



บทที่ 3

การดำเนินการทดลอง เครื่องมือและผลการทดลอง

3.1 การดำเนินการทดลอง

ทำได้โดยศึกษาองค์ประกอบของแร่ จากนั้นศึกษาการเผาแร่แบบไรต์กับถ่านไม้ ถ่านโค้ก ถ่านหินลิกไนต์ หาสภาวะที่เหมาะสม เพื่อนำไปเป็นแนวทางในการนำเทคนิคฟลูอิด-เซชันเข้ามาเกี่ยวข้อง ในการเผาแร่แบบไรต์กับถ่านไม้ให้ได้ผลผลิตมากที่สุด จึงนำผลผลิตที่ได้ไปเตรียมสารประกอบแบบเรียงในรูปแบบต่าง ๆ ต่อไป

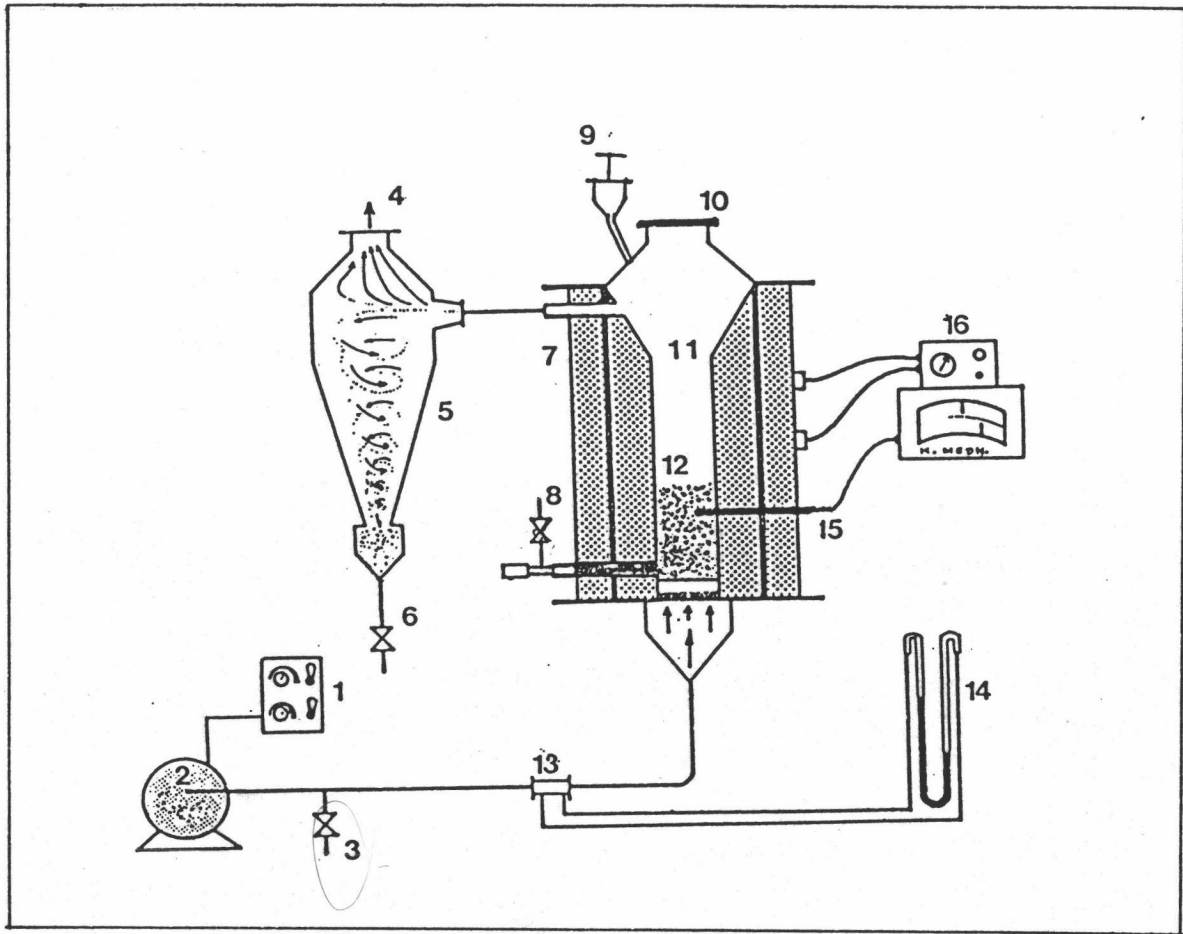
3.2 เครื่องมือและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

3.2.1 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง มีดังนี้

1. เครื่อง Flame Photometry model 400 ของบริษัท Corning ประเทศสหรัฐอเมริกา
2. เครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer model A.A. 1475 ของบริษัท Varian techtron
3. เครื่อง X-Ray Fluorescence Spectrometer model JSX-60 ของบริษัท Jeol
4. เครื่อง X-Ray Diffraction ของบริษัท Philips model TW 1130/91 (generator) Cuka (radiator)
5. เตาไฟฟ้า (Electric furnace) ที่ควบคุมอุณหภูมิได้สูงสุด 1200 องศาเซลเซียส ของบริษัท thermolyne
6. ตู้อบไฟฟ้า (Oven) ควบคุมอุณหภูมิได้สูงสุด 220 องศาเซลเซียส ของบริษัท Memmert

7. เครื่องย่อยหิน (Jaw Crusher) ผลิตโดยคณะวิศวกรรมศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
8. เครื่องบดละเอียด (Disc Mill) Type T.2.250 ของ Siebtechnik
9. หม้อบด (ball mill)
10. เครื่องดูดสูญญากาศ (Vaccuum Pump) ของบริษัท General
Electric
11. เครื่องให้ความร้อน พร้อมเครื่องคนด้วยแม่เหล็ก (Hot plate with
magnetic stirror)
12. เครื่องวัด (pH meter) model pHM.83 ของบริษัท
Radiometer Copenhagen.
13. ขวดหาความถ่วงจำเพาะ (Pycnometer) ขนาด 10 cm³
14. เตาเผาแบบฟลูอิดิเดชัน (Fluidization furnace) เป็นเตาแบบ
ทรงกระบอกตั้งตรง ดังแสดงอยู่ในรูปที่ 3.1

เตานี้สร้างด้วยเหล็กทรงกระบอก ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายนอก 30 เซนติเมตร สูง 65 เซนติเมตร ภายในมีซีเมนต์ทนไฟหล่อติดผนังท่อเหล็กหนา 11.5 เซนติเมตร สูงเท่ากับความสูงของเตา ด้านล่างเป็นตะแกรงเจาะรูขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 200 ไมโครเมตร รองรับแบโรต์ที่จะเผา ด้านข้างของเตา เจาะรูขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 4 เซนติเมตร อยู่เหนือแผ่นตะแกรง 5 เซนติเมตร มีวาล์ว (valve) ปิดเปิดสำหรับเป็นทางนำแร่ ที่ผ่านการเผาแล้วออกจากเตา ส่วนบนของเตามีช่องที่ต่อกับวาล์วสำหรับการเติมถ่าน ขณะทำการทดลอง และมีแผ่นกระจกไมก้า สำหรับมองการทำงานภายในเตา มีทางออก สำหรับอากาศที่ผ่านจากเตาแล้ว ต่อเข้ากับไซโคลอนใช้สำหรับซับฝุ่น หรือแร่ที่ลอยออกมา กับ อากาศร้อน สำหรับขึ้นของซีเมนต์ทนไฟ มีลวดความร้อนขนาด 15 กิโลวัตต์ ขดอยู่รอบ ๆ เตา ตั้งแต่ด้านล่างของเตา จนถึงความสูงประมาณ 25 เซนติเมตร จากลวดความร้อน มีสายไฟแรงสูงต่อกับเครื่องควบคุมอุณหภูมิที่สามารถควบคุมอุณหภูมิได้จนถึง 1200 องศาเซลเซียส ภายในเตามีช่องสำหรับลวดเทอร์โมคัพเพิล (thermocouple) เพื่อใช้วัดอุณหภูมิภายในเตา



- | | |
|--|---|
| 1. เครื่องควบคุมความเร็วของพัดลม | 9. ทางป้อนวัตถุดิบและถ่าน |
| 2. พัดลม | 10. ช่องกระจก |
| 3. By pass | 11. ส่วนเหนือเบต |
| 4. ทางออกของกาซร้อน | 12. ฟลูอิดซ์เบต |
| 5. ไซโคลน | 13. Orifice |
| 6. ทางออกของฝุ่น | 14. Manometer |
| 7. ท่อจากเตาฟลูอิดเซชันไปยังไซโคลน | 15. Thermocouple |
| 8. ทางเอา Product ออก และใช้สำหรับอุ่นเตาได้ด้วย | 16. เครื่องวัดและควบคุมอุณหภูมิภายในเตา |

รูปที่ 3.1 แสดงลักษณะเตาเผาฟลูอิดเซชันที่ใช้ในการทดลอง

และต่อเข้ากับเครื่องควบคุมอุณหภูมิ ส่วนด้านล่างของเตาต่อกับท่อที่ติดกับพัดลม สำหรับดูดอากาศที่จะให้เกิดปฏิกิริยาภายในเตา โดยมีบาร์อมิเตอร์วัดความเร็วของลมไว้

3.2.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง เป็น reagent grade ยกเว้นที่เขียน AR เป็น analytical grade

	บริษัทผู้ผลิต
กรดไฮโดรคลอริก	Riedel
กรดซัลฟริก	Riedel
กรดไนตริก	Riedel
โซเดียมคาร์บอเนต	May & Baker
โซเดียมซัลเฟต	Riedel
โพแทสเซียมโบคาร์บอเนต	BDH
โพแทสเซียมไดโครเมต (AR)	BDH
แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์	Riedel
แอมโมเนียมอะซิเตต	Merck
แอมโมเนียมไดโครเมต (AR)	Merck
แอมโมเนียมซัลเฟต	Merck
เอทิล อัลกอฮอล์ (95 %)	Merck

3.2.3 สารละลายมาตรฐานที่ใช้ในการทดลอง

สารละลายที่ใช้เป็นมาตรฐานนี้เป็นสารละลายที่มีความเข้มข้น 1 มิลลิกรัม/ cm³

สำหรับใช้วิเคราะห์ทาง AAS และ Flame Photometry

	บริษัทผู้ผลิต
แบเรียมไนเตรต	BDH
เฟอร์ริกไนเตรต	BDH
ซิลิคอน	BDH
อลูมิเนียมไนเตรต	BDH
แคลเซียมไนเตรต	BDH

	บริษัทผู้ผลิต
แมกนีเซียมไนเตรต	BDH
ตะกั่วไนเตรต	BDH
สังกะสีไนเตรต	BDH

3.3 สารตัวอย่างและการเตรียมสารตัวอย่างเพื่อนำไปศึกษา

สารตัวอย่างที่ศึกษานำมาจากแหล่งต่าง ๆ คือ

ตัวอย่างแหล่งที่ 1 แบริต์ก้อนสีขาวจากเหมือง ฟิแอนเอลส์แบไรต์ไมนนิ่ง จังหวัดเลย

ตัวอย่างแหล่งที่ 2 แบริต์ก้อนสีชมพู จากเหมืองภูไม้ตอง จังหวัดเชียงใหม่

ตัวอย่างแหล่งที่ 3 แบริต์บด จากบริษัทโซบู ประเทศไทยจำกัด

ตัวอย่างแหล่งที่ 4 แบริต์ก้อนสีชมพู จากบริษัทโซบู ประเทศไทยจำกัด

ลักษณะของแร่แบไรต์เป็นก้อนใหญ่สีขาว จะมีสีอื่น ๆ ปนบ้างขึ้นกับแต่ละแหล่งที่นำมา มีน้ำหนักมาก นำมาย่อยให้มีขนาดเล็กลงโดยใช้เครื่องย่อยขนาดคือ jaw crusher จากนั้น ลูบตัวอย่างแร่ที่ย่อยขนาดแล้ว บดด้วยเครื่องบดละเอียดแบบ disc mill แล้วจึงทำการแยกขนาดของแร่ให้มีขนาดต่าง ๆ กันตั้งแต่ - 35 เมช จนถึง - 200 เมช เก็บสารตัวอย่างที่ได้ สำหรับการทดลองต่อไป

3.4 การศึกษาสมบัติทางกายภาพและเคมีของแร่แบไรต์

3.4.1 การหาปริมาณความชื้น (45)

นำแบปลาตินัมที่สะอาด อบที่อุณหภูมิ 105 - 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทิ้งให้เป็นในเตลิกเคเตอร์ (desiccator) ชั่งน้ำหนักที่แน่นอนไว้ นำตัวอย่างแร่ที่บดละเอียดใส่ในแบปลาตินัม ชั่งน้ำหนักที่แน่นอน นำไปอบที่อุณหภูมิ 105 - 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทิ้งให้เป็นในเตลิกเคเตอร์ แล้วชั่งน้ำหนัก อีกครั้งหนึ่ง คำนวณหาปริมาณความชื้นได้ ผลการทดลองดังแสดงไว้ในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 แสดงผลการหาปริมาณความชื้นของแร่แบไรต์

	ปริมาณความชื้น (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก)			
	แหล่งที่ 1	แหล่งที่ 2	แหล่งที่ 3	แหล่งที่ 4
1	0.08	0.03	1.71	0.79
2	0.07	0.02	1.68	0.81
3	0.06	0.02	1.70	0.84
4	0.06	0.02	1.69	0.76
5	0.06	0.03	1.57	0.78
6	0.08	0.03	1.74	0.81
7	0.08	0.02	1.69	0.83
8	0.08	0.03	1.70	0.84
9	0.08	0.02	1.62	0.80
10	0.08	0.04	1.60	0.81
ค่าเฉลี่ย	0.07 ± 0.009	0.03 ± 0.007	1.67 ± 0.08	0.81 ± 0.02

3.4.2 การหาน้ำหนักที่หายไป เมื่อเผาที่อุณหภูมิสูง

เตรียมแบปลาตินัมพร้อมฝาคู่ที่จะใช้ในการทดลอง โดยการนำแบปและฝาคู่ไปเผาในเตาไฟฟ้า อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นทิ้งให้เป็นในเตลิกเคเตอร์ นำไปชั่งหาน้ำหนักที่แน่นอน ชั่งสารตัวอย่างใส่ในแบป นำไปอบไล่ความชื้นที่ 110 องศาเซลเซียส ทิ้งให้เป็นในเตลิกเคเตอร์ ชั่งน้ำหนักที่แน่นอนอีกครั้ง แล้วนำไปเผาในเตาไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง นำแบปออกมาทำให้เป็นในเตลิกเคเตอร์ ชั่งน้ำหนักที่แน่นอนไว้ จากนั้นคำนวณหาน้ำหนักที่หายไปจากการเผา ผลการทดลองดังแสดงไว้ในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 แสดงผลการหาน้ำหนักที่หายไปเมื่อเผาที่อุณหภูมิสูง ๆ

ครั้งที่	น้ำหนักที่หายไปเมื่อเผาที่อุณหภูมิสูง (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก)			
	แหล่งที่ 1	แหล่งที่ 2	แหล่งที่ 3	แหล่งที่ 4
1	0.17	0.55	2.29	1.24
2	0.15	0.51	2.44	1.22
3	0.14	0.55	2.23	1.23
4	0.14	0.50	2.38	1.24
5	0.16	0.60	2.52	1.21
6	0.14	0.55	2.46	1.17
7	0.16	0.58	2.39	1.25
8	0.18	0.60	2.38	1.23
9	0.16	0.55	2.25	1.19
10	0.17	0.55	2.44	1.20
ค่าเฉลี่ย	0.16 ± 0.01	0.55 ± 0.03	2.38 ± 0.09	1.22 ± 0.02

3.4.3 การหาความถ่วงจำเพาะของแร่แบไรต์ (45)

1. ชั่งน้ำหนักที่แน่นอนของขวดหาความถ่วงจำเพาะ (Pycnometer) พร้อมลูก
2. นำสารตัวอย่างใส่ลงในขวดประมาณ 0.5 กรัม ชั่งน้ำหนักที่แน่นอน
3. เติมน้ำมันก๊าดลงไปพอประมาณ ไล่อากาศในสารตัวอย่างออกให้หมด แล้วเติมน้ำมันก๊าดลงไปอีกจนเต็ม ปิดจุก เขັดภายนอกขวดให้แห้ง นำไปชั่งหาน้ำหนักที่แน่นอน
4. ถ่ายสารตัวอย่างและน้ำมันก๊าดออก ล้างให้สะอาดและทำให้แห้งจากนั้นเติมน้ำมันก๊าดให้เต็มขวด ปิดจุก เขັดภายนอกให้แห้งและสะอาด นำไปชั่งให้ทราบน้ำหนักที่แน่นอนอีกครั้งหนึ่ง

5. นำน้ำมันก๊าดออก ล้างขวดให้สะอาดและทำให้แห้ง ใส่น้ำกลั่นให้เต็มขวด ปิดจุก เขັดภายนอกแล้ว ให้นำไปชั่งให้ทราบน้ำหนักที่แน่นอน ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 แสดงผลการหาความถ่วงจำเพาะของแร่แบไรต์ *

ตัวอย่างแร่	ค่าความถ่วงจำเพาะของแร่แบไรต์			
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ค่าเฉลี่ย
แหล่งที่ 1	4.1378	4.1365	4.1342	4.1362 ± 0.002
แหล่งที่ 2	3.8993	3.8969	3.9074	3.9012 ± 0.005
แหล่งที่ 3	3.8991	3.9094	3.9076	3.9054 ± 0.005
แหล่งที่ 4	3.6884	3.6907	3.6912	3.6901 ± 0.001

* วิธีการคำนวณรายละเอียดแสดงในภาคผนวก

3.5 การศึกษาองค์ประกอบในแร่แบไรต์

จากการศึกษาสมบัติทางกายภาพและเคมีของแร่แบไรต์ จะเห็นว่าแต่ละแหล่งมีคุณสมบัติใกล้เคียงกัน ซึ่งจำเป็นต้องทำการวิเคราะห์ เพื่อจะหาองค์ประกอบที่มีปริมาณมาก ๆ และเป็นองค์ประกอบหลัก พร้อมทั้งองค์ประกอบที่มีปริมาณน้อย ๆ ที่สำคัญในแร่ นั้น ในงานวิจัยครั้งนี้ได้ทำการศึกษาองค์ประกอบของแร่แบไรต์ โดยใช้เทคนิค 3 วิธีด้วยกัน เพื่อจะได้ใช้เป็นข้อมูลต่อไป

3.5.1 การวิเคราะห์องค์ประกอบของแร่แบไรต์โดยใช้เทคนิค X-ray fluorescence spectrometry (XRFS)

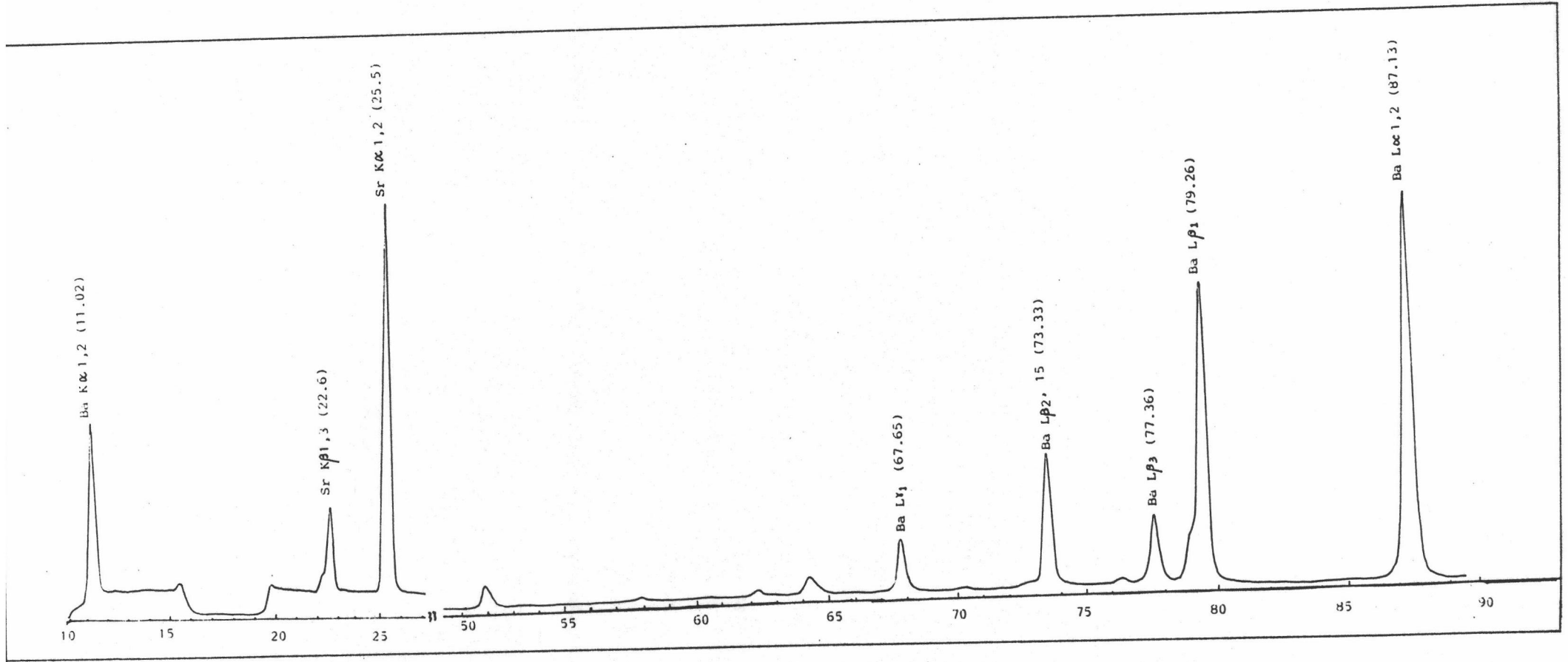
การวิเคราะห์โดยอาศัยเทคนิคทาง XRFS สามารถทำการวิเคราะห์สารตัวอย่างได้โดยสารตัวอย่างจะไม่ถูกทำลาย เป็นวิธีการหนึ่งที่ได้ผลที่ถูกต้อง เหมาะสมสำหรับที่จะวิเคราะห์สารตัวอย่างที่เป็นแร่ สามารถทำได้สะดวก และรวดเร็วทั้งคุณภาพวิเคราะห์และปริมาณวิเคราะห์

