MERCK
กรดไนตริก	MERCK
กรดไฮโดรฟลูออริก	Carlo Erba
สารละลายแอมโมเนียเข้มข้น	MERCK
แอมโมเนียมคลอไรด์ (AR)	MERCK
แอมโมเนียมออกซาลेट	Riedel-De Haen
แอมโมเนียมฟอสเฟต (AR)	May and Baker
อดีทีเอ	BDH
อะซีโตน	BDH
เมทิลเรด	MERCK
เอริโอโครม แบลค ที	BDH
PATTON AND REEDER'S INDICATOR	BDH
โพแทสเซียมคลอไรด์ (AR)	MERCK
โพแทสเซียมไซยาไนด์ (AR)	Carlo Erba
ไฮดรอกซิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (AR)	Riedel-De Haen
โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (AR)	BDH



3.1.3 สารละลายมาตรฐานที่ใช้ในการทดลอง

สารละลายที่ใช้เป็นมาตรฐานนี้เป็นสารละลายที่มีความเข้มข้นของแต่ละธาตุเท่ากับ 1 มิลลิกรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร สำหรับใช้วิเคราะห์ทาง Atomic absorption spectrophotometry, Flame photometry และ Inductive coupled plasma spectrometry

สารละลายมาตรฐาน	บริษัทผู้ผลิต
แมกนีเซียมไนเตรด	BDH
แคลเซียมไนเตรด	BDH
เฟอร์ริกไนเตรด	BDH
ซิลิคอน	BDH
อลูมิเนียมไนเตรด	Fluka
แมงกานีสไนเตรด	BDH
โพแทสเซียมไนเตรด	Fluka
โซเดียมไนเตรด	Fluka

3.2 สารตัวอย่างและการเตรียมสารตัวอย่างเพื่อนำไปศึกษา

โคโลไมต์ที่นำมาศึกษา เป็นโคโลไมต์สีขาวหม่นจากจังหวัดกาญจนบุรี นำมาย่อยให้มีขนาดเล็กลงโดยใช้เครื่องย่อยขนาดคือ jaw crusher จากนั้นสุมตัวอย่างแร่ที่ย่อยขนาดแล้วบดด้วยเครื่องบดละเอียดแบบ disc mill แล้วจึงทำการแยกขนาดของแร่ให้มีขนาดต่าง ๆ กัน ตั้งแต่ -30 เมช ถึง -200 เมช เก็บสารตัวอย่างที่ได้สำหรับทำการทดลองต่อไป

3.3 การทดลองหาสมบัติของแร่โคโลไมต์

3.3.1 การหาสมบัติทางกายภาพของแร่โคโลไมต์

3.3.1.1. การหาปริมาณความชื้น (45)

นำขวดซึ่งสารที่มีฝาปิด ไปอบที่อุณหภูมิ 115-120 องศาเซลเซียส จนได้น้ำหนักคงที่ นำตัวอย่างแร่ที่บดละเอียดแล้วใส่ในขวดซึ่งสารหนัก 2.0000 กรัม เปิดฝาไว้ นำไปอบที่อุณหภูมิ 115-120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วทำให้เย็นในเดซิเคเตอร์

ปิดฝาขวดแล้วนำไปชั่งน้ำหนัก จนได้น้ำหนักคงที่ ผลการทดลองดังแสดงไว้ในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 แสดงความชื้นในแร่โคลโลไมต์

ครั้งที่	น้ำหนักแร่ (กรัม)	น้ำหนักแร่หลังอบ (กรัม)	น้ำหนักแร่ที่หายไป (กรัม)	% ความชื้น
1	2.0000	1.9988	0.0012	0.06
2	2.0000	1.9989	0.0011	0.06
3	2.0000	1.9989	0.0011	0.06
ค่าเฉลี่ย				0.06±0.00

3.3.1.2 การหาความถ่วงจำเพาะของแร่โคลโลไมต์ (45) ทำได้ดังนี้

1. ชั่งชุกหาความถ่วงจำเพาะ (pycnometer) พร้อมจุกให้ทราบน้ำหนักแน่นอน
2. เติมน้ำตัวอย่างลงไปจำนวนหนึ่ง ประมาณ 0.5 กรัม แล้วนำไปชั่งให้ทราบน้ำหนักแน่นอน
3. เติมน้ำมันก๊าดซึ่งไม่มีสีลงในชุกพอประมาณให้พอท่วมสารตัวอย่าง นำไปใส่ภาชนะที่ถูกล้างไว้ด้วยเครื่องสูญอากาศ แล้วเติมน้ำมันก๊าดลงไปอีกจนเต็ม แล้วปิดจุก เช็ดภาชนะนอกชุกให้แห้งและสะอาด แล้วนำไปชั่งอีกครั้งหนึ่งให้ทราบน้ำหนักแน่นอน
4. เทสารตัวอย่างออก ล้างให้สะอาด เติมน้ำมันก๊าดให้เต็มชุก ปิดฝาจุก เช็ดภาชนะนอกชุกให้แห้งและสะอาด แล้วนำไปชั่งให้ทราบน้ำหนักที่แน่นอนอีกครั้งหนึ่ง
5. ล้างชุกให้สะอาด แล้วใส่ น้ำกลั่นให้เต็มชุก ปิดจุก เช็ดภาชนะนอกชุกให้แห้งและสะอาด แล้วนำไปชั่งให้ทราบน้ำหนักที่แน่นอน ผลการทดลองดังแสดงไว้ในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 แสดงผลการหาความถ่วงจำเพาะของแร่โคโลไมต์*

การทดลอง	น้ำหนักที่ชั่งได้ (กรัม)		
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3
ชวด + จุก	7.9997	8.7060	8.7060
ชวด + จุก + สารตัวอย่าง	8.5003	9.1858	9.2102
ชวด + จุก + น้ำมันก๊าด	15.8731	17.2578	17.2519
ชวด + จุก + สารตัวอย่าง + น้ำมันก๊าด	16.2319	17.6020	17.6104
ชวด + จุก + น้ำกลั่น	17.9628	19.5277	19.5257
ความถ่วงจำเพาะของน้ำมันก๊าด	0.7903	0.7903	0.7898
ความถ่วงจำเพาะของสารตัวอย่าง	2.7900	2.7964	2.7831
ความถ่วงจำเพาะของแร่โคโลไมต์เฉลี่ย	2.7898 ± 0.0067		

* วิธีการคำนวณรายละเอียดแสดงในภาคผนวก

3.3.1.3 การหาลักษณะการประกอบทางวิทยาแร่ของแร่โคโลไมต์โดยใช้เทคนิค

ทาง X-ray diffraction spectrometry

นำแร่โคโลไมต์ตัวอย่างที่บดละเอียดขนาด -200 เมช นำมาอัดให้เป็นแผ่นขนาดประมาณ 1 ตารางนิ้ว แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-ray diffraction spectrometer โดยใช้สภาวะการทดลองดังนี้

แหล่งกำเนิดรังสีเอ็กซ์	CuK α
พลังงานที่ใช้	40 กิโลวัตต์
กระแสไฟฟ้าที่ใช้	30 มิลลิแอมแปร์
แผ่นกรองรังสี	นิกเกิล (Ni)

ผลการทดลองดังแสดงในรูปที่ 3.2 นำค่า 2 θ ที่ได้มาเปลี่ยนให้เป็นค่า d จากนั้นทำการตรวจสอบโดยเทียบกับสารมาตรฐานจาก Data Card No.11-78

(46) ซึ่งจะเห็นได้ว่าผลที่ได้จากการวิเคราะห์ที่มีพีคใหญ่ ๆ นั้นตรงกัน ส่วนพีคเล็ก ๆ อาจแตกต่างกันบ้างเพราะองค์ประกอบทางเคมีของสารตัวอย่างและสารมาตรฐานแตกต่างกันเล็กน้อย อย่างไรก็ตาม เมื่อวิเคราะห์ X-ray diffraction pattern แล้ว แสดงว่าแร่เป็นแร่โคโลไมต์แน่นอน

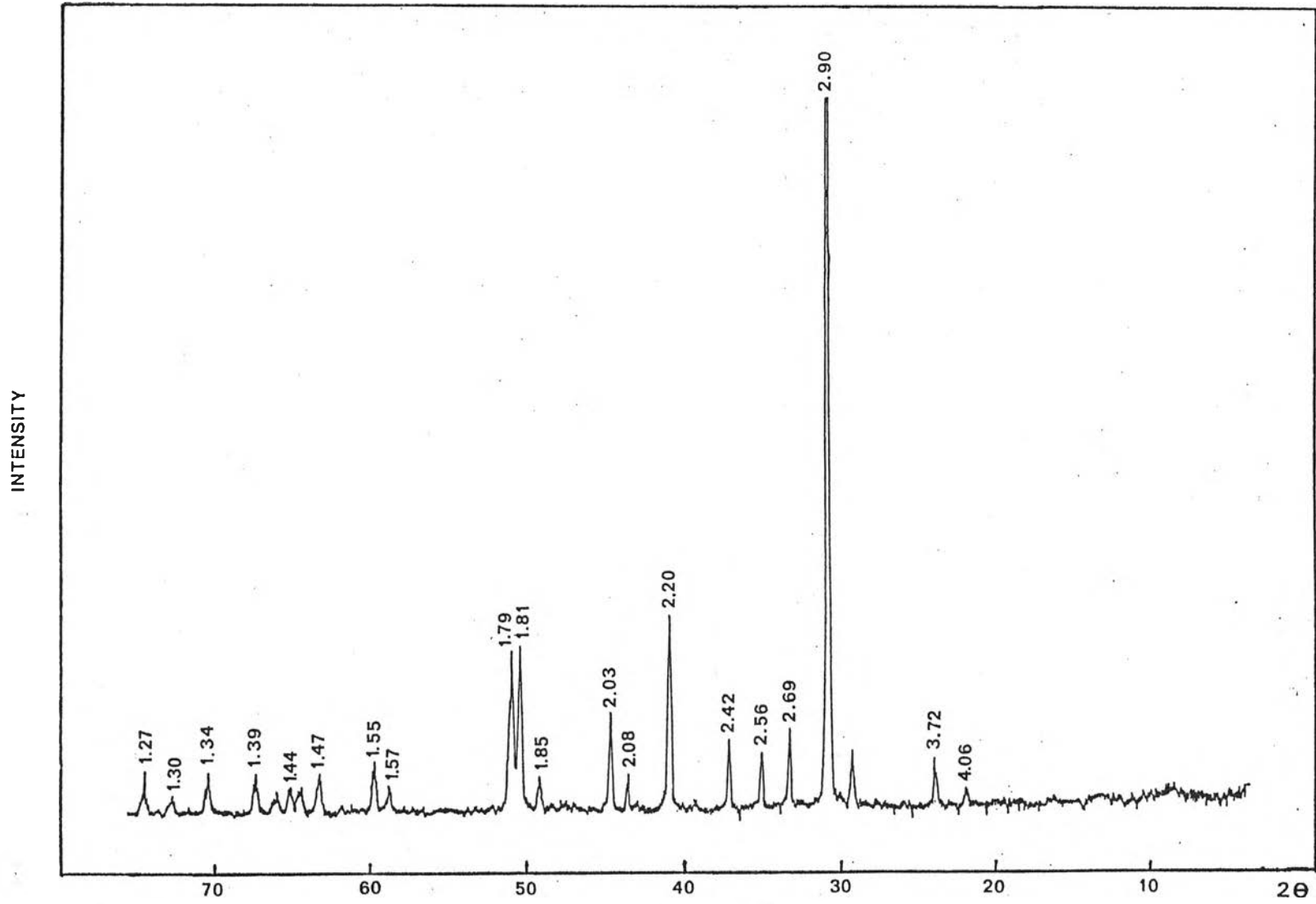
11-78

d	2.89	2.19	1.79	4.03	CaMg(CO ₃) ₂					
I/I ₁	100	30	30	<5	Calcium Magnesium Carbonate	Dolomite				
Rad. CuKα	λ 1.5418	Filter Ni	Dia.		d Å	I/I ₁	hkl	d Å	I/I ₁	hkl
Cut off	I/I ₁	Diffractometer			4.03	<5	101	1.389	15	030
Ref. Howie and Broadhurst, Am. Min. 43	1210-3	(195E)			3.69	5	012	1.335	10	0.0.12
					2.886	100	104	1.297	<5	217
Sys. Hexagonal (Rhombohedral)*	S.G. R $\bar{3}$	(148)			2.670	10	006	1.269	<5	0.2.10
a ₀ 4.8112	b ₀	c ₀ 16.02	A	C 3.33C	2.540	10	015	1.238	5	128
α	β	γ	Z 3	Dx 2.862	2.405	10	110	1.202	<5	220
Ref. ibid., refined on 33 Lines		V 321.22			2.192	30	113	1.168	<5	1.1.12
					2.066	5	021	1.144	<5	312
					2.015	15	202	1.123	5	2.1.10
					1.848	5	024	1.096	<5	226,309
εα	n ωβ 1.680	ε γ 1.503	Sigr -		1.804	20	018	1.068	<1	0.0.15
2V	D 2.86	mp	Color Colorless cr		1.786	30	116	1.008	5	404
Ref. ibid.			white		1.781		009	1.001	5	318
					1.567	10	211	0.973	<5	1.0.16
					1.545	10	122	.962	5	3.0.12
					1.496	1	1.0.10	.949	<1	322
Sample from Haley, Ross Twp., Ontario, Canada.					1.465	5	214	.930	<1	324
Analysis (wt. %): SiO ₂ 0.12, FeO 0.22, MgO 21.12,					1.445	5	028	.926	<5	2.1.14
CaO 31.27, Cl ₂ 47.22, H ₂ O 0.02.					1.431	10	119	.923	<5	408
					1.413	5	125	Plus 7 lines to		0.821

3.3.2 การหาสมบัติทางเคมีของแร่โคโลไมต์

3.3.2.1 การหาน้ำหนักที่หายไปเมื่อเผาที่อุณหภูมิสูง (47) (weight loss on ignition)

นำเข้าแพลทินัมพร้อมฝาปิดที่จะใช้สำหรับทดลอง ไปเผาในเตาไฟฟ้าที่ควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 400 องศาเซลเซียส แล้วค่อย ๆ เพิ่มอุณหภูมิจนถึง 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลาครึ่งชั่วโมง แล้วลดอุณหภูมิให้เย็นพอสมควร นำเข้าแพลทินัมพร้อมฝาใส่ในเคชิกเคเตอร์ ทิ้งไว้ให้เย็นแล้วนำไปชั่งน้ำหนักไว้ จากนั้นชั่งสารตัวอย่างหนักประมาณ 1.00 กรัม ให้ทราบน้ำหนักที่แน่นอน นำไปเผาในเตาไฟฟ้าที่ควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 400 องศาเซลเซียส ปิดฝา แล้วเพิ่มอุณหภูมิจนถึง 1000 องศาเซลเซียส แล้วเผาต่ออีกครึ่งชั่วโมง ลดอุณหภูมิลงให้เย็นพอสมควรแล้วนำมาทำให้เย็นในเคชิกเคเตอร์ ชั่งน้ำหนักไว้จนน้ำหนักคงที่ ก็จะหาน้ำหนักที่หายไปจากการเผาได้ ผลการทดลองดังแสดงไว้ในตารางที่ 3.3



รูปที่ 3.2 แสดง X-ray diffraction pattern ของแร่โคลโลไมต์ที่ใช้

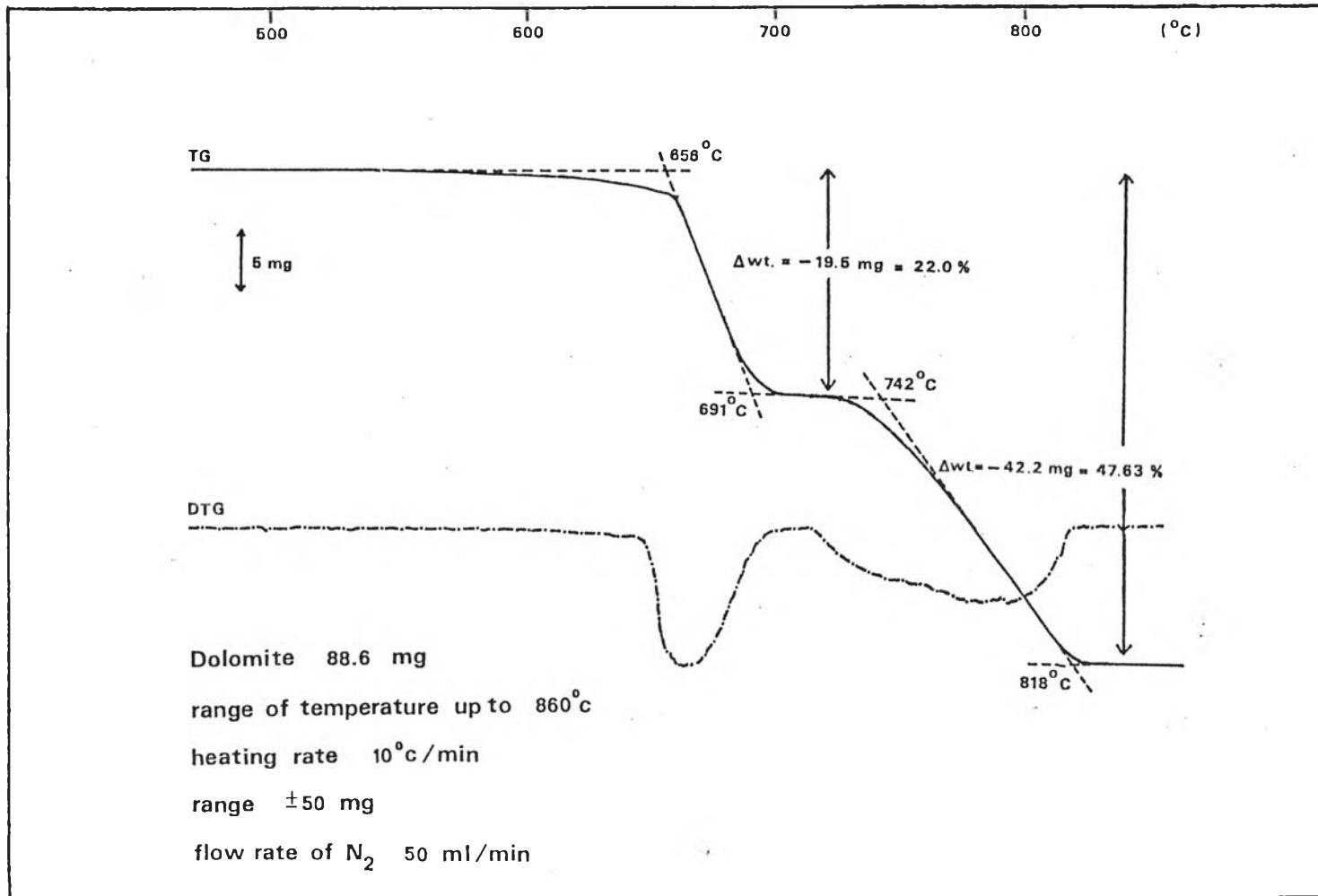
ตารางที่ 3.3 แสดงผลการหาน้ำหนักที่หายไปเมื่อเผาที่อุณหภูมิสูง ๆ (1000 องศาเซลเซียส)

การทดลอง	น้ำหนักที่ชั่งได้ (กรัม)		
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3
น้ำหนักแร่ก่อนเผา	1.0050	1.0012	1.0008
น้ำหนักแร่หลังเผา	0.5305	0.5286	0.5283
น้ำหนักแร่ที่หายไป	0.4744	0.4726	0.4725
% น้ำหนักแร่ที่หายไป	47.20	47.20	47.21

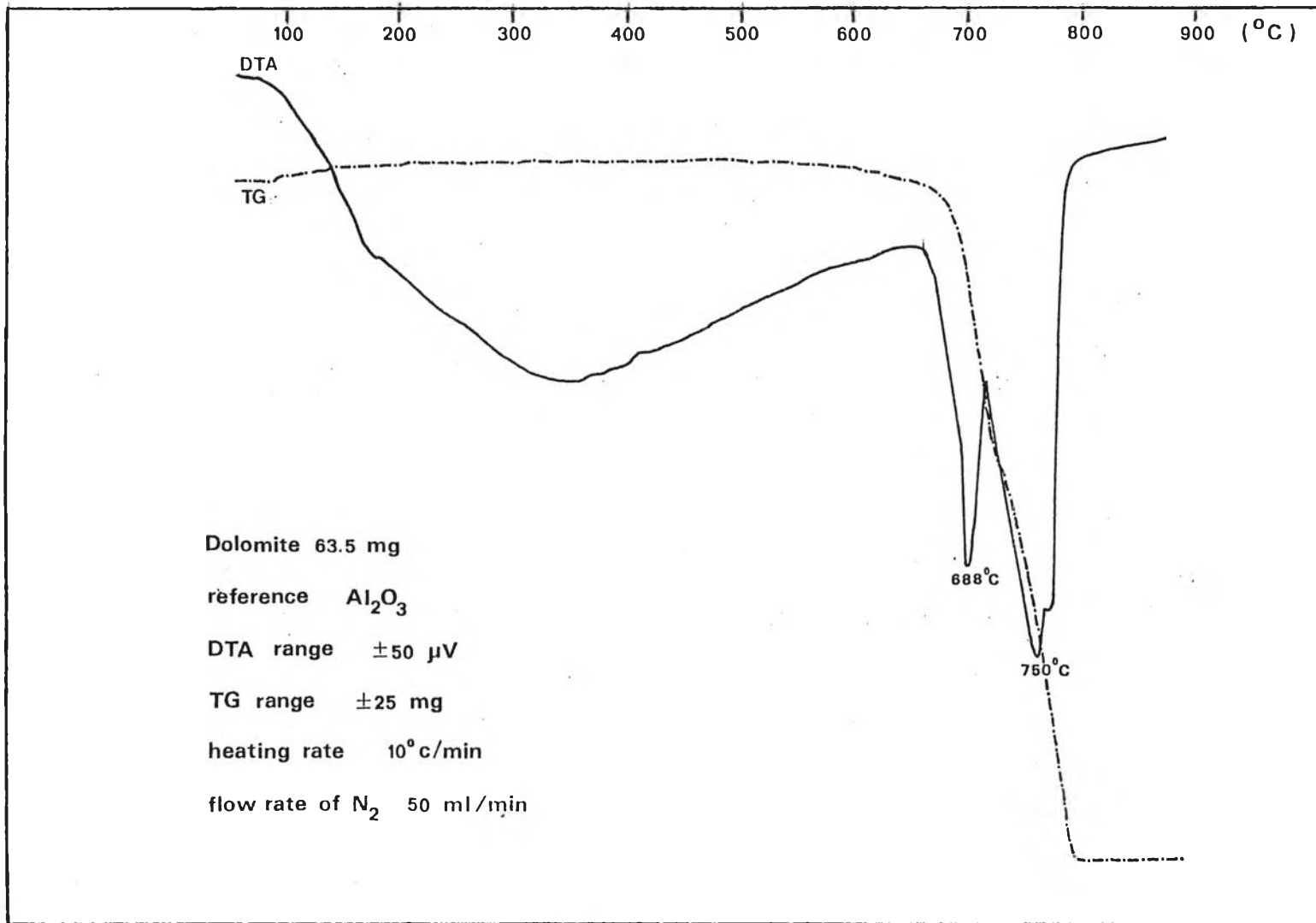
% น้ำหนักที่หายไปของแร่โคโลไมต์เมื่อเผาที่ 1000 องศาเซลเซียส โดยเฉลี่ย = 47.20 ± 0.01

3.3.2.2 การเปลี่ยนแปลงของแร่โคโลไมต์ในขณะเผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ กัน

นำแร่โคโลไมต์ขนาด -200 เมช ไปอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทำให้เย็นในเคชิกเคเตอร์ แล้วชั่งมาประมาณ 80.0 มิลลิกรัม นำไปหาน้ำหนักที่หายไปโดยใช้เทคนิค TGA พร้อมทั้งดูการเปลี่ยนแปลงของแร่โคโลไมต์ในช่วงอุณหภูมิ 100-1000 องศาเซลเซียส โดยใช้เทคนิค DTA ผลการทดลองดังแสดงในรูปที่ 3.3 และ 3.4 จาก TGA พบว่า โคโลไมต์ตัวอย่างมีการสลายตัว 2 ช่วง โดยช่วงแรก น้ำหนักที่หายไปเท่ากับ 22.0% และช่วงที่สอง น้ำหนักที่หายไปทั้งหมดเท่ากับ 47.63% ซึ่งสอดคล้องกันกับผลที่ได้จาก DTA เมื่อมี Al_2O_3 เป็นสารมาตรฐานคือ มีการสลายตัวสูงสุดที่ 688 องศาเซลเซียส และ 750 องศาเซลเซียส ตามลำดับ โดยเริ่มสลายตัวในช่วงแรกที่อุณหภูมิ 656 องศาเซลเซียส และสิ้นสุดที่อุณหภูมิ 704 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นการสลายตัวของแมกนีเซียมคาร์บอเนต อีกช่วงหนึ่งนั้นการสลายตัวเริ่มที่อุณหภูมิ 704 องศาเซลเซียส และสิ้นสุดที่อุณหภูมิ 770 องศาเซลเซียส เป็นการสลายตัวของแคลเซียมคาร์บอเนต



รูปที่ 3.3 แสดงการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักใน TGA และน้ำหนักที่แตกต่างกัน (Δwt) ในระหว่างการเผาของแร่โดโลไมต์ตัวอย่าง



รูปที่ 3.4 แสดงการสลายตัวของแร่โคโลไมต์อุณหภูมิต่าง ๆ กัน ด้วยเทคนิค DTA และ TGA



3.4 การศึกษาองค์ประกอบในแร่โคลโลไมต์

การวิเคราะห์หาองค์ประกอบต่าง ๆ ในแร่โคลโลไมต์นั้นเป็นสิ่งที่จะต้องทำเป็นอย่างยิ่ง เพื่อใช้เป็นข้อมูลที่สำคัญในการเตรียมสารประกอบแมกนีเซียมต่อไป การวิเคราะห์จึงจำเป็นต้องใช้เทคนิคหลาย ๆ อย่างที่เหมาะสม เพื่อหาองค์ประกอบหลัก และองค์ประกอบที่มีปริมาณน้อย ๆ เพื่อให้ได้ข้อมูลที่ถูกต้องและเหมาะสม ในงานวิจัยครั้งนี้ได้ทำการศึกษาองค์ประกอบของแร่โคลโลไมต์ โดยใช้เทคนิค 4 วิธีด้วยกันคือ

3.4.1 การวิเคราะห์องค์ประกอบของแร่โคลโลไมต์โดยใช้เทคนิคทาง X-ray fluorescence spectrometry (XRFS)

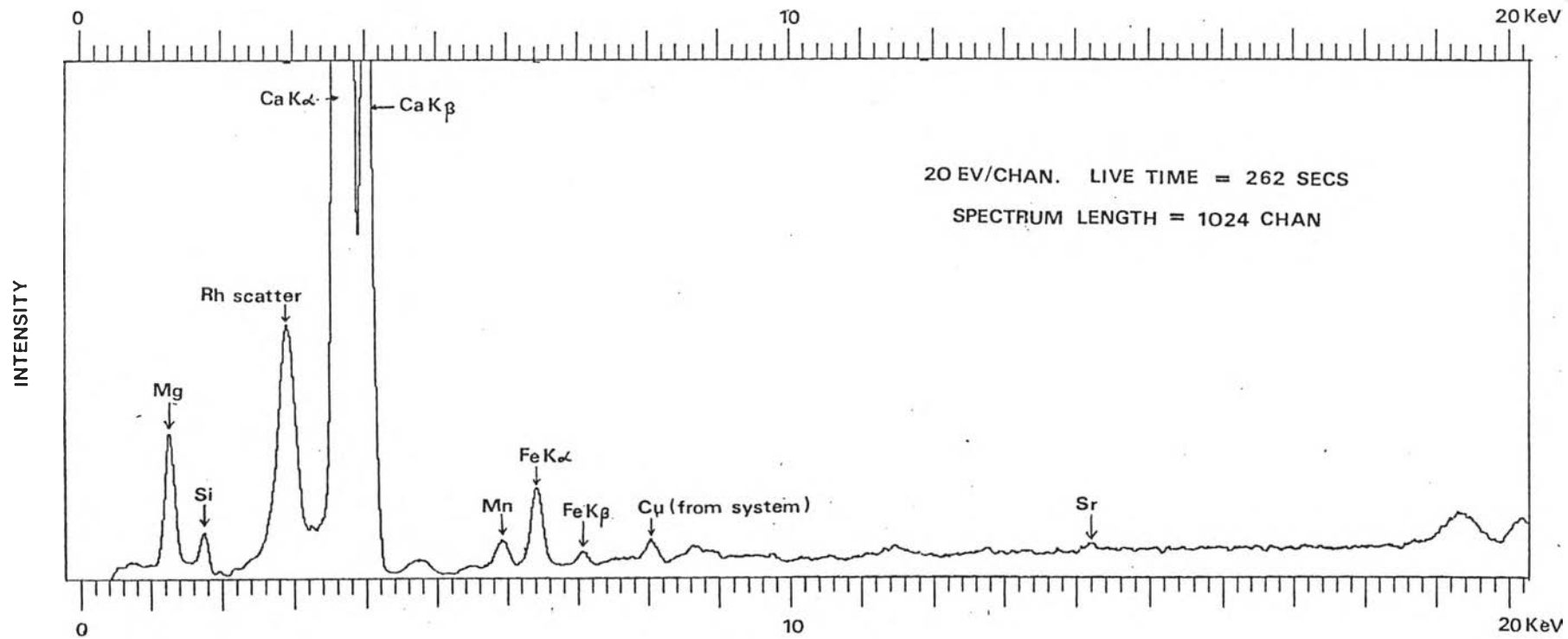
การวิเคราะห์โดยอาศัยเทคนิคทาง XRFS เป็นวิธีการหนึ่งที่ได้ผลถูกต้องเหมาะสมสำหรับที่จะวิเคราะห์สารตัวอย่างที่เป็นแร่ ซึ่งสามารถทำได้สะดวกและรวดเร็ว ทั้งคุณภาพวิเคราะห์และปริมาณวิเคราะห์ โดยเฉพาะอย่างยิ่งเทคนิคนี้สามารถทำการวิเคราะห์สารตัวอย่างได้โดยที่สารตัวอย่างจะไม่ถูกทำลายอีกด้วย

3.4.1.1 การทำคุณภาพวิเคราะห์

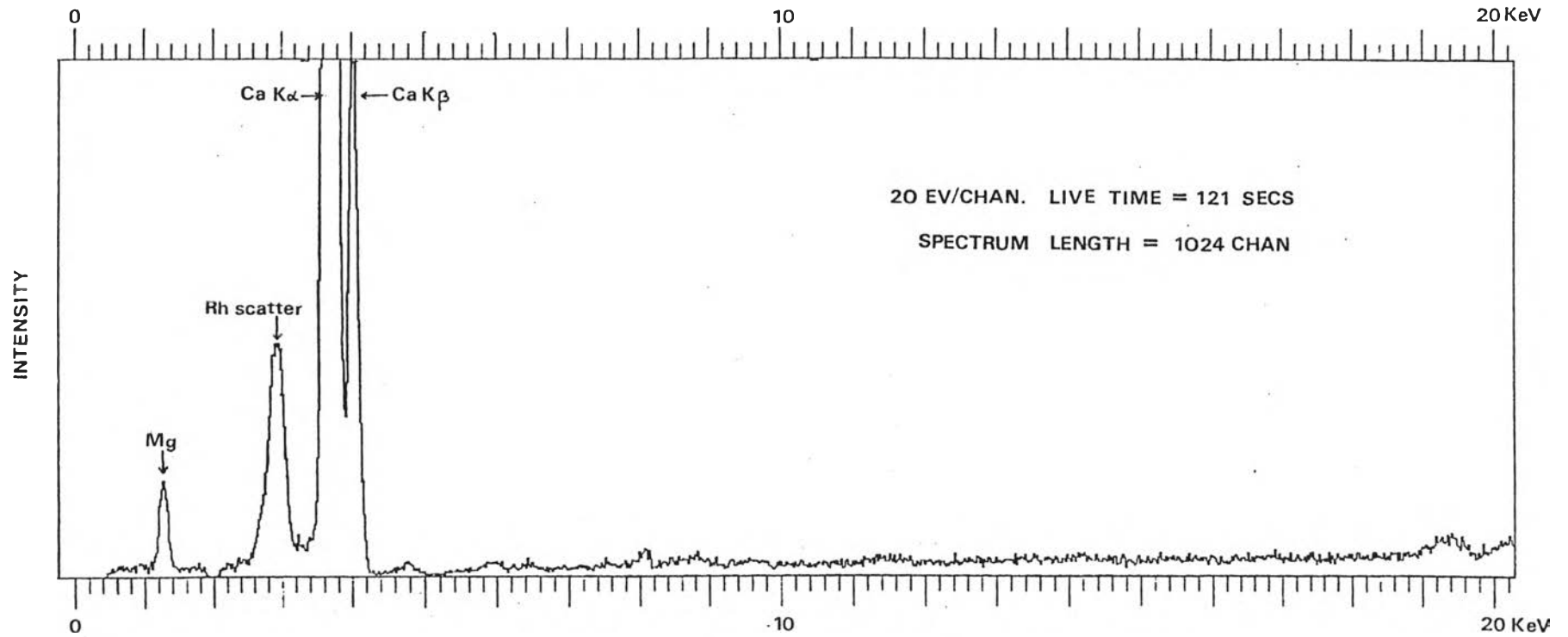
นำสารตัวอย่างแร่โคลโลไมต์ที่อบไล่ความชื้นแล้ว และบดละเอียดขนาด -200 เมช หนักประมาณ 4.0 กรัม มาอัดให้เป็นแผ่น โดยใช้แรงอัดประมาณ 400 กิโลกรัม/ตารางเซนติเมตร ให้มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 4.0 เซนติเมตร แล้วนำไปวิเคราะห์โดยใช้เทคนิคทาง XRFS ที่เป็น energy dispersive system และใช้สภาวะการทดลองดังนี้

แหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์	ใช้หลอดโรเดียม (Rhodium anode side window Bremsstrahlung X-ray tube)
พลังงานที่ใช้	30 กิโลวัตต์
กระแสไฟฟ้าที่ใช้	0.3 มิลลิแอมแปร์

หลังจากที่ scan X-ray fluorescence ที่เกิดขึ้นของธาตุต่าง ๆ แล้วจะได้ X-ray fluorescence spectra ซึ่งสามารถทราบได้ว่า มีธาตุใดบ้างเป็นองค์ประกอบ โดยดูจากค่ามุม 2θ ผลการทดลองดังแสดงในรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 ก แสดง X-ray fluorescence spectrum ของ Dolomite Sample # 9h จาก Bureau of Analyzed Samples Ltd.