3.5.1.1 การทำคุณภาพวิเคราะห์

นำตัวอย่างแร่แบไรต์ที่อบไล่ความชื้นแล้ว และบดละเอียดขนาด - 200 เมช จำนวนประมาณ 4 กรัม อัดให้เป็นแผ่นโดยใช้แรงอัดประมาณ 400 กิโลกรัม/ตารางเซนติเมตร ให้มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 4 เซนติเมตร แล้วนำไปวิเคราะห์โดยใช้เทคนิคทาง XRFs ที่เป็น wavelength dispersive system และ ใช้สภาวะการทดลองดังนี้

แหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์	ใช้หลอดโรเดียม (rhodium X-ray tube)
พลังงานที่ใช้	40 กิโลวัตต์
กระแสไฟฟ้าที่ใช้	30 มิลลิแอมแปร์
analyzing crystal	LiF (200) และ EDDT (ethylene-diamine-d-tartrate) ในการวิเคราะห์ Si, Ca
หัววัดที่ใช้	Scintillation counter

หลังจาก scan X-ray fluorescence ที่เกิดขึ้น จะได้ X-ray fluorescence spectra ซึ่งสามารถทราบได้ว่ามีธาตุใดบ้างเป็นองค์ประกอบ โดยดูจากค่ามุม 2 θ ผลการทดลองดังแสดง ในรูปที่ 3.2



20

รูปที่ 3.2 แสดง XRF spectra ของธาตุที่เป็นองค์ประกอบในแร่แบไรต์

3.5.1.2 การทำปริมาณวิเคราะห์

การวิเคราะห์หาปริมาณของธาตุในสารตัวอย่างนั้น โดยทั่วไปใช้วิธีเทียบ กับสารมาตรฐาน ที่เตรียมขึ้น โดยเตรียมสารมาตรฐานให้มีองค์ประกอบหลักของแร่ในปริมาณ ต่าง ๆ กันที่เหมาะสม จากนั้นจึงวิเคราะห์สารตัวอย่างโดยเทียบ count rate ที่วัดได้ ของสารมาตรฐาน และสารตัวอย่าง เมื่อทำการวิเคราะห์ที่สภาวะเดียวกันก็จะสามารถ คำนวณหาปริมาณของแต่ละธาตุได้ ดังผลการทดลองที่แสดงไว้ในตารางที่ 3.4

ตารางที่ 3.4 แสดงผลการวิเคราะห์องค์ประกอบที่สำคัญของแร่แบไรต์ โดยเทคนิค X-ray fluorescence spectrometry.

ตัวอย่าง แร่	ปริมาณขององค์ประกอบ (% โดยน้ำหนัก)				
	BaSO ₄	SrSO ₄	Fe ₂ O ₃	CaO	SiO ₂
แหล่งที่ 1	92.25	1.01	0.09	0.46	0.18
แหล่งที่ 2	85.08	1.61	0.67	1.07	10.30
แหล่งที่ 3	78.80	2.77	2.68	0.39	10.47
แหล่งที่ 4	86.85	1.21	0.19	0.40	0.33

3.5.2 การวิเคราะห์หาปริมาณขององค์ประกอบของแร่แบไรต์โดยใช้เทคนิค Flame Photometry และ Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS)

การวิเคราะห์องค์ประกอบของแร่แบไรต์ในครั้งนี้ ธาตุแบเรียม สตรอนเตียม และแคลเซียม ได้ใช้เทคนิคทาง Flame Photometry ซึ่งให้ค่า sensitivity ที่สูง และสามารถทำได้สะดวกเร็ว ส่วนธาตุที่เป็นองค์ประกอบที่มีปริมาณน้อย ๆ ในแร่ใช้เทคนิค ของ AAS ในการวิเคราะห์อย่างไรก็ตาม ทั้งเทคนิค Flame Photometry และ AAS ที่ ใช้ในการวิเคราะห์องค์ประกอบนั้น จะต้องทำให้สารตัวอย่างอยู่ในรูปของสารละลายให้หมด เสียก่อน โดยการใช้อิริทธิลอมแร่แบไรต์กับฟลักซ์ (flux) ขั้นตอนการทดลองมีดังนี้

การเตรียมสารละลายตัวอย่างเพื่อวิเคราะห์

ชั่งสารตัวอย่างที่บดละเอียด ขนาด - 200 เมช และอบไล่ความชื้นแล้ว จำนวน 1,000 กรัม ผสมกับโซเดียมคาร์บอเนต ซึ่งใช้เป็นฟลักซ์ จำนวน 8 กรัม คนให้เข้ากันใส่ในเบ้าพลาสติก นำไปเผาด้วยตะเกียงจนฟลักซ์หลอม จากนั้นจึงนำเข้าเตาเผาที่ควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 800 องศาเซลเซียส เมื่อสารตัวอย่างหลอมเข้ากันดีแล้ว นำเบ้าพลาสติกออกมาทิ้งไว้ให้เป็น นำสารตัวอย่างที่หลอมนั้นไปละลายด้วย กรดไฮโดรคลอริก (1 : 1) ที่ละน้อย จนตะกอนละลายหมด ล้างเบ้าพลาสติกด้วยกรดไฮโดรคลอริก (1 : 1) เช่นกัน นำสารละลายที่ได้รวมกัน ปรับปริมาตรในขวดมาตรฐาน 250 cm³ ด้วยน้ำกลั่น สารละลายที่ได้นำไปวิเคราะห์หาปริมาณสำหรับองค์ประกอบหลัก และองค์ประกอบย่อยของแร่แบไรต์ต่อไป

การทำกราฟมาตรฐานเพื่อวิเคราะห์หาปริมาณธาตุต่าง ๆ

ในการใช้เทคนิคของ Flame Photometry และ AAS จำเป็นต้องมีสารละลายมาตรฐาน สำหรับที่จะใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณธาตุต่าง ๆ ในสารละลายแร่แบไรต์ที่เตรียมไว้ เตรียมสารละลายมาตรฐานให้มีความเข้มข้นตามต้องการต่าง ๆ กัน โดยเตรียมจากสารละลายมาตรฐานที่มีความเข้มข้น 1 มิลลิกรัม/1 cm³ นำสารละลายมาตรฐานนี้ไปวัดค่า Flame intensity สำหรับ Flame Photometry จากนั้นนำไปเขียนกราฟหาความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้มข้นกับค่า intensity. ที่ได้ โดยใช้ least square method ในการเขียนกราฟ ดังแสดงในรูปที่ 3.3

สารละลายมาตรฐานที่วิเคราะห์โดยการใช้ AAS model AA.1475 (varian techtron) ทำการวิเคราะห์โดยวัดค่าเข้มข้นของสารละลายตัวอย่างโดยตรง ในการวิเคราะห์ปริมาณธาตุที่เป็นองค์ประกอบต่าง ๆ ของแร่แบไรต์ โดยใช้เทคนิคทาง AAS นั้น จำเป็นต้องเลือก hollow cathode lamp (HCL) และปริมาณกระแสไฟฟ้า ชนิดของเปลวไฟ ความกว้างของ slit ความยาวของคลื่นที่จะวัดให้เหมาะสม ดังแสดงในตารางที่ 3.5

ตารางที่ 3.5 แสดงค่าต่าง ๆ ที่เลือกใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณของธาตุ โดยใช้

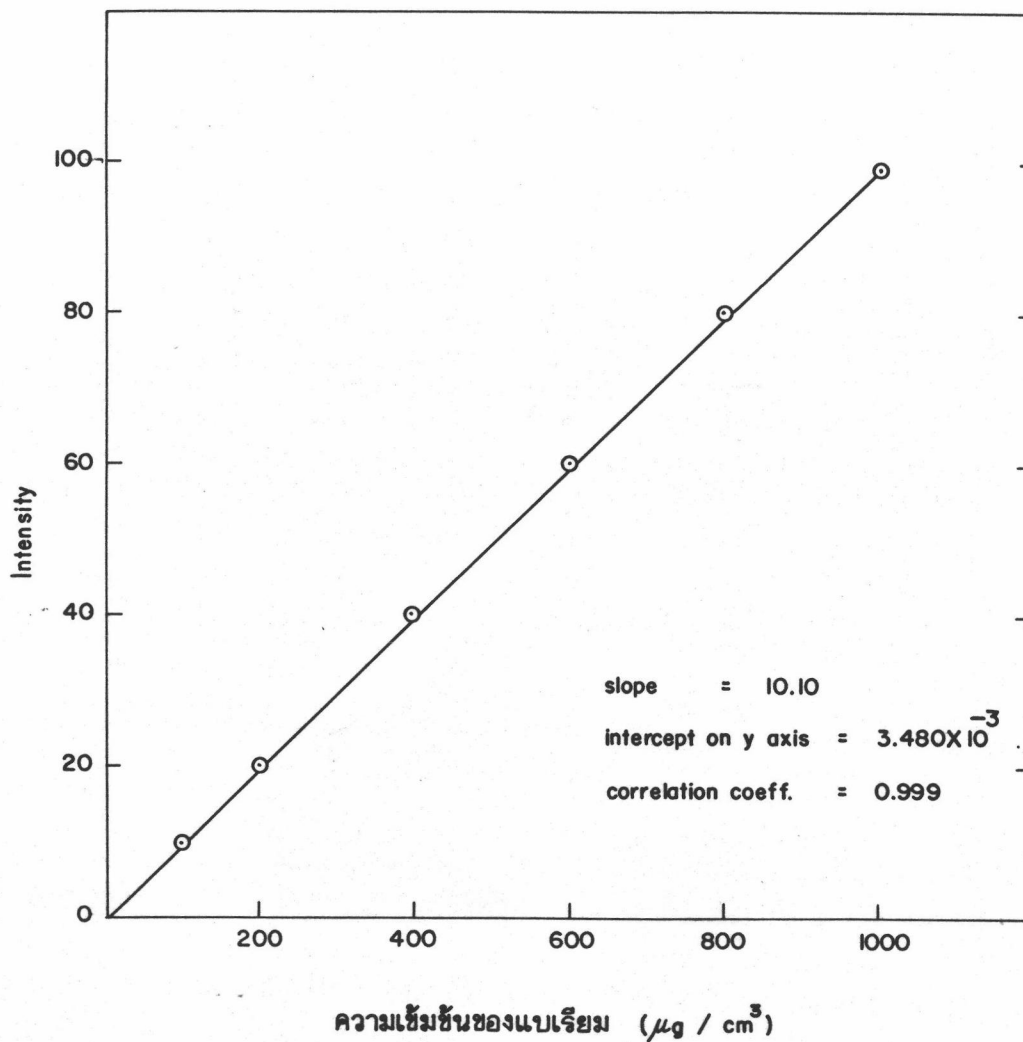
เทคนิคทาง AAS

ธาตุ	กระแสไฟฟ้า (mA)	ชนิดของเปลวไฟ	ความกว้างของ slit	ความยาวคลื่น (nm)
Al	10	N-A	5	309.3
Ca	3.5	N-A	5	422.7
Cu	3.5	A-A	5	324.7
Fe	5	A-A	2	248.3
Mg	3.5	A-A	5	285.2
Mn	5	A-A	2	279.5
Pb	7	A-A	10	217.0
Si	20	N-A	2	251.6
Zn	5	A-A	10	213.9

* N-A = nitrous - acetylene flame

A-A = acetylene - air flame

จากการวิเคราะห์องค์ประกอบในแร่แบไรต์โดยใช้ Flame Photometry
และ AAS ได้ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 3.6 และตารางที่ 3.7



รูปที่ 3.3 แสดงค่าความสัมพันธ์ระหว่างค่า intensity กับค่าความเข้มข้นของเบนซีน

ตารางที่ 3.6 แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณองค์ประกอบหลักของแร่แบไรต์โดยเทคนิคของ Flame Photometry และ AAS

ตัวอย่างแร่	ปริมาณขององค์ประกอบ (% โดยน้ำหนัก)						
	BaSO ₄	SrSO ₄	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SiO ₂	Al ₂ O ₃
แหล่งที่ 1	89.91 ± 0.79	2.25 ± 0.08	0.42 ± 0.04	4.74 ± 0.34	0.02 ± 0.00	0.12 ± 0.06	0.22 ± 0.06
แหล่งที่ 2	84.60 ± 0.45	2.21 ± 0.07	0.82 ± 0.08	4.79 ± 0.21	0.08 ± 0.01	9.47 ± 1.51	2.83 ± 0.04
แหล่งที่ 3	75.87 ± 2.52	2.24 ± 0.02	2.18 ± 0.12	4.07 ± 0.21	0.04 ± 0.01	8.95 ± 0.58	2.49 ± 0.22
แหล่งที่ 4	82.35 ± 0.54	2.24 ± 0.02	0.37 ± 1.70	5.56 ± 0.69	0.02 ± 0.01	0.32 ± 0.03	0.97 ± 0.07

* ค่าเฉลี่ย ± เป็นค่าที่ได้จากการทดลอง 6 ครั้ง

ตารางที่ 3.7 แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณองค์ประกอบย่อยในแร่แบไรต์โดยเทคนิค AAS

ตัวอย่างแร่	ปริมาณขององค์ประกอบ (ppm) *			
	CuO	MnO	PbO	ZnO
แหล่งที่ 1	19 ± 2	27 ± 3	3 ± 0	4 ± 1
แหล่งที่ 2	54 ± 3	143 ± 7	316 ± 6	631 ± 4
แหล่งที่ 3	11 ± 1	45 ± 1	62 ± 2	46 ± 3
แหล่งที่ 4	42 ± 2	293 ± 6	8 ± 1	13 ± 1

* ค่าเฉลี่ย ± เป็นค่าที่ได้จากการทดลอง 6 ครั้ง

3.5.3 การวิเคราะห์หาองค์ประกอบในแร่แบไรต์ตามวิธีมาตรฐาน

ในการวิเคราะห์นี้ ทำตามวิธีมาตรฐานของการวิเคราะห์แร่ ในการวิเคราะห์องค์ประกอบที่สำคัญ ปริมาณแบเรียมซัลเฟต ปริมาณเหล็ก ซิลิกา อลูมิเนียม แคลเซียม และแมกนีเซียม ผลการวิเคราะห์ดังแสดงไว้ในตารางที่ 3.8

ตารางที่ 3.8 แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณขององค์ประกอบในแร่แบไรต์ โดยการใช่วิธีวิเคราะห์ของมาตรฐานการวิเคราะห์แร่

ตัวอย่างแร่	ปริมาณขององค์ประกอบ (% โดยน้ำหนัก)				
	BaSO ₄	CaO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SiO ₂
แหล่งที่ 1	90.26 ± 1.37	0.81 ± 0.04	0.70 ± 0.04	0.17 ± 0.01	0.26 ± 0.01
แหล่งที่ 2	83.84 ± 0.97	2.82 ± 0.14	2.38 ± 0.31	0.60 ± 0.02	10.30 ± 0.56
แหล่งที่ 3	77.06 ± 1.57	0.78 ± 0.07	1.71 ± 0.67	2.93 ± 0.29	10.17 ± 0.72
แหล่งที่ 4	85.31 ± 1.74	0.71 ± 0.06	1.37 ± 0.19	0.20 ± 0.04	0.36 ± 0.06

* ค่าเฉลี่ย ± เป็นค่าเฉลี่ยของการทดลอง 6 ครั้ง

3.6 ศึกษาการสกัดแบเรียมออกจากแร่แบไรต์ด้วยวิธีการเผากับโซเดียมคาร์บอเนต

เมื่อเผาแร่แบไรต์กับโซเดียมคาร์บอเนต จะได้สารประกอบของแบเรียมออกมาในรูปของแบเรียมคาร์บอเนต ซึ่งสามารถละลายในกรดได้ เพื่อให้การสกัดเป็นไปอย่างมีประสิทธิภาพ จึงได้ทดลองหาสภาวะที่เหมาะสมในการเผาเสียก่อน โดยทำการทดลองดังนี้

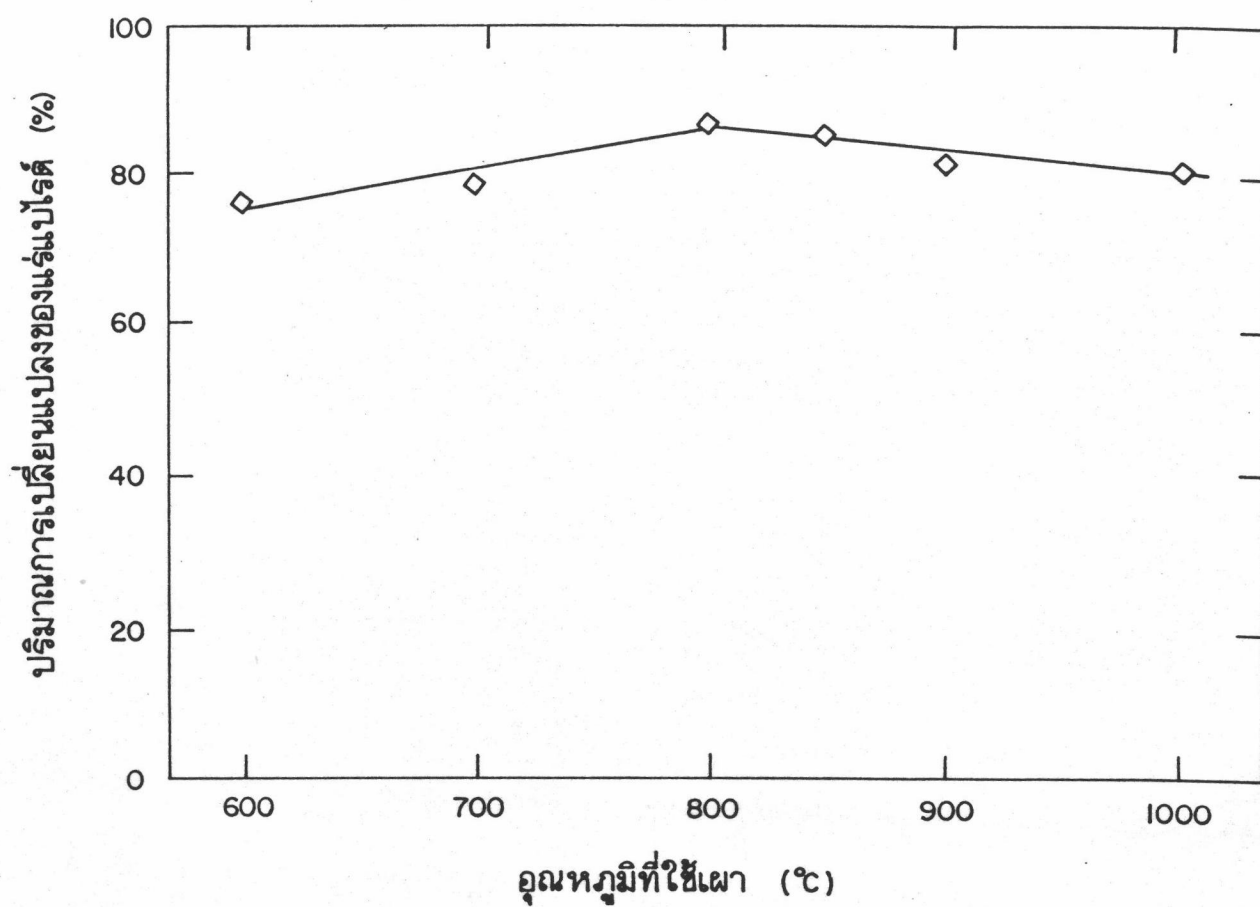
3.6.1 ศึกษาหาอุณหภูมิที่เหมาะสมเพื่อใช้ในการเผาแร่แบไรต์กับโซเดียมคาร์บอเนต

ชั่งแร่แบไรต์ที่บดละเอียดขนาด - 200 เมช ครึ่งละ 1,000 กรัม ผสมกับโซเดียมคาร์บอเนต 8 กรัม ใส่ในเบ้าพลาสติก แล้วนำไปเผาในเตาเผา ที่ควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 600, 700, 800, 900, 1000 องศาเซลเซียส ตามลำดับ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง นำออกมาตั้งทิ้งไว้ให้เย็น แล้วนำเบ้าที่มีของผสมนั้นวางในปิกละยขนาด 250 cm³ ซึ่งมีน้ำกลั่นอยู่ประมาณ 100 cm³ ตั้งบนเตาไฟฟ้าประมาณ 30 นาที ละลายตะกอนออกจากเบ้าพลาสติกจนหมด นำไปกรอง ล้างตะกอนด้วยสารละลายโซเดียมคาร์บอเนตเจือจางร้อน นำตะกอนที่ได้ค่อย ๆ ละลายด้วยกรดไฮโดรคลอริก (1 : 1) ร้อนจนตะกอนละลายหมด ทำให้ปริมาตรของสารละลายเป็น 250 cm³ ในขวดมาตรฐาน แล้วนำสารละลายที่ได้ไปวิเคราะห์หาปริมาณของแบเรียมด้วยการใช้ Flame Photometry ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 3.9 และรูปที่ 3.4

ตารางที่ 3.9 แสดงผลของการสกัดแร่แบไรต์ให้ออกมาอยู่ในสารละลายที่อุณหภูมิต่าง ๆ กัน

อุณหภูมิที่ใช้เผาแร่ (องศาเซลเซียส)	ปริมาณการเปลี่ยนแปลงของแร่แบไรต์ (%)
600	75.90
700	77.78
800	86.20
850	84.64
900	81.09
1000	80.05

อุณหภูมิที่เหมาะสมในการเผาแร่แบไรต์กับโซเดียมคาร์บอเนตควรจะอยู่ในช่วง



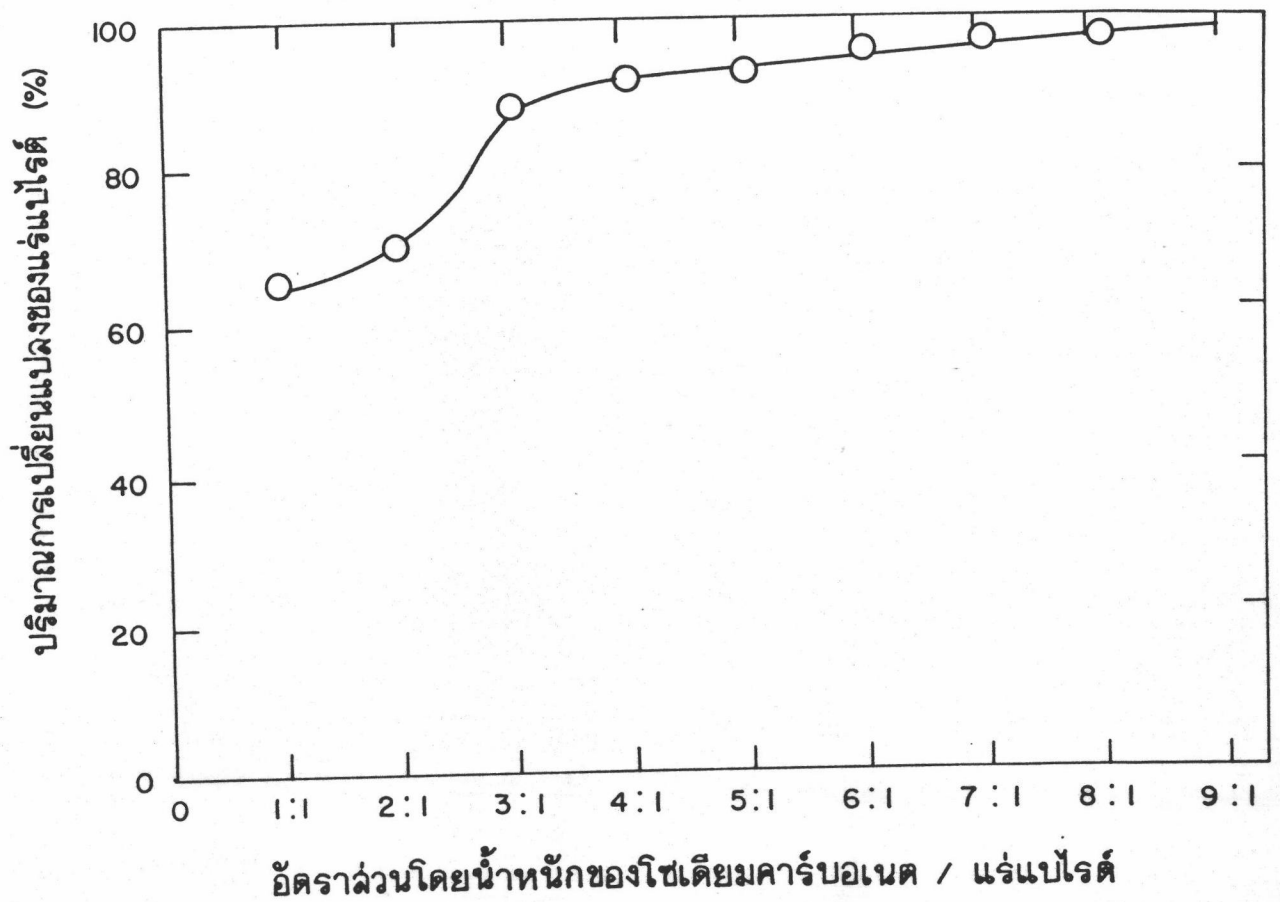
รูปที่ 3.4 แสดงผลของการหาอุณหภูมิที่เหมาะสมต่อการเกิดปฏิกิริยาเมื่อเผากับโซเดียมคาร์บอเนต

3.6.2 ศึกษาหาปริมาณโซเดียมคาร์บอเนตที่เหมาะสมที่จะใช้เผากับแร่แบไรต์

ขังแร่แบไรต์ที่บดละเอียดขนาด - 200 เมช ครั้งละ 1,000 กรัม ผสมกับโซเดียมคาร์บอเนตครั้งละ 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0, 7.0 และ 8.0 กรัม ตามลำดับ นำของผสมใส่ในเบ้าพลาตินัม นำไปเผาในเตาเผาที่ควบคุมอุณหภูมิไว้ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่เหมาะสม เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วนำไปวิเคราะห์เช่นเดียวกับการทดลองที่ 3.6.1 ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 3.10 และรูปที่ 3.5 ตารางที่ 3.10 แสดงผลการหาอัตราส่วนที่เหมาะสมของโซเดียมคาร์บอเนตที่ใช้เผา กับแร่แบไรต์

อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ Na_2CO_3 : แร่แบไรต์	ปริมาณการเปลี่ยนแปลงของแร่แบไรต์ (%)
1 : 1	64.80
2 : 1	69.70
3 : 1	87.93
4 : 1	91.32
5 : 1	91.70
6 : 1	95.02
7 : 1	96.40
8 : 1	96.70

จะเห็นว่าปริมาณของโซเดียมคาร์บอเนตที่ใช้ในการเผากับแร่แบไรต์ อย่างน้อย ต้องใช้อัตราส่วน 6 : 1 กรัม/กรัมแร่แบไรต์ขึ้นไป



รูปที่ 3.5 แสดงผลการหาอัตราส่วนของโซเดียมคาร์บอเนตที่เหมาะสมในการเผากับแร่แบไรต์

3.6.3 ศึกษาหาเวลาที่เหมาะสมที่จะใช้เฝาระเบิดกับโซเดียมคาร์บอเนต

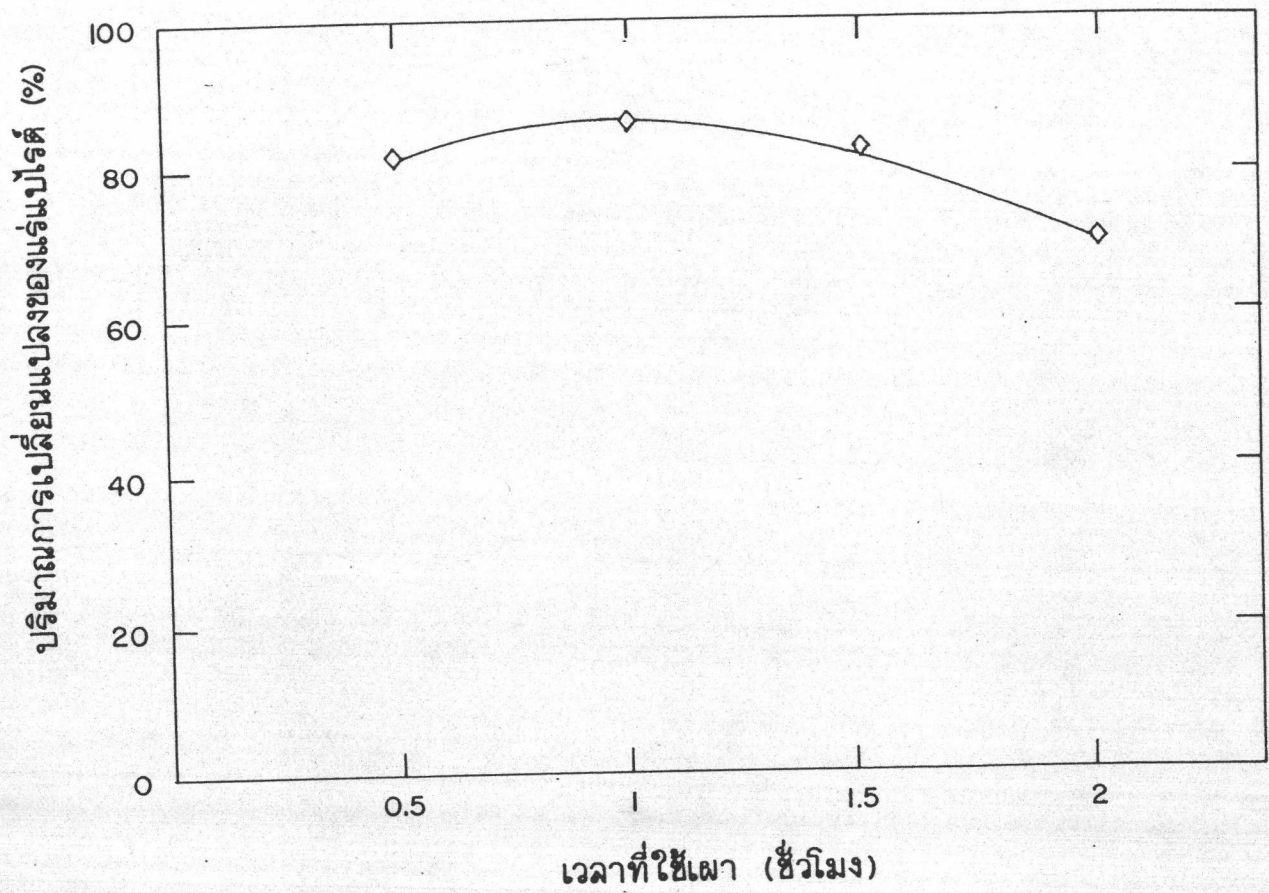
ขังระเบิดที่บดละเอียดขนาด - 200 เมช ครึ่งละ 1,000 กรัม ผสมกับโซเดียมคาร์บอเนต 8 กรัม ซึ่งเป็นปริมาณที่เหมาะสมในการทำให้เกิดปฏิกิริยาที่ดีที่สุด โดยนำของผสมใส่ในแก้วพลาตินัม นำไปเผาในเตาเผาที่ควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลาต่าง ๆ กัน คือ 0.5, 1.0, 1.5, 2.0 ชั่วโมงตามลำดับ แล้วนำมาวิเคราะห์ เช่นเดียวกับการทดลองที่ 3.6.1 ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 3.11 และรูปที่ 3.6 ตารางที่ 3.11 แสดงผลการหาเวลาที่เหมาะสมเพื่อใช้ในการเฝาระเบิดกับโซเดียมคาร์บอเนต

เวลาที่ใช้ในการเผา (ชั่วโมง)	ปริมาณการเปลี่ยนแปลงของระเบิด (%)
0.5	81.37
1.0	85.51
1.5	81.68
2.0	68.40

จะเห็นว่าเวลาเหมาะสมที่ควรใช้ในการเผาโซเดียมคาร์บอเนตกับระเบิด ควรเป็น 1 ชั่วโมง

3.6.4 ศึกษาขนาดเม็ดของระเบิดที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยา เมื่อเผากับโซเดียมคาร์บอเนต

ขังระเบิดที่บดละเอียดขนาดต่าง ๆ กันคือ -35, -60, -80, -100, -120, -200 เมช อย่างละ 1,000 กรัม ตามลำดับ ผสมกับโซเดียมคาร์บอเนต 8 กรัม นำของผสมใส่ในแก้วพลาตินัม แล้วนำไปเผาในเตาเผาที่ควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 1 ชั่วโมง นำของผสมที่ได้ไปวิเคราะห์หาปริมาณแบเรียม เช่นเดียวกับการทดลองที่ 3.6.1 ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 3.12 และรูปที่ 3.7



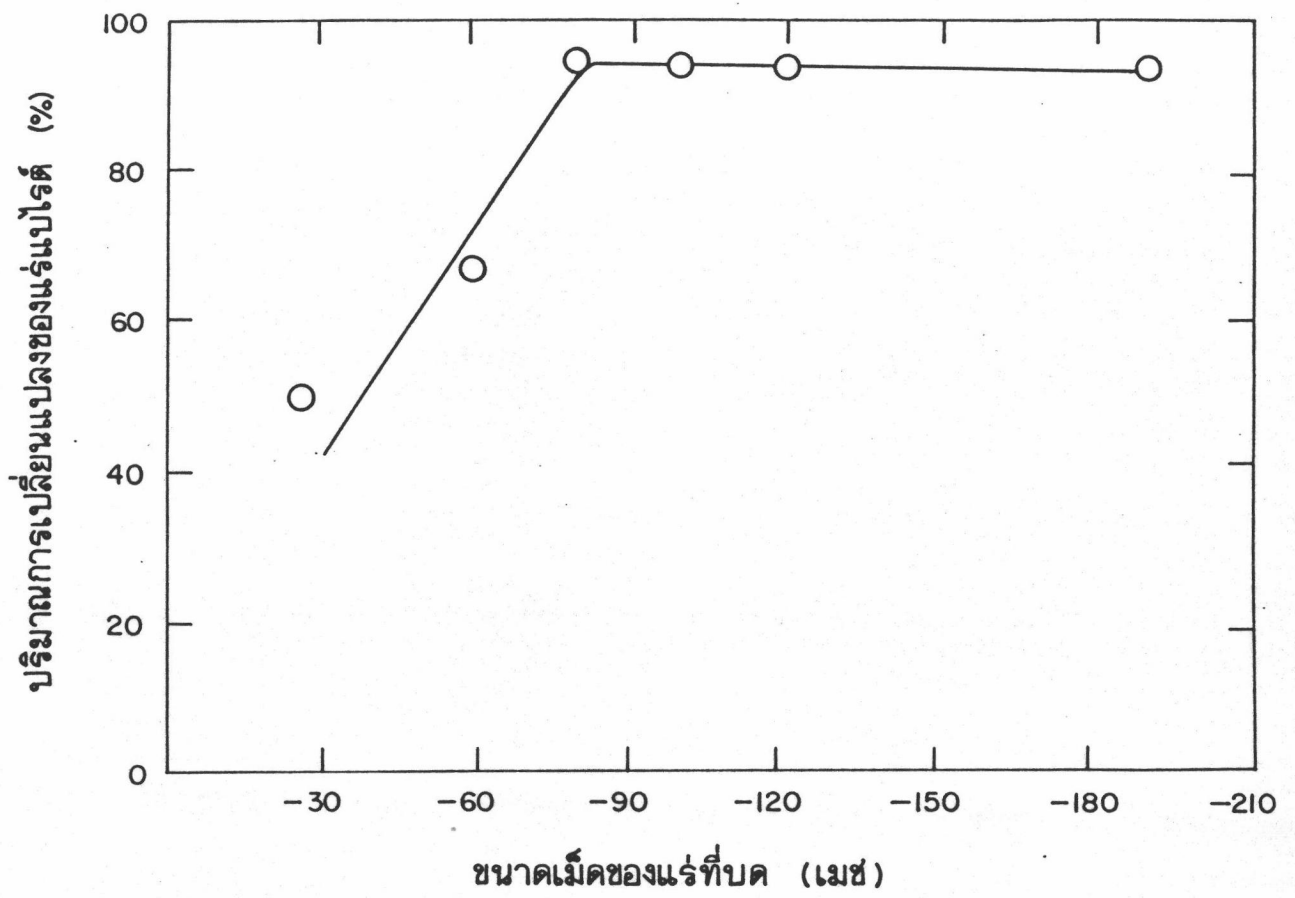
รูปที่ 3.6 แสดงผลการหาเวลาที่เหมาะสมในการเผาเชื้อเตียมคาร์บอนเนตกับแร่แบไรต์

ตารางที่ 3.12 แสดงผลการศึกษขนาดเม็ดของแร่ที่เหมาะสมในการเผา

ขนาดเม็ดของแร่ (เมช)	ปริมาณการเปลี่ยนแปลงของแร่แบไรต์ (%)
-35	49.60
-60	76.54
-80	94.00
-100	93.44
-120	93.40
-200	92.83

จะเห็นว่า ขนาดเม็ดของแร่ที่เหมาะสมในการเผาแร่แบไรต์กับโซเดียมคาร์บอเนต
จะอยู่ในช่วง -80 ถึง -100 เมช





รูปที่ 3.7 แสดงผลการหาขนาดของเม็ดแร่ที่เหมาะสมต่อการเกิดปฏิกิริยา เมื่อเผากับโซเดียมคาร์บอเนต

3.7 ศึกษาการเตรียมแบเรียมซัลไฟด์ (BaS) จากแร่แบไรต์ด้วยวิธีการเผาถ่านไม้

การเผาแร่แบไรต์กับถ่านไม้ จะได้สารประกอบของแบเรียมออกมาในรูปของแบเรียมซัลไฟด์ หรือเรียกเถ้าดำ (black ash) ซึ่งจะประกอบด้วย แบเรียมซัลไฟด์ รวมกับถ่านไม้ และแบเรียมซัลเฟตที่เหลือ เถ้าดำที่ได้นี้สามารถละลายน้ำได้ ซึ่งถ่านไม้ที่ใช้เป็นถ่านไม้โกงทางมีคุณสมบัติดังนี้

ตารางที่ 3.13 แสดงคุณภาพของถ่านไม้ที่ใช้ในการวิเคราะห์ (วิเคราะห์ทาง Ultimate analysis ด้วยเครื่อง Elemental analysis ใช้ตัวอย่าง 3 ตัวอย่าง หาค่าเฉลี่ย)

องค์ประกอบ	น้ำหนักร้อยละ
คาร์บอน	79.34
ไฮโดรเจน	2.46
ไนโตรเจน	0.0017
เถ้า	2.90
ความชื้น	6.06
ค่าความร้อน 7023 แคลอรีต่อกรัม	

สำหรับการเผาที่จะให้ได้แบเรียมซัลไฟด์มากที่สุดได้ทดลองหาสภาวะที่เหมาะสมในการเผาเสียก่อน โดยทำการทดลองใช้แร่แบไรต์ที่มีปริมาณ $BaSO_4$ 89.91 % เป็นตัวอย่าง ดังนี้

3.7.1 ศึกษาอุณหภูมิ เวลาและปริมาณที่เหมาะสมในการเผาแร่แบไรต์กับถ่านไม้

ขี้แร่แบไรต์ที่บดละเอียดขนาด -100 เมช เป็นจำนวน 5 กรัม ผสมกับถ่านไม้ขนาด -100 เมช ปริมาณตั้งแต่ 20 ถึง 50 เปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักแร่ตามลำดับในเบ้ากระเบื้องทนไฟ แล้วนำไปเผาในเตาเผาที่ควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 800, 900, 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.5, 1.0, 1.5, 2.0 ชั่วโมง ตามลำดับ แล้วนำออกมาทิ้งไว้ให้เย็น นำของผสมนั้น เติลงในบีกเกอร์ขนาด 250 cm³ ละลายด้วยน้ำร้อน จากนั้นนำไปกรองล้างตะกอนด้วยน้ำร้อนจนกระทั่งแบเรียมซัลไฟด์ละลายออกมาได้มากที่สุด ปรับปริมาตรของสารละลายในขวดมาตรฐานขนาด 250 cm³ แล้วนำสารละลายที่ได้ไปวิเคราะห์หาปริมาณของแบเรียมด้วยการใช้ Flame Photometer ผลการทดลองแสดงไว้ตารางที่ 3.14 และรูปที่ 3.8, 3.9, 3.10, 3.11