รูปที่ 3.5 ข แสดง x-ray fluorescence spectrum ของตัวอย่างแร่โคโลไมต์ที่ใช้

3.4.1.2 การทำปริมาณวิเคราะห์

การวิเคราะห์หาปริมาณของธาตุในสารตัวอย่างนั้น โดยทั่วไปใช้วิธีเทียบกับสารมาตรฐานที่เตรียมขึ้น โดยเตรียมสารมาตรฐานให้มีองค์ประกอบหลักของแร่ในปริมาณต่าง ๆ กันที่เหมาะสม จากนั้นจึงวิเคราะห์สารตัวอย่างโดยเทียบ count rate ที่วัดได้ของสารมาตรฐานและสารตัวอย่างที่สภาวะเดียวกันก็จะสามารถคำนวณหาปริมาณของแต่ละธาตุได้ ในการทำปริมาณวิเคราะห์นี้ใช้เทคนิค XRFs ที่เป็น wavelength dispersive system โดยใช้สภาวะการทดลองดังนี้

ลักษณะของ XRFs	สภาวะที่ใช้
แหล่งกำเนิด	หลอดโรเดียม
พลังงานที่ใช้	40 กิโลวัตต์
กระแสไฟฟ้าที่ใช้	30 มิลลิแอมแปร์
crystal EDDT	ใช้วิเคราะห์ Ca, Si
crystal RbAP	ใช้วิเคราะห์ Mg
crystal LiF 200	ใช้วิเคราะห์ธาตุอื่น ๆ
หัววัด Ca, Mg, Si	Proportional counter
หัววัดธาตุอื่น ๆ นอกเหนือจาก Ca, Mg และ Si	Scintillation counter

ตารางที่ 3.4 แสดงผลการวิเคราะห์องค์ประกอบที่สำคัญของแร่โคโลไมต์ โดยเทคนิค X-ray fluorescence spectrometry

ชนิดของธาตุ	เปอร์เซ็นต์ (%)	ชนิดของสารประกอบ	เปอร์เซ็นต์ (%)
Ca	20.50	CaO	28.68
Mg	11.89	MgO	19.73
Mn	0.01	MnO	0.01
S	0.01	SO ₃	0.03

3.4.2 การวิเคราะห์หาปริมาณขององค์ประกอบของแร่โคโลไมต์โดยใช้เทคนิคทาง

Atomic absorption spectrophotometry (AAS) และ Flame photometry

การวิเคราะห์หาธาตุที่เป็นองค์ประกอบของแร่โคโลไมต์ในครั้งนี้นั้น สำหรับธาตุโซเดียมและโพแทสเซียม ได้ใช้เทคนิคทาง Flame photometry ส่วนธาตุอื่น ๆ ใช้เทคนิคทาง AAS ทำการวิเคราะห์ อย่างไรก็ตามจะวิเคราะห์สารด้วยเทคนิคเหล่านี้จะต้องทำสารตัวอย่างให้เป็นสารละลายใสเสียก่อน แล้วนำไปวิเคราะห์ต่อไปโดยการหาปริมาณของธาตุจากกราฟมาตรฐาน

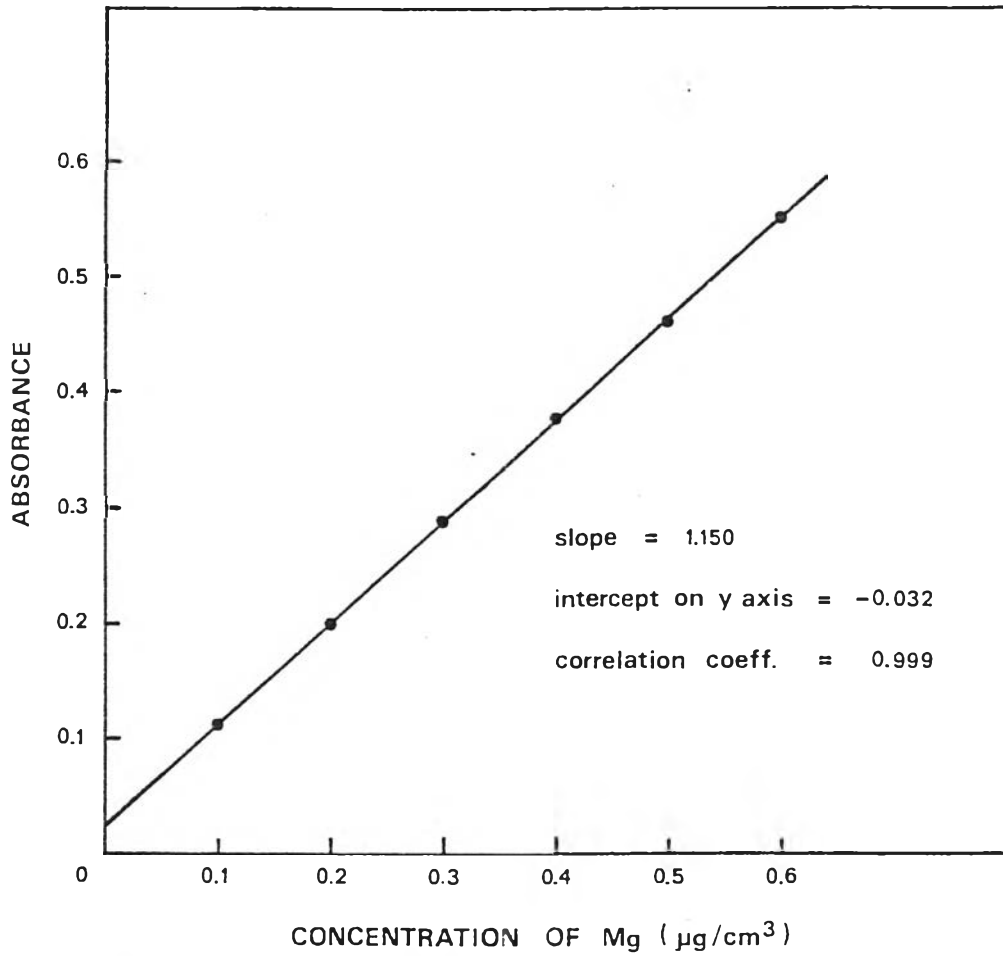
การเตรียมสารตัวอย่างเพื่อทำการวิเคราะห์

นำสารตัวอย่างไปอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อให้แห้ง แล้วชั่งสารตัวอย่างประมาณ 1.0 กรัม ให้ทราบน้ำหนักแน่นอน ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 150.0 cm³ เติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1:1 ลงไปโดยใช้กรดในปริมาณที่น้อยที่สุดที่จะละลายสารตัวอย่างให้หมด นำไปย่อยสลาย (digest) บนเครื่องอังไอน้ำ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ทิ้งไว้ให้เย็น แล้วเทใส่ขวดวัดปริมาตร 100.0 cm³ เติมน้ำจนถึงขีดวัดปริมาตร ผสมให้เข้ากัน เก็บสารละลายไว้ทำการทดลองต่อไป

การทำกราฟมาตรฐานเพื่อวิเคราะห์หาปริมาณธาตุต่าง ๆ

ในการใช้เทคนิคทาง AAS และ flame photometry นั้นจำเป็นต้องมีสารละลายมาตรฐานที่จะใช้สำหรับการวิเคราะห์หาปริมาณธาตุต่าง ๆ ในสารละลายตัวอย่างแร่โคโลไมต์ที่เตรียมไว้ ใช้สารละลายมาตรฐานซึ่งมีความเข้มข้น 1 มิลลิกรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร ของธาตุต่าง ๆ ที่ต้องการหาปริมาณ มาทำให้เป็นสารละลายที่มีความเข้มข้นตามต้องการต่าง ๆ กัน แล้วนำไปวัดค่าแอมพลิจูดด้วยเครื่อง Atomic absorption spectrophotometer หรือวัด Flame intensity ด้วยเครื่อง Flame photometer จากนั้นเขียนกราฟหาความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้มข้นกับค่าแอมพลิจูด หรือค่า intensity ที่วัดได้ โดยใช้ least square method ในการเขียนกราฟ ดังแสดงในรูปที่ 3.6

ในการวิเคราะห์เพื่อหาธาตุที่เป็นองค์ประกอบต่าง ๆ ของแร่โคโลไมต์โดยใช้เทคนิคทาง AAS นั้น จำเป็นต้องเลือก hollow cathode lamp (HCL) ปริมาณกระแสไฟฟ้า ชนิดของเปลวไฟ ความกว้างของ slit ความยาวคลื่นที่จะวัดให้เหมาะสม ดังแสดงในตารางที่ 3.5



รูปที่ 3.6 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า absorbance กับค่าความเข้มข้นของแมกนีเซียม

ตารางที่ 3.5 แสดงค่าต่าง ๆ ที่เลือกใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณของธาตุ โดยใช้เทคนิค
ทาง AAS

ธาตุ	กระแสไฟฟ้า (mA)	ชนิดของเปลวไฟ*	ความกว้างของ slit (nm)	ความยาวคลื่น (nm)
Ca	6	A-A	0.5	422.7
Mg	4	A-A	0.5	285.2
Fe	8	A-A	0.2	248.3
Mn	5	A-A	0.4	279.6
Na	6	A-A	0.5	589.0
K	5	A-A	0.5	766.5
Zn	4	A-A	0.5	213.9

หมายเหตุ * A-A = air-acetylene

จากการวิเคราะห์องค์ประกอบในแร่โคโลไมต์โดยการใช้ AAS และ Flame Photo-
metry ได้ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 3.6 และ 3.7

3.4.3 การวิเคราะห์หาธาตุที่เป็นองค์ประกอบทางเคมีของแร่โคโลไมต์โดยใช้เทคนิค

ทาง ICPS

ICPS จัดเป็นเทคนิคของการวิเคราะห์ธาตุชนิดต่าง ๆ ได้อย่างดีเทคนิค
หนึ่ง โดยใช้หลักการเดียวกับ Atomic emission spectrometry แต่ ICPS จะใช้
กบพลาสมา (Plasma torch) เป็นตัวที่ให้ความร้อนสูงมากจนสามารถทำให้สารต่าง ๆ แยก
ตัวเป็นอะตอมเกิดการกระตุ้น (excitation) และแตกตัวเป็นไอออน (ionization) ได้
ดีขึ้น

การวิเคราะห์สารโดยเทคนิคนี้ ทำได้โดยนำสารตัวอย่างที่จะวิเคราะห์มา
ทำให้เป็นสารละลาย จากนั้นนำสารละลายที่ได้ไปผ่านเข้าเครื่อง ICPS ซึ่งมีอุณหภูมิสูงเพื่อ
ทำให้สารตัวอย่างแตกตัวเป็นอะตอม และทำให้เกิดการกระตุ้นและแตกตัวเป็นไอออน ซึ่งจะ
ให้ emission ของการแผ่รังสี (radiation) ออกมา อาจเป็น resonance lines และ

atomic lines ผ่านรังสีที่เกิดขึ้นเข้าเครื่องสเปกโตรมิเตอร์ ซึ่งมีโมโนโครมาเตอร์ (monochromator) ทำหน้าที่กระจายแสงออกไป เพื่อให้สามารถเลือก spectrum lines ที่เหมาะสม เพื่อจะวัดให้ได้ถูกต้องในขั้นนี้อาจใช้คอมพิวเตอรืเข้าช่วยได้ ในการเลือกตำแหน่งความยาวคลื่นที่จะวัด intensity ด้วย detector

นำค่า Intensity ของธาตุที่วัดได้จากสารมาตรฐาน มาสร้างกราฟมาตรฐาน (calibration curve) จากกราฟมาตรฐานที่ได้สามารถใช้หาปริมาณของธาตุที่มีอยู่ในสารละลายตัวอย่างได้จาก Intensity ที่วัดได้

ในการทดลองได้ใช้สภาวะในการทดลองดังนี้คือ

Plasma source	Inductive Coupled Plasma
Frequency	27.120 MHz
RF Power	1.2 kW
Reflected Power	25.0 W
Coolant gas flow rate Ar	12.0 L/min
Plasma gas flow rate Ar	1.0 L/min
Aerosol carrier gas flow rate	1.0 L/min
Observation height above coil	15.0 mm
Integration time	10.0 sec (3 times)
Nebulizer	Concentric glass nebulizer
Spectrometer	
(a) Dispersion system	Czerny-Turner mounting
(b) Focal distance of spectrometer	500 mm
(c) Diffraction grating	Plane diffraction grating
No. of grooving	1800/mm
Blaze wavelength	2500 Å
Ruled area	52 x 52 mm ²
(d) Reciprocal linear dispersion	10.5 Å ^o /min
(e) Entrance slit	10 μ(fixed), 4 mm high
(f) Exit slit	15 μ(fixed), 4 mm high

ผลการทดลอง ดังแสดงในตารางที่ 3.6 และ 3.7

ตารางที่ 3.6 แสดงผลวิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบหลักในแร่โคลิไมต์ตัวอย่าง โดยเทคนิคทาง AAS และ ICPS

ธาตุ	ปริมาณธาตุ (%) โดยน้ำหนัก		สารประกอบ	ปริมาณสารประกอบ (%) โดยน้ำหนัก	
	AAS *	ICPS **		AAS *	ICPS **
Ca	25.63 ± 0.83	23.91 ± 1.50	CaO	35.88 ± 0.83	33.47 ± 1.50
Mg	14.06 ± 0.44	13.29 ± 0.94	MgO	23.32 ± 0.44	22.04 ± 0.94

* เป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง 6 ครั้ง

** เป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง 4 ครั้ง

ตารางที่ 3.7 แสดงผลการวิเคราะห์ธาตุที่เป็นองค์ประกอบย่อยในแร่โคลิไมต์ตัวอย่าง โดยใช้เทคนิคทาง AAS, Flame photometry และ ICPS

ธาตุ	ปริมาณธาตุ (µg/g) *		
	AAS	Flame Photometry	ICPS
Fe	58.69 ± 1.05	-	40.13 ± 0.90
Mn	78.10 ± 2.88	-	99.67 ± 0.60
Na	-	116.76 ± 2.00	-
K	7.58 ± 0.97	4.08 ± 0.41	-
Zn	8.83 ± 1.27	-	5.62 ± 1.08
Al	-	-	30.19 ± 4.28
Si	-	-	43.25 ± 9.26
Ti	-	-	< 0.5

* เป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง 4 ครั้ง

3.4.4 การวิเคราะห์ทางองค์ประกอบของโคโลไมต์ ตามวิธีมาตรฐาน (17)

3.4.4.1 การหาปริมาณของซิลิกาหรือสารที่ไม่ละลายในกรด

1. ชั่งสารตัวอย่างมาประมาณ 1.0 กรัม โดยทรานน้ำหนักที่แน่นอนใส่ลงในชามกระเบื้องที่มีฝาปิด แล้วละลายด้วยกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1:1 เมื่อไม่มีฟองแก๊สเกิดขึ้นแล้วนำไปประเหยบนเครื่องให้ความร้อนชนิดผิวหน้าเรียบ (hot plate) จนแห้ง
2. นำสิ่งที่เหลือ (residue) จากข้อ 1 มาเติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1:1 จำนวน 2.0-3.0 cm³ ลงในเข้าแพลทินัม แล้วชะล้างสารละลายที่ติดอยู่ลงในชามกระเบื้อง แล้วเติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 5.0 cm³ และกรดไนตริกเข้มข้น 1.0 cm³ คนสารละลายจนกระทั่งของแข็งละลายหมด นำสารละลายไประเหยจนแห้งบนเครื่องอังไอน้ำหรือเครื่องให้ความร้อนชนิดผิวหน้าเรียบที่อุณหภูมิ 110-120 องศาเซลเซียส
3. เติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 5.0 cm³ นำไปอุ่น และตั้งทิ้งไว้ 5 นาที เพื่อละลาย basic salts จากนั้นเติมน้ำ 20.0 cm³ นำไปอุ่นบนเครื่องอังไอน้ำ เป็นเวลา 10 นาที ใช้แท่งแก้วคนสารละลายถ้ามีตะกอนเกิดขึ้น
4. เมื่อสารละลายที่ได้ (soluble matter) ละลายหมดแล้ว กรองผ่านกระดาษกรองเบอร์ 41 ล้างตะกอนด้วยกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1:100 แล้วล้างด้วยน้ำ 1-2 ครั้ง เพื่อล้างกรดไฮโดรคลอริกออกให้หมด
5. ระเหยสารละลายที่กรองได้และน้ำล้างตะกอนจนแห้ง นำสิ่งที่เหลือ (residue) ไปอบที่ 110-120 องศาเซลเซียส แล้วทำซ้ำข้อ 3 อีกครั้งหนึ่ง โดยใช้กรดไฮโดรคลอริก และน้ำในปริมาณที่น้อยกว่าเดิม
6. กรองตะกอนบนกระดาษกรองอันใหม่ และล้างตะกอนเหมือนครั้งแรก เก็บสารละลายที่กรองได้ และน้ำล้างตะกอนทั้งหมด สำหรับทำข้อต่อไป
7. นำตะกอนซิลิกาที่ได้ทั้ง 2 ครั้ง ทำให้แห้งแล้วใส่ลงในเข้าแพลทินัมที่ชั่งน้ำหนักไว้แล้ว นำไปเผาด้วยเปลวไฟ จนกระทั่งกระดาษกรองไหม้หมดแล้ว จึงนำไปเผาในเตาเผาที่ควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 400 องศาเซลเซียส ค่อย ๆ เพิ่มอุณหภูมิจนถึง 1000 องศาเซลเซียส แล้วเผาต่ออีกครั้งชั่วโมง ลดอุณหภูมิให้เย็นพอสมควร แล้วนำเข้าแพลทินัมออกมาทำให้เย็นในเดซิกเคเตอร์ ชั่งน้ำหนักไว้ คำนวณหาเปอร์เซ็นต์ ของซิลิกาหรือ

สารที่ไม่ละลายในกรด ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 3.8

3.4.4.2 การหาปริมาณของออกไซด์รวม (combined Oxides)

1. นำสารละลายที่กรองได้จากข้อ 6 ในข้อ 3.4.4.1 มาทำให้เจือจางจนมีปริมาตร 200.0 cm^3 แล้วเติมแอมโมเนียมคลอไรด์ 5.0 กรัม (เพื่อป้องกันการตกตะกอนของแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์) นำไปต้มจนกระทั่งเดือด เติมเมทิลเรดอินดิเคเตอร์ ลงไป 2 หยด แล้วเติมสารละลายแอมโมเนียเข้มข้น $1:1$ ลงไป จนกระทั่งสารละลายเป็นด่าง ต้มให้เดือด $1-3$ นาที กรองตะกอนทันที เก็บสารละลายที่กรองได้ในบีกเกอร์ 600.0 cm^3 ล้างตะกอน 2 ครั้งด้วยสารละลายแอมโมเนียมคลอไรด์ 2% ที่ร้อน เก็บสารละลายที่กรองได้ และน้ำล้างตะกอนไว้ นำตะกอนและกระดาษกรองไปทำให้แห้งแล้วใส่ลงในเข้าแพลทินัม ที่ซึ่ง น้ำหนักไว้แล้ว นำไปเผาบน free flame จนกระทั่งกระดาษกรองไหม้หมด แล้วจึงนำไปเผา ในเตาเผาที่ควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 400 องศาเซลเซียส ค่อย ๆ เพิ่มอุณหภูมิจนถึง 550 องศาเซลเซียส เผาต่อไปอีกครั้งชั่วโมง ลดอุณหภูมิให้เย็นลงพอสมควร แล้วนำเข้าแพลทินัมออกมาทำให้เย็นลงในเชิกเคเตอร์ ซึ่งน้ำหนักไว้ คำนวหาเปอร์เซ็นต์ของ ออกไซด์รวม " R_2O_3 " ผลการทดลองดังแสดงไว้ในตารางที่ 3.8

3.4.4.3 การหาปริมาณแคลเซียมออกไซด์

1. นำสารละลายที่กรองได้จากข้อ 3.4.4.2 มาทำให้เป็นกรดด้วยกรดไฮโดรคลอริกเจือจาง โดยใช้เมทิลเรดเป็นอินดิเคเตอร์ แล้วนำไประเหยจนเหลือประมาณ 250.0 cm^3 เติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1.0 cm^3 แล้วทำการตกตะกอนแคลเซียม โดยเติมสารละลายแอมโมเนียมออกซาเลตชั้น 4.0% ที่ร้อนจำนวน 50.0 cm^3 อย่างช้า ๆ ลงในสารละลายที่เดือด แล้วตามด้วยสารละลายแอมโมเนีย $1:10$ จนกระทั่งสารละลายเป็นกลาง หรือเป็นเบสเล็กน้อย (โดยใช้เมทิลเรด) ตรวจสอบว่าตกตะกอนสมบูรณ์หรือไม่โดยการเติมสารละลายออกซาเลตลงไปอีกเล็กน้อย ค้างตะกอนทิ้งไว้ 1 ชั่วโมง กรองตะกอนที่ได้ ล้างตะกอนด้วยสารละลายแอมโมเนียมออกซาเลต 0.1% ที่เย็น $2-3$ ครั้ง ละลายตะกอนที่ได้ด้วยกรดไฮโดรคลอริก $1:9$ ที่ร้อนจำนวน $20.0-50.0 \text{ cm}^3$ และล้างกระดาษกรองด้วยน้ำร้อน ทำสารละลายให้เจือจางจนมีปริมาตรเป็น 100.0 cm^3

2. เติมสารละลายแอมโมเนียมออกซาลาเลต 4.0% จำนวน 5.0 cm^3 ต้มให้เดือดแล้วเติมสารละลายแอมโมเนียมที่ละลายจนกระทั่งสารละลายเป็นต่างพอดี ตั้งทิ้งไว้ 1 ชั่วโมง กรองตะกอนที่ได้ด้วยกระดาษกรองเบอร์ 41 และล้างตะกอนด้วยสารละลายแอมโมเนียมออกซาลาเลต 0.1% จนกระทั่งไม่มีคลอไรด์ เก็บสารละลายที่กรองได้และนำล้างตะกอนรวมกับครั้งแรก แล้วเก็บไว้ นำตะกอนพร้อมกระดาษกรองทำให้แห้ง แล้วใส่ลงในเข้าแพลทินัมที่ชั่งน้ำหนักไว้แล้ว นำไปเผาบน free flame จนกระทั่งกระดาษกรองไหม้หมดแล้วนำไปเผาในเตาเผาที่ควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 400 องศาเซลเซียส ค่อย ๆ เพิ่มอุณหภูมิจนถึง 1000 องศาเซลเซียส เผาต่ออีกครั้งหนึ่งชั่วโมง ลดอุณหภูมิให้เย็นลงพอสมควร แล้วนำเข้าแพลทินัมออกมาทำให้เย็นลงในเดซิกเคเตอร์ ชั่งน้ำหนักจนน้ำหนักคงที่ คำนวณเปอร์เซ็นต์ของแคลเซียมออกไซด์ ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 3.8

3.4.4.4 การหาปริมาณแมกนีเซียมออกไซด์

1. นำสารละลายที่กรองได้จากข้อ 3.4.4.3 มาทำให้เป็นกรดแล้วทำการระเหยจนเหลือประมาณ 150.0 cm^3 ทำให้เย็น เติมเมทิลเรดิเคอินดิเคเตอร์ลงไป 2-3 หยด แล้วเติมแอมโมเนียมฟอสเฟตริเอเจนต์ $[(\text{NH}_4)_2 \text{HPO}_4 \text{ (AR) } 25.0 \text{ กรัม}]$ ละลายน้ำ ทำให้เป็น 100.0 cm^3 ที่เตรียมเสร็จใหม่ ๆ ลงไป 10.0 cm^3 จากนั้นเติมสารละลายแอมโมเนียเข้มข้นอย่างช้า ๆ พร้อมทั้งคนสารละลายอย่างแรงจนกระทั่งอินดิเคเตอร์เปลี่ยนเป็นสีเหลือง (พยายามอย่าให้แห้งแก้วคนชนด้านข้างของบีกเกอร์) คนต่อเป็นเวลา 5 นาที โดยเติมสารละลายแอมโมเนียมที่ละลายเพื่อให้สารละลายยังคงเป็นต่าง สุดท้ายเติมสารละลายแอมโมเนียเข้มข้น 5.0 cm^3 เพื่อให้เกินพอและคนสารละลายต่ออีก 1 ถึง 2 นาที ตั้งสารละลายทิ้งไว้อย่างน้อยเป็นเวลา 4 ชั่วโมง หรือทิ้งค้างคืนไว้ที่อุณหภูมิห้อง

2. กรองตะกอนที่ได้และล้างตะกอนด้วยสารละลายแอมโมเนียเจือจาง (1:20) ที่เย็น 2-3 ครั้ง ตั้งสารละลายที่กรองได้ นำบีกเกอร์วางลงใต้กรวยกรองแล้วละลายตะกอนด้วยกรดไฮโดรคลอริกเจือจาง (1:9) ที่ร้อนประมาณ $25.0-50.0 \text{ cm}^3$ ตามด้วยกรดไฮโดรคลอริก 1:100 จากนั้นเจือจางให้เป็น 100.0 cm^3 และทำให้เย็น เติม $(\text{NH}_4)_2 \text{HPO}_4$ 0.10-0.15 กรัม และตกตะกอนแมกนีเซียมโดยเติมสารละลายแอมโมเนียดังกล่าวไว้ในข้อ 1 ตั้งทิ้งไว้ 4 ชั่วโมง หรือค้างคืน

3. กรองตะกอนที่ได้ด้วยซินเตอร์กลาสครุชีเบิ้ล และล้างตะกอนด้วยสารละลายแอมโมเนียเจือจาง (1:20) ที่เย็นจนกระทั่งปราศจากคลอไรด์ แล้วล้างตะกอนด้วย 95% เอทานอล 3 ครั้ง ๆ ละ 10.0 cm³ ทำให้แห้งหลังการล้างตะกอนแต่ละครั้ง เพื่อเอาน้ำที่ยังติดอยู่ออกให้มากที่สุด สุกท้ายล้างตะกอนด้วยแอนไฮดรัสอีเทอร์ 5 ครั้ง ๆ ละ 5.0 cm³ ทำให้แห้งหลังการล้างตะกอนแต่ละครั้ง ผ่านอากาศลงในครุชีเบิ้ลเป็นเวลา 10 นาที เช็ดภาชนะนอกครุชีเบิ้ลให้แห้ง คั่งทิ้งไว้ในเคซิกเคเตอร์เป็นเวลา 20 นาที ชั่งน้ำหนักในรูปของ MgNH₄PO₄ · 6H₂O คำนวณเปอร์เซ็นต์ของแมกนีเซียมออกไซด์ที่มีอยู่ ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 3.8

ตารางที่ 3.8 แสดงผลการหาซิลิกาหรือสารที่ไม่ละลายในกรด ออกไซด์รวม แคลเซียมออกไซด์ และแมกนีเซียมออกไซด์

การทดลอง	ปริมาณที่วิเคราะห์ได้* (% โดยน้ำหนัก)
ซิลิกาหรือสารที่ไม่ละลายในกรด	3.71 ± 0.07
ออกไซด์รวม**	0.23 ± 0.01
แคลเซียมออกไซด์	28.61 ± 0.39
แมกนีเซียมออกไซด์	17.95 ± 1.15

หมายเหตุ * เป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง 4 ครั้ง

** ออกไซด์รวมเป็นออกไซด์ของโลหะที่ไม่รวมออกไซด์ของ Ca และ Mg

3.4.4.5 การหาปริมาณแคลเซียมและแมกนีเซียมในแร่โคโลไมต์โดยวิธี

การไทเทรชัน

ในการไทเทรชันนี้ใช้ PATTON AND REEDER'S INDICATOR (HHSNNA) เนื่องจากเป็นอินดิเคเตอร์ที่เหมาะสมในการหาปริมาณแคลเซียมโดยที่มีแมกนีเซียมปนอยู่ด้วย และใช้เอริโอโครม แบลค ที (Eriochrome Black T) เป็นอินดิเคเตอร์อีกตัวหนึ่ง ที่จุคยุดิจจะเป็นปริมาณรวมของทั้งแคลเซียมและแมกนีเซียม และจากการไทเทรชันทั้ง 2 ครั้งนี้

ผลต่างที่ได้จะเป็นปริมาณของแมกนีเซียม

วิธีเตรียมอินดิเคเตอร์

1. บด HESNNA 0.5 กรัม ผสมกับโพแทสเซียมคลอไรด์ (AR) 50.0 กรัม
2. บดเอริโอโครม แบลค ที่ 0.2 กรัม ผสมกับโพแทสเซียมคลอไรด์ (AR) 50.0 กรัม

สำหรับสารละลายฟเฟอร์ในการทดลองใช้ monoethanolamine-hydrochloric acid solution ซึ่งจะทำให้เห็นจุดยุติได้ชัดเจน

การเตรียมสารละลายตัวอย่าง ทำได้โดยนำสารตัวอย่างไปอบที่ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง แล้วชั่งมาจำนวนหนึ่งให้ทราบน้ำหนักแน่นอน (ประมาณ 0.5 กรัม) ใส่ลงในบีกเกอร์ 250.0 cm³ เติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1:1 ลงไปประมาณ 20.0 cm³ นำไปประเหยจนแห้งบนเครื่องให้ความร้อนชนิดผิวหน้าเรียบ ละลายของแข็งที่ได้ด้วยกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1:10 จำนวน 5.0 cm³ เติมน้ำลงไปประมาณ 100.0 cm³ นำไปต้มประมาณ 1 ชั่วโมง ทิ้งไว้ให้เย็น แล้วเทใส่ขวดวัดปริมาตร 250.0 cm³ เติมน้ำจนถึงขีดวัดปริมาตร ผสมให้เข้ากัน

การหาปริมาณแคลเซียม ทำได้โดยบีเปตสารตัวอย่างใส่ขวดรูปกรวยขนาด 250.0 cm³ 2 ขวด ๆ ละ 25.0 cm³ เติมน้ำกลั่นลงไปขวดละ 25.0 cm³ ขวดแรกเติมสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ 8.0 M 4.0 cm³ (อาจสังเกตเห็นตะกอนของแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์เกิดขึ้น) ตั้งทิ้งไว้ 3-5 นาที พร้อมทั้งเขย่าเป็นครั้งคราว จากนั้นเติมโพแทสเซียมไซยาไนด์ (AR) 30.0 มิลลิกรัม และไฮดรอกซิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (AR) 30.0 มิลลิกรัม เขย่าขวดจนของแข็งละลายหมด เติม HESNNA อินดิเคเตอร์ลงไป 50.0 มิลลิกรัม แล้วนำไปไทเทรตกับสารละลายอีดีทีเอ 0.01 M จนกระทั่งสีของสารละลายเปลี่ยนจากแดงเป็นน้ำเงิน จากนั้นเติมสารละลายอีดีทีเอจากบิวเรตใส่ลงในขวดรูปกรวยขวดที่สอง ปริมาณน้อยกว่าที่ใช้ในการไทเทรตจนถึงจุดยุติในขวดแรก 1.0 cm³ แล้วเติมสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ลงไป 4.0 cm³ ผสมให้เข้ากัน ทำการไทเทรตต่อไปเหมือนขวดแรก บันทึกปริมาตรที่แน่นอนของสารละลายอีดีทีเอที่ใช้ ทำสารละลายสำหรับเปรียบเทียบโดยใช้น้ำกลั่นแทนสารละลายตัวอย่าง

การหาปริมาณทั้งหมดของแคลเซียมและแมกนีเซียม ทำได้โดย
 ปิเปตสารละลายตัวอย่าง 25.0 cm^3 ลงในขวดรูปกรวยขนาด 250.0 cm^3 เติมน้ำกลั่นลงไป
 25.0 cm^3 แล้วเติมสารละลายฟอสเฟออร์ 5.0 cm^3 เขย่าให้เข้ากัน เติมนิโธสเซียมไซยาไนด์
 (AR) 30.0 มิลลิกรัม และไฮดรอกซิลแอมโมเนียมคลอไรด์ 30.0 มิลลิกรัม เขย่าเบา ๆ จน
 ของแข็งละลายหมด แล้วเติมเอริโอโครม แบลค ที่ อินดิเคเตอร์ 50.0 มิลลิกรัม ทำการไทเทรต
 กับสารละลายอีทีเอ 0.01 M จนได้จุดยุติสีน้ำเงิน ทำสารละลายสำหรับเปรียบเทียบโดยใช้
 น้ำกลั่นแทนสารละลายตัวอย่าง

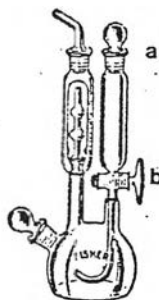
ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 3.9

3.4.4.6 การหาปริมาณ CO_2 โดยใช้วิธีหาน้ำหนักที่หายไป (Loss of weight methods)

1. ชั่งสารตัวอย่างประมาณ $0.5-1.0$ กรัม โดยทราบน้ำหนัก
 แน่นอนใส่ลงในขวด Schroetter Alkalimeter (รูปที่ 3.7) หลังจากนั้นเติมกรดไฮโคร-
 คลอริกเจือจางลงในกระเปาะที่มี stopcock อยู่ และเติมกรดซัลฟูริกเข้มข้น ในกระเปาะอีก
 ด้านหนึ่ง นำไปชั่งหาน้ำหนักที่แน่นอน
2. ค่อย ๆ ไหลกรดไฮโครคลอริกลงไปทำปฏิกิริยากับคาร์บอเนต
 อย่างช้า ๆ แล้วปิดจุก แก๊สที่เกิดขึ้นจะผ่านเข้าไปในกรดซัลฟูริกซึ่งจะเป็นตัวดูดความชื้นไว้
3. หลังจากปฏิกิริยารุนแรงหยุดลงแล้ว นำขวดไปต้มจนกระทั่ง
 เดือด เป็นเวลา 3 นาที
4. ผ่านอากาศที่ CO_2 -free ลงไปในสารละลายเพื่อไล่ CO_2
 ที่เหลืออยู่ให้หมด โดยทำการดูดอากาศออก (suction) ที่ a และเปิด b อากาศจะถูกทำให้
 บริสุทธิ์โดยการผ่าน soda lime
5. นำขวดไปชั่งอีกครั้งหนึ่ง น้ำหนักที่หายไปจะเป็นน้ำหนักของ
 CO_2 ในสารตัวอย่าง

$$\% \text{CO}_2 = \frac{\text{น้ำหนักที่หายไป}}{\text{น้ำหนักสารตัวอย่าง}} \times 100$$

ผลการทดลองดังแสดงไว้ในตารางที่ 3.10



รูปที่ 3.7 Schroetter Alkalimeter

ตารางที่ 3.9 แสดงผลการหาปริมาณแคลเซียมและแมกนีเซียมในแร่โคโลไมต์โดยการติเตรชัน

ชนิดของธาตุ	ปริมาณธาตุ* (% โดยน้ำหนัก)	ชนิดของสารประกอบ	ปริมาณของสารประกอบ* (% โดยน้ำหนัก)
Ca	22.88 ± 0.55	CaO	32.03 ± 0.55
Mg	12.75 ± 0.24	MgO	21.15 ± 0.24

หมายเหตุ * เป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง 4 ครั้ง

3.5 การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการ calcination ของแร่โคโลไมต์

ในการเตรียมสารประกอบที่สำคัญของแมกนีเซียมจากแร่โคโลไมต์นั้น ต้องเริ่มจากการ calcination แร่โคโลไมต์โดยให้เปลี่ยนจากรูปคาร์บอเนตไปเป็นออกไซด์ก่อน จากนั้นจึงสามารถนำมาสกัดแยกแมกนีเซียมต่อไป การวิจัยนี้จึงได้ทำการทดลองหาสภาวะในการ calcination ในเตาเผา 2 แบบคือ เตาเผาแบบธรรมดา และเตาเผาแบบฟลูอิดไอเซชัน โดยได้ทำการทดลองดังต่อไปนี้

3.5.1 ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการ calcination ในเตาเผาแบบธรรมดา

3.5.1.1 ศึกษาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการ calcination

1. ซึ่งแร่โคโลไมต์ที่บดละเอียดขนาด -30 เมช ครั้งละ

ตารางที่ 3.10 แสดงผลการหาปริมาณคาร์บอนไดออกไซด์ในแร่โคลไรต์

การทดลอง	น้ำหนักที่ชั่งได้ (กรัม)				
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ครั้งที่ 4	ครั้งที่ 5
ชวด + จุก	100.1496	100.1391	100.1386	100.1394	100.1367
ชวด + จุก + สารตัวอย่าง	100.7353	100.7978	100.7393	100.7354	100.7391
ชวด + จุก + สารตัวอย่าง + กรด (ก่อนเกิดปฏิกิริยา)	112.4633	114.6265	112.8703	112.5201	112.8841
ชวด + จุก + สารตัวอย่าง + กรด (หลังทำปฏิกิริยา)	112.1829	114.3240	112.5971	112.2409	112.6081
น้ำหนักสารตัวอย่าง	0.5857	0.6587	0.6007	0.5956	0.6024
น้ำหนัก CO ₂ ที่หายไป	0.2804	0.3025	0.2932	0.2792	0.2760
% CO ₂	47.87	45.92	48.81	46.88	45.82
% CO ₂ เฉลี่ย	47.06 ± 1.28				

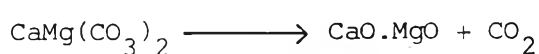
ประมาณ 30.0 กรัม ใส่ในเข้าแพลตตินัม (ที่ผ่านการเผาในเตาเผาที่อุณหภูมิที่ต้องการทำการทดลองจนได้น้ำหนักคงที่แล้ว) นำไปเผาในเตาเผาที่ควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 600, 700, 800, 900, 1000, 1100 องศาเซลเซียส ตามลำดับ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง นำออกมาตั้งทิ้งไว้ให้เย็นในเดซิกเคเตอร์ ซึ่งน้ำหนักให้ทราบน้ำหนักที่แน่นอน คำนวณน้ำหนักที่หายไปเนื่องจากการเผาที่อุณหภูมินั้น ๆ และหาปริมาณร้อยละของการ calcination ตามลำดับ ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 3.11 และรูปที่ 3.8

ตารางที่ 3.11 แสดงน้ำหนักที่หายไปและร้อยละของการ calcination ของแร่โคโลไมต์ที่ถูก calcined ที่อุณหภูมิต่าง ๆ จากเตาเผาแบบธรรมดา

อุณหภูมิ (°C)	น้ำหนักที่หายไป* (%)	calcination (%)**
600	21.23 ± 0.08	44.66
700	38.79 ± 1.61	81.59
800	47.54 ± 0.01	100.00
900	47.53 ± 0.00	99.98
1000	47.54 ± 0.01	100.00
1100	47.54 ± 0.00	100.00

หมายเหตุ * ค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง 3 ครั้ง

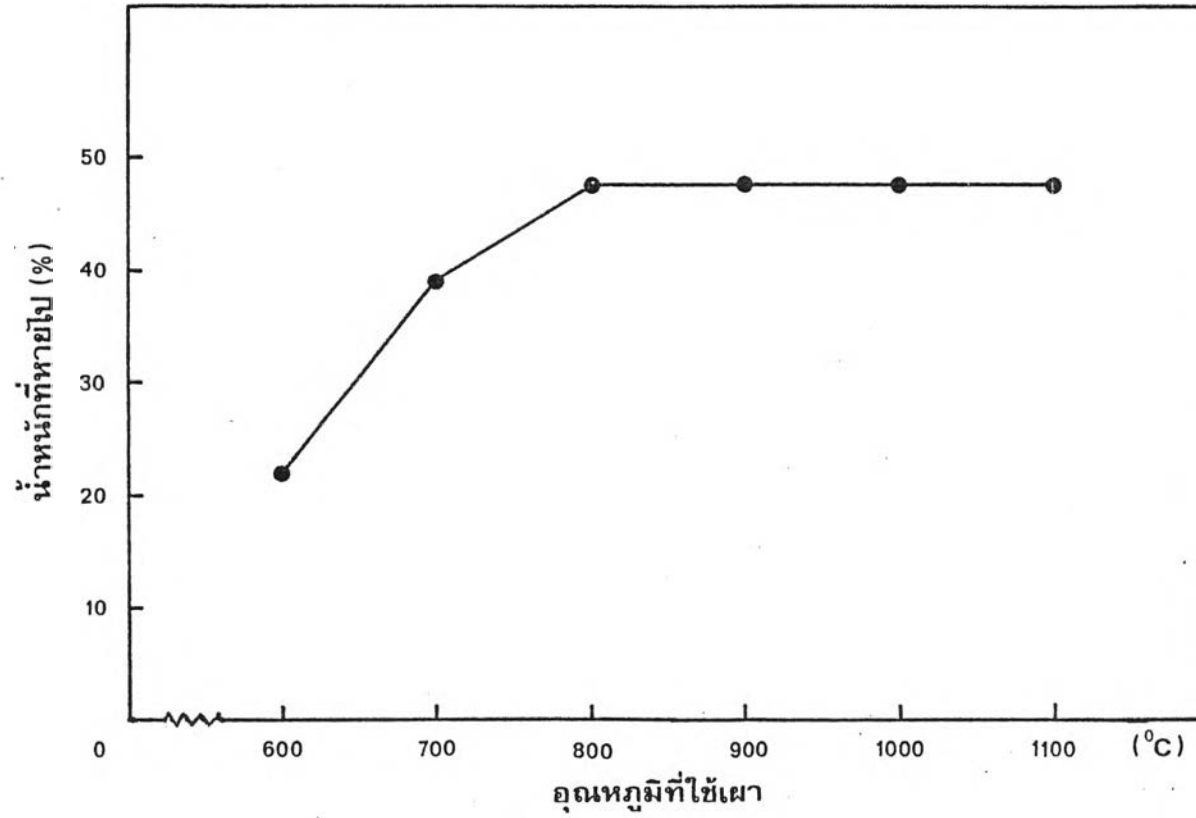
** ร้อยละของการ calcination = 100 คิดเทียบจากค่าเฉลี่ยของน้ำหนักที่หายไป ที่อุณหภูมิ 800-1100 องศาเซลเซียส ซึ่งมีค่าเท่ากับ $47.54 \pm 0.01\%$ ไม่คิดเทียบจากค่าทางทฤษฎี เนื่องจากโคโลไมต์ตัวอย่างที่ใช้ไม่ใช่โคโลไมต์บริสุทธิ์ 100% ค่าทางทฤษฎีคำนวณได้จาก



โคโลไมต์ 184.312 กรัม เมื่อเผาน้ำหนักจะหายไป = 88 กรัม

" 100.00 " " = $\frac{88 \times 100.00}{184.312}$ "

= 47.75 %



รูปที่ 3.8 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิที่ใช้ในการ calcination แร่โคโลไมต์จากเตาเผาแบบธรรมดา กับน้ำหนักที่หายไป

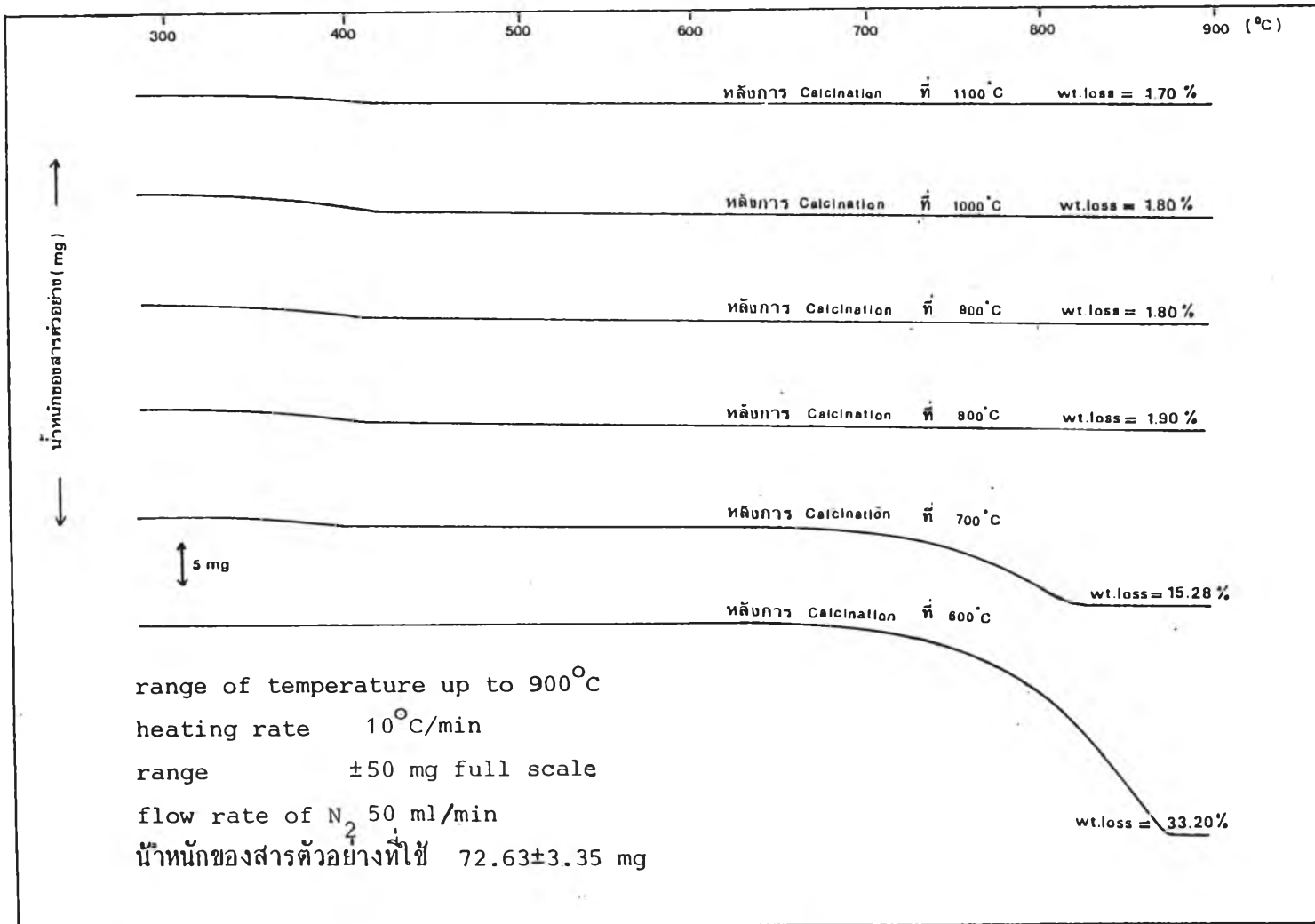


$$\begin{aligned} \text{ดังนั้นค่าจากการทดลองต่างจากค่าทางทฤษฎี} &= \frac{(47.75-47.54)}{47.75} \times 100 \\ &= 0.44 \% \end{aligned}$$

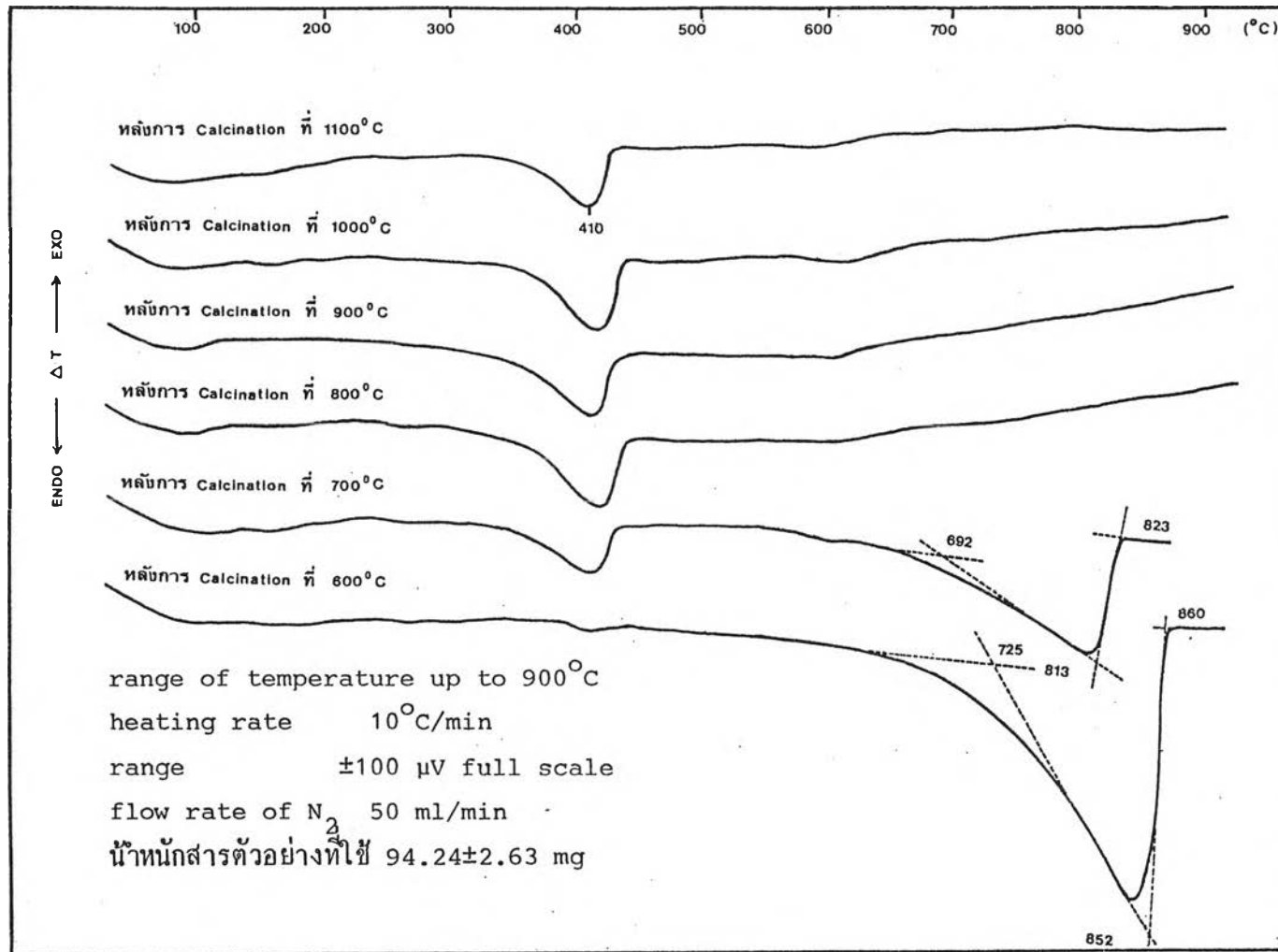
2. นำแร่โคโลไมต์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ ไปหาน้ำหนักที่หายไป และการเปลี่ยนแปลงของแร่หลังการถูกเผาโดยใช้ TGA และ DTA เพื่อหาปริมาณของส่วนที่สลายตัวไปและส่วนที่ยังเหลืออยู่ ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 3.12, 3.13 และรูปที่ 3.9, 3.10 ตามลำดับ

ตารางที่ 3.12 แสดงน้ำหนักที่หายไปของส่วนที่ยังเหลืออยู่ของแร่โคโลไมต์ที่ถูก calcined ที่อุณหภูมิต่าง ๆ จากเตาเผาแบบธรรมดา

อุณหภูมิ (°C)	น้ำหนักที่หายไปของแร่โคโลไมต์ ในส่วนที่เหลืออยู่หลังจากถูก calcined (%)
600	33.20
700	15.28
800	1.90
900	1.80
1000	1.80
1100	1.70



รูปที่ 3.9 TGA ของ calcined dolomite จากเตาเผาแบบธรรมดาที่อุณหภูมิต่าง ๆ



รูปที่ 3.10 DTA ของ calcined dolomite ที่อุณหภูมิต่าง ๆ จงกเตาเผาแบบธรรมดา

ตารางที่ 3.13 แสดงน้ำหนักที่หายไปและร้อยละของการ calcination ของแร่โคโลไมต์ จากส่วนที่ถูก calcined โดยใช้ TGA

อุณหภูมิ (°C)	น้ำหนักที่หายไป* (%)	calcination (%)**
600	14.34	30.16
700	32.25	67.86
800	45.64	96.00
900	45.74	96.21
1000	45.74	96.21
1100	45.84	96.42

หมายเหตุ * น้ำหนักที่หายไป คำนวณได้จาก น้ำหนักของแร่โคโลไมต์ส่วนที่ยังเหลืออยู่ (%) และน้ำหนักที่หายไปของแร่โคโลไมต์มากที่สุด (ค่าเฉลี่ย, %) จาก ตารางที่ 3.11 (47.54%)

** คิด 100% calcination = 47.54% น้ำหนักที่หายไปของแร่โคโลไมต์

จากรูปที่ 3.9 จะเห็นว่า เมื่ออุณหภูมิที่ใช้ในการ calcination แร่โคโลไมต์สูงขึ้น น้ำหนักของแร่โคโลไมต์ส่วนที่ยังเหลืออยู่ที่ได้จาก TGA จะลดลงตามลำดับ และจากรูปที่ 3.10 พบว่า peak เนื่องจากการสลายตัวของแร่โคโลไมต์ส่วนที่ยังเหลืออยู่จากการ calcination อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสนั้น แตกต่างไปจากการสลายตัวของแร่โคโลไมต์ที่ไม่ได้ผ่านการ calcination มาก่อน (รูปที่ 3.4) โดยเห็นเป็น peak เดียว และเริ่มมี peak เล็ก ๆ เกิดขึ้นที่อุณหภูมิประมาณ 400 องศาเซลเซียส และขนาดของ peak นี้เพิ่มขึ้นจนกระทั่งคงที่ เมื่ออุณหภูมิในการ calcined สูงขึ้น ส่วน peak เดิมของแร่โคโลไมต์นั้นมีขนาดเล็กลงเมื่ออุณหภูมิในการ calcined เท่ากับ 700 องศาเซลเซียส และหายไปเมื่ออุณหภูมิในการ calcination ตั้งแต่ 800 องศาเซลเซียสขึ้นไป ตามลำดับ

3. นำแร่โคโลไมต์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ มาหาความถ่วงจำเพาะ เพื่อศึกษาความถ่วงจำเพาะที่เปลี่ยนแปลงไปของแร่โคโลไมต์หลังการเผา โดยทำการทดลองเช่นเดียวกันกับการหาความถ่วงจำเพาะของแร่โคโลไมต์จากข้อ 3.3.1.2 ผลการทดลอง

แสดงในตารางที่ 3.14 และรูปที่ 3.11

ตารางที่ 3.14 แสดงความถ่วงจำเพาะของแร่โคโลไมต์ที่ถูก calcined ที่อุณหภูมิต่าง ๆ จากเตาเผาแบบธรรมดา

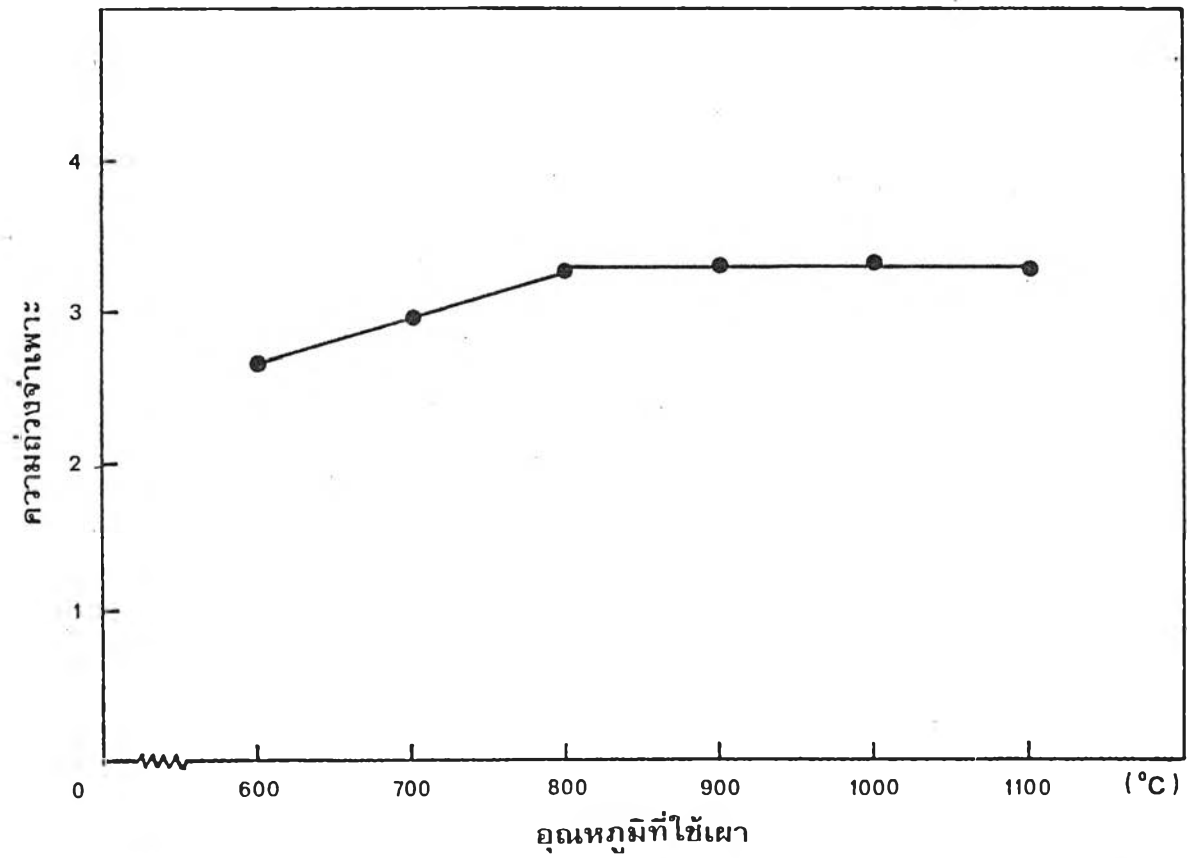
อุณหภูมิ (°C)	ความถ่วงจำเพาะ*
600	2.6455 ± 0.0216
700	2.9450 ± 0.0508
800	3.2684 ± 0.0938
900	3.2805 ± 0.0509
1000	3.3031 ± 0.1600
1100	3.2560 ± 0.0751

* ค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง 4 ครั้ง

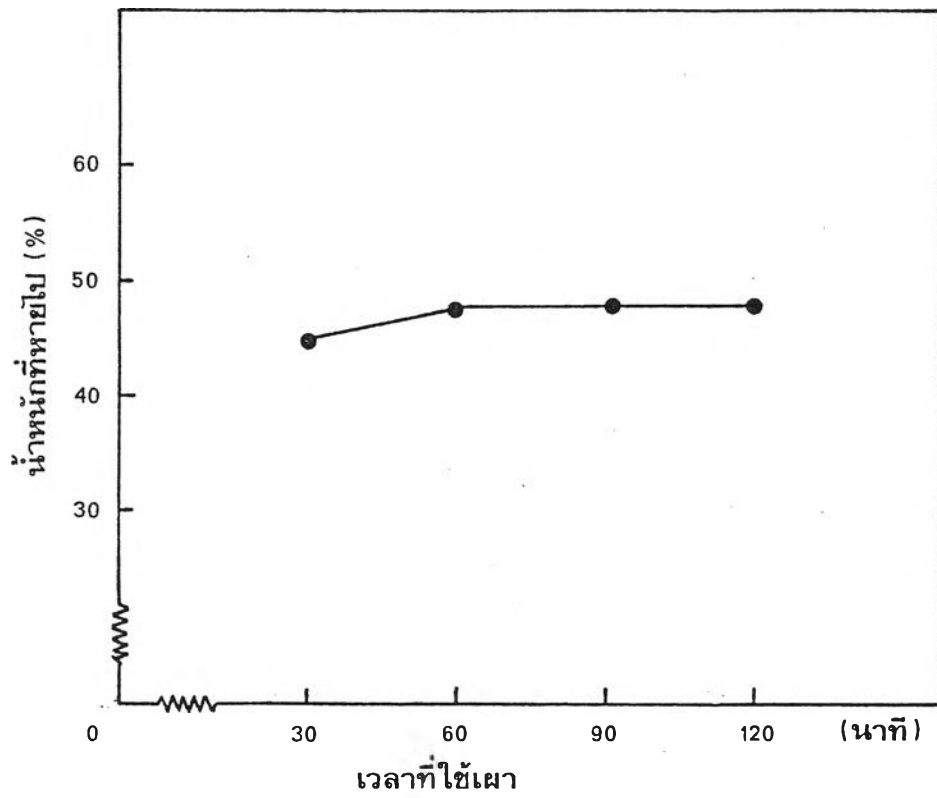
จากการทดลองจะเห็นว่า ความถ่วงจำเพาะของแร่โคโลไมต์หลังจากการ calcination แล้ว จะเปลี่ยนไปโดยมีค่าเพิ่มขึ้นและหลังจากอุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ความถ่วงจำเพาะจะเปลี่ยนแปลงเล็กน้อย (เกือบคงที่) ดังนั้นข้อมูลที่ได้จากการทดลองต่าง ๆ ทั้งหมด คิดว่าอุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นอุณหภูมิที่ต่ำที่สุดที่แร่โคโลไมต์มีการสลายตัวเกือบมากที่สุด จึงเลือกอุณหภูมินี้ในการศึกษาระยะเวลาที่ใช้ในการ calcination ต่อไป