ตารางที่ 3.14 แสดงผลการทดลองที่ได้จากการเผาแร่แบไรต์กับถ่านไม้

อุณหภูมิที่ใช้เผา (°C)	เวลา (ชม.)	น้ำหนักแร่ (กรัม)	ปริมาณถ่าน (%)	ปริมาณ Ba ที่ได้ (กรัม)	ปริมาณ BaSO ₄ ที่ได้ (กรัม)	การเปลี่ยนแปลงของ BaSO ₄ ในแร่แบไรต์ (%)
850	1	5.0233	25	0.8750	1.4870	32.92
		5.0276	30	0.8750	1.4870	32.90
		5.0250	40	0.8500	1.4445	31.98
		5.0218	50	0.8500	1.4445	31.99
	1.5	5.0098	25	1.0375	1.7632	39.14
		5.0256	30	1.0000	1.6994	37.60
		5.0026	40	0.9750	1.6569	36.84
		5.0268	50	1.0750	1.8269	40.42
	2	5.0120	25	1.0750	1.8269	40.54
		5.0179	30	1.1000	1.8694	41.43
		5.0047	40	1.0000	1.6994	37.77
		5.0394	50	1.0457	1.7771	39.22
	2.5	5.0231	25	0.9207	1.5647	34.64
		5.0179	30	0.9457	1.6071	35.62
		5.0081	40	1.0250	1.7419	38.64
		5.0081	50	1.1250	1.9119	42.45
900	1	5.0069	25	1.5625	2.6554	58.98
		5.0086	30	1.3500	2.2942	50.94
		5.0112	40	1.4937	2.5384	56.33
		5.0225	50	1.60000	2.7191	60.21

ตารางที่ 3.14 (ต่อ)

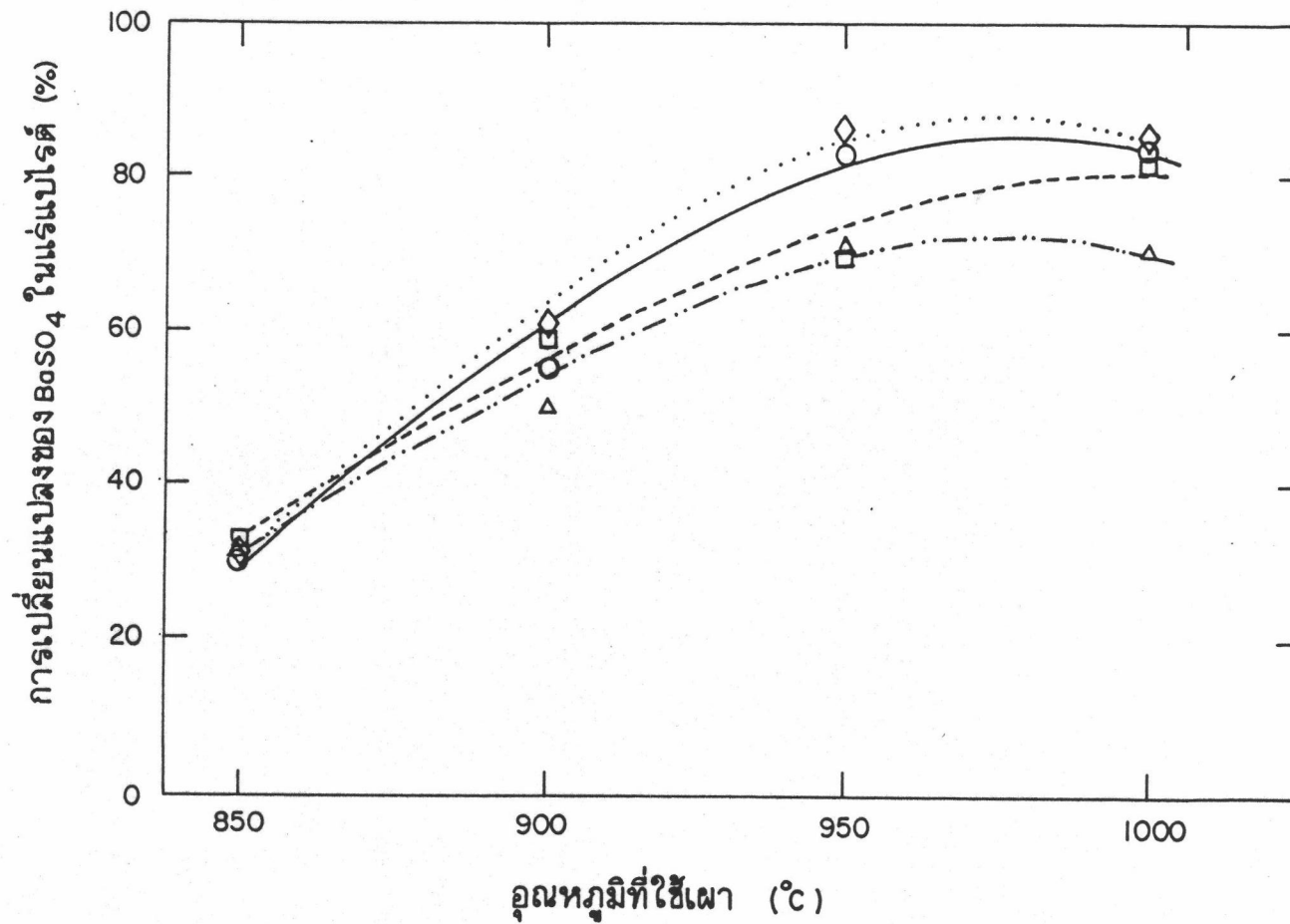
อุณหภูมิที่ใช้เผา	เวลา (ชม.)	น้ำหนักแร่ (กรัม)	ปริมาณถ่าน (%)	ปริมาณ Ba ที่ได้ (กรัม)	ปริมาณ BaSO ₄ ที่ได้ (กรัม)	การเปลี่ยนแปลงของ BaSO ₄ ในแร่แบไรต์ (%)		
950	2	5.0256	25	1.5832	2.6905	59.55		
		5.0194	30	1.7042	2.8962	64.17		
		5.0092	40	1.9707	3.3491	74.36		
		5.0065	50	2.3457	3.9863	88.55		
	2.5	5.0157	25	0.9232	1.5689	34.74		
		5.0052	30	1.0957	1.8621	41.37		
		5.0116	40	1.3250	2.2517	49.97		
		5.0092	50	1.2832	2.1807	48.41		
		1000	1	5.0554	25	2.2250	3.7812	83.18
				5.0087	30	2.0250	3.5513	76.42
5.0190	40			2.2000	3.7387	82.85		
5.0447	50			2.2832	3.8801	85.54		
1.5	5.0056		25	1.5582	2.6480	58.84		
	5.0047		30	1.6042	2.7263	60.58		
	5.0039		40	1.5667	2.6626	59.18		
	5.0167		50	1.7875	3.0377	67.34		
	2		5.0053	25	1.6332	2.7756	61.67	
			5.0062	30	1.7167	2.9175	64.82	
5.0063		40	1.6167	2.7475	61.03			
5.0015		50	2.0500	3.4838	77.47			

ตารางที่ 3.14 (ต่อ)

อุณหภูมิที่ใช้เผา (°C)	เวลา (ชม.)	น้ำหนักแร่ (กรัม)	ปริมาณถ่าน (%)	ปริมาณ Ba ที่ได้ (กรัม)	ปริมาณ BaSO ₄ ที่ได้ (กรัม)	การเปลี่ยนแปลงของ BaSO ₄ ในแร่แบไรต์ (%)
900	1.5	5.0072	25	1.5000	2.5491	56.62
		5.0127	30	1.4832	2.5206	55.92
		5.0157	40	1.4750	2.5067	55.59
		5.0165	50	1.5000	2.5491	56.51
	2	5.0194	25	1.6750	2.8465	63.07
		5.0423	30	1.8250	3.1015	68.41
		5.0254	40	2.0750	3.5263	78.04
		5.0142	50	2.2417	3.8096	84.51
	2.5	5.0198	25	0.9500	1.6145	35.76
		5.0217	30	1.1500	1.9543	43.29
		5.0208	40	1.2957	2.2019	48.78
		5.0129	50	1.3750	2.3367	51.84
950	1	5.0066	25	1.9832	3.3703	74.87
		5.0071	30	2.0292	3.4485	76.60
		5.0157	40	2.2000	3.7387	82.90
		5.0037	50	2.2750	3.8662	85.94
	1.5	5.0135	25	1.5917	2.7050	60.00
		5.0067	30	1.5457	2.6268	58.35
		5.0071	40	1.7167	2.9174	64.80
		5.0109	50	2.2982	3.9056	86.69

ตารางที่ 3.14 (ต่อ)

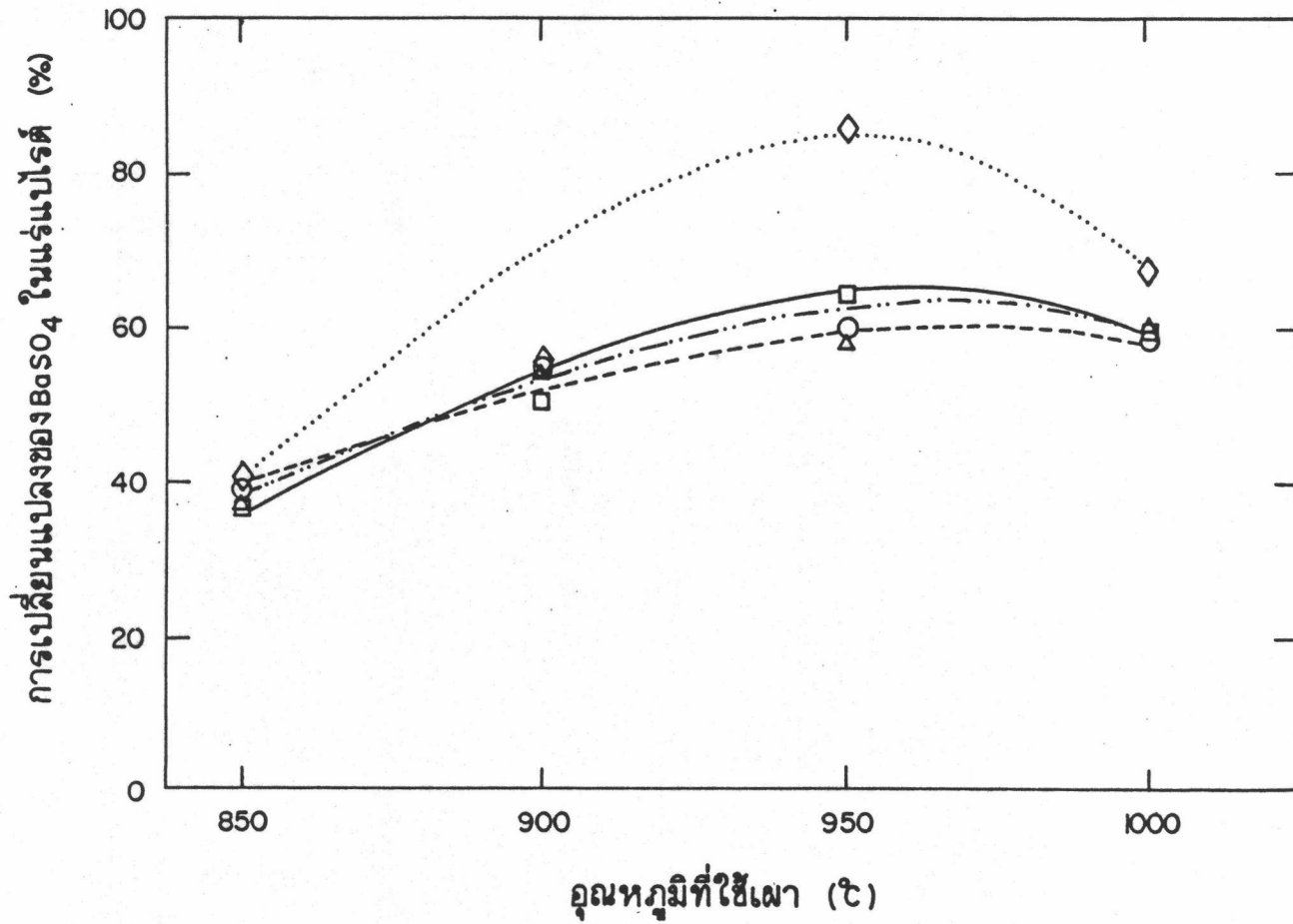
อุณหภูมิที่ใช้เผา ($^{\circ}\text{C}$)	เวลา (ชม.)	น้ำหนักแร่ (กรัม)	ปริมาณถ่าน (%)	ปริมาณ Ba ที่ได้ (กรัม)	ปริมาณ BaSO_4 ที่ได้ (กรัม)	การเปลี่ยนแปลงของ BaSO_4 ในแร่แบไรต์ (%)
1000	2.5	5.0052	25	1.1250	1.9119	42.49
		5.0052	30	0.9417	1.6003	35.56
		5.0037	40	0.7875	1.3383	29.75
		5.0048	50	1.1000	1.8694	41.54



รูปที่ 3.8 แสดงความสัมพันธ์ของการเปลี่ยนแปลง $BaSO_4$ ในแร่แบไรต์กับอุณหภูมิและอัตราส่วนที่ผสมกับถ่านไม้ โดยใช้เวลาเผา 1 ชั่วโมง

อัตราส่วนโดยน้ำหนักของแร่แบไรต์ต่อถ่านไม้

- △--- 25%
- 30%
- 40%
- ◇--- 50%

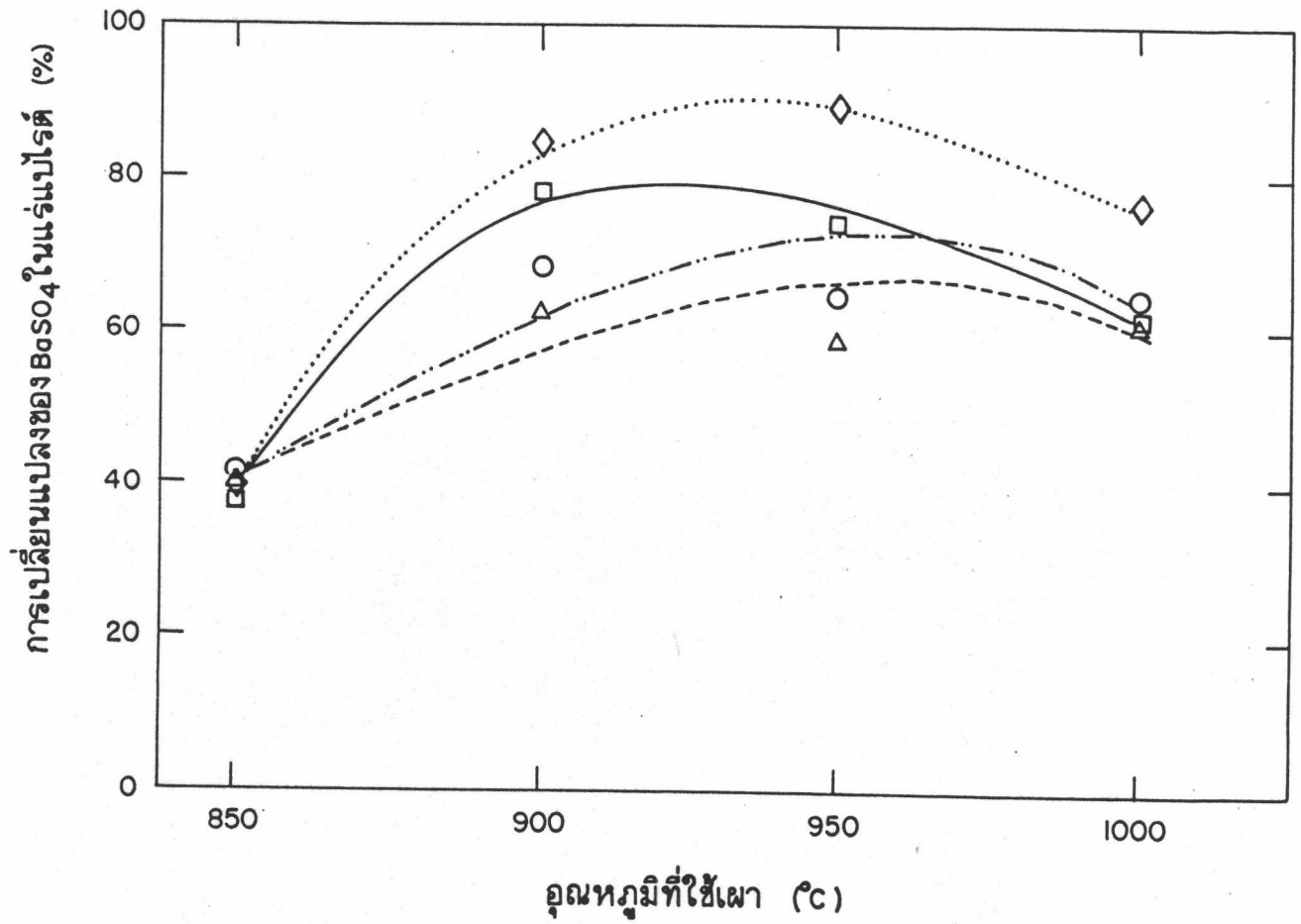


รูปที่ 3.9 แสดงความสัมพันธ์ของการเปลี่ยนแปลง $BaSO_4$ ในแร่แบไรต์กับอุณหภูมิและอัตราส่วนที่ผสมกับถ่านไม้

โดยใช้เวลาเผา 1.5 ชั่วโมง

อัตราส่วนโดยน้ำหนักของแร่แบไรต์ต่อถ่านไม้

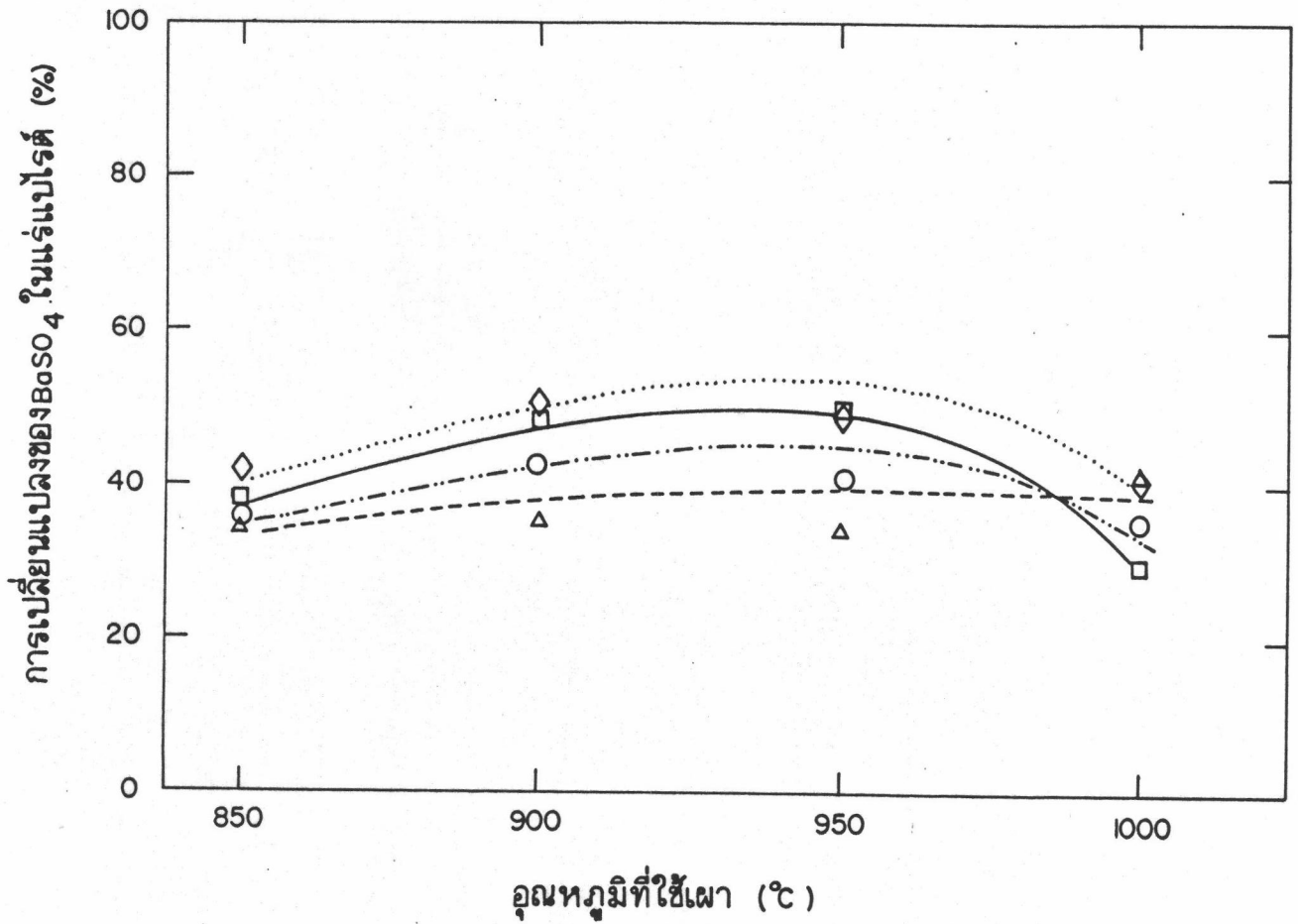
- △--- 25 %
- 30 %
- 40 %
-◇..... 50 %



รูปที่ 3.10 แสดงความสัมพันธ์ของการเปลี่ยนแปลง $BaSO_4$ ในแร่แบไรต์กับอุณหภูมิและอัตราส่วนที่ผสมกับ ถ่านไม้ โดยใช้เวลาเผา 2 ชั่วโมง