3.5.1.2 ศึกษาหาระยะเวลาที่เหมาะสมในการ calcination

1. ชั่งแร่โคโลไมต์ที่บดละเอียดขนาด -30 เมช ครั้งละ ประมาณ 30.0 กรัม ใส่ในเบ้าแพลทินัมที่ผ่านการเผาในเตาเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส จนได้น้ำหนักคงที่แล้ว นำไปเผาในเตาเผาที่ควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30, 60, 90 และ 120 นาที ตามลำดับ นำออกมาทำให้เย็นในเดซิکเคเตอร์ แล้วนำไปชั่งให้ทราบน้ำหนักที่แน่นอน คำนวณน้ำหนักที่หายไป เนื่องจากการเผาในช่วงเวลาต่าง ๆ และหาปริมาณร้อยละของการ calcination ตามลำดับ ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 3.15 และรูปที่ 3.12



รูปที่ 3.11 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิที่ใช้ในการ calcination แร่โคลโลไมต์จากเตาเผาแบบธรรมดากับความถ่วงจำเพาะ



รูปที่ 3.12 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างระยะเวลาที่ใช้ในการ calcination แร่โคลโลไมต์อุณหภูมิตั้งที่ 800 องศาเซลเซียส จากเตาเผาแบบธรรมดา กับน้ำหนักที่หายไป

ตารางที่ 3.15 แสดงน้ำหนักที่หายไป และร้อยละของการ calcination ของแร่โคโลไมต์ ที่ถูก calcined ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ในช่วงเวลาต่าง ๆ กัน จากเตาเผาแบบธรรมดา

เวลา (นาที)	น้ำหนักที่หายไป (%) *	calcination (%)
30	44.79 ± 0.05	94.22
60	47.46 ± 0.02	99.83
90	47.54 ± 0.04	100.00
120	47.54 ± 0.01	100.00

* เป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง 3 ครั้ง

2. นำแร่โคโลไมต์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ในช่วงเวลาต่าง ๆ กัน ไปหาน้ำหนักที่หายไปและการเปลี่ยนแปลงของแร่หลังการถูกเผาโดยใช้ TGA และ DTA เพื่อหาปริมาณของส่วนที่สลายตัวไปและส่วนที่ยังเหลืออยู่ ผลการทดลองแสดง ในตารางที่ 3.16, 3.17 และรูปที่ 3.13, 3.14

ตารางที่ 3.16 แสดงน้ำหนักที่หายไปของแร่โคโลไมต์ส่วนที่ยังเหลืออยู่ หลังจากถูก calcined ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ในช่วงเวลาต่าง ๆ จากเตาเผาแบบธรรมดา

เวลา (นาที)	น้ำหนักที่หายไปของแร่โคโลไมต์ ในส่วนที่เหลืออยู่หลังจากถูก calcined (%)
30	9.91
60	3.25
90	2.33
120	1.90

ตารางที่ 3.17 แสดงน้ำหนักที่หายไปและร้อยละของการ calcination แร่โคลโลไมต์ ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ในช่วงเวลาต่าง ๆ กัน จากเตาเผาแบบธรรมดา

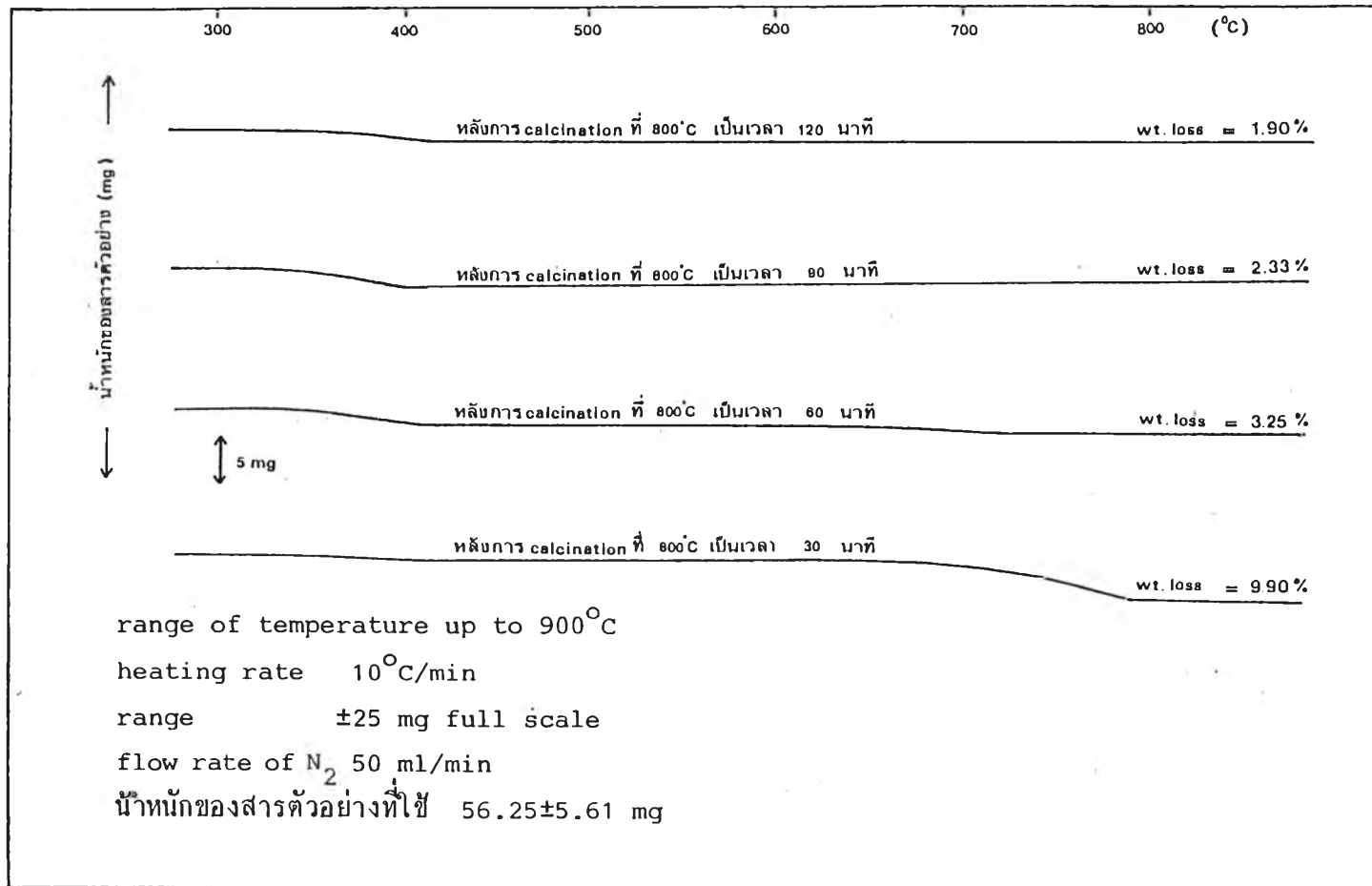
เวลา (นาที)	น้ำหนักที่หายไป (%) [*]	calcination (%)
30	37.63	79.15
60	44.29	93.16
90	45.21	95.10
120	45.84	96.00

3. นำแร่โคลโลไมต์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ในช่วงเวลาต่าง ๆ กัน มาหาความถ่วงจำเพาะ เพื่อศึกษาความถ่วงจำเพาะที่เปลี่ยนไปของแร่โคลโลไมต์หลังการเผา โดยทำการทดลองเช่นเดียวกันกับการหาความถ่วงจำเพาะของแร่โคลโลไมต์จากข้อ 3.3.1.2 ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 3.18 และรูปที่ 3.15

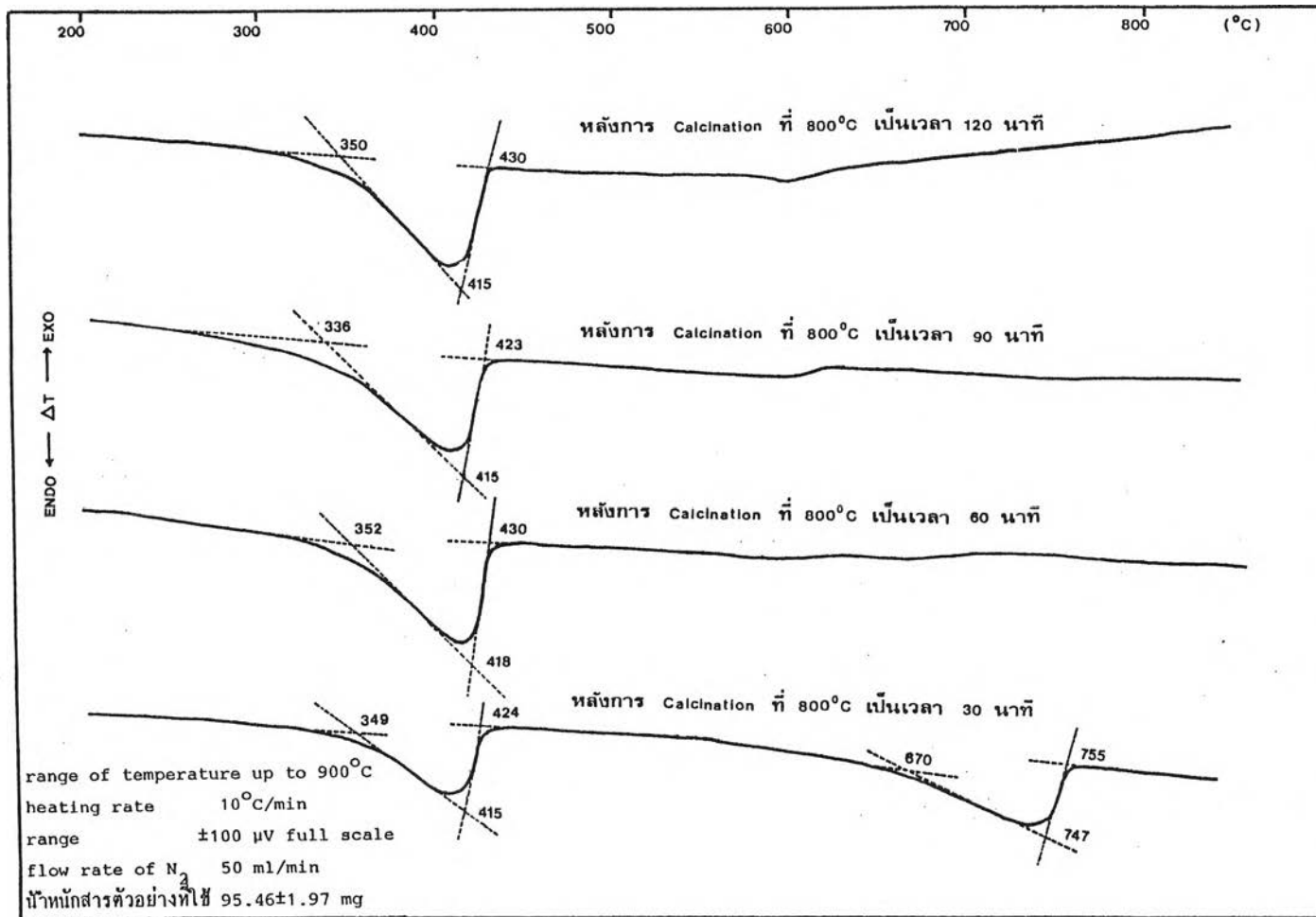
ตารางที่ 3.18 แสดงความถ่วงจำเพาะของแร่โคลโลไมต์ที่ถูก calcined ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ในช่วงเวลาต่าง ๆ กัน จากเตาเผาแบบธรรมดา

เวลา (นาที)	ความถ่วงจำเพาะ [*]
30	2.8739 ± 0.0965
60	3.2700 ± 0.1090
90	3.2419 ± 0.0589
120	3.2684 ± 0.0938

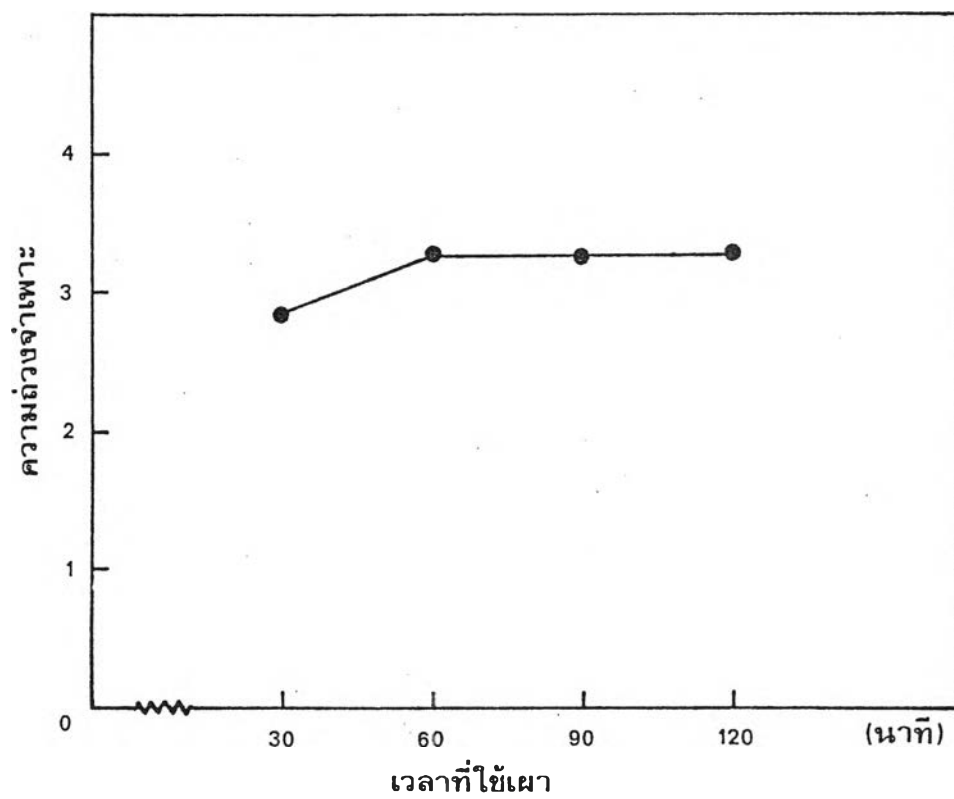
* เป็นค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง 4 ครั้ง



รูปที่ 3.13 TGA ของ calcined dolomite ที่ 800 องศาเซลเซียส จากเตาเผาแบบธรรมดาในช่วงเวลาต่าง ๆ กัน



รูปที่ 3.14 DTA ของ calcined dolomite ที่ 800 องศาเซลเซียส จากเตาเผาแบบธรรมดาในช่วงเวลาต่าง ๆ กัน



รูปที่ 3.15 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างระยะเวลาที่ใช้ในการ calcination แร่โคโลไมต์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส จากเตาเผาแบบธรรมดา กับความถ่วงจำเพาะ

3.5.2 ศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมในการ calcination ในเตาเผาแบบฟลูอิโดเซชัน

ระบบฟลูอิโดเซชัน เป็นระบบที่ต้องใช้ของไหลบ้อนเข้าสู่เตาเผา เพื่อทำให้ เม็ดของแข็งลอยตัวอยู่ในเตาเผา สำหรับโครงการ calcination เราใช้อากาศเป็นตัว กลางของระบบ พร้อมทั้งทำการศึกษาผลกระทบของการเพิ่มหรือลดปริมาณความเร็วลมที่บ้อน เข้าสู่ระบบ ความเร็วลมจะวัดด้วย orifice ที่จัดสร้างขึ้นเอง จึงต้องสร้างกราฟมาตรฐาน เพื่อใช้ในการเปรียบเทียบ

3.5.2.1 กราฟมาตรฐานความสัมพันธ์ของความเร็วลมและความดันตกที่ วัดจากแมนอมิเตอร์

การหาปริมาณการไหลของของไหลใช้หลักการที่ว่า การไหลของ ของไหลผ่านท่อที่มีพื้นที่หน้าตัดต่างกันแล้วจะทำให้เกิดความดันตกระหว่างพื้นที่หน้าตัดทั้งสองชั้น ความดันตกนี้เป็นสัดส่วนโดยตรงกับปริมาณการไหลหรือความเร็วของการไหล ในการทดลองได้ ใช้ orifice ต่อเข้ากับท่ออากาศและแมนอมิเตอร์ที่ตั้งทำมุมเอียง 45 องศา ดังรูปที่ 3.16 ก เปิดพัดลมความดันสูงให้อากาศไหลผ่าน orifice แล้วปล่อยออกตรงปลายท่ออีกด้านหนึ่ง ซึ่งมีเครื่องวัดความเร็วลม (Anemometer) อย่างละเอียดติดตั้งอยู่ อ่านค่าความเร็วลม (u) พร้อมกับอ่านค่าของความดันตก (ΔP_1) ที่แมนอมิเตอร์ ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 3.19 แล้วนำมาเขียนลงในกราฟระหว่าง $\sqrt{\Delta P_1}$ และ u ดังแสดงในรูปที่ 3.17

3.5.2.2 ความเร็วต่ำสุดของฟลูอิโดเซชัน

เม็ดของแข็งที่อยู่ในเตาเผาจะลอยตัวอยู่ในสภาวะฟลูอิโดเซชัน นั้นจะต้องใช้ลมที่มีความเร็วอย่างต่ำจำนวนหนึ่ง เพื่อให้เกิดแรงที่มีขนาดเท่ากับแรงดึงดูดของ โลกและแรงเสียดทานของเม็ดของแข็งพอดี ความเร็วนี้เรียกว่า ความเร็วต่ำสุด

การทดลองได้ต่อปลายท่อของ orifice เข้ากับหอทดลอง ทำด้วยพลาสติกใส ที่ฐานของหอทดลองมีช่องวัดความดันที่เกิดขึ้นในเบด (ΔP_2) ขณะที่ปล่อย ให้อากาศผ่านเบดขึ้นไป ความดันที่เกิดขึ้นนี้เนื่องมาจากแรงเสียดทานระหว่างอากาศกับ เม็ด ของแข็ง (แร่โคโลไมต์) ความดันภายในเบดค่อย ๆ เพิ่มขึ้นพร้อมกับที่เราเพิ่มความเร็วลม อ่านค่าความเร็วลมพร้อมกับค่าความดันตกทุกครั้ง ดังแสดงไว้ในตารางที่ 3.20 จน

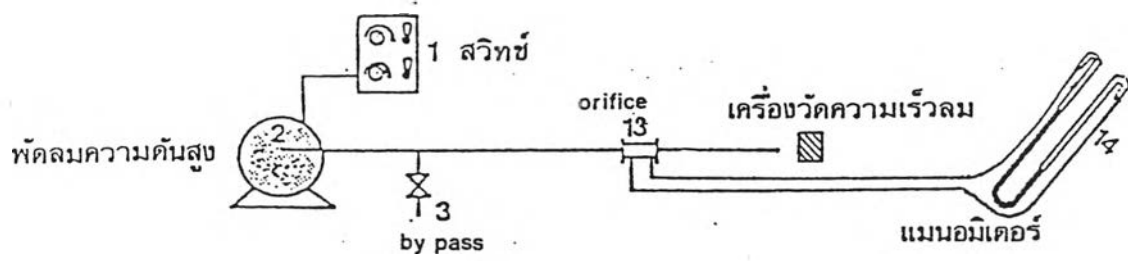
ถึงความเร็ว 71.7 เมตร/นาที วัดความดันตกได้ 4.7 เซนติเมตร เมื่อเพิ่มความเร็วจาก 7.17 เมตร/นาที ต่อไป ค่าของความดันตกยังมีค่าเท่าเดิม ในจุดที่ความดันตกภายในเขตไม่เปลี่ยนแปลงนี้เราเรียกว่า ความเร็วต่ำสุดของฟลูอิดเซชัน ซึ่งเห็นได้ชัดเจนในรูปที่ 3.17

ตารางที่ 3.19 แสดงค่า ΔP_1 , $\sqrt{\Delta P_1}$, u ที่วัดได้

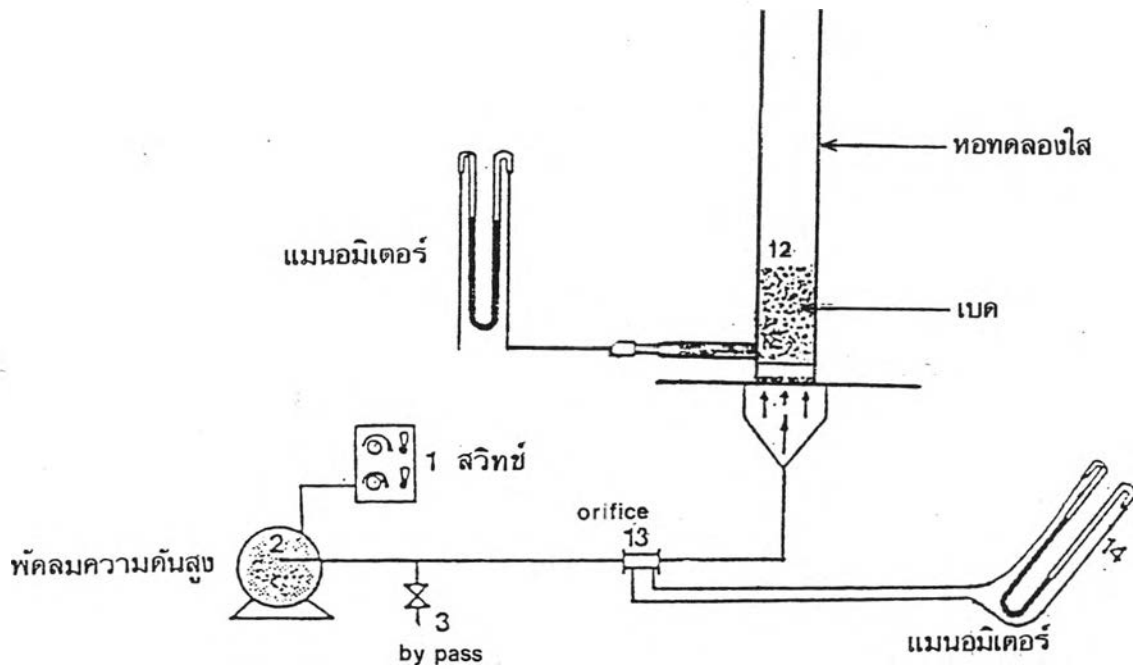
ΔP_1 (cm)	$\sqrt{\Delta P_1}$	u (m/min)
7.2	2.68	123.0
8.0	2.83	138.5
9.0	3.00	158.0
10.0	3.16	173.3
11.1	3.33	192.5
12.0	3.46	209.5
13.4	3.66	229.0
14.2	3.76	241.5
16.0	4.00	266.0

ตารางที่ 3.20 แสดงค่า u , ΔP_2 , $\log u$, $\log \Delta P_2$

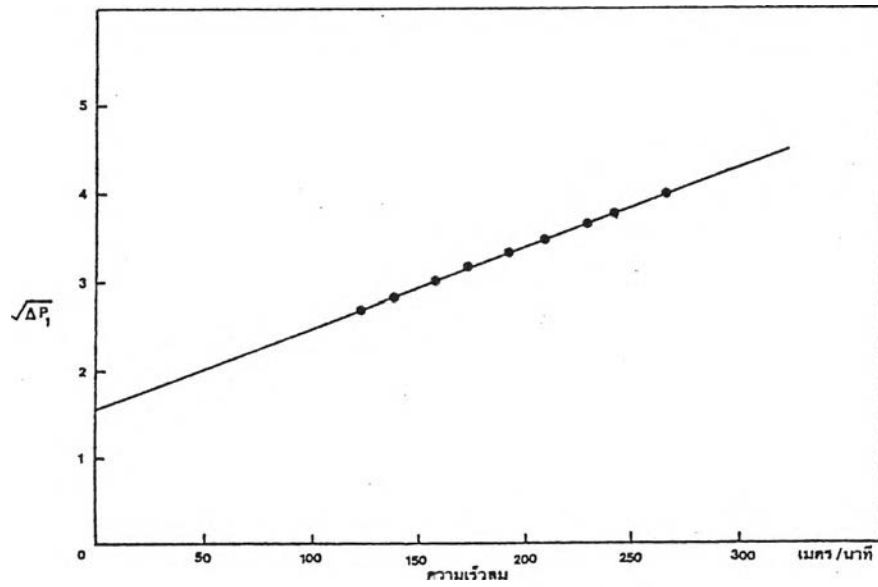
u (m/min)	ΔP_2 (cm)	$\log u$	$\log \Delta P_2$
65.8	1.8	1.82	0.26
66.8	3.6	1.83	0.56
69.2	4.5	1.84	0.65
71.7	4.7	1.86	0.67
74.2	4.7	1.87	0.67
76.6	4.7	1.88	0.67
79.0	4.7	1.90	0.67
81.4	4.7	1.91	0.67
83.7	4.7	1.92	0.67
86.1	4.7	1.94	0.67



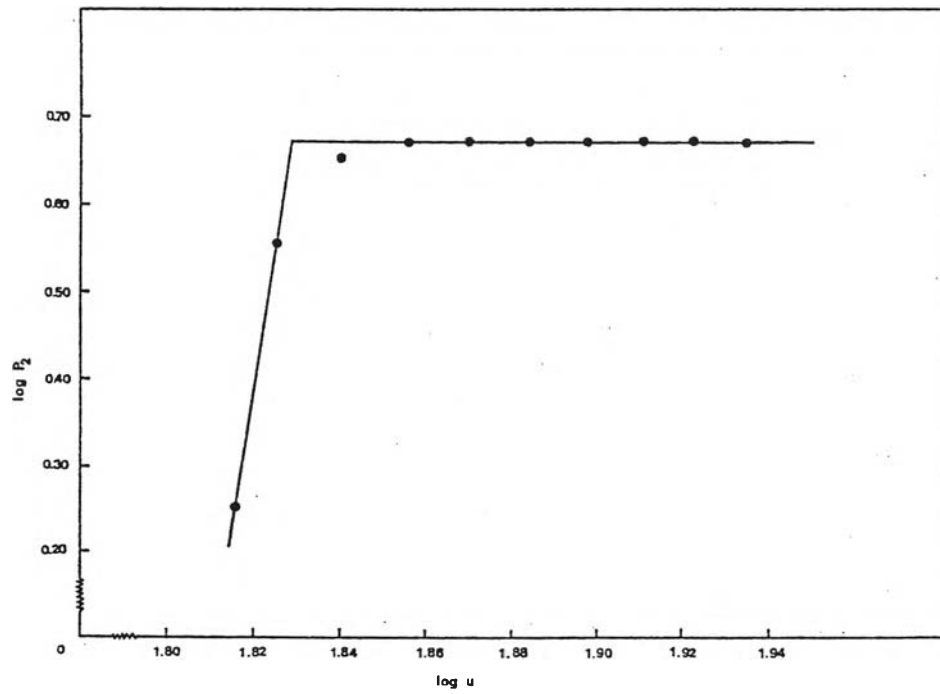
รูปที่ 3.16 ก แสดงลักษณะเครื่องมือที่ใช้ในการปรับความเร็วลมเพื่อสร้างกราฟมาตรฐาน



รูปที่ 3.16 ข .ท่อทอลองที่ทำด้วยพลาสติกใสในการหาความเร็วต่ำสุด



รูปที่ 3.17 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเร็วกับ $\sqrt{\Delta P_1}$ จากแอนนิโมมิเตอร์



รูปที่ 3.18 แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $\log P_2$ กับ $\log u$

3.5.2.3 การหาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการ calcination

การทดลองทำโดยการอุ่นเตาเสียก่อนด้วยการเปิดเครื่องให้ความร้อน (heater) ภายในเตา จนมีอุณหภูมิประมาณ 200 องศาเซลเซียส แล้วจึงค่อยใส่แร่โคโลไมต์ที่บดละเอียดขนาด -30 เมช ครึ่งละ 450 กรัม เข้าไปในเตา บ้อนอากาศจากพัดลมความดันสูงเข้าไปในเตาโดยบ้อนจากด้านล่างชั้นสู่ด้านบน ให้ได้ความเร็วลมประมาณ 67 เมตรต่อนาที หรือความดันตกที่แมนอมิเตอร์ เท่ากับ 4.7 เซนติเมตร แล้วทำการทดลองโดยเผาสารแต่ละครั้งที่อุณหภูมิจนถึง 600, 700, 800, 900, 1000 องศาเซลเซียส ตามลำดับ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง หลังจากสารตัวอย่างถูกเผาและเย็นตัวลงแล้ว จึงนำสารตัวอย่างที่เผาออกทางด้านข้างของเตา แล้วนำแร่ที่ได้จากการเผาในแต่ละอุณหภูมิไปหาความถ่วงจำเพาะ น้ำหนักที่หายไปโดยใช้ DTA และ TGA เพื่อหาปริมาณของส่วนที่สลายไปและส่วนที่ยังเหลืออยู่ ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 3.21-3.23 และรูปที่ 3.19-3.21 ตามลำดับ พบว่าอุณหภูมิที่เหมาะสมคือ 1000 องศาเซลเซียส

ตารางที่ 3.21 แสดงผลการหาความถ่วงจำเพาะของแร่โคโลไมต์ที่ถูก calcined ที่อุณหภูมิต่าง ๆ จากเตาเผาแบบฟลูอิดเซชัน

อุณหภูมิ (°C)	ความถ่วงจำเพาะ*
600	2.7492 ± 0.0402
700	2.7759 ± 0.0827
800	2.7098 ± 0.1131
900	2.6117 ± 0.0848
1000	2.6418 ± 0.0675

* ค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง 4 ครั้ง

ตารางที่ 3.22 แสดงน้ำหนักที่หายไปของส่วนที่ยังเหลืออยู่ของแร่โคโลไมต์ที่ถูก calcined ที่อุณหภูมิต่าง ๆ จากเตาเผาแบบฟลูอิดไอเซชันโดยเทคนิคทาง TGA

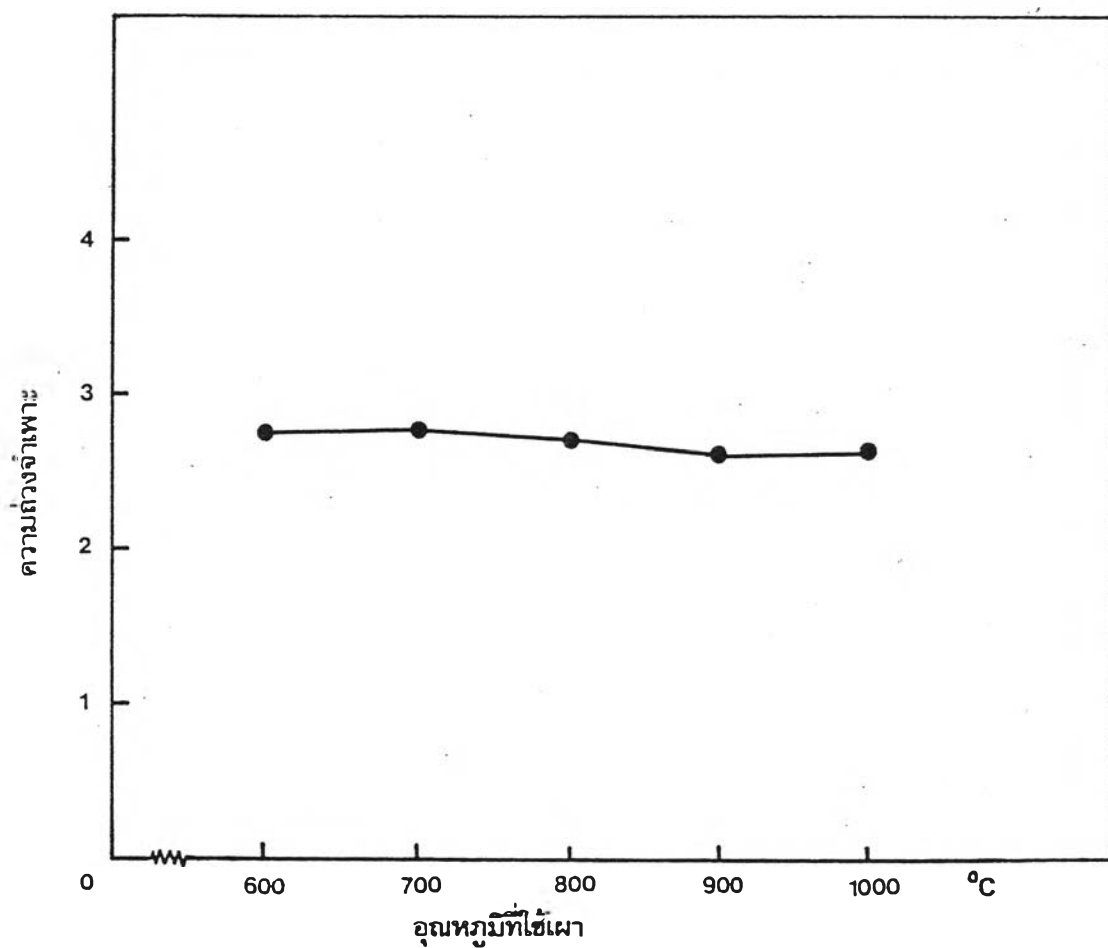
อุณหภูมิ (°C)	น้ำหนักที่หายไปของแร่โคโลไมต์ ในส่วนที่เหลืออยู่หลังจากถูก calcined แล้ว (%)
600	47.7
700	45.9
800	46.4
900	43.0
1000	36.7