อัตราส่วนโดยน้ำหนักของแร่แบไรต์ต่อถ่านไม้

- △--- 25 %
- 30 %
- 40 %
-◇..... 50 %



รูปที่ 3.11 แสดงความสัมพันธ์ของการเปลี่ยนแปลง $BaSO_4$ ในแร่แบไรต์กับอุณหภูมิและอัตราส่วนที่ผสมกับถ่านไม้ โดยใช้เวลาเผา 2.5 ชั่วโมง

- △--- 25 %
- 30 %
- 40 %
-◇..... 50 %

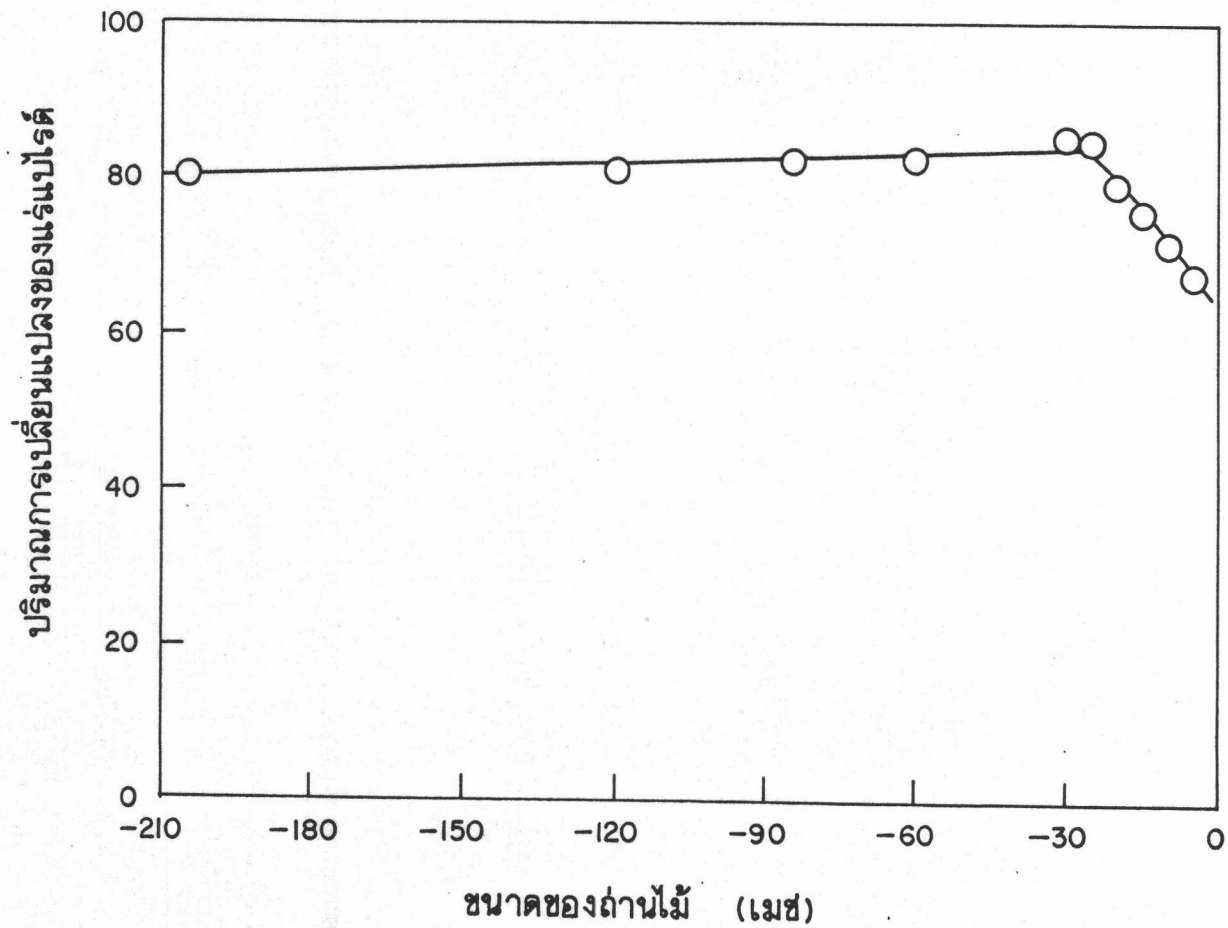
อัตราส่วนโดยน้ำหนักของแร่แบไรต์ต่อถ่านไม้

3.7.2 ศึกษาหาขนาดของถ่านไม้ที่เหมาะสมที่ใช้ในการเผาถ่านแร่แบไรต์

ชั่งแร่แบไรต์ที่บดละเอียดขนาด -100 เมช เป็นจำนวนแน่นอนประมาณ 5 กรัม ผสมกับถ่านไม้ขนาด >5, -5, -10, -15, -20, -25, -35, -60, -80, -100, -200 เมช ในปริมาณ 50 เปอร์เซ็นต์ ของน้ำหนักแร่ ตามลำดับ ในเบ้ากระเบื้องทนไฟ แล้วนำไปเผาในเตาเผาที่ควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง นำออกมาตั้งทิ้งให้เย็น จากนั้นนำไปทำตามขั้นตอน 3.7.1 ผลการทดลอง แสดงไว้ในตารางที่ 3.15 และรูปที่ 3.12

ตารางที่ 3.15 แสดงผลการศึกษาน้ำหนักของถ่านไม้ที่เหมาะสมในการเผาแร่แบไรต์

ขนาดของถ่าน (เมช)	น้ำหนักแร่ (กรัม)	ปริมาณ Ba ที่ได้ (กรัม)	ปริมาณ BaSO ₄ ที่ได้ (กรัม)	การเปลี่ยนแปลงของ BaSO ₄ ในแร่แบไรต์ (%)
- 5	5.0545	1.8000	3.0590	67.31
- 10	5.0136	1.9000	3.2289	71.63
- 14	5.0080	2.0000	3.3989	75.49
- 20	5.0271	2.1000	3.5688	78.96
- 25	5.0275	2.2500	3.8237	84.58
- 30	5.0140	2.2548	3.8319	85.00
- 60	5.0072	2.1751	3.6964	82.11
- 85	5.0082	2.1665	3.6818	82.09
- 120	5.0056	2.1499	3.6536	81.14
- 200	5.0091	2.1223	3.6067	80.08



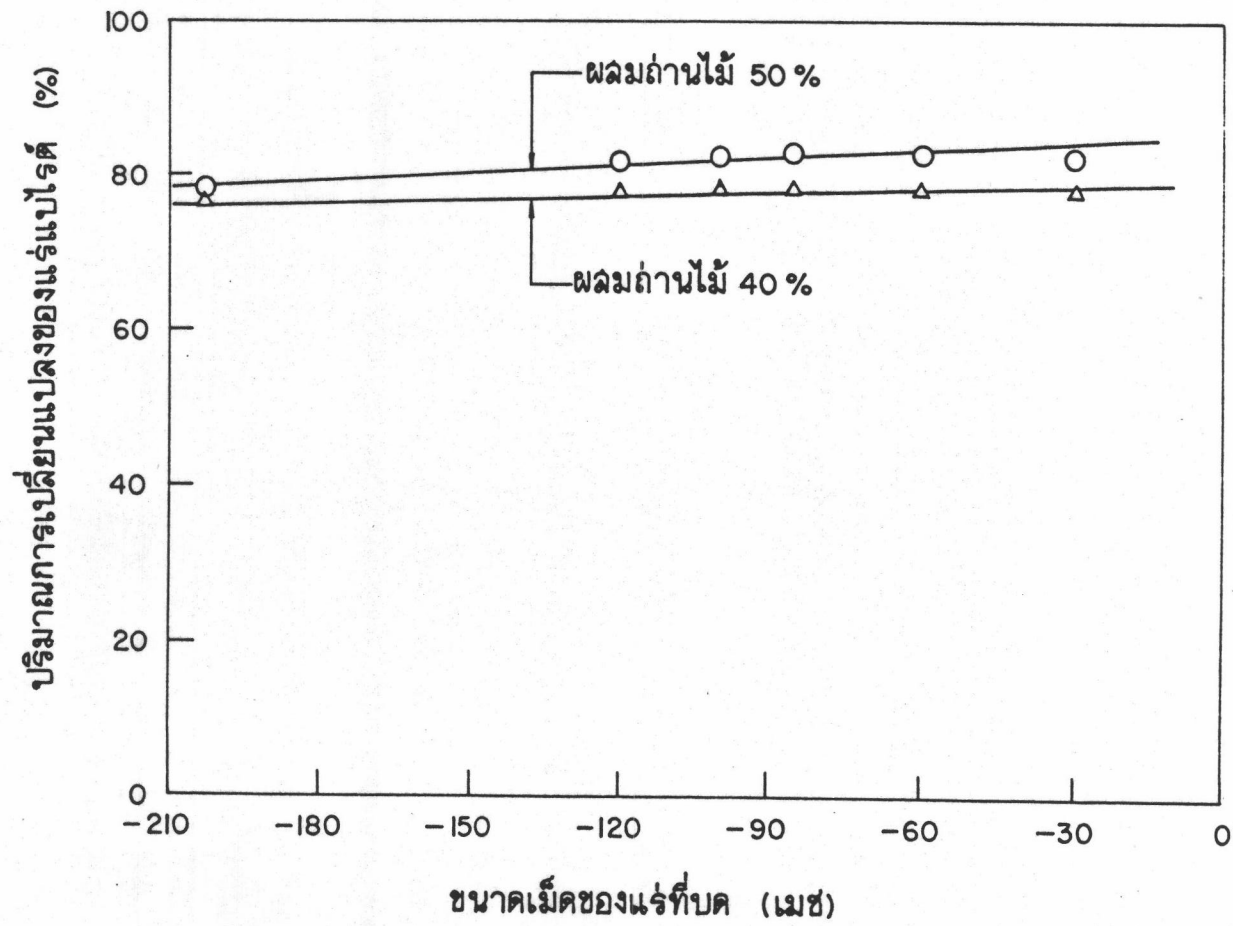
รูปที่ 3.12 แสดงผลของขนาดถ่านไม้ที่มีต่อการเกิดปฏิกิริยาเมื่อเผากับแร่ไบรต์

3.7.3 ศึกษาหาขนาดของแร่แบไรต์ที่เหมาะสมที่ใช้ในการเผาถ่านไม้

ขี้แร่แบไรต์ที่บดละเอียด ขนาด -35, -60, -80, -100, -120, -200 เมช ตามลำดับ เป็นจำนวนแน่นอนประมาณ 5 กรัม ผสมกับถ่านไม้ขนาด -100 เมช ในปริมาณ 40 และ 50 เปอร์เซ็นต์ ของน้ำหนักแร่ ตามลำดับ ในเบ้ากระเบื้องทนไฟ นำไปเผาในเตาเผาที่ควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง นำออกมาทิ้งไว้ให้เย็น จากนั้นนำไปทำตามขั้นตอน 3.7.1 ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 3.16 และรูปที่ 3.13

ตารางที่ 3.16 แสดงผลการทดลองการหาขนาดของเม็ดแร่ที่เหมาะสมในการเผาถ่านไม้

ขนาดของแร่ (เมช)	น้ำหนักแร่ (กรัม)	ปริมาณถ่าน (%)	ปริมาณ Ba ที่ได้ (กรัม)	ปริมาณ BaSO ₄ ที่ได้ (กรัม)	การเปลี่ยนแปลงของ BaSO ₄ ในแร่แบไรต์ (%)
- 30	5.0233	50	2.1832	3.7103	82.15
- 60	5.0160	50	2.1750	3.6963	81.96
- 85	5.0095	50	2.2000	3.7387	83.00
- 100	5.0198	50	2.1832	3.7102	82.20
- 120	5.0068	50	2.1542	3.6610	81.32
- 200	5.0085	50	2.0750	3.5263	78.31
- 30	5.0157	40	2.0750	3.5263	78.19
- 60	5.0234	40	2.0750	3.5263	78.08
- 85	5.0198	40	2.0832	3.5403	78.44
- 100	5.0244	40	2.0750	3.5263	78.06
- 120	5.0226	40	2.0707	3.5191	77.92
- 200	5.0046	40	2.0250	3.4413	76.48



รูปที่ 3.13 แสดงผลของขนาดเม็ดแร่ที่มีต่อการเกิดปฏิกิริยาเมื่อเผาถ่านไม้

3.8 ศึกษาการเตรียมแบเรียมซัลไฟด์ จากแร่แบไรต์ด้วยการเผาถ่านหิน

ถ่านหินที่ใช้ในการทดลองเป็นถ่านหินลิกไนต์ จากบริษัทแพร่ลิกไนต์ จำกัด นำมา
ย่อยให้ได้ขนาด - 100 เมช และมีคุณสมบัติดังนี้

ตารางที่ 3.17 แสดงคุณภาพของถ่านหิน

องค์ประกอบ	น้ำหนักร้อยละ
คาร์บอน	55.43
ไฮโดรเจน	4.08
ไนโตรเจน	0.81
ความชื้น	18.4
เถ้า	11.7
ค่าความร้อน 5669 แคลอรีต่อกรัม	

ศึกษาอุณหภูมิ เวลา และปริมาณถ่านหิน สำหรับการเผาแร่แบไรต์ด้วยถ่านหิน

ซึ่งแร่แบไรต์ที่บดละเอียดขนาด -100 เมช เป็นจำนวนแน่นอนประมาณ 5 กรัม
ผสมกับถ่านหิน ขนาด -100 เมช ในปริมาณตั้งแต่ 20 ถึง 50 เปอร์เซ็นต์ ของน้ำหนักแร่
ตามลำดับ ในเบ้ากระเบื้องทนไฟ แล้วนำไปเผาในเตาเผาที่ควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 950 และ
1000 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเผาแร่กับถ่านไม้ เป็นเวลา 1.0,
2.0 และ 3.0 ชั่วโมง ตามลำดับ นำออกมาตั้งทิ้งไว้ให้เย็น แล้วนำของผสมไปวิเคราะห์
ตามขั้นตอนเช่นเดียวกับ 3.7.1 ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 3.18

ตารางที่ 3.18 แสดงผลการทดลองที่ได้จากการเผาแร่แบไรต์กับถ่านหิน

อุณหภูมิที่ใช้เผา (°C)	เวลา (ชม.)	น้ำหนักแร่ (กรัม)	ปริมาณถ่าน (%)	ปริมาณ Ba ที่ได้ (กรัม)	ปริมาณ BaSO ₄ ที่ได้ (กรัม)	การเปลี่ยนแปลงของ BaSO ₄ ในแร่แบไรต์ (%)
950	1	5.5209	20	0.7500	1.2746	25.68
		5.3367	25	0.9792	1.6641	34.68
		5.1515	30	1.2000	2.0395	44.03
		5.1880	35	1.3208	2.2446	48.12
		5.1465	40	1.3833	2.3508	50.81
		5.1826	50	1.5250	2.5916	55.62
	2	5.1292	20	0.6250	1.0621	23.03
		5.0844	25	0.8500	1.4445	31.60
		5.1602	30	1.0750	1.8269	39.38
		5.2478	35	1.1833	2.0110	42.62
		5.1851	40	1.3500	2.2942	49.21
		5.1705	50	1.3250	2.2517	48.44
	3	5.1550	20	0.6250	1.0621	22.92
		5.1020	25	1.0625	1.8056	39.36
		5.0511	30	0.8208	1.3949	30.71
		5.1377	35	1.0250	1.7419	37.71
		5.1560	40	1.3000	2.2093	47.66
	5.1874	50	1.2917	2.1951	47.07	

ตารางที่ 3.18 (ต่อ)

จุดหมอกที่ไขเผา	เวลา (ชม.)	น้ำหนักแร่ (กรัม)	ปริมาณถ่าน (%)	ปริมาณ Ba ที่ได้ (กรัม)	ปริมาณ BaSO ₄ ที่ได้ (กรัม)	การเปลี่ยนแปลงของ BaSO ₄ ในแร่แบไรต์ (%)
1000	1	5.2325	20	0.5708	0.9701	20.62
		5.1283	25	0.6750	1.1471	24.88
		5.2821	30	0.9083	1.5436	32.56
		5.1540	35	0.9625	1.6357	35.30
		5.3580	40	1.1750	1.9968	41.45
		5.0552	50	1.3000	2.2093	48.61
1000	2	5.3298	20	0.4750	0.8072	16.84
		5.2876	25	0.7750	1.3170	27.70
		5.2009	30	0.9000	1.5295	32.71
		5.0465	35	1.0375	1.7632	38.86
		5.1922	40	1.1000	1.8694	40.04
		5.1014	50	1.0500	1.7844	38.90
1000	3	5.0642	20	0.5250	0.8922	19.59
		5.1868	25	0.6000	1.0196	21.86
		5.1384	30	0.7958	1.3525	29.27
		5.0719	35	0.9333	1.5861	24.78
		5.1775	40	0.9000	1.5295	32.86
		5.1751	45	0.8500	1.4445	31.04

3.9 ศึกษาการเตรียมแบเรียมซัลไฟด์จากแร่แบไรต์ด้วยการเผากับถ่านโค้ก

ถ่านโค้กที่ใช้ในการทดลอง นำมาย่อยให้ ได้ขนาด -100 เมช
มีคุณสมบัติดังนี้

ตารางที่ 3.19 แสดงคุณภาพของถ่านโค้กที่ใช้ในการทดลอง

องค์ประกอบ	น้ำหนักร้อยละ
คาร์บอน	85.45
ไฮโดรเจน	0.0040
ไนโตรเจน	1.32
เถ้า	6.84
ความชื้น	7.01
ค่าความร้อน 8132 แคลอรีต่อกรัม	

ศึกษาอุณหภูมิ เวลา และปริมาณถ่านโค้ก ที่ใช้ในการเผาแร่แบไรต์กับถ่านโค้ก

ชั่งแร่แบไรต์ที่บดละเอียด -100 เมช เป็นจำนวน 5 กรัม ผสมกับถ่านโค้กขนาด - 100 เมช ในปริมาณตั้งแต่ 20 ถึง 50 เปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักแร่ตามลำดับ ในเบ้ากระเบื้องทนไฟ แล้วนำไปเผาในเตาเผาที่ควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 950, 1000 องศาเซลเซียส เช่นเดียวกับถ่านหินเป็นเวลา 1.0, 2.0, 3.0 ชั่วโมง ตามลำดับ นำออกมาทิ้งไว้ให้เย็น แล้วนำเบ้าที่มีของผสมนั้นทำตามขั้นตอนเช่นเดียวกับ 3.7.1 ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 3.20

ตารางที่ 3.20 แสดงผลการทดลองที่ได้จากการเผาแร่แบไรต์ที่ถ่านโค้ก

อุณหภูมิที่ใช้เผา (°C)	เวลา (ชม.)	น้ำหนักแร่ (กรัม)	ปริมาณถ่าน (%)	ปริมาณ Ba ที่ได้ (กรัม)	ปริมาณ BaSO ₄ ที่ได้ (กรัม)	การเปลี่ยนแปลงของ BaSO ₄ ในแร่แบไรต์ (%)
950	1	5.1292	20	2.0000	3.3989	73.70
		5.0321	25	2.2000	3.7387	82.63
		5.0147	30	2.2083	3.7529	83.23
		5.0675	35	2.3000	3.9087	85.79
		5.0828	40	2.2500	3.8237	83.67
		5.1975	50	2.2833	3.8804	83.04
950	2	5.1523	20	1.7750	3.0165	65.12
		5.2333	25	2.1500	3.6538	77.65
		5.1934	30	2.2250	3.7812	80.98
		5.0893	35	2.2500	3.8237	83.56
		5.1774	40	2.2500	3.8237	82.14
		5.1188	50	2.3250	3.9512	85.85
950	3	5.2435	20	1.5250	2.5916	54.97
		5.1162	25	1.6750	2.8466	61.88
		5.2284	30	1.6792	2.8538	60.70
		5.2143	35	1.8000	3.0590	65.25
		5.1711	40	1.8250	3.1015	66.71
		5.0745	50	2.0000	3.3989	74.49

ตารางที่ 3.20 (ต่อ)

อุณหภูมิที่ใช้เผา (°C)	เวลา (ชม.)	น้ำหนักแร่ (กรัม)	ปริมาณถ่าน (%)	ปริมาณ Ba ที่ได้ (กรัม)	ปริมาณ BaSO ₄ ที่ได้ (กรัม)	การเปลี่ยนแปลงของ BaSO ₄ ในแร่แบไรต์ (%)
1000	1	5.1600	20	2.0500	3.4838	75.09
		5.0980	25	2.4000	4.0786	88.98
		5.1012	30	2.3083	3.9228	85.53
		5.0810	35	2.3500	3.9937	87.42
		5.0687	40	2.3750	4.0361	88.56
		5.0285	50	2.4000	4.0786	90.21
	2	5.1775	20	1.8500	3.1439	67.54
		5.0284	25	1.9250	3.2714	72.36
		5.1453	30	1.9500	3.3139	71.63
		5.0773	35	2.2500	3.8237	83.76
		5.1630	40	2.2750	3.8662	83.29
		5.2330	50	2.3250	3.9512	83.98
	3	5.2281	20	1.0000	1.6994	36.15
		5.2203	25	0.9500	1.6145	34.40
		5.3007	30	0.9750	1.6569	34.77
		5.0996	35	1.0000	1.6994	37.06
		5.2515	40	1.4750	2.5067	53.09
	5.0988	50	1.7042	2.8961	63.17	

3.10 ศึกษาการเตรียมแบเรียมซัลไฟด์จากแร่แบไรต์โดยการเผาถ่านไม้ด้วยเทคนิค ฟลูอิดเซชัน

ในการเตรียมแบเรียมซัลไฟด์หรือเถ้าดำ (black ash) สำหรับขบวนการ
อุตสาหกรรมนั้น จะใช้เตาหมุน (rotary kiln) เพื่อให้ได้เป็นแบบกรรมวิธีต่อเนื่อง
(continuous process) เตาแบบนี้ได้พบปัญหาต่าง ๆ หลายอย่างทั้งในด้านลักษณะของ
เตาเองและกรรมวิธีที่ใช้ เมื่อมีผู้ค้นพบเทคนิคใหม่เกี่ยวกับฟลูอิดเซชัน ซึ่งสามารถใช้ได้
ทั้งปฏิกิริยาออกซิเดชัน และรีดักชัน จึงได้นำเอาเทคนิคนี้มาทดลองศึกษาถึงความเป็นไปได้
ในการนำมาใช้เกี่ยวกับการพัฒนาคุณภาพของแร่

3.10.1 ศึกษาอุณหภูมิ เวลาและปริมาณถ่านที่เหมาะสมที่ใช้ในการเผาแร่แบไรต์ กับถ่านไม้แบบฟลูอิดเซชัน

การทดลองทำโดยการจุ่มเตาก่อนด้วยหัวเผาจนภายในเตามีอุณหภูมิประมาณ
400 องศาเซลเซียส จึงป้อนแร่แบไรต์ที่บดละเอียดขนาด -30 เมช เข้าไปในเตา แล้ว
ป้อนถ่านในช่องสำหรับเติมถ่าน ถ่านไม้ที่ใช้มีคุณสมบัติตามตารางที่ 3.13 มีขนาด -5 เมช
เมื่อถ่านเริ่มติดไฟก็ค่อย ๆ เปิดอากาศเข้าทางด้านล่างของเตา จนได้ความเร็วตามที่กำหนด
จากนั้นจึงป้อนถ่านต่อไป โดยควบคุมอุณหภูมิไว้ให้คงที่ตามที่ต้องการคือ อุณหภูมิ 800, 900,
1000 องศาเซลเซียส ตามลำดับ และใช้เวลาตั้งแต่ 0.5, 1.0, 1.5 ชั่วโมง ตามลำดับ
เช่นกัน พร้อมทั้งบันทึกปริมาณถ่านที่เติมลงไป เมื่อถึงอุณหภูมิและระยะเวลาที่ทำการทดลอง
หลังจากลสารตัวอย่างที่ถูกเผาแล้วเป็นตัวอย่าง จึงนำสารตัวอย่างที่เผาแล้วออกทางด้านข้างของ
เตา นำไปละลายในน้ำร้อน ต้มและกรองส่วนที่ละลายออก ทำให้ปริมาณของสารละลายเป็น
250 cm³ แล้วนำสารละลายไปวิเคราะห์หาปริมาณของแบเรียม โดยการใช้อุปกรณ์ Flame
Photometer ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 3.21 และรูปที่ 3.14, 3.15

ตารางที่ 3.21 แสดงผลการทดลองที่ได้จากการเผาแร่แบไรต์กับถ่านไม้โดยวิธีฟลูอิดเบด

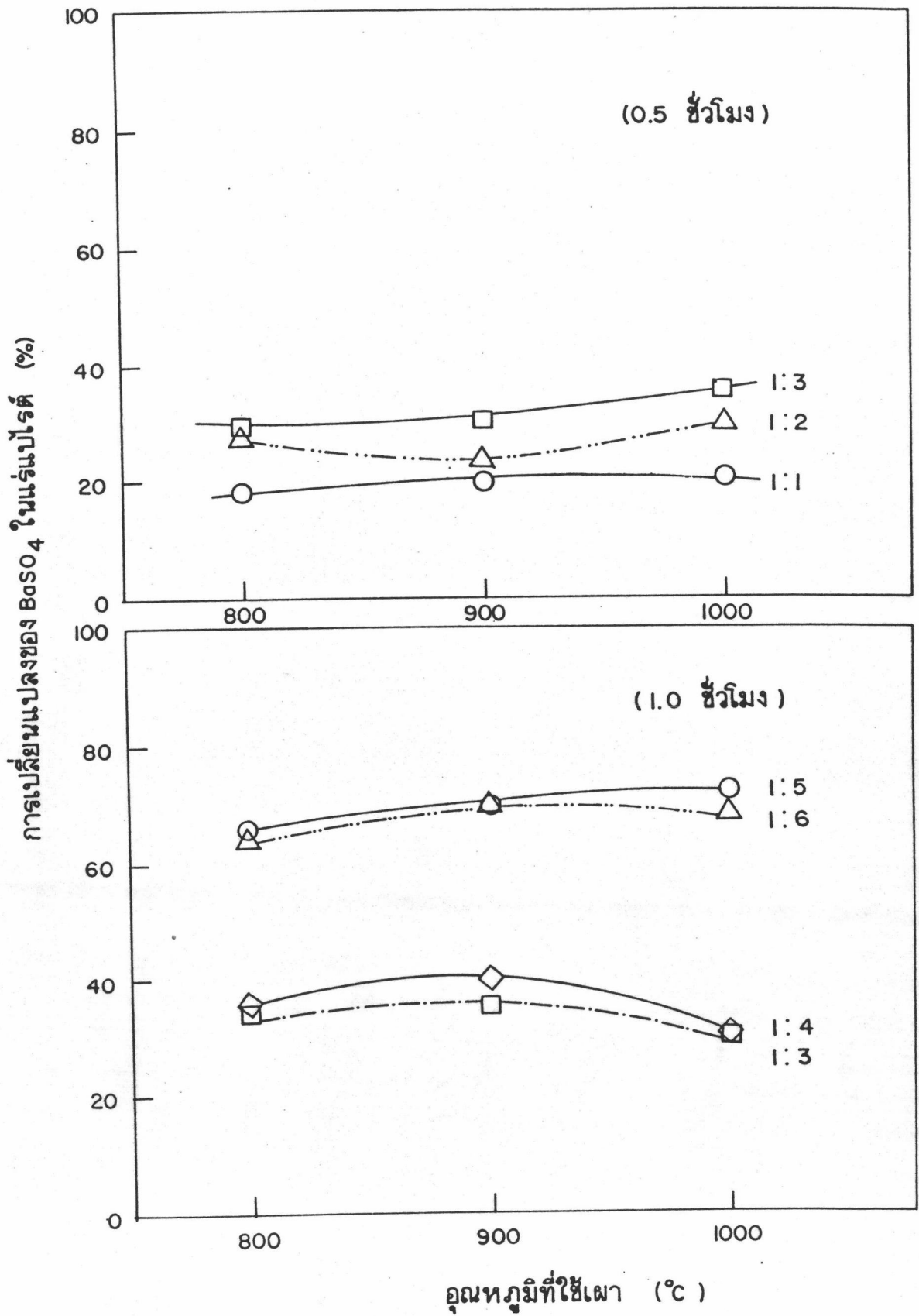
อุณหภูมิที่ใช้เผา (°C)	เวลา (ชม)	น้ำหนักแร่ (กรัม)	ปริมาณถ่าน (กรัม)	ปริมาณ Ba ที่ได้ (กรัม)	ปริมาณ BaSO ₄ ที่ได้ (กรัม)	การเปลี่ยนแปลงของ BaSO ₄ ในแร่แบไรต์ (%)
800	0.5	100	100	9.54	16.21	18.03
			200	14.50	24.65	27.42
			300	15.66	26.62	29.61
			400	16.56	28.15	31.31
800	1	100	300	17.86	30.36	33.77
			400	18.89	32.10	35.70
			500	35.08	59.62	66.31
			600	33.82	57.49	63.94
800	1.5	100	400	17.33	29.46	32.77
			500	29.91	50.83	56.53
			600	29.80	50.65	56.33
			700	30.86	52.44	58.32
800	2	100	500	20.67	35.13	39.07
			600	20.75	35.26	39.22
			700	22.80	38.74	43.09
			800	27.38	46.53	51.75

ตารางที่ 3.21 (ต่อ)

อุณหภูมิที่ใช้เผา ($^{\circ}\text{C}$)	เวลา (ชม.)	น้ำหนักแร่ (กรัม)	ปริมาณถ่าน (กรัม)	ปริมาณ Ba ที่ได้ (กรัม)	ปริมาณ BaSO_4 ที่ได้ (กรัม)	การเปลี่ยนแปลงของ BaSO_4 ในแร่แบไรต์ (%)
900	0.5	100	100	10.46	17.77	19.76
			200	12.50	21.24	23.62
			300	16.17	27.49	30.57
900	1	100	300	18.69	31.76	35.32
			400	21.16	35.97	40.01
			500	37.12	63.08	70.16
			600	37.14	63.12	70.20
900	1.5	100	500	21.32	36.24	40.31
			600	21.73	36.93	41.07
			700	27.78	47.21	52.51
900	2	100	600	21.15	35.95	39.98
			700	21.90	37.22	41.40
			800	25.39	43.15	47.99
1000	0.5	100	100	10.97	18.65	20.74
			200	15.80	26.86	29.87
			300	18.91	32.14	35.75
	1	100	300	15.63	26.57	29.55
			400	15.97	27.15	30.20
			500	38.38	65.22	72.54
			600	35.98	61.14	68.00

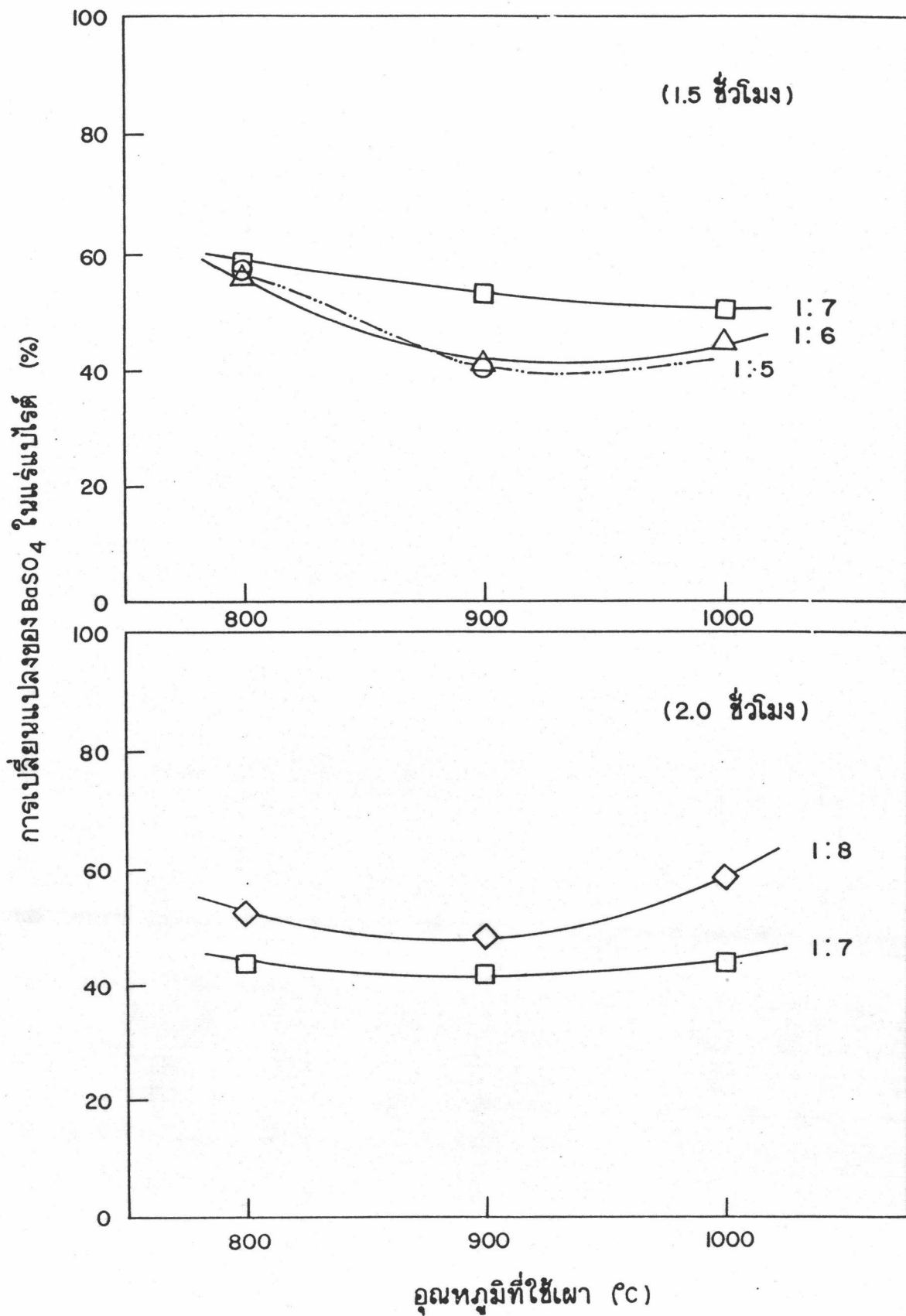
ตารางที่ 3.21 (ต่อ)

อุณหภูมิที่ใช้เผา ($^{\circ}\text{C}$)	เวลา (ชม.)	น้ำหนักแร่ (กรัม)	ปริมาณถ่าน (กรัม)	ปริมาณ Ba ที่ได้ (กรัม)	ปริมาณ BaSO_4 ที่ได้ (กรัม)	การเปลี่ยนแปลงของ BaSO_4 ในแร่แบไรต์ (%)
1000	1.5	100	600	23.68	40.24	44.75
			700	26.31	44.71	49.73
			800	26.44	44.93	49.97
1000	2	100	600	22.51	38.26	42.55
			700	23.05	39.17	43.56
			800	30.67	52.13	57.98



รูปที่ 3.14 แสดงผลการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้นจากการเผาสัดส่วนของผลส้มของแร่แบไรต์ กับถ่านไม้ที่อุณหภูมิต่าง ๆ กัน

อัตราส่วนที่ใช้ = น้ำหนักของแร่แบไรต์ : น้ำหนักของถ่านไม้



รูปที่ 3.15 แสดงผลการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้นจากการเผาสัดส่วนของผลัมของแร่แบไรต์ กับถ่านไม้ที่อุณหภูมิต่าง ๆ กัน
 อัตราส่วนที่ใช้ = น้ำหนักของแร่แบไรต์ : น้ำหนักของถ่านไม้

3.10.2 ศึกษาขนาดของแร่แบไรต์ที่เหมาะสมที่ใช้เผากับถ่านไม้ในเตาเผาแบบ

ฟลูอิโดเซชัน

ใช้แร่แบไรต์ที่บดละเอียดขนาด -10, -20, -30, -60, -80 เมช จำนวน 100 กรัม ตามลำดับ ใช้ถ่านไม้ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 4 มิลลิเมตร (5 เมช) ป้อนถ่านในช่องสำหรับเติมถ่าน เมื่อถ่านเริ่มติดไฟ ทำการทดลองเช่นเดียวกับ 3.10.1 โดยควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ใช้ปริมาณถ่าน 500 กรัม ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 3.22

ตารางที่ 3.22 แสดงผลการทดลองที่ได้จากการหาขนาดของแร่ที่เหมาะสมในการเผาแบบฟลูอิดไอเซชัน

ขนาดของแร่ (เมช)	น้ำหนักแร่ (กรัม)	ปริมาณถ่าน (กรัม)	ปริมาณ Ba ที่ได้ (กรัม)	ปริมาณ BaSO ₄ ที่ได้ (กรัม)	การเปลี่ยนแปลงของ BaSO ₄ ในแร่แบไรต์ (%)
- 10 + 20	100	500	24.14	41.03	45.63
- 20 + 30	100	500	24.17	41.07	45.68
- 30 + 60	100	500	38.38	65.22	72.54
- 60 + 80	100	500	16.77	28.50	31.70
- 80 + 100	100	500	17.46	29.67	33.00



3.10.3 ศึกษาขนาดของถ่านไม้ที่เหมาะสมที่ใช้เผากับแร่แบไรต์ในเตาเผาแบบ

ฟลูอิดเชชัน

ใช้แร่แบไรต์ที่บดละเอียด ขนาด -30 เมช จำนวน 100 กรัม ป้อนถ่านในช่องสำหรับเติมถ่าน โดยใช้ถ่านไม้ขนาด >-5, -5, -10, -20 เมช ตามลำดับ วิธีการทดลองทำเช่นเดียวกับ 3.10.1 โดยควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 1000 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 1 ชั่วโมง ปริมาณถ่านที่ใช้ 500 กรัม ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 3.23

ตารางที่ 3.23 แสดงผลการทดลองที่ได้จากการหาขนาดของถ่านไม้ที่เหมาะสมในการเผาแบบฟลูอิดไอเซชัน

ขนาดของถ่าน (เมช)	น้ำหนักแร่ (กรัม)	ปริมาณถ่าน (กรัม)	ปริมาณ Ba ที่ได้ (กรัม)	ปริมาณ BaSO ₄ ที่ได้ (กรัม)	การเปลี่ยนแปลงของ BaSO ₄ ในแร่แบไรต์ (%)
มากกว่า- 5	100	500	30.87	52.47	58.36
- 5 + 10	100	500	38.38	65.22	72.54
- 10 + 20	100	500	12.30	20.90	23.24
- 20 + 30	100	500	7.64	12.99	14.45

3.11 ศึกษาการสกัดสารละลายแบเรียมซัลไฟด์ออกจากถ่านดำ

จากการเผาแร่แบไรต์กับถ่านไม้ ถ่านโค๊กและถ่านหิน จะได้ถ่านดำ (black ash) ซึ่งมีองค์ประกอบของแบเรียมซัลไฟด์อยู่ และจะมีส่วนที่เหลือจากการเผา คือถ่านและแบเรียมซัลเฟต ฉะนั้นในการสกัดเอาแบเรียมซัลไฟด์ออกจากถ่านดำ จึงได้ทำการทดลองหาตัวแปรที่มีผลต่อการละลาย ดังนี้คือ