ตารางที่ 3.23 แสดงน้ำหนักที่หายไปและร้อยละของการ calcination ของแร่โคโลไมต์ในส่วนที่ถูก calcined ที่อุณหภูมิต่าง ๆ จากเตาเผาแบบฟลูอิดไอเซชัน

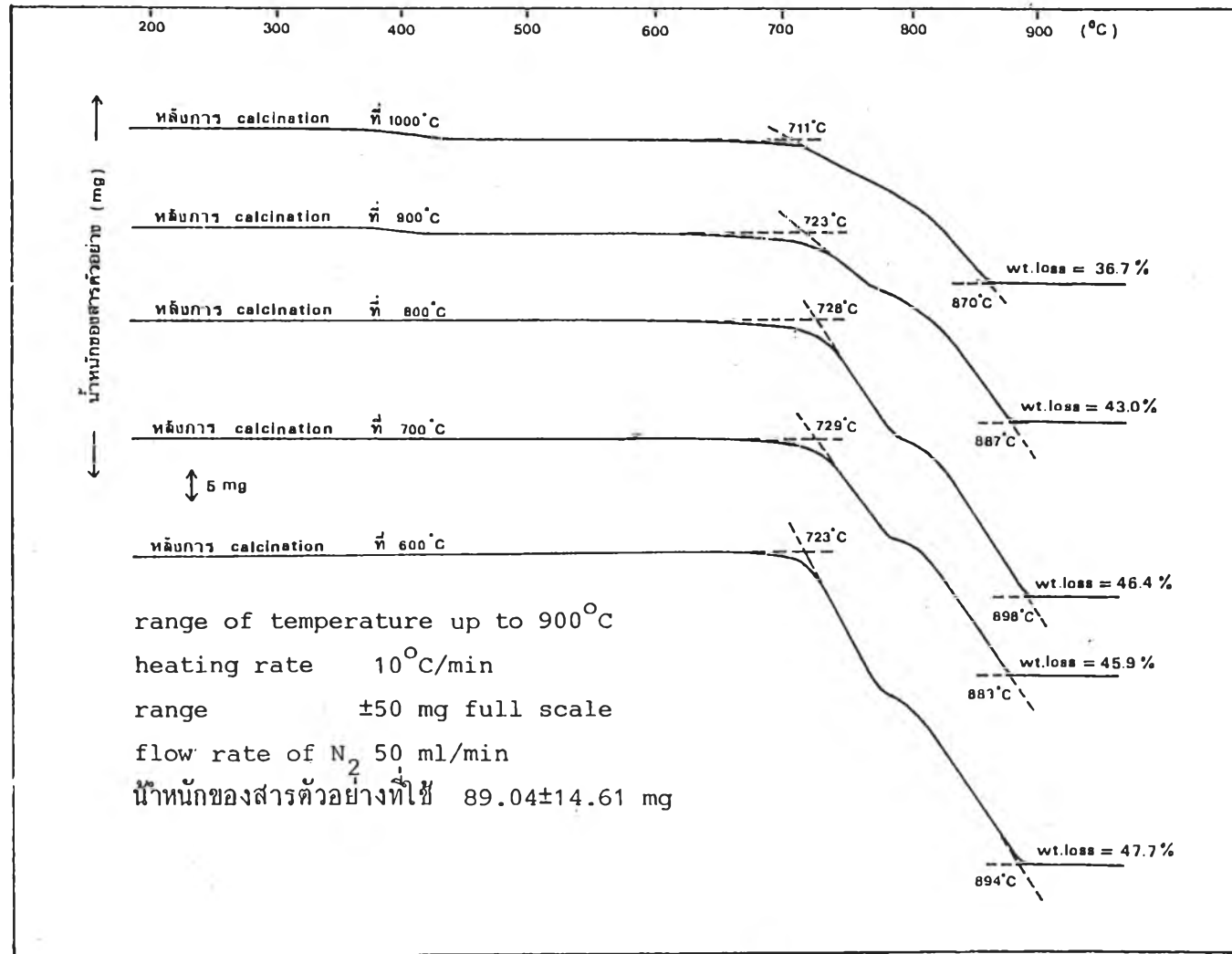
อุณหภูมิ (°C)	น้ำหนักที่หายไป* (%)	calcination (%)**
600	-0.16	0.00
700	1.64	3.45
800	1.14	2.39
900	4.54	4.54
1000	10.84	22.80

* คำนวณจาก น้ำหนักที่หายไปสูงสุดจากเตาเผาแบบธรรมดา (47.54%) แล้วลบด้วย น้ำหนักที่หายไปของแร่โคโลไมต์ในส่วนที่เหลืออยู่หลังจากถูก calcined แล้ว

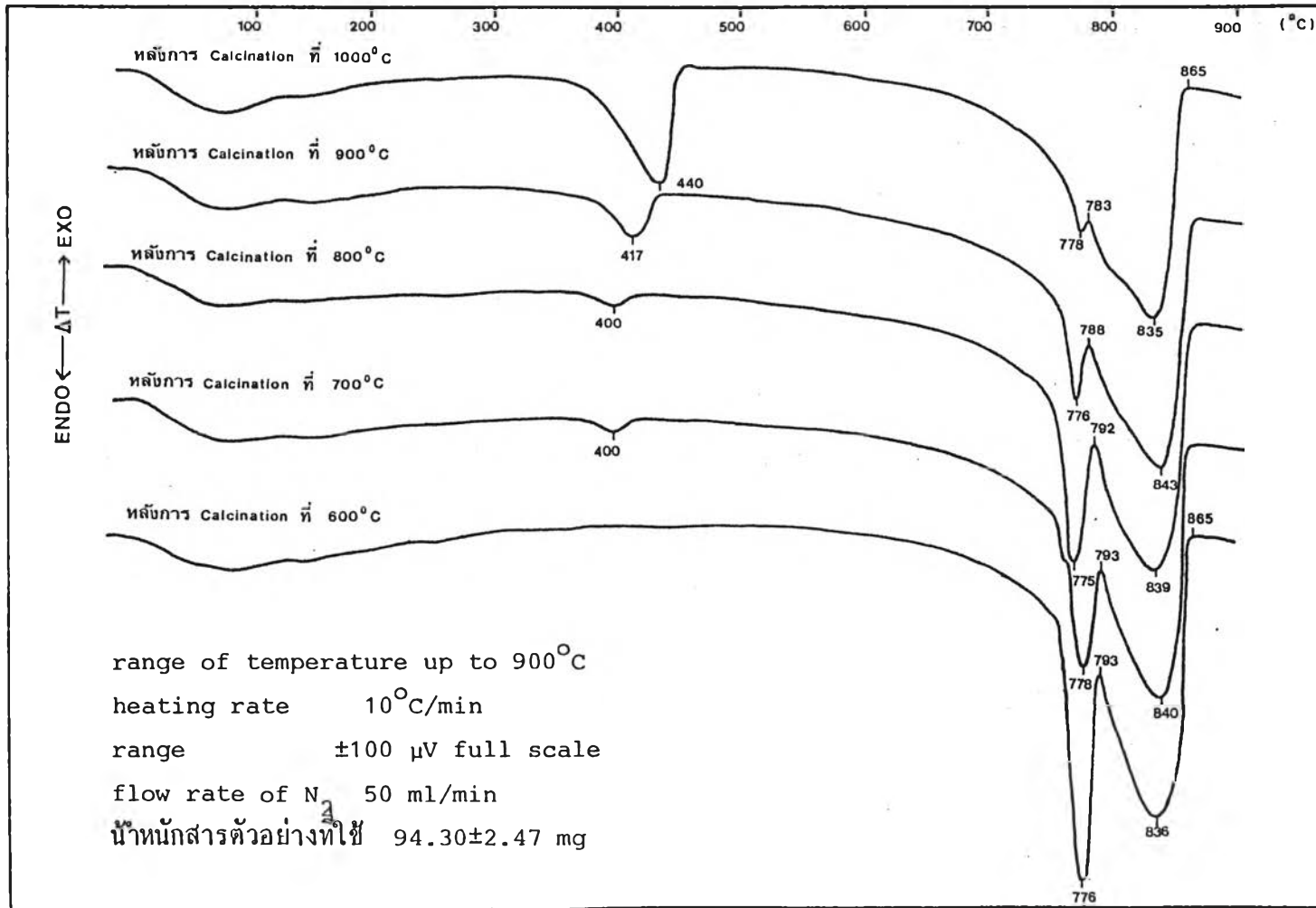
** คิดเทียบ % น้ำหนักที่หายไปสูงสุดจากเตาเผาแบบธรรมดาให้เป็น 100%



รูปที่ 3.19 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิที่ใช้ในการ calcination แร่โคลโลไมต์ จากเตาเผาแบบฟลูอิโดเซชันกับความถ่วงจำเพาะ



รูปที่ 3.20 TGA ของ calcined dolomite จากเตาเผาแบบฟลูอิดไอเซชันที่อุณหภูมิต่าง ๆ กัน



รูปที่ 3.21 DTA ของ calcined dolomite ที่อุณหภูมิต่าง ๆ จากเตาเผาแบบฟลูอิโดเซชัน

3.5.2.4 การหาระยะเวลาที่เหมาะสมในการ calcination

ทำการทดลองเช่นเดียวกันกับการหาอุณหภูมิที่เหมาะสม โดยควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30, 60, 90, 120, 150 นาที ตามลำดับ หลังจากสารตัวอย่างที่ถูกเผาเย็นตัวลงแล้ว จึงนำสารตัวอย่างที่ถูกเผาแล้วออกทางด้านล่างของเตา แล้วนำแร่ที่ได้จากการเผาในช่วงเวลาต่าง ๆ กันไปหาความถ่วงจำเพาะและหาน้ำหนักที่หายไปโดยใช้ DTA และ TGA เพื่อหาปริมาณของส่วนที่สลายไปและส่วนที่ยังเหลืออยู่ ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 3.24-3.26 และรูปที่ 3.22-3.24 ตามลำดับ

ตารางที่ 3.24 แสดงผลการหาความถ่วงจำเพาะของแร่โคโลไมต์ที่ถูก calcined ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส ในช่วงเวลาต่าง ๆ กัน จากเตาเผาแบบฟลูอิโดเซชัน

ระยะเวลา (นาที)	ความถ่วงจำเพาะ*
30	2.7019 ± 0.1128
60	2.6594 ± 0.0712
90	2.5022 ± 0.0822
120	2.6418 ± 0.0675
150	2.6517 ± 0.0937

* ค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง 4 ครั้ง

ตารางที่ 3.25 แสดงน้ำหนักที่หายไปของส่วนที่ยังเหลืออยู่ของแร่โคลิไมต์ที่ถูก calcined ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส ในช่วงเวลาต่าง ๆ กัน จากเตาเผาแบบ ฟลูอิดไอเซชัน โดยเทคนิคทาง TGA

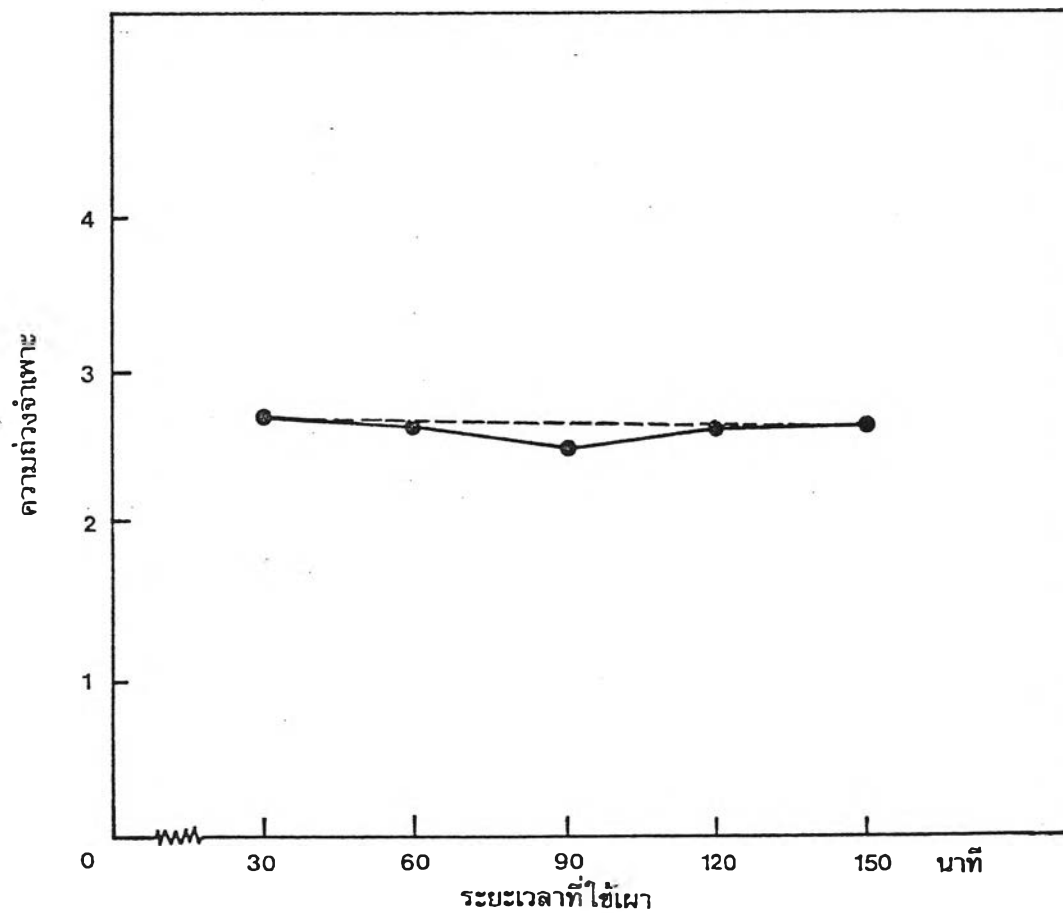
ระยะเวลา (นาที)	น้ำหนักที่หายไปของแร่โคลิไมต์ จากส่วนที่เหลืออยู่หลังการถูก calcined (%)
30	26.60
60	16.90
90	18.06
120	36.70
150	40.50

ตารางที่ 3.26 แสดงน้ำหนักที่หายไปและร้อยละของการ calcination ของแร่โคลิไมต์ จากส่วนที่ถูก calcined ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส ในช่วงเวลาต่าง ๆ กัน จากเตาเผาแบบฟลูอิดไอเซชัน

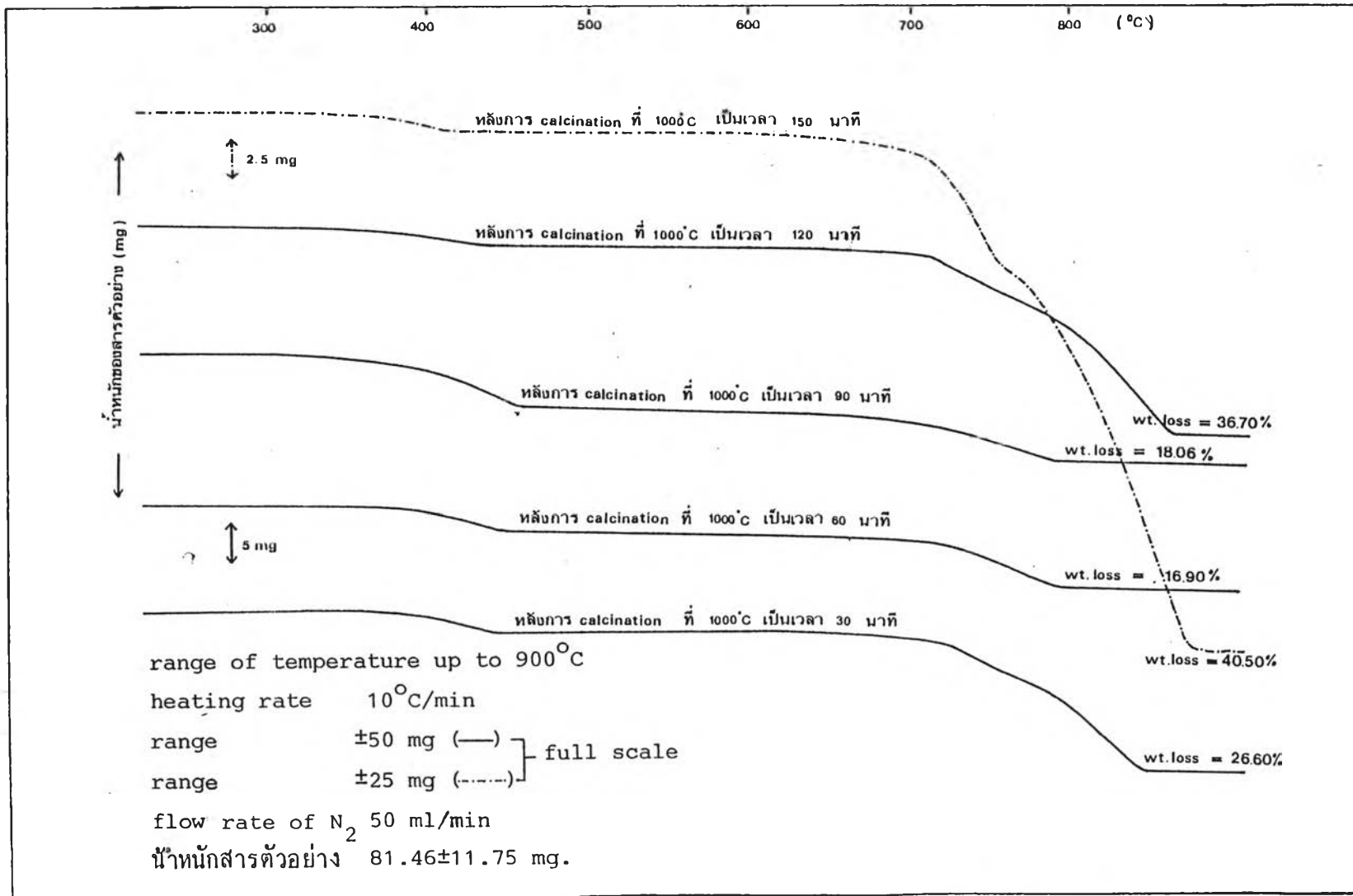
ระยะเวลา (นาที)	น้ำหนักที่หายไป* (%)	calcination (%)**
30	20.94	44.05
60	30.64	64.45
90	29.48	62.01
120	10.84	22.80
150	7.04	14.81

* คำนวณเช่นเดียวกับตารางที่ 3.23

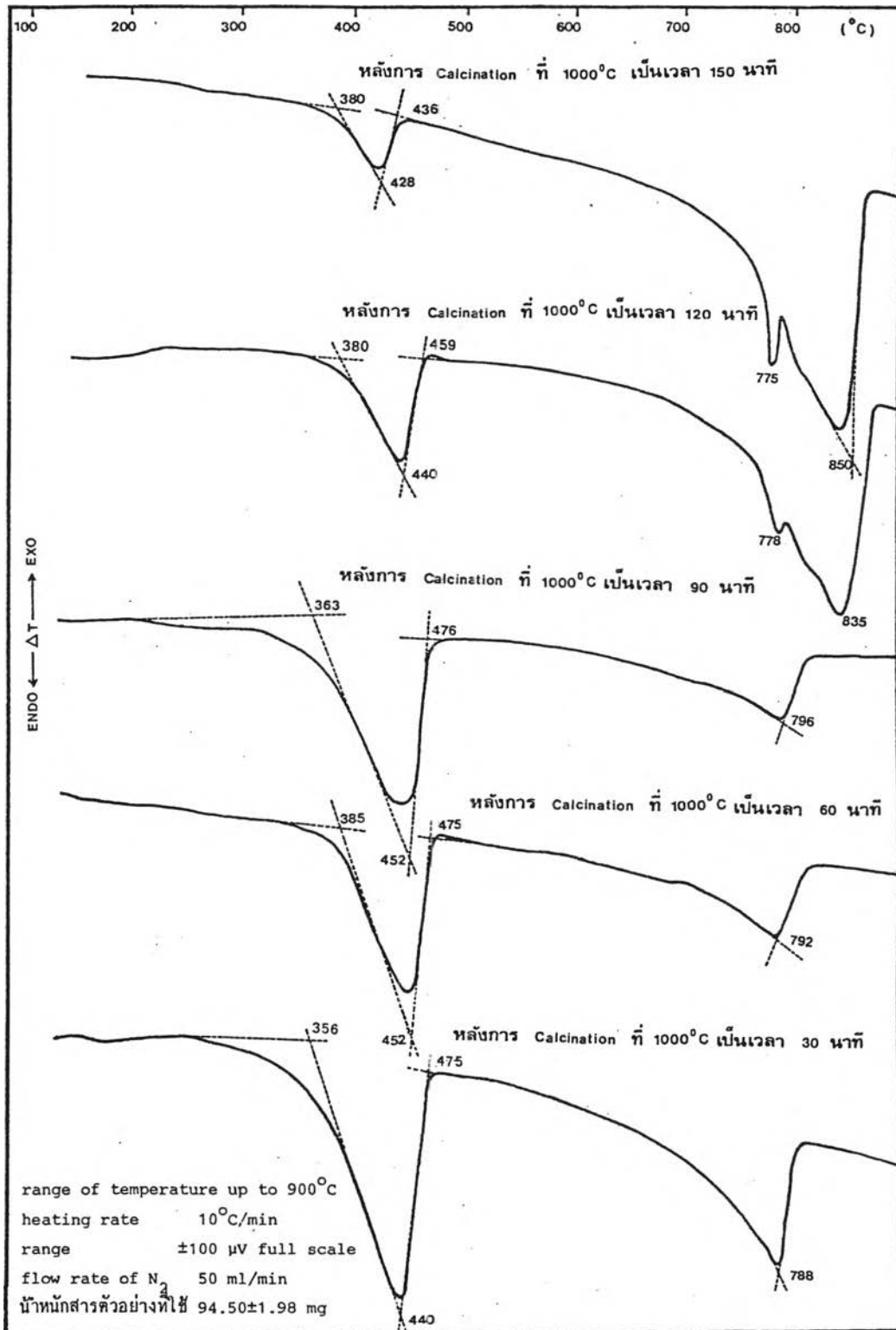
** คิดเทียบกับ % น้ำหนักที่หายไปสูงสุดจากเตาเผาแบบธรรมดาให้เป็น 100%



รูปที่ 3.22 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างระยะเวลาที่ใช้การ calcination แร่โคลโลไมต์ ที่ 1000 องศาเซลเซียส จากเตาเผาแบบฟลูอิดไอเซชันกับความถ่วงจำเพาะ



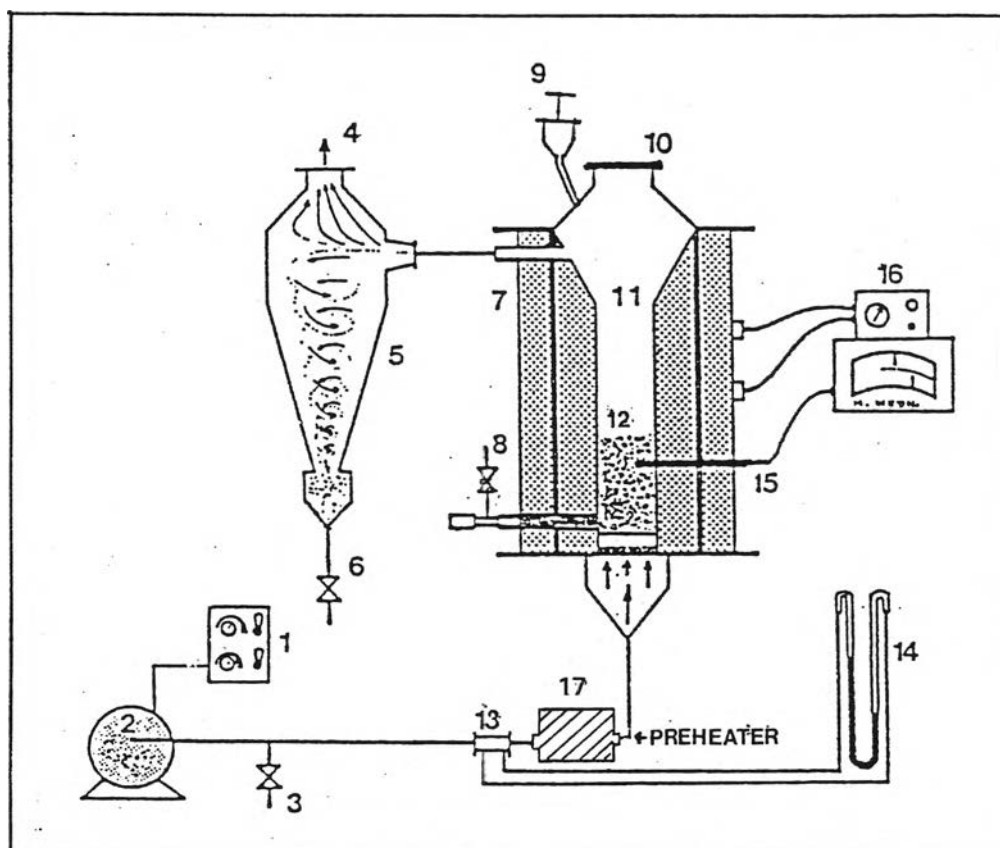
รูปที่ 3.23 TGA ของ calcined dolomite ที่ 1000 องศาเซลเซียส จากเตาเผาแบบฟลูอิดเซชันในช่วงเวลาต่าง ๆ กัน



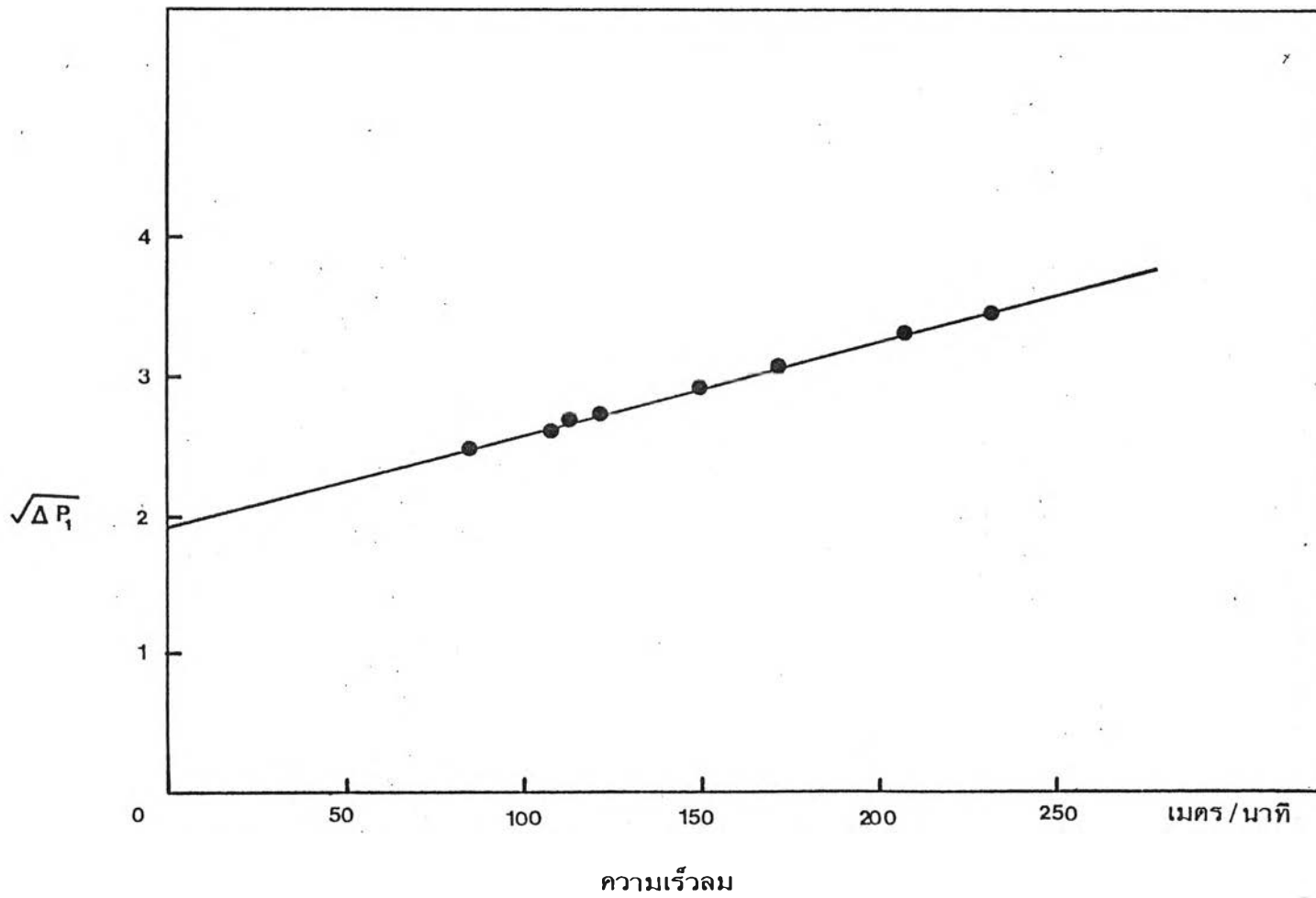
รูปที่ 3.24 DTA ของ calcined dolomite ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส จากเตาเผาแบบฟลูอิดเซชันในช่วงเวลาต่าง ๆ กัน

จากผลการทดลองที่ได้ของการศึกษาหาอุณหภูมิและระยะเวลาที่เหมาะสมในการทำ calcination ของแร่โคโลไมต์ในเตาเผาแบบฟลูอิดเซชันแล้ว พบว่า ผลยังไม่ดีเท่าที่ควร เมื่อเทียบกับผลการทดลองที่ได้จากเตาเผาแบบธรรมดา ผู้วิจัยจึงได้พยายามปรับปรุงเตาเผาแบบฟลูอิดเซชันเพื่อให้ได้ผลดีขึ้น ดังรายละเอียดต่าง ๆ ต่อไปนี้

ขั้นแรก ได้เพิ่ม preheater เข้ากับเครื่อง ดังรูปที่ 3.25 โดยให้อากาศจากเครื่องอัดอากาศผ่านเข้าสู่ preheater ให้อากาศนั้นมีอุณหภูมิสูงขึ้นประมาณ 300-400 องศาเซลเซียส แล้วจึงเข้าสู่ภายในเตา ในการทดลองได้ใช้อุณหภูมิในการ calcination ที่ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ความเร็วลมเริ่มแรกปรับ $\Delta P_1 = 4.7$ เซนติเมตร พบว่าเมื่อเปิด preheater ΔP_1 เปลี่ยนเป็น 5.6 เซนติเมตร เบดจึงเริ่มขยับ จึงได้ทำการ calibrate ความเร็วลมใหม่โดยทำการทดลองเช่นเดียวกันกับในข้อ 3.5.2.1 (ไม่ต้องหา U_{mf} ใหม่ เพราะเป็นสารตัวเดิม U_{mf} จะมีค่าเท่าเดิม) ดังแสดงในรูปที่ 3.26 ได้ความเร็วลมเท่ากับ 63 เมตร/นาที