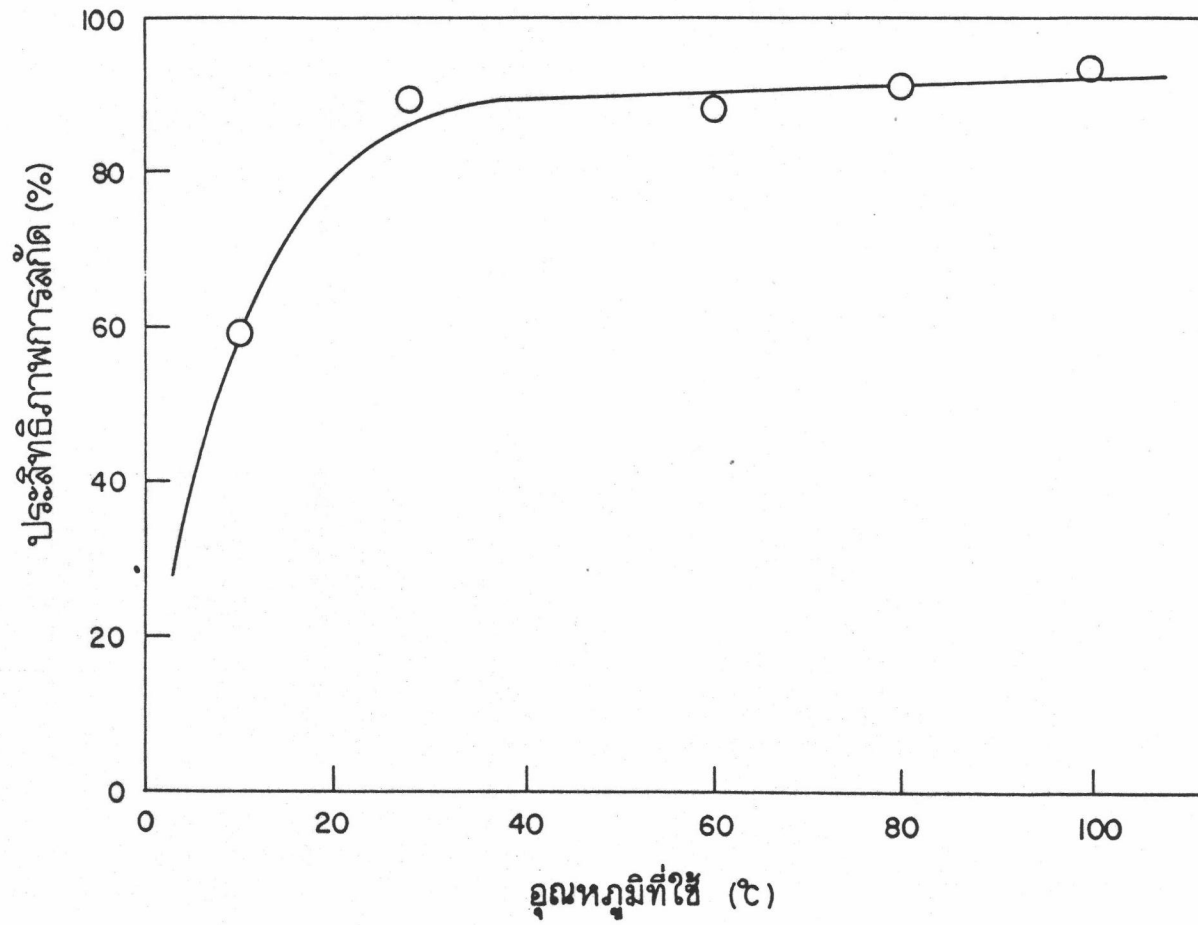
3.11.1 ศึกษาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการสกัดแบเรียมซัลไฟด์ออกจากถ่านดำ

ใช้ถ่านดำ (black ash) ที่ได้จาก การเผา จำนวน 10 กรัม ใส่ลงใน ปีกเกอร์ขนาด 250 cm^3 เต็มน้ำ 100 cm^3 แล้วคนโดยใช้เครื่องกวนแบบแม่เหล็ก (magnetic stirrer) เป็นเวลา 10 นาที ที่อุณหภูมิต่าง ๆ กันคือ 28 (อุณหภูมิห้อง), 60, 80, 100 องศาเซลเซียส ตามลำดับ หาปริมาณของแบเรียมซัลไฟด์ได้โดยวิธีไอโอโด-เมตรี (ดังแสดงวิธีการในภาคผนวก ข) ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 3.24 และรูปที่ 3.16

ตารางที่ 3.24 แสดงผลการทดลองหา อุณหภูมิที่เหมาะสมในการสกัดแบเรียมซัลไฟด์ จาก ถ่านดำ (black ash)

น้ำหนักถ่านดำ (กรัม)	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ปริมาณ BaS (% โดยน้ำหนัก)	ประสิทธิภาพการ สกัด (% โดยน้ำหนัก)
10.0322	10	43.03	59.38
10.0128	28 (อุณหภูมิห้อง)	64.67	89.24
10.1250	60	63.96	88.26
10.0682	80	65.82	90.82
10.2607	100	67.62	93.31

จากการทดลองจะเห็นว่า อุณหภูมิที่เหมาะสมที่จะใช้ในการละลายถ่านดำ (black ash) ให้ได้สารละลายแบเรียมซัลไฟด์ มากที่สุด คือที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส โดยให้ประสิทธิภาพในการสกัด 93.31 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก



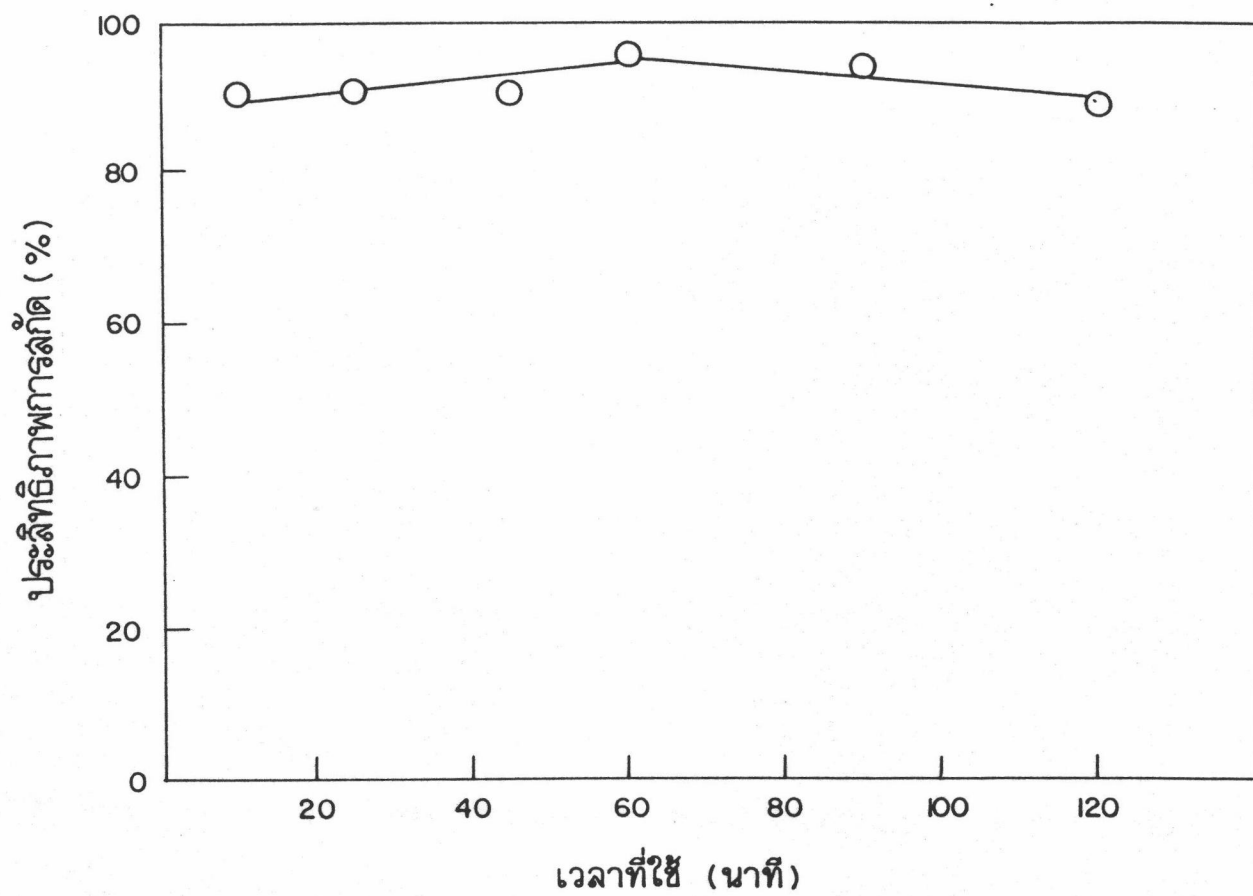
รูปที่ 3.16 แสดงผลอุณหภูมิที่เหมาะสมในการสกัดแบเรียมซัลไฟด์จากเถ้าดำ (black ash)

3.11.2 ศึกษาเวลาที่เหมาะสมในการสกัดแบเรียมซัลไฟด์ออกจากถ่านดำ

ใช้ถ่านดำ (black ash) จำนวน 10 กรัม ละลายในน้ำ 100 cm³ คนโดยใช้เครื่องกวน (magnetic stirror) เช่นเดียวกับ 3.11.1 ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส โดยควบคุมเวลาในการละลายแตกต่างกัน คือ 10, 30, 60, 90, 120 นาที ตามลำดับ ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 3.25 และรูปที่ 3.17 ตารางที่ 3.25 แสดงผลการทดลองหาเวลาที่เหมาะสมในการสกัดแบเรียมซัลไฟด์

น้ำหนักถ่านดำ (กรัม)	เวลา (นาที)	ปริมาณ BaS (% โดยน้ำหนัก)	ประสิทธิภาพการสกัด (% โดยน้ำหนัก)
10.0341	10	65.32	90.13
10.1056	30	65.58	90.49
10.0352	45	66.83	90.22
10.0356	60	69.64	96.10
10.0458	90	68.37	94.34
10.0227	120	64.61	89.15

ในการทดลองใช้เวลาในการละลายต่าง ๆ กัน ดังแสดงในรูป 3.17 พบว่า เวลา 60 นาที จะให้ค่าในการละลายดีที่สุด ได้ปริมาณแบเรียมซัลไฟด์มากที่สุด ประสิทธิภาพการสกัดสูงถึง 96.10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก



รูปที่ 3.17 แสดงผลการทดลองการหาเวลาที่เหมาะสมในการสกัดแบเรียมซัลไฟด์ออกจากถ้ำดำ

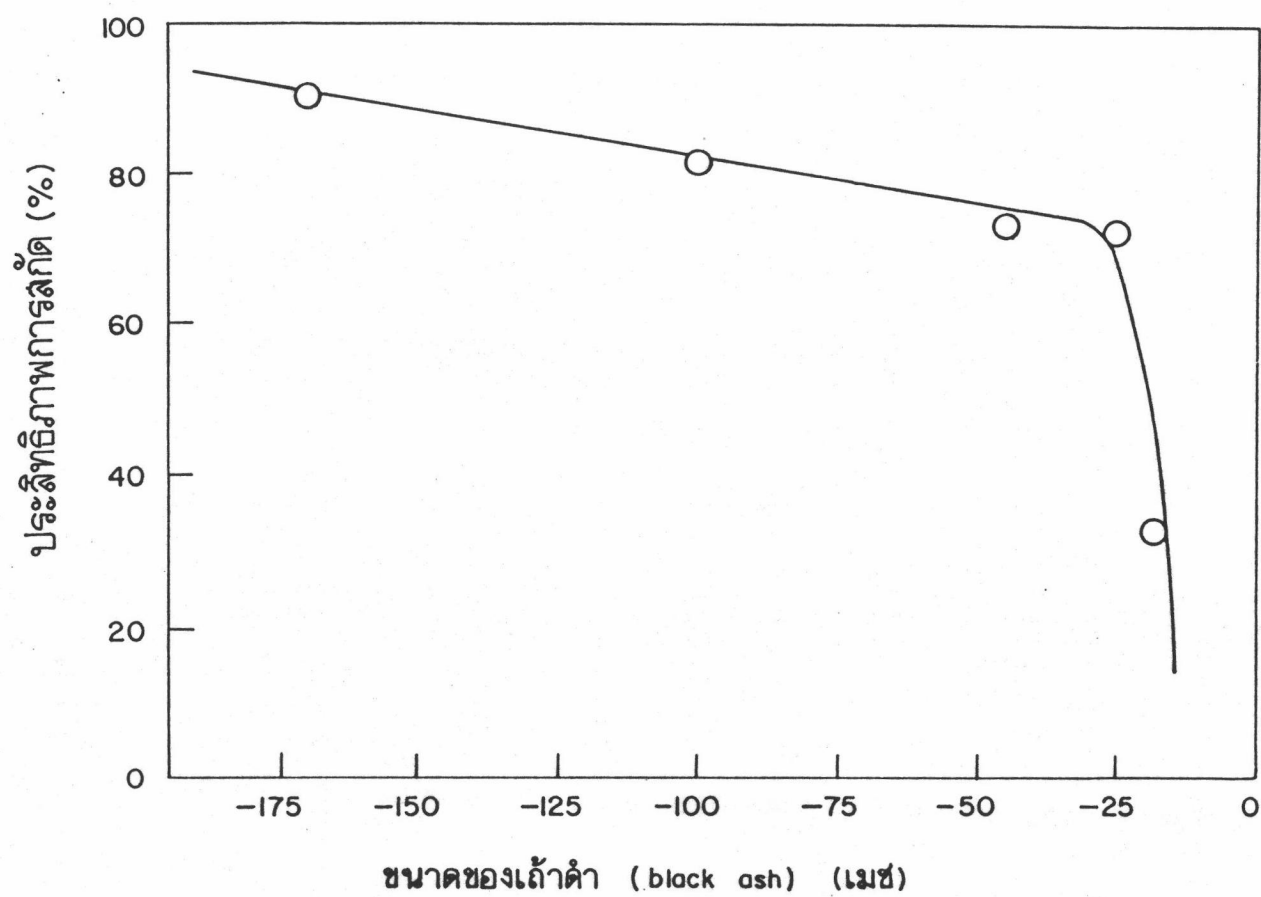
3.11.3 ศึกษาขนาดของเถ้าดำ (black ash) ที่เหมาะสมในการนำมา
สกัดแบเรียมซัลไฟด์ได้ดีที่สุด

ใช้เถ้าดำ (black ash) ที่ได้จากการเผา ทำการแยกขนาดต่าง ๆ กัน ดังนี้ -18, -25, -45, -100, -170 เมช ตามลำดับ จำนวน 10 กรัม ละลายในน้ำ 100 cm³ ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 60 นาที โดยใช้เครื่องคน (magnetic stirrer) จากนั้นทำการทดลองตาม 3.11.1 ผลการทดลองแสดงใน ตารางที่ 3.26 และรูปที่ 3.18

ตารางที่ 3.26 แสดงผลการทดลองหาขนาดของเถ้าดำที่เหมาะสมในการสกัดแบเรียมซัลไฟด์

น้ำหนักเถ้าดำ (กรัม)	ขนาดของเถ้าดำ (เมช)	ปริมาณ BaS ที่ได้ (% โดยน้ำหนัก)	ประสิทธิภาพการสกัด (% โดยน้ำหนัก)
10.3662	-18+ 25	31.04	42.83
11.0596	-25+ 45	59.50	82.11
10.9292	-45 + 100	59.42	82.00
10.7252	-100 + 170	66.16	91.30
10.0838	-170	69.34	95.68

จากการทดลองโดยนำ เถ้าดำ (black ash) ที่ได้จากการเผาบัดด้วย ball mill แล้วแยกขนาดต่าง ๆ ด้วยเครื่องร่อน เมื่อนำมาละลายน้ำเพื่อหาปริมาณแบเรียมซัลไฟด์ ควรใช้เถ้าดำที่มีขนาดตั้งแต่ -170 เมช ขึ้นไป สิ่งจะให้แบเรียมซัลไฟด์มากที่สุด ประสิทธิภาพการสกัดได้ถึง 95.68 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก



รูปที่ 3.18 แสดงผลของขนาดเถ้าดำ (black ash) ที่เหมาะสมในการสกัด

แบเรียมซัลไฟด์ออกจากเถ้าดำ

3.12 การเตรียมสารประกอบบางชนิดของแบเรียมที่มีประโยชน์

สารประกอบแบเรียมที่เตรียมขึ้นในการทดลองนี้ ได้ใช้สารตั้งต้นคือ แบเรียมซัลไฟด์ ที่ได้จากการละลายของเถ้าดำ (black ash) ในสถานะที่เหมาะสมที่สุด ซึ่งเถ้าดำ (black ash) ได้จากการเผาแร่แบไรต์กับถ่านไม้โดยเทคนิคฟลูอิดเซชัน ตามวิธีการใน 3.10 และได้ทดลองนำแบเรียมคาร์บอเนตจากที่เตรียมได้ ไปใช้ในการเตรียมสารประกอบแบเรียมอื่นอีกเช่นกัน

3.12.1 วิธีการเตรียมสารประกอบแบเรียมคาร์บอเนต

สารประกอบแบเรียมคาร์บอเนต เตรียมจากสารละลายแบเรียมซัลไฟด์ได้

2 ขบวนการคือ

3.12.1.1 เตรียมสารประกอบแบเรียมคาร์บอเนตจากการทำปฏิกิริยากับ

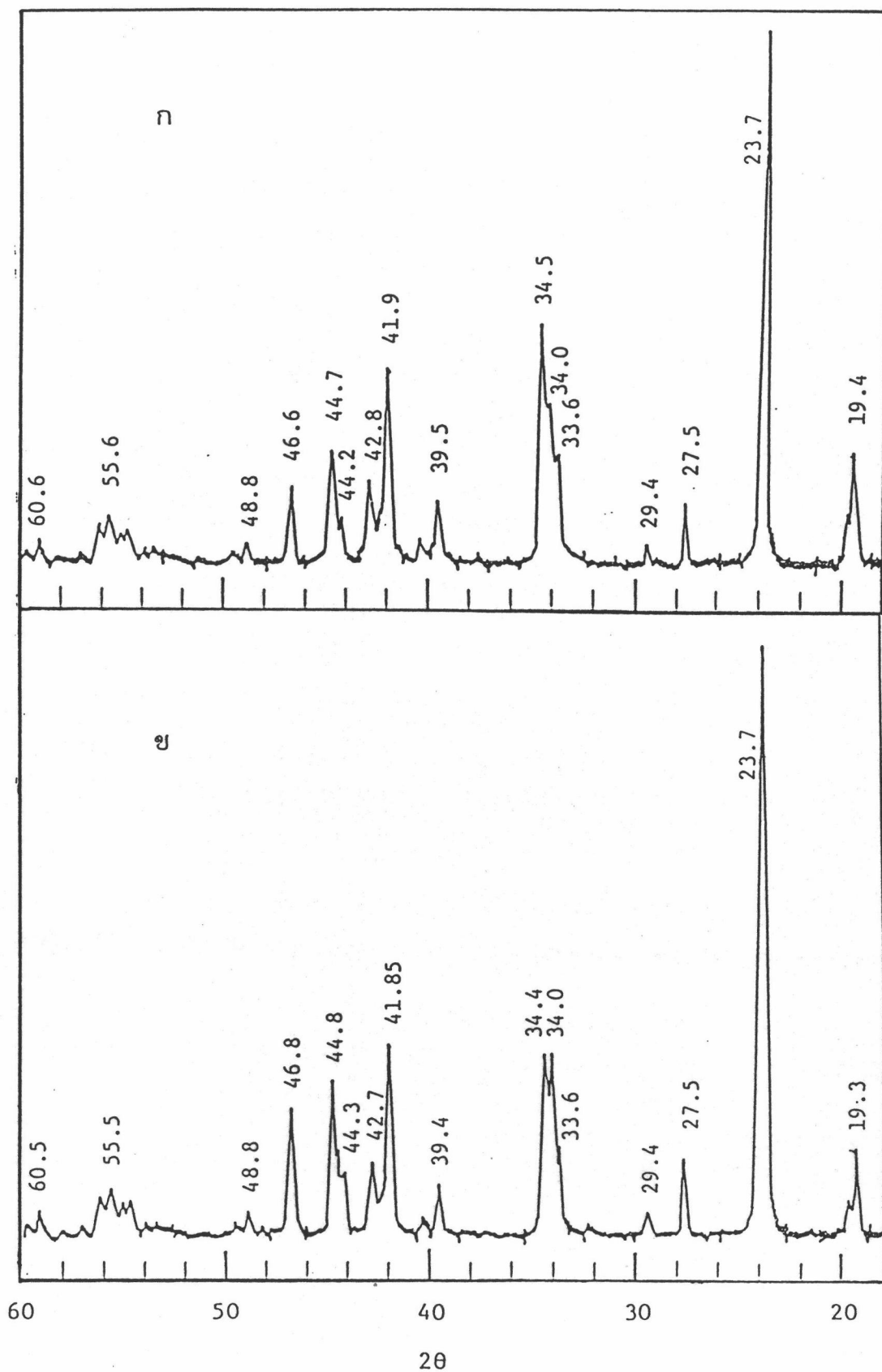
โซเดียมคาร์บอเนต

ในการทดลองนำเถ้าดำ (black ash) ที่ได้จากการเผาแร่แบไรต์กับถ่านไม้ ซึ่งมีปริมาณแบเรียมซัลไฟด์ อยู่ 72.47 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ซึ่งมาประมาณ 10 กรัม ใส่ในปิกเกอร์ขนาด 250 cm^3 ละลายด้วยน้ำส้ม 100 cm^3 ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส พร้อมทั้งคนตลอดเวลาเป็นเวลา 60 นาที ตามการทดลองที่ 3.11 กรองแล้วนำสารละลายที่ได้ไปเติมสารละลายโซเดียมคาร์บอเนต ซึ่งมีปริมาณโซเดียมคาร์บอเนตอยู่ 5 กรัม ผสมในอัตราเร็วพอประมาณ หลังจากผสมเสร็จแล้วจะได้น้ำตะกอนสีขาวของแบเรียมคาร์บอเนต กรองด้วย sinter-glass crucible ที่อบและชั่งน้ำหนักไว้แล้ว ล้างตะกอนที่ได้น้ำส้มหลาย ๆ ครั้ง นำตะกอนที่ได้อบที่ 140 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นชั่งน้ำหนัก หาเปอร์เซ็นต์ผลผลิต (yield) ตรวจสอบสารประกอบที่ได้กับสารบริสุทธิ์ โดยวิธีทาง X-ray diffraction ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 3.27 และรูปที่ 3.19