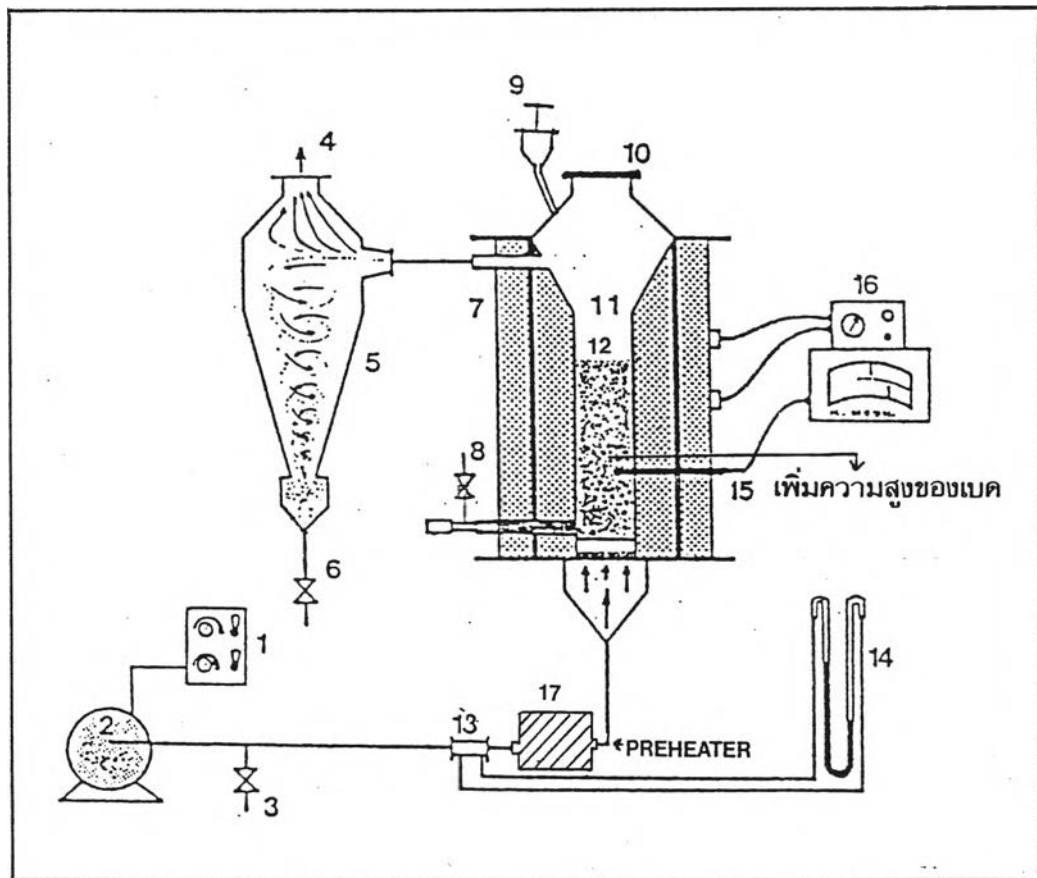


รูปที่ 3.25 แสดงเตาเผาแบบฟลูอิดเซชันที่เพิ่ม PREHEATER เข้าไป



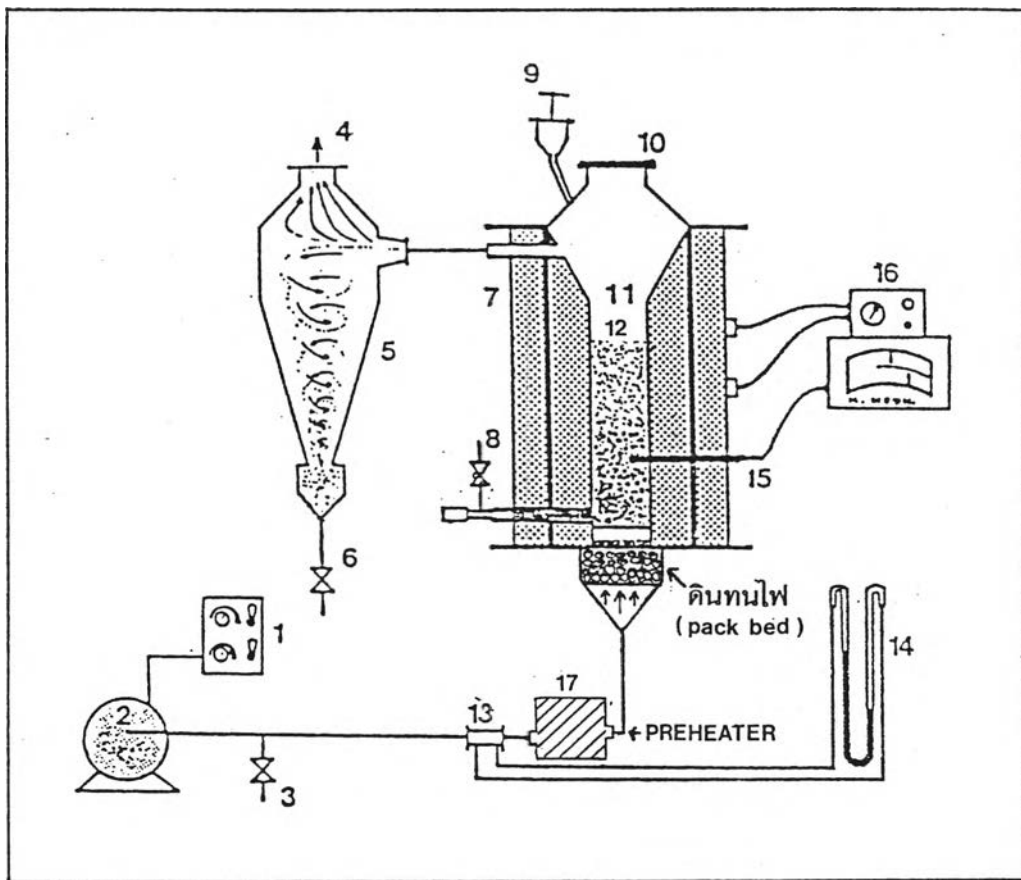
รูปที่ 3.26 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเร็วลมกับ $\sqrt{\Delta P_1}$ เมื่อมี Preheater

ขั้นที่สอง ได้ลองเพิ่มปริมาณของแร่โคลิไมต์ชั้นอีกหนึ่งเท่า (850 กรัม) เป็นการเพิ่มปริมาณของเบคให้สูงขึ้น เพื่อดูผลของการเกิดฟลูอิดไอเซชันของแร่โคลิไมต์ ดังรูปที่ 3.27 ในการทดลองใช้อุณหภูมิในการ calcination ที่ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ความเร็วลมเท่ากับ 63 เมตร/นาที

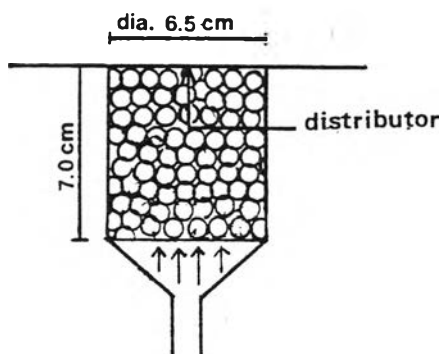


รูปที่ 3.27 แสดงการเพิ่มความสูงของเบคในเตาเผาแบบฟลูอิดไอเซชัน

ชั้นที่สาม ใต้ช่องใส่ดินเหนียวที่ขึ้นเป็นลูกกลมเล็ก ๆ เส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 8 มิลลิเมตร เป็น pack bed ลงไปได้แผ่นกระจายความเร็วลม (distributor) ภายในเตาให้เต็ม เพื่อช่วยกระจายอากาศที่เข้าไปภายในเตาให้สม่ำเสมอทั่วทั้งเบด ดังรูปที่ 3.28 ในการทดลองใช้อุณหภูมิในการ calcination ที่ 1000 องศาเซลเซียส ลดเวลาลงเหลือ 1 ชั่วโมง ความเร็วลม 63 เมตร/นาที เช่นกัน



รูปที่ 3.28 แสดงการเพิ่มดินเหนียวใต้แผ่นกระจายความเร็วลมในเตาเผาแบบฟลูอิดเซชัน



รูปขยายของส่วน pack bed

จากการทดลองทุกครั้ง จะนำแร่โดโลไมต์ผ่านการ calcination แล้วไปหาความถ่วงจำเพาะ และน้ำหนักที่หายไปโดยใช้ DTA และ TGA เพื่อหาปริมาณของส่วนที่ยังเหลืออยู่ ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 3.27-3.28 และรูปที่ 3.29-3.30

ตารางที่ 3.27 แสดงผลการหาความถ่วงจำเพาะของแร่โดโลไมต์ที่ถูก calcined ในเตาเผาแบบฟลูอิโดเซชันเมื่อมีการปรับปรุงแล้ว

สารตัวอย่าง *	ความถ่วงจำเพาะ **
1	2.5120 ± 0.0405
2	2.7838 ± 0.0653
3	2.7126 ± 0.0960

- * สารตัวอย่างที่ 1 คือ แร่โดโลไมต์ผ่านการ calcination ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มี preheater
- สารตัวอย่างที่ 2 คือ แร่โดโลไมต์ผ่านการ calcination ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มี preheater และเพิ่มความสูงของเบด
- สารตัวอย่างที่ 3 คือ แร่โดโลไมต์ผ่านการ calcination ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง มี preheater เพิ่มความสูงของเบด และ pack bed

** ค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง 4 ครั้ง

ตารางที่ 3.28 แสดงน้ำหนักที่หายไปของส่วนที่เหลืออยู่ของแร่โคโลไมต์ที่ถูก calcined ในเตาเผาแบบฟลูอิดเซชันเมื่อมีการปรับปรุงแล้ว

สารตัวอย่าง*	น้ำหนักที่หายไปของแร่โคโลไมต์ ในส่วนที่เหลืออยู่หลังการถูก calcined (%)
1	28.46
2	16.67
3	7.50

* เช่นเดียวกับตารางที่ 3.27

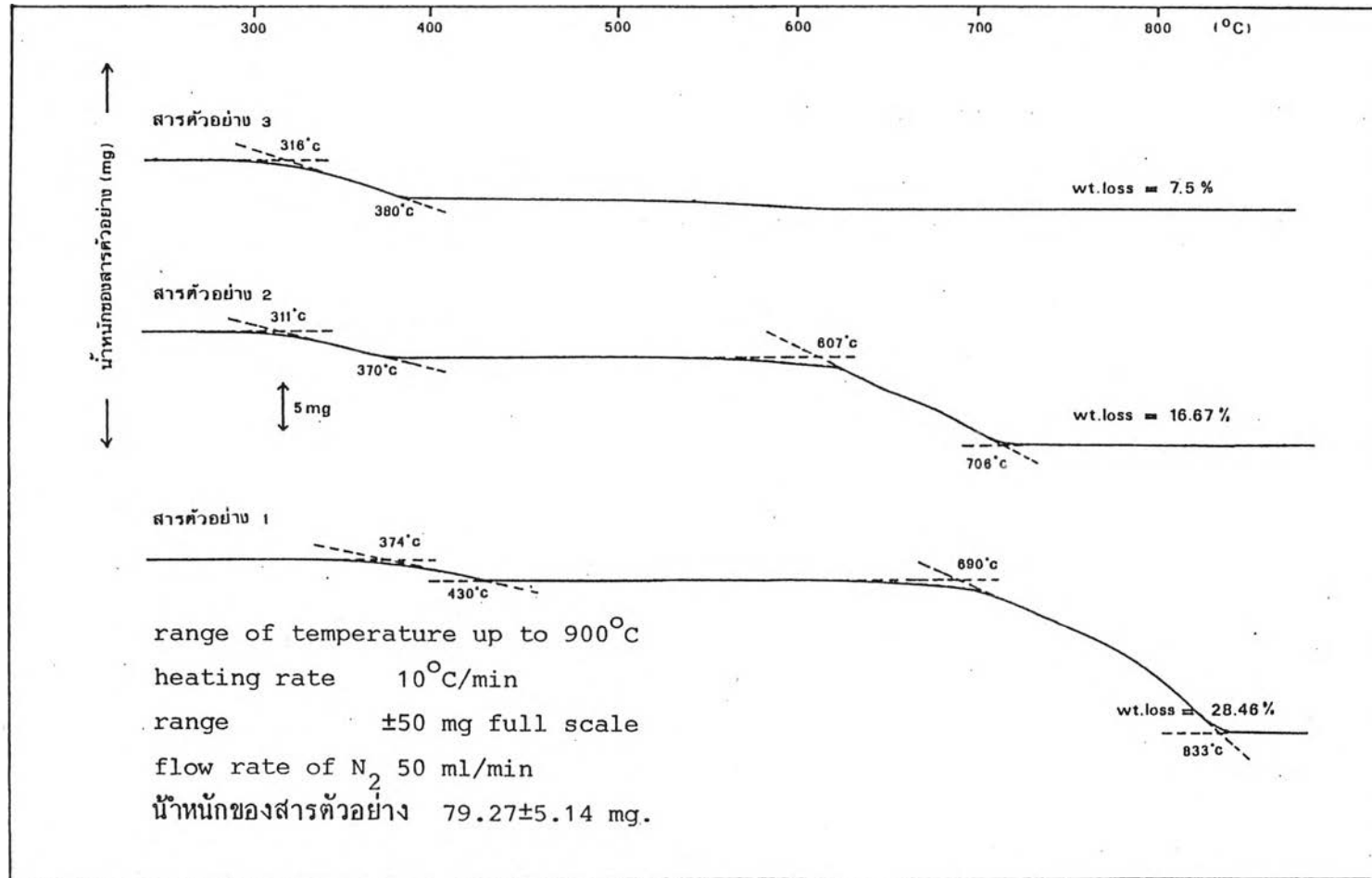
ตารางที่ 3.29 แสดงน้ำหนักที่หายไปและร้อยละของการ calcination ของแร่โคโลไมต์ที่ถูก calcined ในเตาเผาแบบฟลูอิดเซชันเมื่อมีการปรับปรุงแล้ว

สารตัวอย่าง*	น้ำหนักที่หายไป** (%)	calcination (%)***
1	19.08	40.13
2	30.87	64.93
3	40.04	84.22

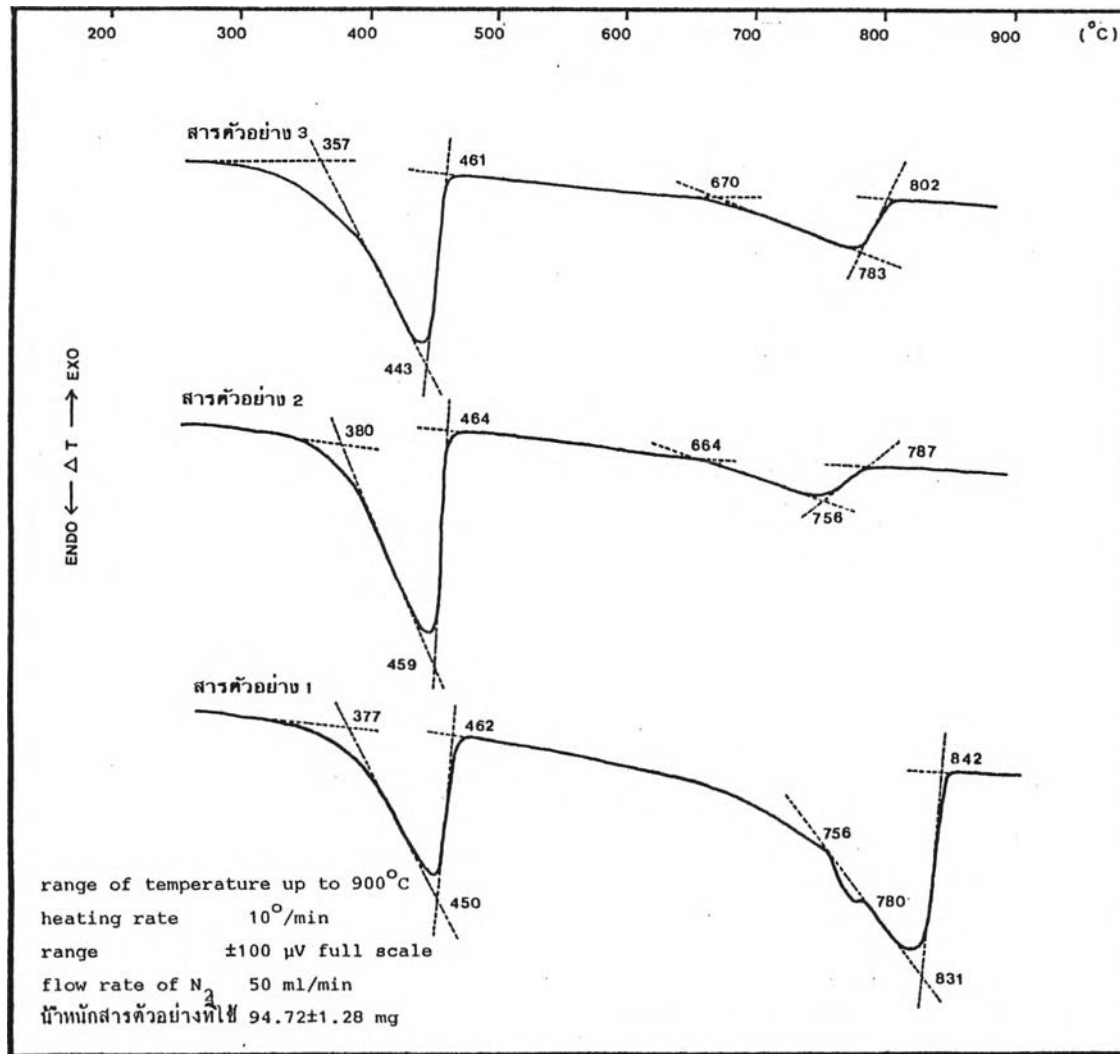
* เช่นเดียวกับตารางที่ 3.27

** คำนวณเช่นเดียวกันกับตารางที่ 3.23

*** คิดเทียบ % น้ำหนักที่หายไปสูงสุดจากเตาเผาแบบธรรมดาให้เป็น 100%



รูปที่ 3.29 TGA ของ Calcined dolomite จากเตาเผาแบบฟลูอิดไอเซชันที่มีการปรับปรุง



รูปที่ 3.30 DTA ของ calcined dolomite จากเตาเผาแบบฟลูอิดไคเซชั่นที่มีการปรับปรุง

3.5.2.5 การหาความเร็วมวลที่เหมาะสมในการ calcination

ในการทดลองได้เลือกใช้สภาวะสุดท้ายจากการปรับปรุงเตาเผาแบบฟลูอิดไอเซชัน คือ ทำการ calcined ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง มี preheater เพิ่มความสูงของเบค และมี pack bed ด้วย โดยจะเปลี่ยนความเร็วมวลจากเดิม 63 เมตร/นาที่ เป็น 43 เมตร/นาที่ และ 76 เมตร/นาที่ ตามลำดับ แล้วนำแร่โคโลไมต์ที่ถูก calcined แล้วนี้ไปทำการหาความถ่วงจำเพาะและน้ำหนักที่หายไปโดยใช้ DTA และ TGA เพื่อหาปริมาณของส่วนที่สลายไปและส่วนที่ยังเหลืออยู่ ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 3.30-3.32 และรูปที่ 3.31-3.33

ตารางที่ 3.30 แสดงผลการหาความถ่วงจำเพาะของแร่โคโลไมต์ที่ถูก calcined ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ที่ความเร็วมวลต่าง ๆ กัน

ความเร็วมวล (เมตร/นาที่)	ความถ่วงจำเพาะ*
43	2.6571 ± 0.0478
63	2.7126 ± 0.0960
76	2.7635 ± 0.0551

* ค่าเฉลี่ยที่ได้จากการทดลอง 4 ครั้ง

ตารางที่ 3.31 แสดงน้ำหนักที่หายไปของส่วนที่เหลืออยู่ของแร่โคโลไมต์ที่ถูก calcined ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ที่ความเร็วลมต่าง ๆ กัน

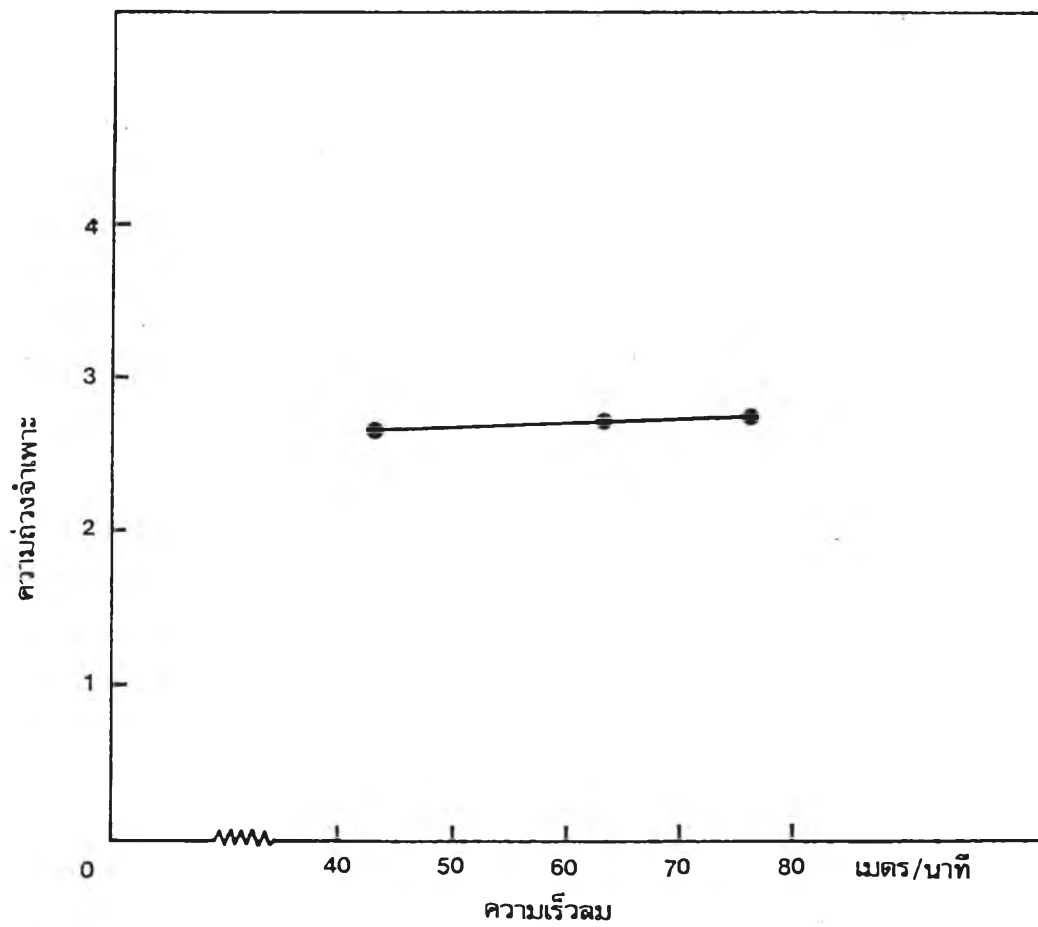
ความเร็วลม (เมตร/นาทึ่)	น้ำหนักที่หายไปของแร่โคโลไมต์ ส่วนที่เหลืออยู่หลังการถูก calcined (%)
43	2.41
63	7.50
76	28.04

ตารางที่ 3.32 แสดงน้ำหนักที่หายไปและร้อยละของการ calcination ของแร่โคโลไมต์ที่ถูก calcined ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ที่ความเร็วลมต่าง ๆ กัน

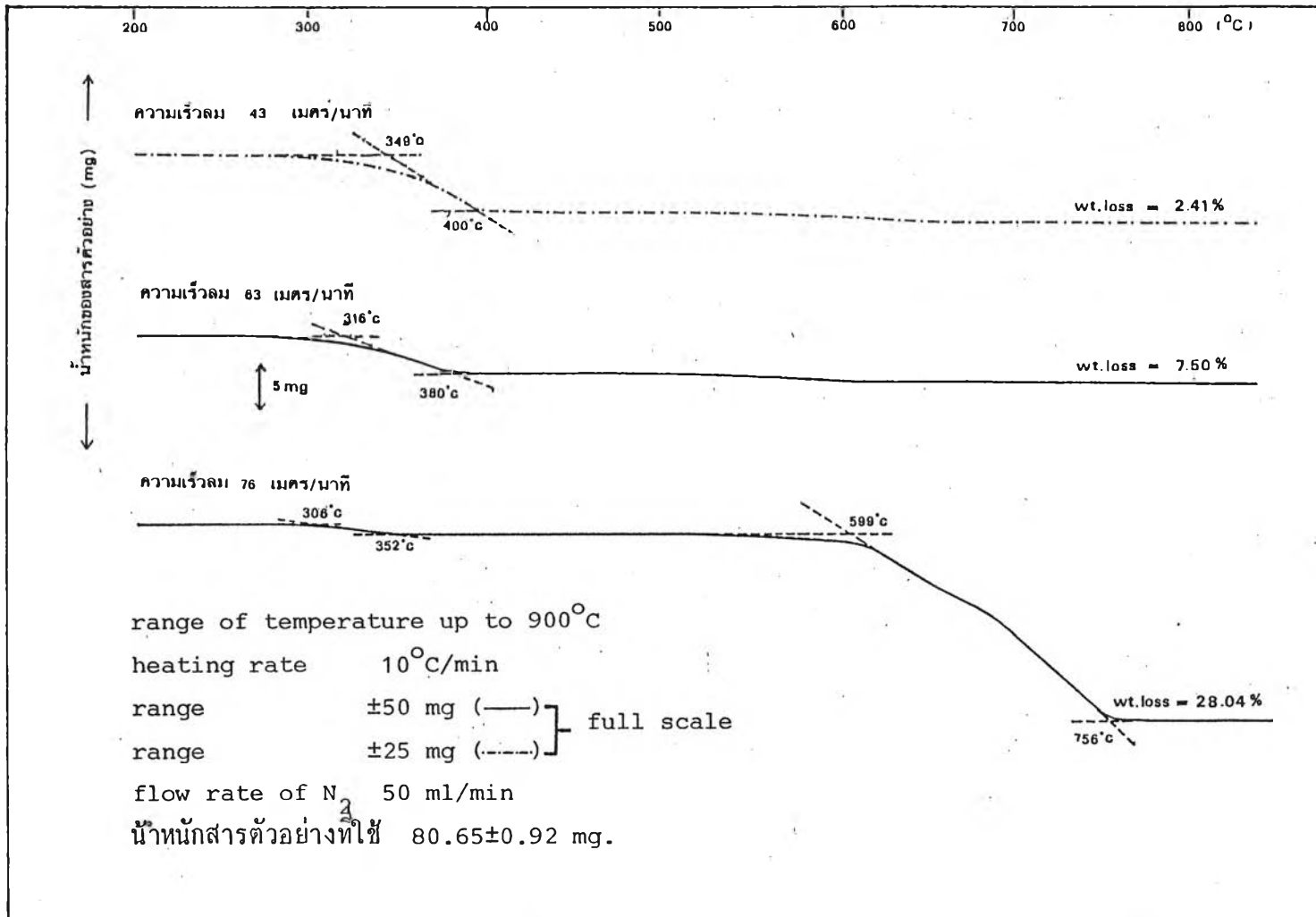
ความเร็วลม (เมตร/นาทึ่)	น้ำหนักที่หายไป (%) *	calcination (%) **
43	45.13	94.93
63	40.04	84.22
76	19.50	41.02

* คำนวณเช่นเดียวกับตารางที่ 3.23

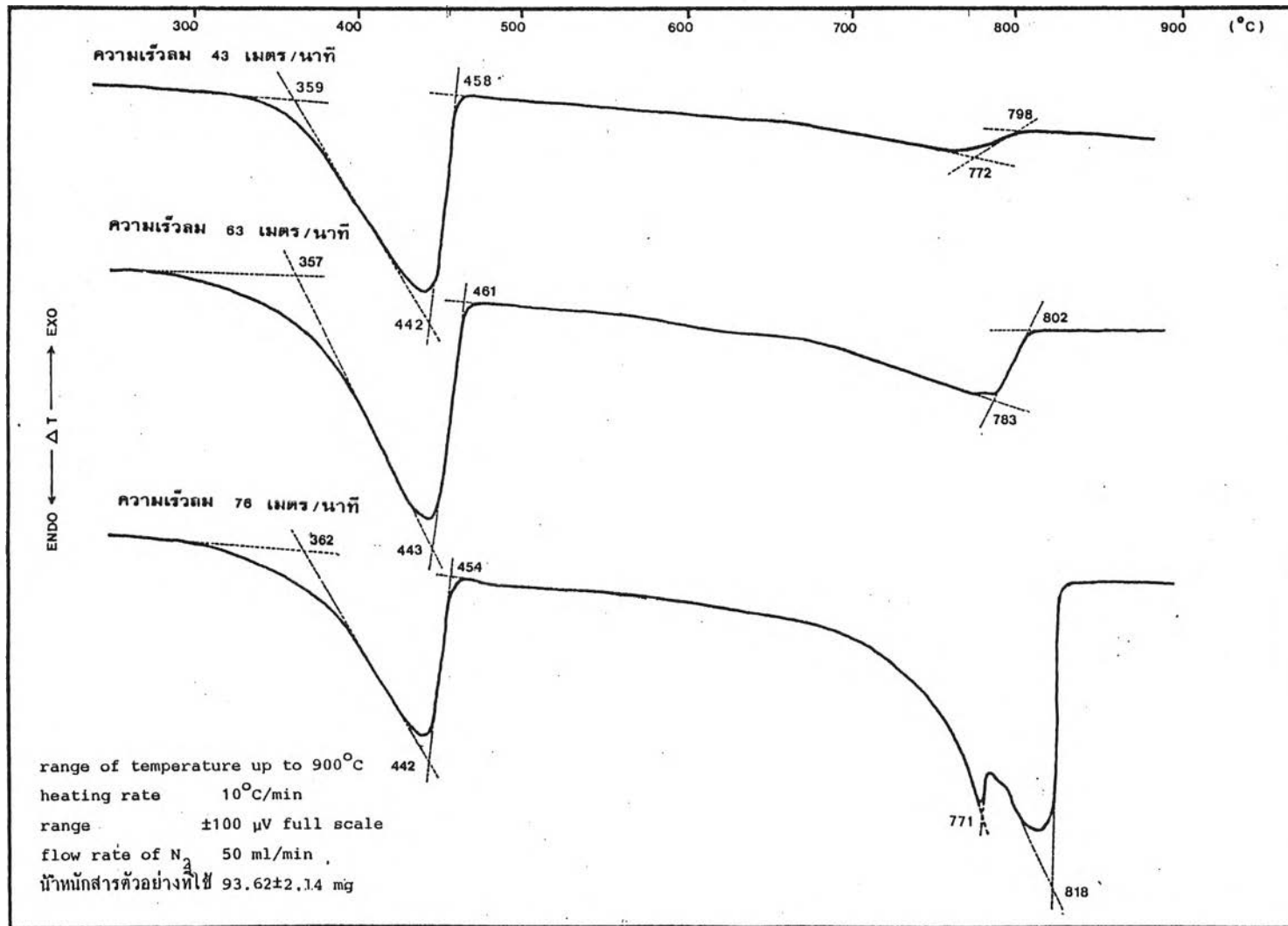
** คิดเทียบ % น้ำหนักที่หายไปสูงสุดจากเตาเผาแบบธรรมดาให้เป็น 100%



รูปที่ 3.31 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเร็วลมที่ใช้ในการ calcination แร่โคลโลไมต์ที่ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง กับ ความถ่วงจำเพาะ



รูปที่ 3.32 TGA ของ calcined dolomite ที่ 1000 องศาเซลเซียส จากเตาเผาแบบฟลูอิดไอเซชันที่มีความเร็วลมต่าง ๆ กัน



รูปที่ 3.33 DTA ของ calcined dolomite ที่ 1000 องศาเซลเซียส จากเตาเผาแบบฟลูอิโดเซชันที่ความเร็วลมต่าง ๆ กัน

3.6 การเตรียมสารประกอบที่สำคัญของแมกนีเซียม

สารประกอบแมกนีเซียมที่เตรียมขึ้นนี้ ใช้สารตั้งต้นคือ calcined dolomite ที่ได้จากการ calcination ในสภาวะที่เหมาะสมที่สุด มาเตรียมสารประกอบเบสิกแมกนีเซียม-คาร์บอเนต และแมกนีเซียมออกไซด์ ซึ่งจะใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมสารประกอบตัวอื่น ๆ ต่อไป

3.6.1 การเตรียมสารประกอบเบสิกแมกนีเซียมคาร์บอเนต

3.6.1.1 โดยการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนของ calcined dolomite ต่อน้ำที่ใช้ในการ suspension

ซึ่ง calcined dolomite ให้ทราบน้ำหนักแน่นอนประมาณ 5.0 กรัม ใส่ลงในขวดรูปกรวยขนาด 500.0 cm³ เติมน้ำลงไปในอัตราส่วนของสารต่อน้ำ เท่ากับ 1:40, 1:60, 1:80 และ 1:100 ตามลำดับ คนสารละลายด้วยเครื่องคนแม่เหล็ก อย่างสม่ำเสมอเป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นผ่านแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ลงไปด้วยอัตราเร็ว 52.5 cm³/นาที เป็นเวลา 1 ชั่วโมง 15 นาที โดยควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 20 องศาเซลเซียส ใช้เครื่องคนแม่เหล็กแบบใบพัดคนสารละลายตลอดเวลาที่ผ่านแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ลงไป แคลเซียมคาร์บอเนตจะตกตะกอนออกมา โดยแมกนีเซียมยังคงอยู่ในสารละลายในรูปของ แมกนีเซียมไบคาร์บอเนต กรองแล้วนำสารละลายที่กรองได้ไประเหยบนเครื่องให้ความร้อน ชนิดเรียบ ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เบสิกแมกนีเซียมคาร์บอเนตจะตกตะกอนออกมา กรอง นำสารที่ได้ไปอบที่ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วนำไปชั่งน้ำหนัก หาผลผลิตที่ได้ ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 3.33

ตารางที่ 3.33 แสดงผลการเตรียมสารประกอบเบสิกแมกนีเซียมคาร์บอเนตโดยการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนของ calcined dolomite ต่อน้ำ

น้ำหนัก calcined dolomite (กรัม)	อัตราส่วนของ สาร : น้ำ	น้ำหนักเบสิกแมกนีเซียมคาร์บอเนต (กรัม)		ผลผลิต (%)
		ทฤษฎี	การทดลอง	
5.0384	1:40	4.7784	3.5392	74.07
5.0156	1:60	4.7568	4.4691	93.95
5.0057	1:80	4.7474	4.3424	91.47
5.0028	1:100	4.7447	2.5138	52.98

จากการทดลองพบว่า อัตราส่วนของ calcined dolomite ต่อ น้ำ 1:60 ให้ผลผลิตสูงสุด จึงใช้อัตราส่วนนี้ในการเตรียมสารประกอบเบสิกแมกนีเซียม-คาร์บอเนต

3.6.1.2 โดยการเปลี่ยนแปลงเวลาที่ใช้ในการผ่านแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์

ซึ่ง calcined dolomite ให้ทรานน้ำหนักแน่นอนประมาณ 5.0 กรัม ใส่ลงในขวดรูปกรวยขนาด 500.0 cm³ เติมน้ำลงไปเพื่อทำให้เป็น suspension ในอัตราส่วนของสารต่อน้ำเท่ากับ 1:60 คนสารละลายด้วยเครื่องคนแม่เหล็กอย่างสม่ำเสมอ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ผ่านแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ลงไปด้วยอัตราเร็ว 52.5 cm³/นาที เป็นเวลา 45, 75, 105, 135 และ 165 นาที ตามลำดับ ควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 20 องศาเซลเซียส คนสารละลายตลอดเวลาที่มีการผ่านแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ ทำการทดลองต่อไปเช่นเดียวกันกับ ข้อ 3.6.1.1 ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 3.34

ตารางที่ 3.34 แสดงผลการเตรียมสารประกอบเบสิกแมกนีเซียมคาร์บอเนตโดยการเปลี่ยนแปลงเวลาที่ใช้ในการผ่านแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ลงในสารละลาย

น้ำหนัก calcined dolomite (กรัม)	เวลาที่ใช้ ผ่าน CO ₂ (นาที)	น้ำหนักเบสิกแมกนีเซียมคาร์บอเนต (กรัม)		ผลผลิต (%)
		ทฤษฎี	การทดลอง	
5.0358	45	4.7760	0.8789	18.40
5.0156	75	4.7568	4.4691	93.95
5.0205	105	4.7615	3.6876	77.45
5.0727	135	4.8110	2.3222	46.40
5.1147	165	4.8508	1.7500	36.08

จากตารางที่ 3.34 พบว่าเวลาที่เหมาะสมในการผ่านคาร์บอน-ไดออกไซด์เข้าทำปฏิกิริยากับ calcined dolomite 5.0 กรัม ที่ suspend ในน้ำ ในอัตราส่วน 1:60 คือ 75 นาที จึงได้ทำการเตรียมสารประกอบเบสิกแมกนีเซียมคาร์บอเนตที่สภาวะการทดลองเช่นนี้อีก ดังแสดงในตารางที่ 3.35

ตารางที่ 3.35 แสดงผลการเตรียมสารประกอบเบสิคแมกนีเซียมคาร์บอเนต จาก calcined dolomite ที่ suspend ในน้ำ ในอัตราส่วน 1:60 และผ่านแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ เป็นเวลา 75 นาที

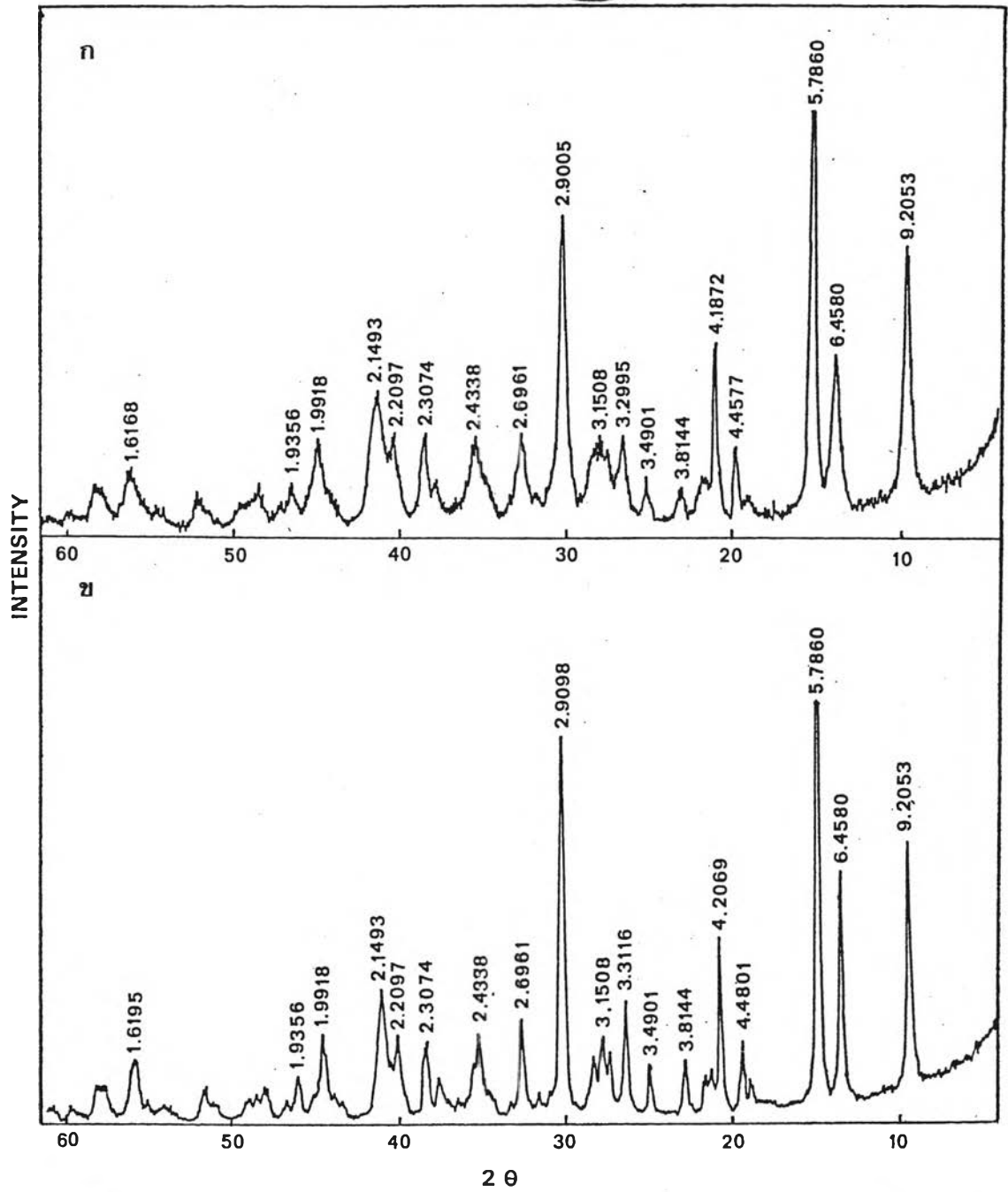
น้ำหนัก calcined dolomite (กรัม)	น้ำหนักเบสิคแมกนีเซียมคาร์บอเนต (กรัม)		ผลผลิต (%)
	ทฤษฎี	การทดลอง	
5.0156	4.7568	4.4691	93.95
5.0541	4.7933	4.4802	93.47
5.0233	4.7641	4.4469	93.34
		เฉลี่ย	93.59

นำสารประกอบเบสิคแมกนีเซียมคาร์บอเนตที่เตรียมได้นี้ไปเทียบความบริสุทธิ์กับสารมาตรฐานโดยใช้เทคนิคทาง x-ray diffraction ผลการทดลองแสดงในรูปที่ 3.34 ส่วนแคลเซียมคาร์บอเนตที่แยกออกมาจาก calcined dolomite สามารถนำไปใช้ในอุตสาหกรรมการทำซีเมนต์ต่อไปได้

3.6.2 การเตรียมสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์

3.6.2.1 เตรียมสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์จากสารประกอบเบสิคแมกนีเซียมคาร์บอเนต

การเตรียมสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์ สามารถเริ่มต้นจาก calcined dolomite ได้เช่นเดียวกับสารประกอบแมกนีเซียมคาร์บอเนต ในการทดลองนี้เตรียมโดยชั่งเบสิคแมกนีเซียมคาร์บอเนตที่ได้จากการทดลองข้อ 3.6.1 มา 5.0 กรัม ใส่ลงในเบ้าแพลทินัม ที่เผาและชั่งน้ำหนักไว้แล้ว นำไปเผาที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ทำให้เย็นลงในเดซิเคเตอร์ แล้วนำไปชั่งจนได้น้ำหนักคงที่ นำสารที่ได้ไปเทียบความบริสุทธิ์โดยใช้เทคนิค x-ray diffraction เทียบกับสารมาตรฐานจากตารางที่ 3.38 ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 3.36 และรูปที่ 3.35



รูปที่ 3.34 แสดงค่า d จาก X-ray diffraction pattern ของเบสิคแมกนีเซียมคาร์บอเนต
 ก. เบสิคแมกนีเซียมคาร์บอเนตบริสุทธิ์
 ข. เตรียมจาก calcined dolomite

ตารางที่ 3.36 แสดงผลการเตรียมสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์จากสารประกอบเบสิกแมกนีเซียมคาร์บอเนต

น้ำหนักเบสิกแมกนีเซียมคาร์บอเนต (กรัม)	น้ำหนักแมกนีเซียมออกไซด์ (กรัม)		ผลผลิต (%)
	ทฤษฎี	การทดลอง	
5.0128	2.2126	2.1860	98.80
5.0089	2.2109	2.1831	98.74
5.0113	2.2121	2.2095	99.88
		เฉลี่ย	99.14

3.6.2.2 เตรียมสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์จากสารประกอบแมกนีเซียม

ไฮดรอกไซด์

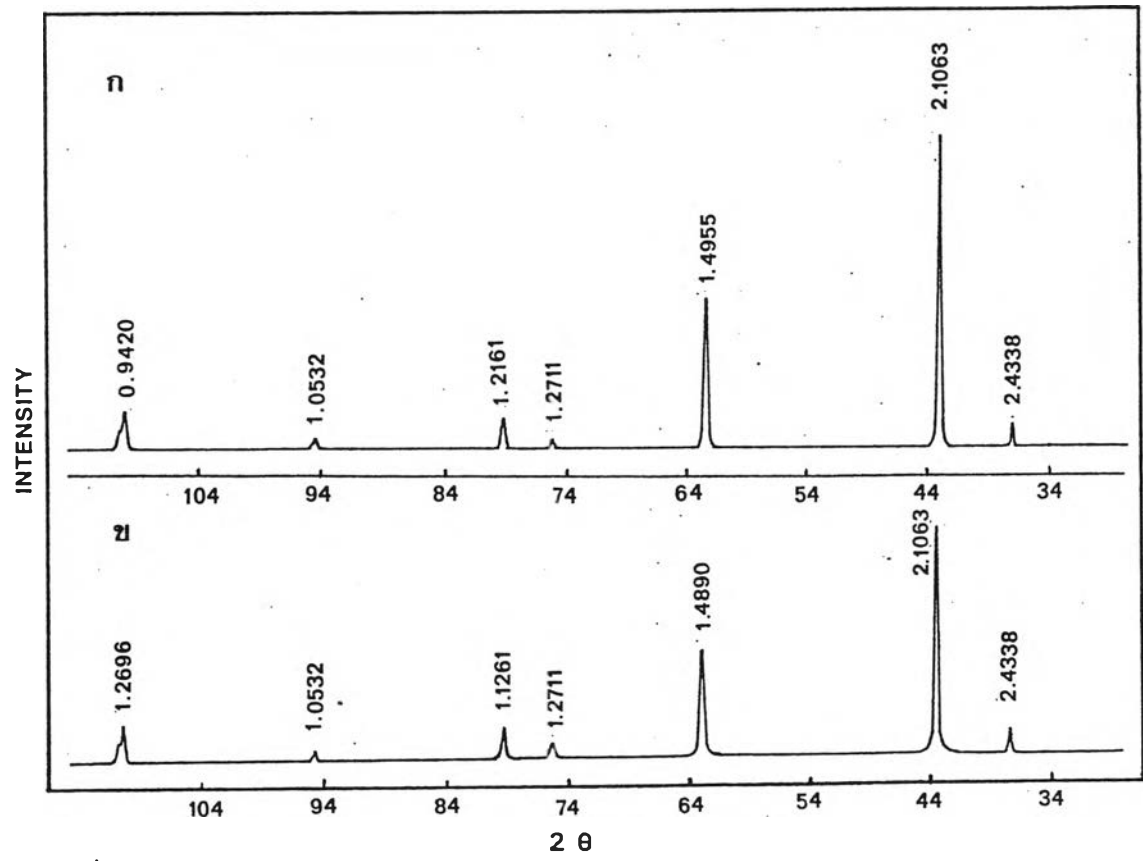
นำแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ที่ได้จากการเตรียมตามข้อ 3.6.5 ซึ่งมา 1.0 กรัม ใส่ลงในเข้าแพลทินัมที่เผาและชั่งน้ำหนักไว้แล้ว นำไปเผาที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ทำให้เย็นลงในเดซิกเคเตอร์ นำไปชั่งจนได้น้ำหนักคงที่ นำสารที่ได้ไปเทียบความบริสุทธิ์ โดยใช้เทคนิค x-ray diffraction เทียบกับสารมาตรฐาน จากตารางที่ 3.38 ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 3.37 และรูปที่ 3.35

ตารางที่ 3.37 แสดงผลการเตรียมสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์จากสารประกอบแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์

น้ำหนักแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ (กรัม)	น้ำหนักแมกนีเซียมออกไซด์ (กรัม)		ผลผลิต (%)
	ทฤษฎี	การทดลอง	
1.0477	0.7242	0.6464	89.27
1.0174	0.7031	0.6334	90.07
1.0904	0.7537	0.6814	90.41
		เฉลี่ย	89.92

ตารางที่ 3.38 แสดงค่า d ของสารมาตรฐานแมกนีเซียมออกไซด์ โดยเทคนิค
ทาง X-ray diffraction

d	2.11	1.49	1.22	2.431	HgO
4-0827					
I/I ₁	100	52	12	10	Magnesium Oxide (Periclase)
4-0829					
Rad. CuK _α	λ 1.5405	Filter N:		d Å	I/I ₁
Dia.	Cut off	Coll.		hkl	
I/I ₁	G. C. Diffractometer	d corr. Abs.?		2.431	10
Ref. Swanson and Tatge, JC Fel. Reports, NBS 1949				2.106	100
				1.489	52
				1.270	4
				1.216	12
				1.0533	5
				0.9665	2
				.9419	17
				.8600	15
				.8109	3
Sys. Cubic		S.G. O _H ⁵ - Fm3m			
a ₀ 4.213	b ₀	c ₀	λ		
α	β	γ	Z 4		
Ref. ibid.					
ε _n	n 1.732	ε γ	Sign		
ZV	D _x 3.581 mp	Color			
Ref. ibid.					
High purity phosphor sample form RCA heated at 1800°C for 3 hrs. At 26°C To replace 1-1235, 2-1207, 3-0998					



รูปที่ 3.35 แสดงค่า d จาก X-ray diffraction pattern ของแมกนีเซียมออกไซด์
ก. เตรียมจากเบสิคแมกนีเซียมคาร์บอเนต
ข. เตรียมจากแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์

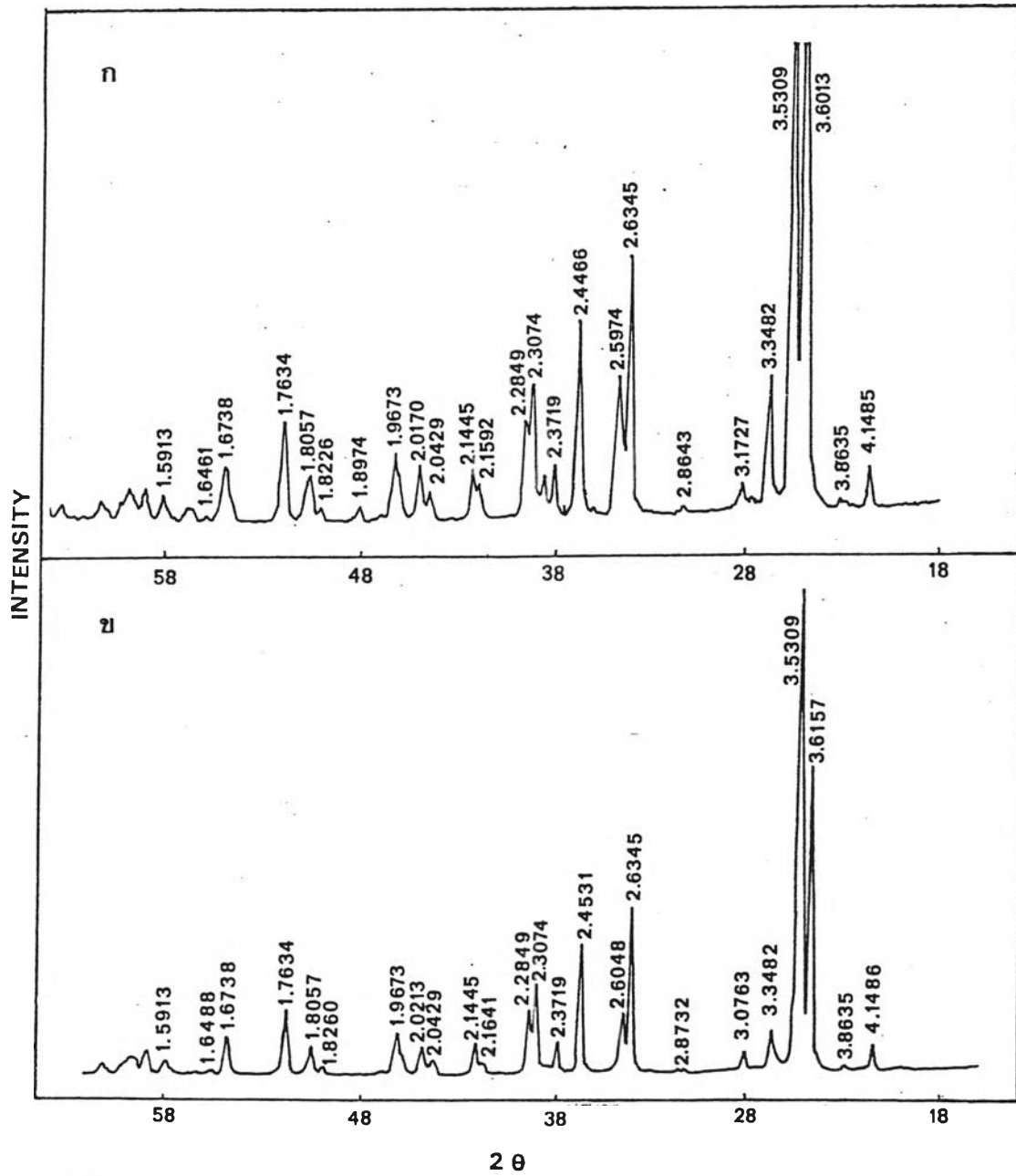
3.6.3 การเตรียมสารประกอบแมกนีเซียมซัลเฟต ($MgSO_4$)

3.6.3.1 เตรียมสารประกอบแมกนีเซียมซัลเฟตจากสารประกอบเบสิก-แมกนีเซียมคาร์บอเนตกับกรดซัลฟูริก

นำเบสิกแมกนีเซียมคาร์บอเนตที่เตรียมได้จากข้อ 3.6.1 ซึ่งมา 5.0 กรัม ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 250.0 cm^3 ค่อย ๆ เติมกรดซัลฟูริก 1.0 M ลงไปละลายจนสารละลายหมด แล้วเติมให้มากเกินพออีกเล็กน้อย (100.0 cm^3) นำสารละลายไประเหยบนเครื่องอังไอน้ำ จนผลึกเริ่มตกออกมา นำลงมาตั้งทิ้งไว้ให้เย็น จนกระทั่งผลึกตกสมบูรณ์ กรองผลึกที่ได้ด้วยกชุกรูชี่เบิ้ล (gooch crucible) ที่อบและชั่งน้ำหนักไว้แล้ว ล้างตะกอนด้วยเอทานอล จากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที เพื่อเอาน้ำในผลึกออก ทำให้เย็นลงในเคชิกเคเตอร์ ชั่งน้ำหนักจนได้น้ำหนักคงที่ นำสารที่ได้ไปตรวจสอบความบริสุทธิ์โดยใช้เทคนิคทาง X-ray diffraction เทียบกับสารมาตรฐานแมกนีเซียมซัลเฟต ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 3.39 และรูปที่ 3.36

ตารางที่ 3.39 แสดงผลการเตรียมสารประกอบแมกนีเซียมซัลเฟตจากเบสิกแมกนีเซียมคาร์บอเนตกับกรดซัลฟูริก

น้ำหนักเบสิก-แมกนีเซียม-คาร์บอเนต (กรัม)	ปริมาณกรดซัลฟูริก 1 M (cm^3)	น้ำหนักแมกนีเซียมซัลเฟต (กรัม)		ผลผลิต (%)
		ทฤษฎี	การทดลอง	
5.0706	100.0	6.6831	5.6410	84.41
5.0147	100.0	6.6094	5.5491	83.96
5.0270	100.0	6.6256	5.6304	84.98
			เฉลี่ย	84.45



รูปที่ 3.36 แสดงค่า d จาก x-ray diffraction pattern ของแมกนีเซียมซัลเฟต
 ก. แมกนีเซียมซัลเฟตบริสุทธิ์
 ข. เตรียมจาก बेสิกแมกนีเซียมคาร์บอเนตกับกรดซัลฟูริก

3.6.3.2 เตรียมสารประกอบแมกนีเซียมซัลเฟตจากสารประกอบแมกนีเซียมออกไซด์กับกรดซัลฟูริก

ซึ่งแมกนีเซียมออกไซด์ที่เตรียมได้จากข้อ 3.6.2.1 มาให้ทราบน้ำหนักแน่นอนประมาณ 10 กรัม ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 250.0 cm³ เติมกรดซัลฟูริก 1 M ลงไป จนสารละลายหมด แล้วเติมให้มากเกินพออีกเล็กน้อย (150.0 cm³) นำสารละลายไประเหยโดยวางบนเครื่องอังไอน้ำ แล้วทำการทดลองต่อไปเช่นเดียวกับข้อ 3.6.3.1 นำสารที่ได้ไปตรวจสอบความบริสุทธิ์ โดยใช้เทคนิคทาง x-ray diffraction เทียบกับสารมาตรฐานแมกนีเซียมซัลเฟตเช่นกัน ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 3.40 และรูปที่ 3.37

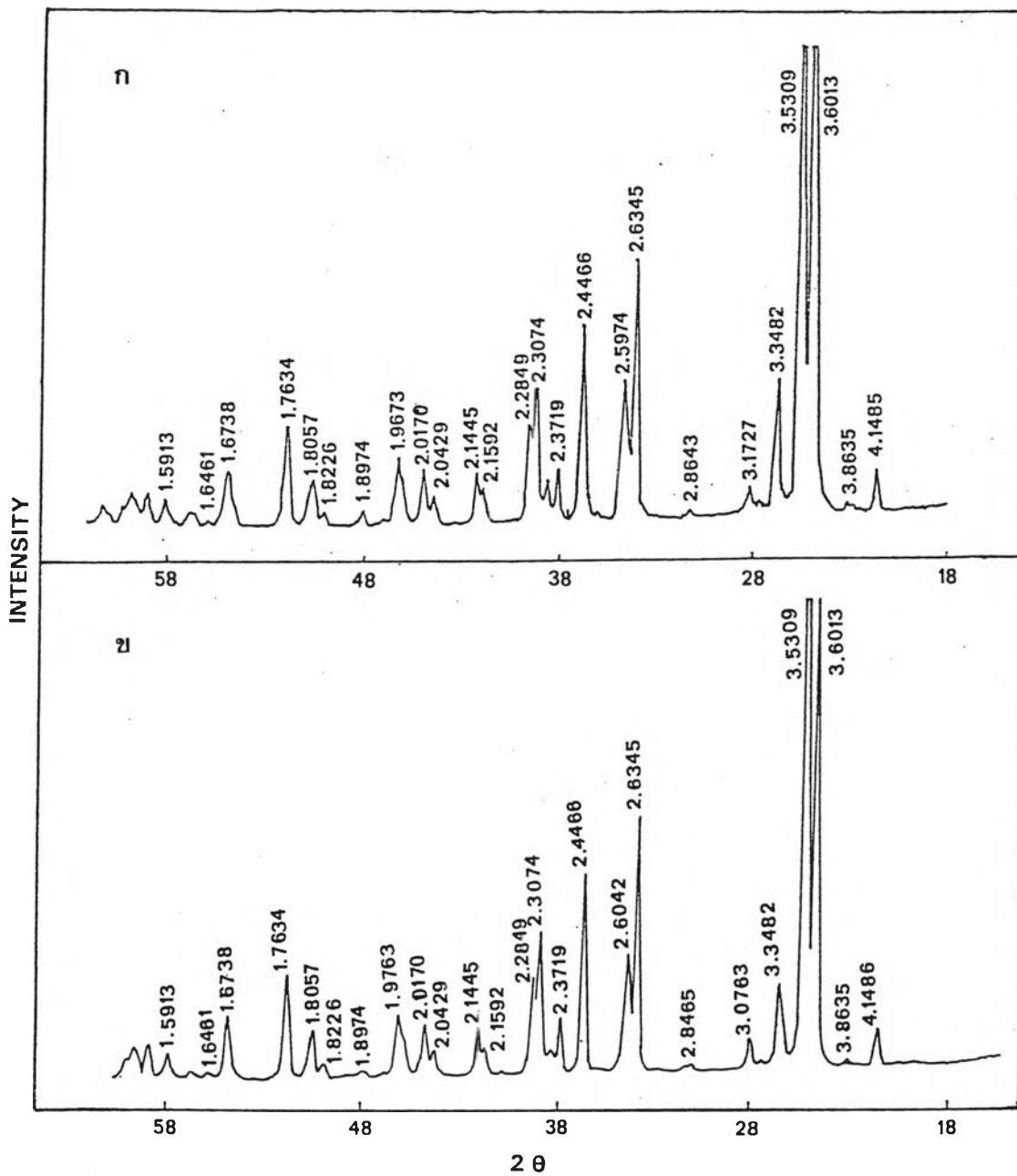
ตารางที่ 3.40 แสดงผลการเตรียมสารประกอบแมกนีเซียมซัลเฟตจากแมกนีเซียมออกไซด์กับกรดซัลฟูริก

น้ำหนักแมกนีเซียมออกไซด์ (กรัม)	ปริมาณกรดซัลฟูริก	น้ำหนักแมกนีเซียมซัลเฟต (กรัม)		ผลผลิต (%)
		ทฤษฎี	การทดลอง	
10.0743	150.0	31.0246	25.0257	83.19
10.2606	150.0	30.6367	24.8724	81.18
10.3905	150.0	30.0805	25.2329	81.33
			เฉลี่ย	81.90

3.6.4 การเตรียมสารประกอบแมกนีเซียมคลอไรด์ (MgCl₂·6H₂O)

3.6.4.1 เตรียมสารประกอบแมกนีเซียมคลอไรด์จากเบสิคแมกนีเซียมคาร์บอเนตกับกรดไฮโดรคลอริก

นำเบสิคแมกนีเซียมคาร์บอเนตที่เตรียมได้จากข้อ 3.6.1 ซึ่ง 10.0 กรัม ใส่ลงในบีกเกอร์ 250.0 cm³ ค่อย ๆ เติมกรดไฮโดรคลอริก 2 M ลงไป ละลายจนหมด แล้วเติมให้เกินพอเล็กน้อย (50.0 cm³) จากนั้นเติมสารละลายแอมโมเนียเข้มข้นจนกระทั่งได้ pH 10-12 เพื่อตกผลึกออก และตกตะกอนแคลเซียมโดยเติมสารละลายแอมโมเนียม



รูปที่ 3.37 แสดงค่า d จาก X-ray diffraction pattern ของแมกนีเซียมซัลเฟต
 ก. แมกนีเซียมซัลเฟตบริสุทธิ์
 ข. เตรียมจากแมกนีเซียมออกไซด์กับกรดซัลฟูริก

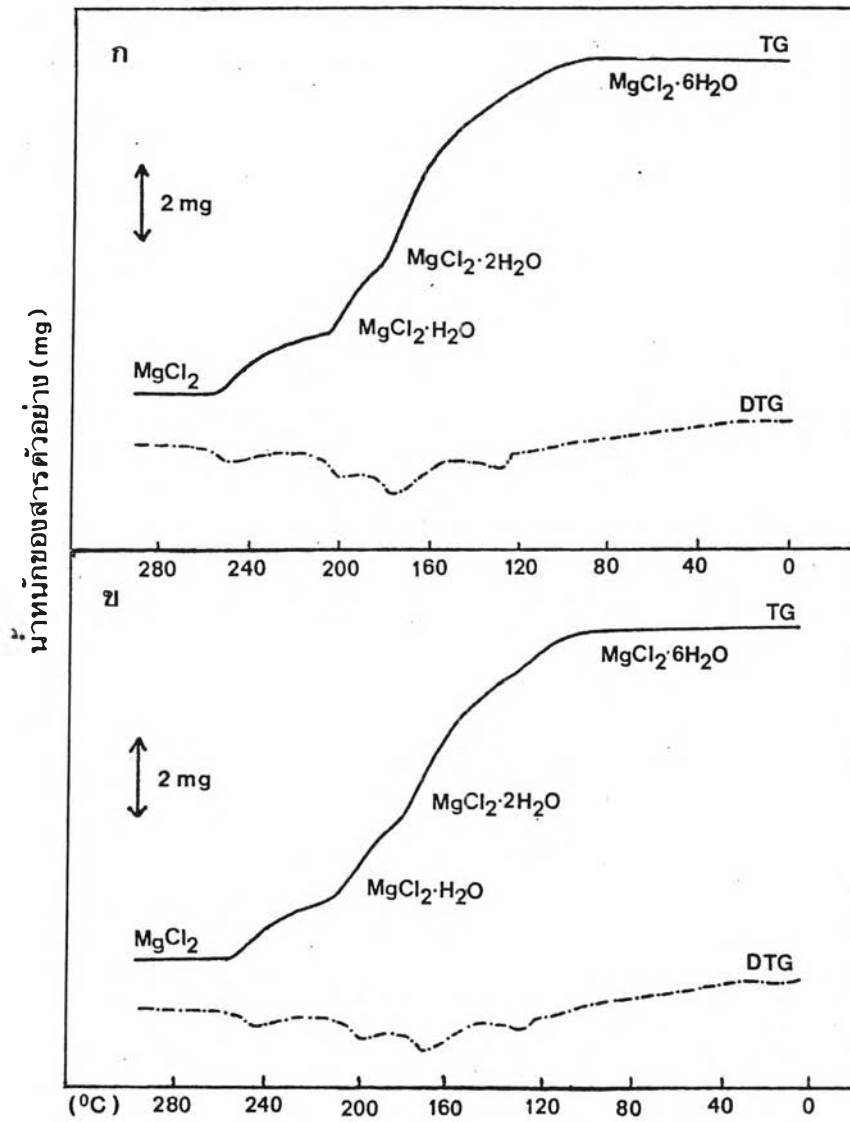
ออกซาเลตเข้มข้น 4% ที่ร้อนจำนวน 10.0 cm³ อย่างช้า ๆ ลงในสารละลายที่เดือด แล้วตามด้วยสารละลายแอมโมเนียความเข้มข้น 1:10 จนกระทั่งสารละลายเป็นกลาง ตั้งตะกอนทิ้งไว้ 1 ชั่วโมง กรองตะกอนที่ได้ออกแล้วล้างตะกอนด้วยสารละลายแอมโมเนียออกซาเลตเข้มข้น 0.1% ที่เย็นจำนวนเล็กน้อย นำสารละลายที่กรองได้มาเติมกรดไฮโดรคลอริก 2 M ลงไปอีก 5.0 cm³ นำไประเหยบนเครื่องอังไอน้ำ จนกระทั่งเริ่มมีผลึกตกออกมา นำลงมาตั้งทิ้งไว้ให้เย็นจนผลึกตกสมบูรณ์ กรองผลึกที่ได้ด้วยซินเตอร์กลาส # 4 ที่อบและชั่งน้ำหนักไว้แล้วล้างผลึกด้วยเอทานอล นำไปทำให้แห้งในเครื่องดูดสูญญากาศ แล้วนำผลึกที่ได้ไปทำการตรวจสอบความบริสุทธิ์เทียบกับสารมาตรฐานแมกนีเซียมคลอไรด์ (MgCl₂·6H₂O) โดยใช้เทคนิคทาง Thermogravimetric analysis ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 3.41 และรูปที่ 3.38

ตารางที่ 3.41 แสดงผลการเตรียมสารประกอบแมกนีเซียมคลอไรด์จาก เบสิกแมกนีเซียม-คาร์บอเนตกับกรดไฮโดรคลอริก

น้ำหนักเบสิก-แมกนีเซียมคาร์บอเนต (กรัม)	ปริมาณกรดไฮโดรคลอริก 2M (cm ³)	น้ำหนัก MgCl ₂ ·6H ₂ O (กรัม)		ผลผลิต (%)
		ทฤษฎี	การทดลอง	
10.0481	50.0	22.3672	21.2141	94.85
10.0081	50.0	22.2782	21.0829	94.65
10.0337	50.0	22.3352	21.3598	95.63
			เฉลี่ย	95.04

3.6.4.2 เตรียมสารประกอบแมกนีเซียมคลอไรด์จากสารประกอบแมกนีเซียม-ออกไซด์กับกรดไฮโดรคลอริก

นำแมกนีเซียมออกไซด์ที่เตรียมได้จากข้อ 3.6.2.1 ชั่งมา 10.0 กรัม ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 250.0 cm³ เติมกรดไฮโดรคลอริก 2 M ลงไป จนสารละลายหมด และเติมให้เกินพอเล็กน้อย (100.0 cm³) ทำการทดลองต่อไปเช่นเดียวกับข้อ 3.6.4.1 นำผลึกที่ได้ไปทำการตรวจสอบความบริสุทธิ์ เทียบกับสารมาตรฐานแมกนีเซียมคลอไรด์ (MgCl₂·6H₂O) โดยใช้เทคนิคทาง Thermogravimetric analysis เช่นเดียวกัน ผลการ



รูปที่ 3.38 TGA และ DTG ของแมกนีเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต ($MgCl_2 \cdot 6H_2O$)

ก. แมกนีเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรตบริสุทธิ์

ข. เตรียมจากเบสิคแมกนีเซียมคาร์บอเนตกับกรดไฮโดรคลอริก 2M

ทดลองแสดงในตารางที่ 3.42 และรูปที่ 3.39

ตารางที่ 3.42 แสดงผลการเตรียมสารประกอบแมกนีเซียมคลอไรด์จากแมกนีเซียมออกไซด์
กับกรดไฮโดรคลอริก

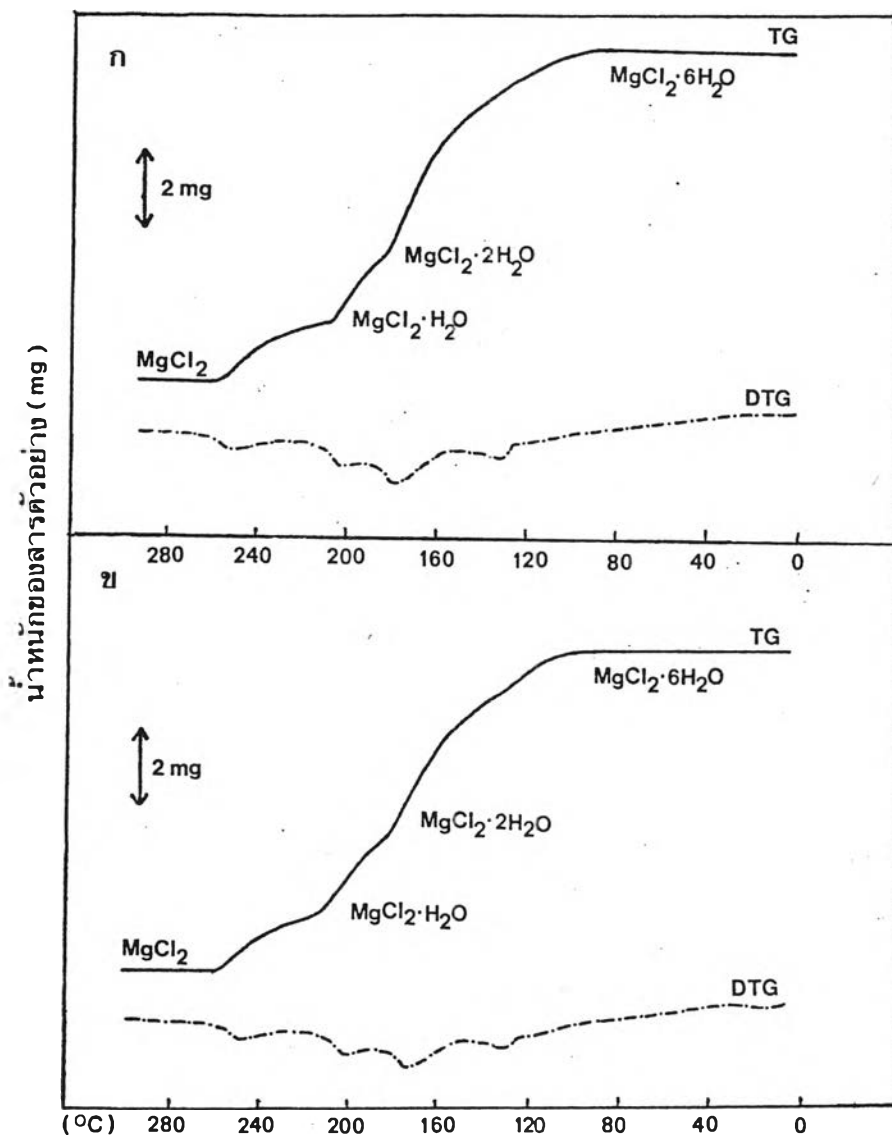
น้ำหนัก แมกนีเซียมออกไซด์ (กรัม)	ปริมาณ กรดไฮโดรคลอริก 2M (cm ³)	น้ำหนัก MgCl ₂ ·6H ₂ O		ผลผลิต (%)
		ทฤษฎี	การทดลอง	
10.0438	100.0	50.6499	42.7479	84.40
10.0507	100.0	50.6847	41.6847	82.24
10.0264	100.0	50.5612	42.8544	84.76
			เฉลี่ย	83.80

3.6.5 การเตรียมสารประกอบแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์

3.6.5.1 เตรียมสารประกอบแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์จากแมกนีเซียมซัลเฟต

กับสารละลายแอมโมเนียเข้มข้น

ซึ่งแมกนีเซียมซัลเฟตที่เตรียมได้จากข้อ 3.6.3 มา 5.0 กรัม ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 250.0 cm³ เติมน้ำกลั่น 100.0 cm³ คนจนสารละลายหมด นำไปเติมสารละลายแอมโมเนียเข้มข้นที่ละลายจนได้ pH 11-12 แล้วเติมต่อไปอีกเล็กน้อยเพื่อให้ตะกอนตกสมบูรณ์ จะได้ตะกอนขาว เบา ของแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ตกออกมา กรองตะกอนที่ได้ด้วยกระดาษกรอง #41 ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น นำไปอบและทำให้แห้งที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง นำตะกอนที่ได้ไปตรวจสอบความบริสุทธิ์ โดยใช้เทคนิคทาง x-ray diffraction เทียบกับสารมาตรฐานจากตารางที่ 3.44 ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 3.43 และรูปที่ 3.40



รูปที่ 3.39 TGA และ DTG ของแมกนีเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)

ก. แมกนีเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรตบริสุทธิ์

ข. เตรียมจากแมกนีเซียมออกไซด์กับกรดไฮโดรคลอริก 2M

ตารางที่ 3.43 แสดงผลการเตรียมสารประกอบแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์จากแมกนีเซียมซัลเฟต กับสารละลายแอมโมเนียเข้มข้น

น้ำหนักแมกนีเซียมซัลเฟต (กรัม)	น้ำหนักแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ (กรัม)		ผลผลิต (%)
	ทฤษฎี	การทดลอง	
5.0304	2.4383	1.9893	81.83
5.0104	2.4280	1.9593	80.63
5.0144	2.4305	1.9623	80.74
		เฉลี่ย	80.07

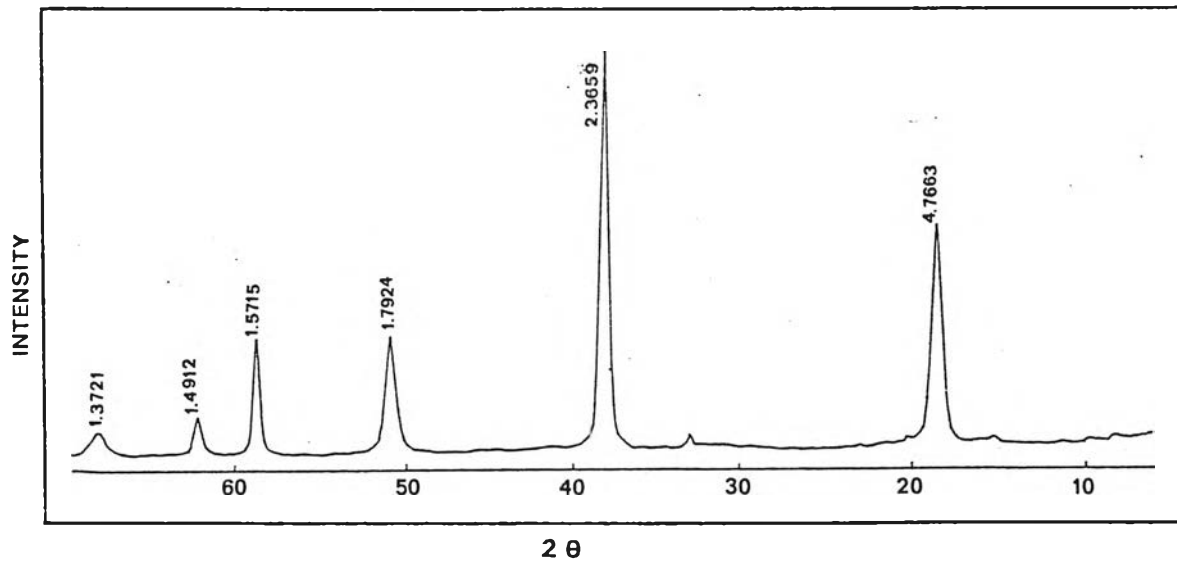
3.6.6 การเตรียมสารประกอบแมกนีเซียมซิลิเกต

3.6.6.1 เตรียมสารประกอบแมกนีเซียมซิลิเกตจากแมกนีเซียมซัลเฟต กับสารละลายโซเดียมซิลิเกต

ชั่งแมกนีเซียมซัลเฟตที่เตรียมได้จากข้อ 3.6.3 มา 5.0 กรัม ใส่ลงในบีกเกอร์พลาสติกขนาด 250.0 cm^3 เติมน้ำกลั่น 100.0 cm^3 คนจนสารละลายหมด เติมสารละลายโซเดียมซิลิเกต (1:9) 100.0 cm^3 จะเกิดตะกอนขาวของแมกนีเซียมซิลิเกต ขึ้นทันที คนให้เข้ากัน ตั้งทิ้งไว้ประมาณ 30 นาที ให้สารตกตะกอนหมด กรอง และล้างตะกอน ด้วยน้ำกลั่น นำสารที่กรองได้มาเติมสารละลายโซเดียมซิลิเกตลงไปอีก 20.0 cm^3 คนสารละลายให้เข้ากัน ตั้งทิ้งไว้ประมาณ 30 นาที ให้สารตกตะกอนหมด กรอง และล้างตะกอน ด้วยน้ำกลั่น นำตะกอนที่ได้ทั้งสองครั้งมารวมกัน นำไปอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง นำสารที่ได้ไปตรวจสอบความบริสุทธิ์ โดยใช้เทคนิคทาง X-ray diffraction เทียบกับสารมาตรฐานแมกนีเซียมซิลิเกต (Florisil) ปรากฏว่าสารที่เตรียมเป็น amorphous แมกนีเซียมซิลิเกตคล้ายกับ Florisil ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 3.45 และรูปที่ 3.41 และยังได้นำไปหาทั้งคุณภาพวิเคราะห์และปริมาณวิเคราะห์ด้วยเทคนิคทาง X-ray fluorescence ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 3.46 และรูปที่ 3.42

ตารางที่ 3.44 แสดงค่า d ของสารมาตรฐานแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ โดยเทคนิค
ทาง X-ray diffraction

d	2.37	4.77	1.79	4.77	Mg(OH) ₂			
I/I ₁	100	90	55	90	Magnesium Hydroxide (Brucite)			
Rad. CuKα, λ 1.5405	Filter Ni	Dia.	d Å	I/I ₁	hkl	d Å	I/I ₁	hkl
Cut off	I/I ₁	Diffractometer	4.77	90	001	0.9001	<1	105
Ref. NBS Circular 539, Volume 6 (1956)			2.725	6	100	.8974	2	204
			2.365	100	101	.8923	2	301
Sys. Hexagonal (Trigonal)	S.G. D _{3d} ³ - P3m1 (164)		1.794	55	102	.8643	6	213
a ₀ 3.147	b ₀	c ₀ 4.769	1.573	35	110	.8156	4	115
α	β	γ	1.494	18	111	.7865	4	220
Ref. ibid.	Z 1 Dx 2.37		1.373	16	103			
ca 1.561	n ω 1.581	ε γ	1.363	2	200			
ZV	D 2.39	mp	1.310	12	201			
Ref. ibid. Dana's System of Mineralogy 7th Ed. Vol.1	Color Colorless		1.192	2	004			
			1.183	10	202			
			1.118	2	113			
			1.092	4	104			
			1.034	6	203			
			1.030	2	210			
Sample prepared at NBS from MgO and water held at 600°C			1.0067	8	211			
and 20,000 psi for 3 days; spect. analysis shows < 0.1 %			0.9543	2	005			
Ca; < 0.01 % Ag, Al, B, Fe, Si, Sr, Ti; < 0.001 % Ba,			.9503	6	114			
Cr, Cu, Cd; structure type. Pattern made at 26°C.			.9455	8	212			
			.9085	4	300			



รูปที่ 3.40 แสดงค่า d จาก X-ray diffraction pattern ของแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์
เตรียมจากแมกนีเซียมซัลเฟตกับสารละลายแอมโมเนียเข้มข้น

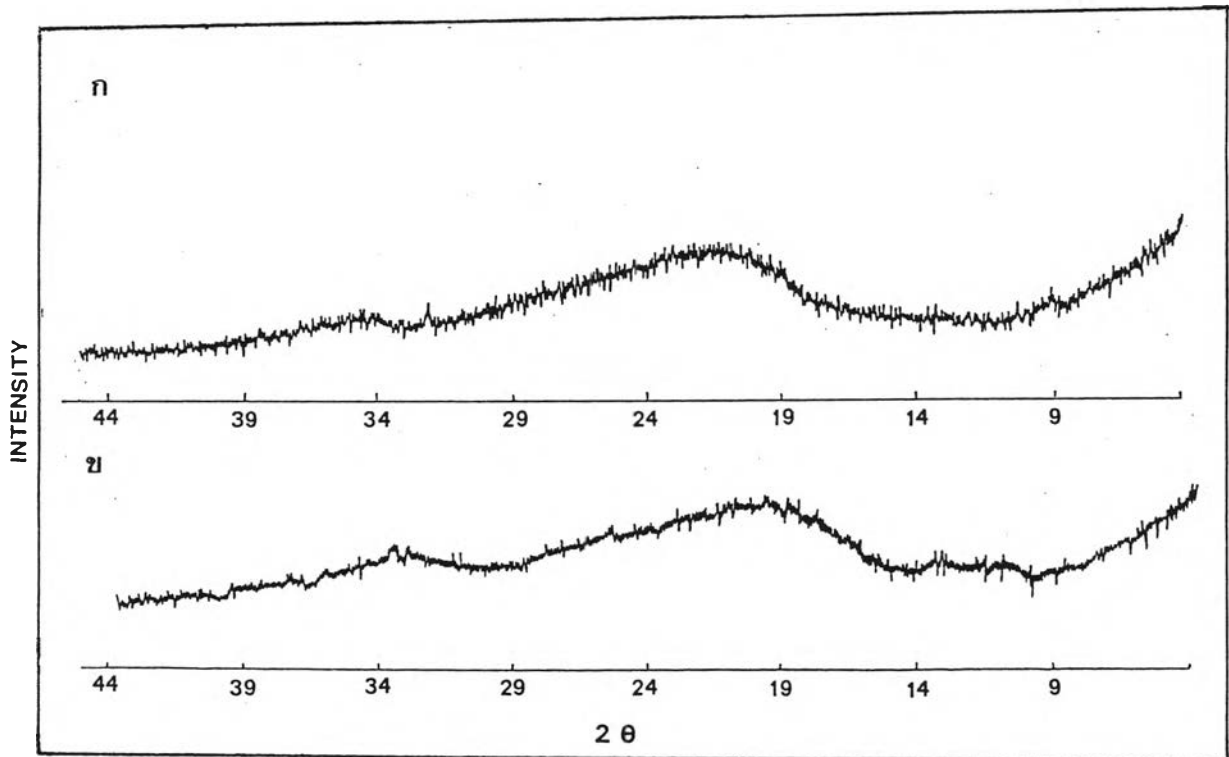
ตารางที่ 3.45 แสดงผลการเตรียมสารประกอบแมกนีเซียมซิลิเกตจากแมกนีเซียมซิลิเฟต
กับสารละลายโซเดียมซิลิเกต

น้ำหนักแมกนีเซียมซิลิเฟต (กรัม)	ปริมาณสารละลายโซเดียมซิลิเกต (cm ³)	น้ำหนักแมกนีเซียมซิลิเกตที่ได้ (กรัม)
5.0346	120.0	9.9628
5.0079	120.0	10.9876
5.0081	120.0	9.7021

ตารางที่ 3.46 แสดงผลการวิเคราะห์หาปริมาณองค์ประกอบในแมกนีเซียมซิลิเกตที่เตรียมได้
และใน Florisil โดยเทคนิคทาง X-ray fluorescence spectrometry

สาร	ปริมาณขององค์ประกอบ (%) โดยน้ำหนัก					
	MgO	SiO ₂	S	Fe ₂ O ₃	CuO	CaO
แมกนีเซียมซิลิเกตที่เตรียมได้	11.728	34.382	3.633	0.052	0.072	0.130
Florisil	8.820	90.442	0.325	0.057	0.051	0.304

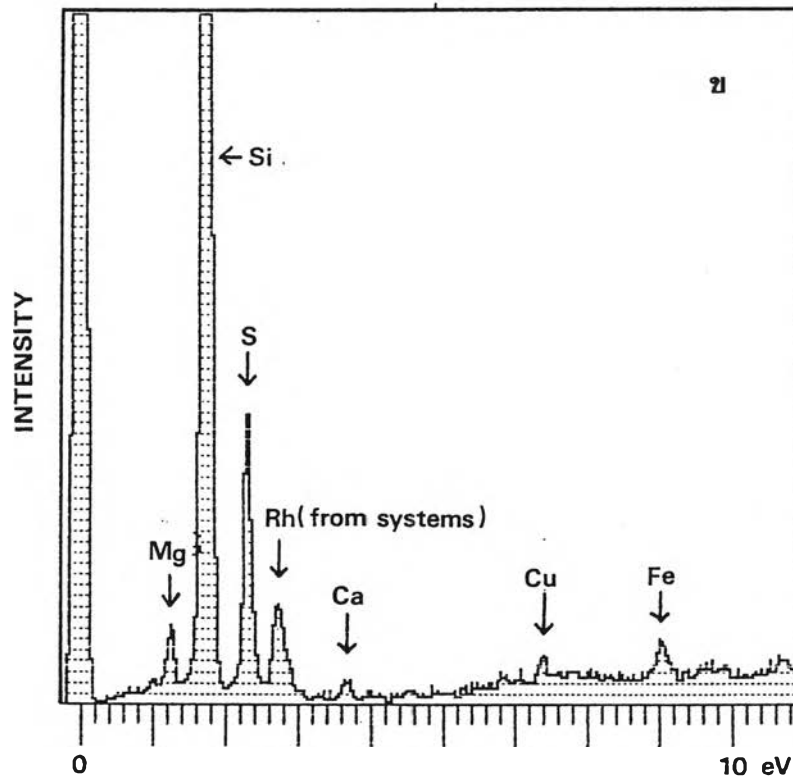
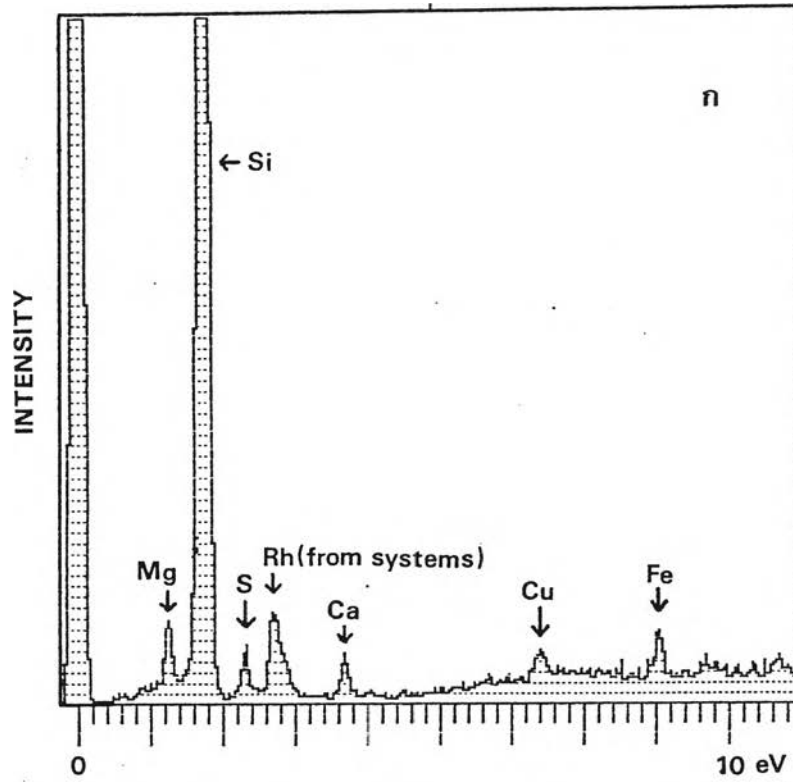




รูปที่ 3.41 แสดง X-ray diffraction pattern ของสารประกอบแมกนีเซียมซิลิเกต

ก. Florisil

ข. สารประกอบแมกนีเซียมซิลิเกตที่เตรียมได้



รูปที่ 3.42 แสดง X-ray Fluorescence spectrum ของ

ก. Florisil

ข. แมกนีเซียมซิลิเกตที่เตรียมได้

3.7 การตรวจสอบความบริสุทธิ์ของสารประกอบแมงกานีสี่ชนิดต่าง ๆ (52)

3.7.1 วิธีการตรวจสอบเปอร์เซ็นต์ ของเบสิกแมงกานีสี่ชนิดคาร์บอเนตในสารประกอบเบสิกแมงกานีสี่ชนิดคาร์บอเนตที่เตรียมได้

ซึ่งสารประกอบเบสิกแมงกานีสี่ชนิดคาร์บอเนตมาประมาณ 1.0 กรัม ให้ทรายน้ำหนักที่แน่นอน นำมาละลายด้วยกรดซัลฟูริกเข้มข้น 0.5 M 30.0 cm³ เติมเมทิลออเรนจ์ เป็นอินดิเคเตอร์ นำไปไทเทรตกับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 1.0 M เพื่อหาปริมาณกรดที่มากเกินพอ จากปริมาตรของกรดซัลฟูริกที่ใช้ทั้งหมดลบด้วยปริมาณของกรดซัลฟูริกที่สอดคล้องกับปริมาณของแคลเซียมในแมงกานีสี่ชนิดคาร์บอเนตที่นำมาหาปริมาณ ผลต่างที่ได้คือ ปริมาตรของกรดซัลฟูริกที่สอดคล้องกับแมงกานีสี่ชนิดออกไซด์ที่มีอยู่ นำไปคำนวณหาเป็นปริมาณของเบสิกแมงกานีสี่ชนิดคาร์บอเนต ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 3.47

3.7.2 วิธีการตรวจสอบ เปอร์เซ็นต์ ของแมงกานีสี่ชนิดออกไซด์ในสารประกอบแมงกานีสี่ชนิดออกไซด์ที่เตรียมได้

ซึ่งสารประกอบแมงกานีสี่ชนิดออกไซด์ประมาณ 500 มิลลิกรัม ใส่ลงในเข้า-แพลทินัมที่เผาและชั่งน้ำหนักไว้แล้ว นำไปเผาที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส จนได้น้ำหนักคงที่ ซึ่งน้ำหนักสารให้ทรายนแน่นอน เติมกรดซัลฟูริกเข้มข้น 0.5 M 30.0 cm³ ลงไปเพื่อละลายสารให้หมด นำไปไทเทรตกับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 1.0 M โดยใช้เมทิลออเรนจ์ เป็นอินดิเคเตอร์ คำนวหาปริมาณแมงกานีสี่ชนิดออกไซด์เช่นเดียวกันกับข้อ 3.7.1 ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 3.47

3.7.3 วิธีการตรวจสอบ เปอร์เซ็นต์ ของแมงกานีสี่ชนิดซัลเฟตในสารประกอบแมงกานีสี่ชนิดซัลเฟตที่เตรียมได้

1. ซึ่งสารประกอบแมงกานีสี่ชนิดซัลเฟตประมาณ 1.0 กรัม ให้ทรายน้ำหนักแน่นอน ใส่ลงในเข้ากระเบื้องที่อบและชั่งน้ำหนักไว้แล้ว นำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วนำไปเผาในเตาเผาที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส จนได้น้ำหนักคงที่
2. ซึ่งแมงกานีสี่ชนิดซัลเฟตที่ถูกเผาแล้วประมาณ 250 มิลลิกรัม ให้ทรายน้ำหนักแน่นอน ละลายด้วยน้ำกลั่น 100.0 cm³ ถ้าไม่ได้สารละลายใส่ให้เติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 3.0 M ลงไปในปริมาณที่น้อยที่สุด ปรับ pH ของสารละลายด้วยสารละลายโซเดียม-

ไฮดรอกไซด์เข้มข้น 1.0 M ให้ได้ pH 7 เติมสารละลายบัฟเฟอร์แอมโมเนีย-แอมโมเนียม-คลอไรด์ 5.0 cm³ และใช้เอริโอโครม แบลค ที่ 0.15 cm³ เป็นอินดิเคเตอร์ นำไปไทเทรตกับสารละลายอีดีทีเอเข้มข้น 0.05 M จนได้จุดยุติเป็นสีน้ำเงิน จากปริมาตรของสารละลายอีดีทีเอที่ใช้ นำไปคำนวณหาปริมาณของแมกนีเซียมซัลเฟตได้ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 3.47

3.7.4 วิธีการตรวจสอบเปอร์เซ็นต์ ของแมกนีเซียมคลอไรด์ในสารประกอบแมกนีเซียม-คลอไรด์ที่เตรียมได้

ชั่งสารประกอบแมกนีเซียมคลอไรด์ประมาณ 450 มิลลิกรัม ให้ทราน้ำหนักแน่นอน ละลายด้วยน้ำกลั่น 25.0 cm³ เติมสารละลายบัฟเฟอร์แอมโมเนีย-แอมโมเนียมคลอไรด์ 5.0 cm³ และใช้เอริโอโครมแบลค ที่ 0.1 cm³ เป็นอินดิเคเตอร์ นำไปไทเทรตกับสารละลายอีดีทีเอเข้มข้น 0.05 M จนได้จุดยุติเป็นสีน้ำเงิน จากปริมาตรของสารละลายอีดีทีเอที่ใช้จะสอดคล้องกับปริมาณของแมกนีเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต นำไปคำนวณหาปริมาณได้ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 3.47

3.7.5 วิธีการตรวจสอบเปอร์เซ็นต์ของแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ในสารประกอบแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมได้

นำสารประกอบแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ที่ผ่านการอบที่ 105 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วมาชั่งให้ทราน้ำหนักแน่นอนประมาณ 400 มิลลิกรัม เติมกรดซัลฟูริกเข้มข้น 0.5 M ลงไป 25.0 cm³ เมื่อสารละลายหมดแล้วเติมเมทิลเรดอินดิเคเตอร์ นำไปไทเทรตกับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 1.0 M จากปริมาตรของกรดซัลฟูริกที่ใช้ลบด้วยปริมาตรของกรดซัลฟูริกที่สอดคล้องกับปริมาณของแคลเซียมที่มีอยู่ ผลต่างที่ได้คือปริมาตรของกรดซัลฟูริกที่สมมูลกับปริมาณของแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ที่มีอยู่ นำไปคำนวณหาปริมาณของแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ ได้ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 3.47

ตารางที่ 3.47 แสดงผลการวิเคราะห์ความบริสุทธิ์ของสารประกอบแมกนีเซียม

สารประกอบ	ความบริสุทธิ์ (%)
เบสิคแมกนีเซียมคาร์บอเนต	97.49
แมกนีเซียมออกไซด์ (จาก $3\text{MgCO}_3 \cdot \text{Mg}(\text{OH})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)	98.53
แมกนีเซียมออกไซด์ (จากแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์)	97.39
แมกนีเซียมซัลเฟต (จาก $3\text{MgCO}_3 \cdot \text{Mg}(\text{OH})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O} + \text{H}_2\text{SO}_4$ 1M)	97.76
แมกนีเซียมซัลเฟต (จาก $\text{MgO} + \text{H}_2\text{SO}_4$ 1M)	98.48
แมกนีเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต (จาก $3\text{MgCO}_3 \cdot \text{Mg}(\text{OH})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O} + \text{HCl}$ 2M)	97.90
แมกนีเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต (จาก $\text{MgO} + \text{HCl}$ 2M)	98.33
แมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ (จาก $\text{MgSO}_4 + \text{NH}_3(\text{aq})$)	96.56
แมกนีเซียมซิลิเกต	ตรวจสอบไม่ได้