สำหรับสารละลายที่ได้หลังจากกรองแบเรียมคาร์บอเนตแล้ว นำไปตกผลึก โซเดียมซัลไฟด์ เป็นผลพลอยได้ต่อไป

ตารางที่ 3.27 แสดงผลการเตรียมสารประกอบแบเรียมคาร์บอเนต จากโซเดียมคาร์บอเนต

น้ำหนักแก้ว (กรัม)	น้ำหนัก โซเดียมคาร์บอเนต (กรัม)	น้ำหนักแบเรียมคาร์บอเนต		ผลผลิต (%)
		ทฤษฎี	การทดลอง	
10.0406	5.0	8.4767	8.3553	98.57
10.0711	5.0	8.5025	8.0798	95.03
10.0193	5.0	8.4588	8.2201	97.18
10.0240	5.0	8.4627	8.3271	98.40
10.0364	5.0	8.4732	8.2523	97.39
10.0264	5.0	8.4647	8.2143	97.04
			เฉลี่ย	97.27



รูปที่ 3.19 แสดง X-ray diffraction pattern ของแบเรียมคาร์บอเนต

ก. แบเรียมคาร์บอเนตบริสุทธิ์

ข. แบเรียมคาร์บอเนตที่เตรียมได้

3.12.1.2 เตรียมสารประกอบแบเรียมคาร์บอเนตโดยใช้ก๊าซคาร์บอน-

ไดออกไซด์

ในการทดลองนำถ้ำดำที่มีแบเรียมซัลไฟด์ 72.47 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ชั่งประมาณ 100 กรัม ละลายในน้ำกลั่น 1000 cm³ ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เช่นเดียวกับ 3.12.1.1 กรองสารละลายที่ได้ จากนั้นผ่านก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ ลงไปในสารละลายอย่างช้า ๆ พร้อมทั้งคนสารละลายตลอดเวลา จนกระทั่งสารละลายมี pH 6 ถึง 7 จะมีตะกอนสีขาวเกิดขึ้น กรองตะกอนแบเรียมคาร์บอเนต ที่ได้ด้วย sinter glass #4 ล้างให้สะอาด นำตะกอนไปอบ ให้แห้งนำไปชั่งเพื่อหาเปอร์เซ็นต์ผลผลิต ตรวจสอบสารประกอบที่ได้กับสารบริสุทธิ์โดยวิธีทาง X-ray diffraction ผลการทดลองแสดงไว้ใน ตารางที่ 3.28

ตารางที่ 3.28 แสดงผลการเตรียมสารประกอบแบเรียมคาร์บอเนต จากก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์

น้ำหนักถ้ำดำ (กรัม)	น้ำหนักแบเรียมคาร์บอเนต (กรัม)		ผลผลิต (%)
	ทฤษฎี	การทดลอง	
100	45.92	42.40	92.33
100	45.92	42.00	91.46
100	45.92	42.28	92.07
		เฉลี่ย	91.95

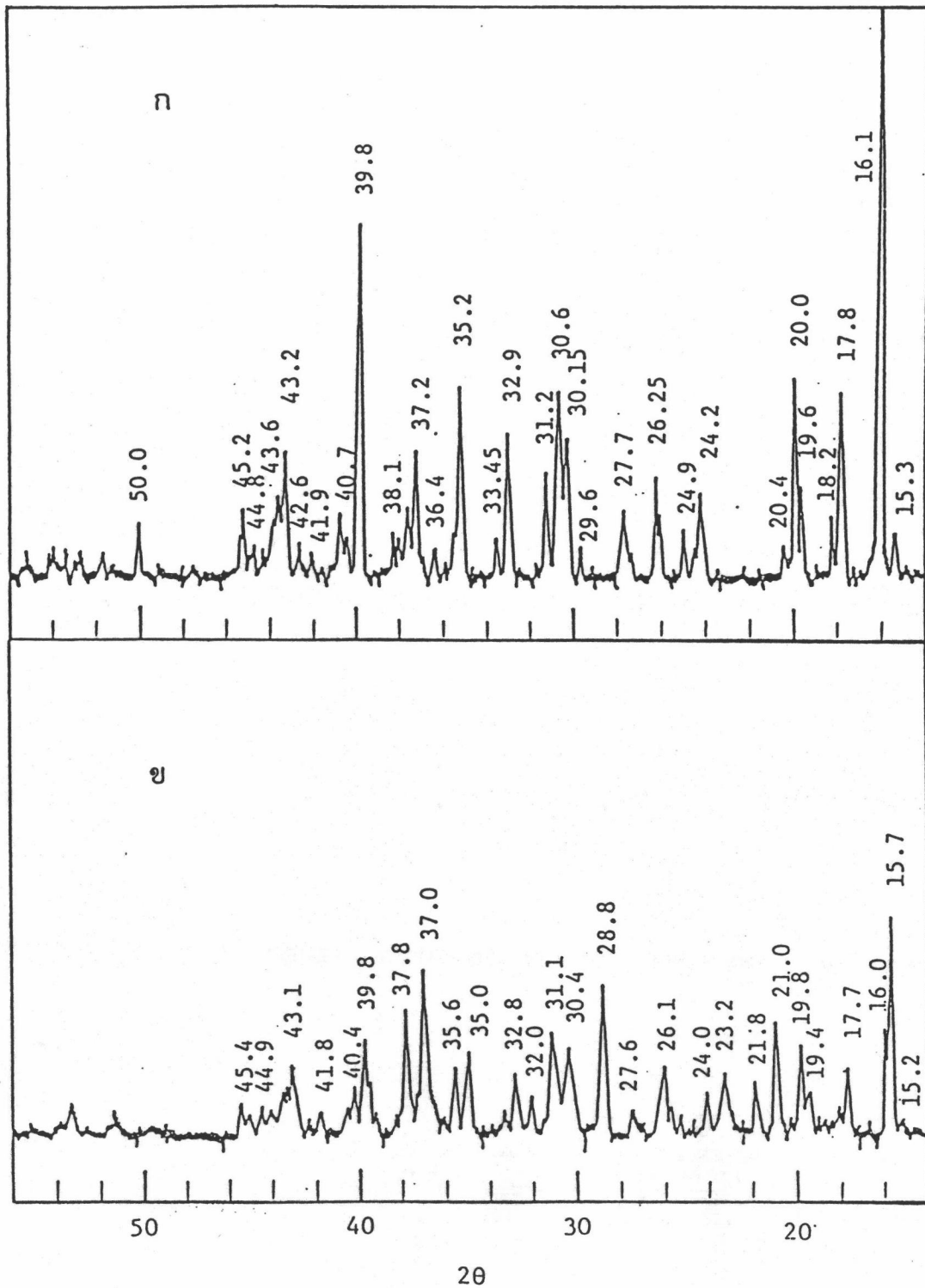
3.12.2 การเตรียมสารประกอบแบเรียมคลอไรด์ ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)

3.12.2.1 สารประกอบแบเรียมคลอไรด์เตรียมได้จากสารละลายแบเรียมซัลไฟด์ กับกรดไฮโดรคลอริก โดยขั้นตอน ดังนี้

ซึ่งเถ้าดำ (black ash) ซึ่งมีแบเรียมซัลไฟด์ 72.47 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก จำนวน 10 กรัม ใส่ในปิกเกอร์ขนาด 250 cm^3 ละลายด้วยน้ำกลั่น 100 cm^3 ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ตามลําวะในการทดลองที่ 3.11 กรองสารละลายที่ได้ เติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น ให้มากเกินพอเล็กน้อย (ประมาณ 5 cm^3) ช้า ๆ พร้อมทั้งกวนตลอดเวลา กรองสารละลายที่ได้ นำมาตกผลึก ซึ่งจะได้ผลึกของแบเรียมคลอไรด์ตกออกมา กรองผลึกที่ได้ล้าง ด้วยอัลกอฮอล์และเซนต์ริฟิวจ จากนั้นทำให้แห้งแต่ไม่เกิน 105 องศาเซลเซียส แล้วนำไปตรวจสอบความบริสุทธิ์ โดยใช้เทคนิคทาง X-ray diffraction เทียบกับสารมาตรฐานแบเรียมคลอไรด์ กับ 2 โมเลกุลของน้ำที่บริสุทธิ์ ผลการทดลองแสดงไว้ใน ตารางที่ 3.29 และรูปที่ 3.20

ตารางที่ 3.29 แสดงผลการเตรียมสารประกอบแบเรียมคลอไรด์จากแบเรียมซัลไฟด์ และกรดไฮโดรคลอริก

น้ำหนักเถ้าดำ (กรัม)	ปริมาณกรดไฮ- โดรคลอริก cm^3	น้ำหนัก $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (กรัม)		ผลผลิต (%)
		ทฤษฎี	การทดลอง	
10.0370	5.0	10.4873	9.1279	87.04
10.0322	5.0	10.4823	8.5127	81.21
10.0323	5.0	10.4824	8.7664	83.63
10.1644	5.0	10.6204	9.1107	85.78
10.0751	5.0	10.5271	9.1506	86.92
10.0182	5.0	10.4677	9.1125	87.05
			เฉลี่ย	85.27



รูปที่ 3.20 แสดง X-ray diffraction pattern ของแบเรียมคลอไรด์

ก. แบเรียมคลอไรด์บริสุทธิ์

ข. แบเรียมคลอไรด์ที่เตรียมได้ จาก BaS + HCl

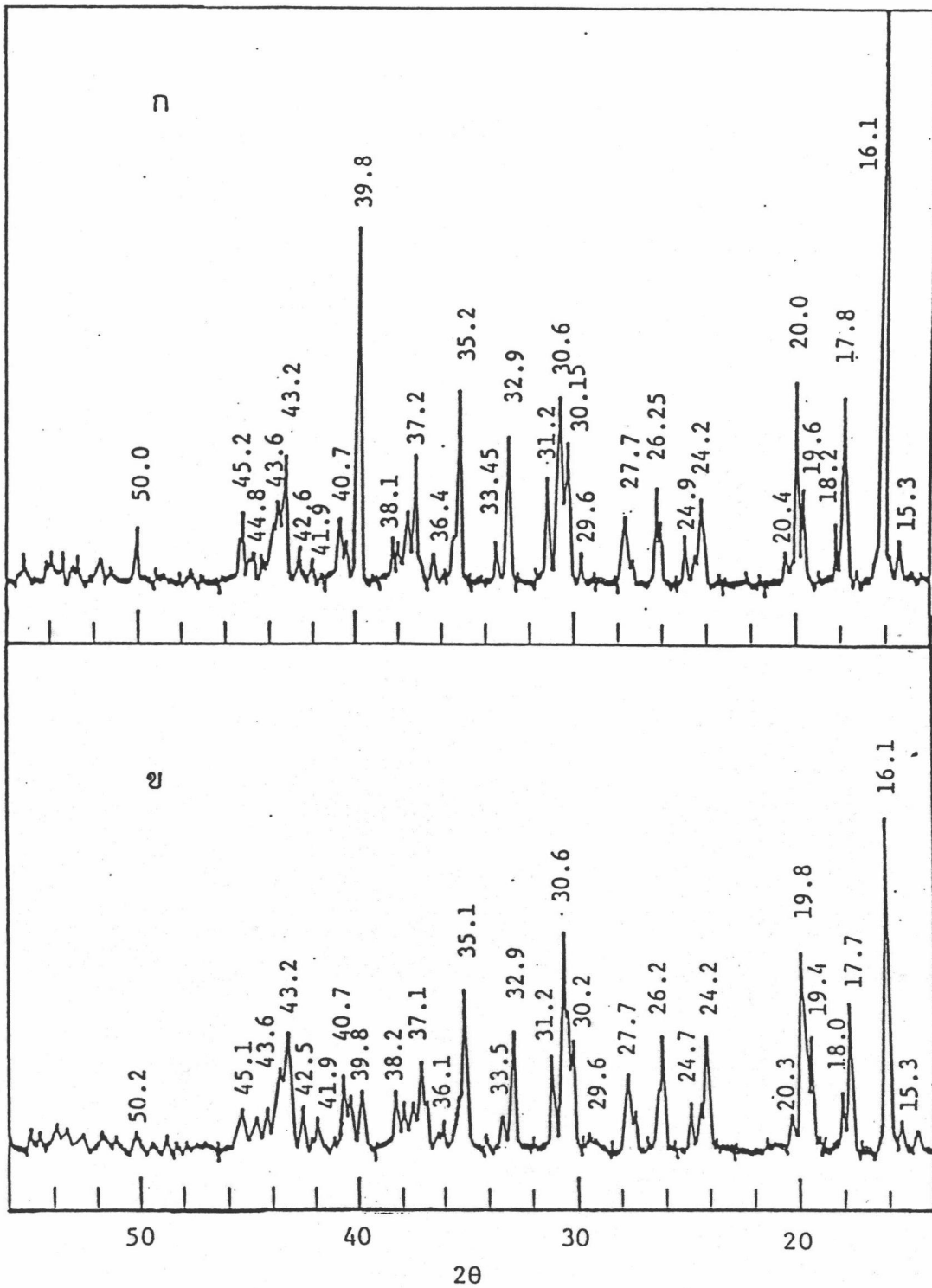
3.12.2.2 สสารประกอบแบเรียมคลอไรด์ เตรียมจากแบเรียมคาร์บอเนต

กับกรดไฮโดรคลอริก ตามการทดลองดังนี้

ชั่งแบเรียมคาร์บอเนต 10 กรัม ใส่ในปิกเกอร์ขนาด 250 cm³ ค่อย ๆ หยดกรดไฮโดรคลอริก เข้มข้น 1 : 1 ลงไปพร้อมทั้งคนตลอดเวลา จนกระทั่งแบเรียมคาร์บอเนตละลายหมด กรองสารละลายที่ได้ นำสารละลายไปตกผลึก แบเรียมคลอไรด์ แล้วนำผลึกที่ได้ตรวจสอบความบริสุทธิ์ โดยเทคนิค X-ray diffraction เช่นกัน ผลการทดลอง แสดงในตารางที่ 3.30 และรูปที่ 3.21

ตารางที่ 3.30 แสดงผลการเตรียมสารประกอบแบเรียมคลอไรด์จากสารประกอบแบเรียมคาร์บอเนต

น้ำหนัก แบเรียมคาร์บอเนต (กรัม)	น้ำหนัก BaCl ₂ ·2H ₂ O (กรัม)		ผลผลิต (%)
	ทฤษฎี	การทดลอง	
10.0226	10.5760	10.0345	94.88
10.0227	10.5761	10.0143	94.69
10.0241	10.5776	9.8328	92.96
		ค่าเฉลี่ย	94.18



รูปที่ 3.21 แสดง X-ray diffraction pattern ของแบเรียมคลอไรด์

ก. แบเรียมคลอไรด์บริสุทธิ์

ข. แบเรียมคลอไรด์ที่เตรียมได้ จาก BaCO_3

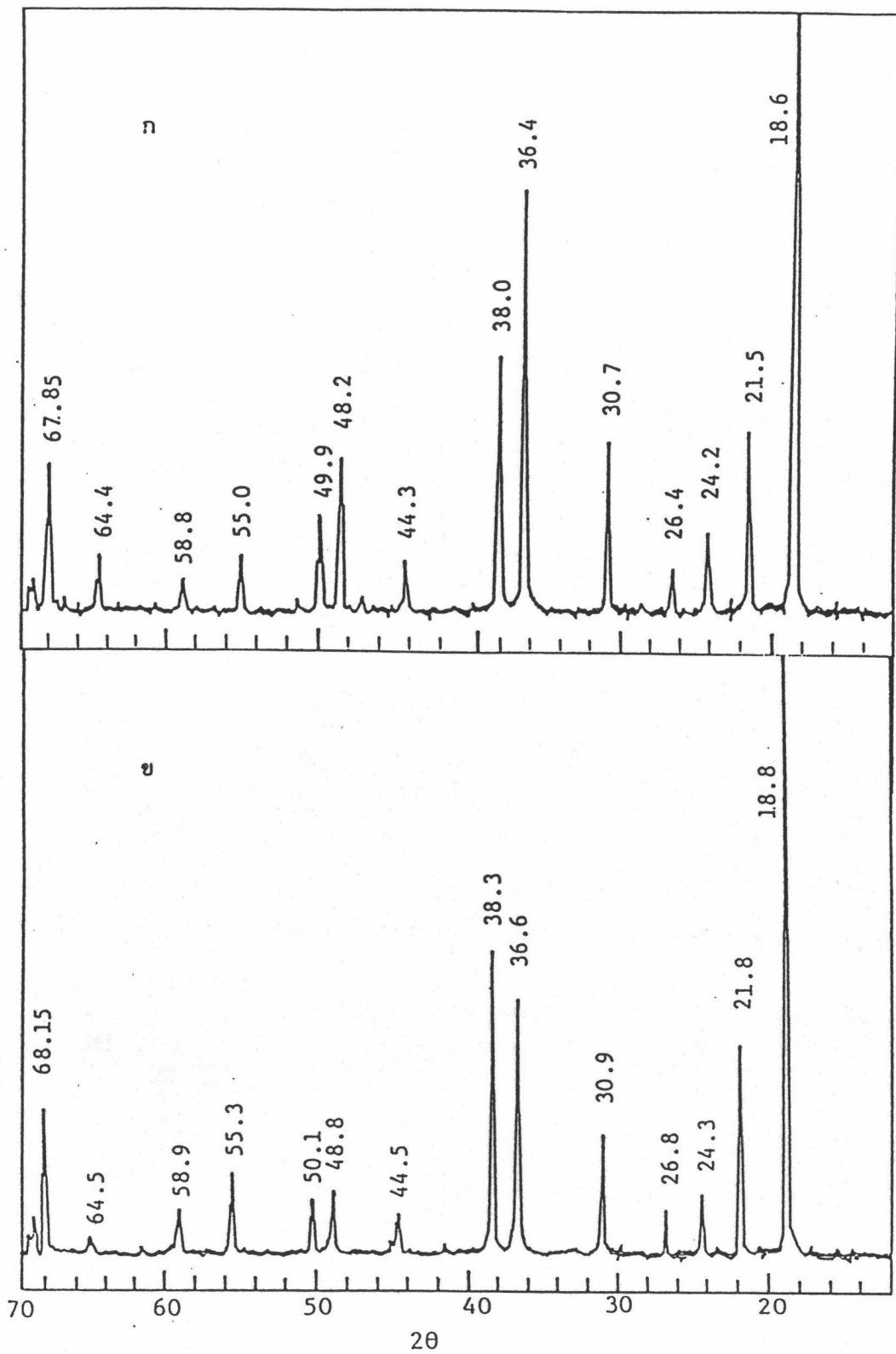
3.12.3 การเตรียมสารประกอบแบเรียมไนเตรต

3.12.3.1 สารประกอบแบเรียมไนเตรต เตรียมจากสารละลายแบเรียมซัลไฟด์ กับกรดไนตริก ตามขั้นตอน ดังนี้

น้ำถ้ำดำ (black ash) ซึ่งมีปริมาณแบเรียมซัลไฟด์อยู่ 72.47 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ชั่งมา 10 กรัม ใส่ในปิกเกอร์ขนาด 250 cm³ ละลายด้วยน้ำกลั่น 100 cm³ ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ตามการทดลองที่ 3.11 กรองสารละลายที่ได้แล้วเติมกรดไนตริกเข้มข้นให้มากเกินพอเล็กน้อย (ประมาณ 8 cm³) พร้อมทั้งคนอย่างแรงตลอดเวลา กรองสารละลายที่ได้เพื่อขจัดกัมมะถัน และสารที่ไม่ละลายอื่น ๆ นำสารละลายที่ได้ตกผลึก จะได้ผลึกแบเรียมไนเตรตตกออกมาทำให้แห้ง นำไปตรวจสอบความบริสุทธิ์ โดยใช้เทคนิคทาง X-ray diffraction เทียบกับสารละลายมาตรฐานแบเรียมไนเตรตบริสุทธิ์ ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 3.31 และรูปที่ 3.22

ตารางที่ 3.31 แสดงผลการเตรียมสารประกอบแบเรียมไนเตรต จากแบเรียมซัลไฟด์ และกรดไนตริก

น้ำหนักถ้ำดำ (กรัม)	ปริมาณกรดไนตริก (cm ³)	น้ำหนักแบเรียมไนเตรต (กรัม)		ผลผลิต (%)
		ทฤษฎี	การทดลอง	
10.0484	8.0	11.2345	10.2054	90.84
10.0522	8.0	11.2387	10.1496	90.31
10.0491	8.0	11.2353	10.0369	89.33
10.1120	8.0	11.3056	10.2783	90.91
10.1382	8.0	11.3349	10.3630	91.42
10.1672	8.0	11.3673	10.1228	89.05
			เฉลี่ย	90.31



รูปที่ 3.22 แสดง X-ray diffraction pattern ของแบเรียมไนเตรต

ก. แบเรียมไนเตรตบริสุทธิ์

ข. แบเรียมไนเตรตที่เตรียมได้ จาก $\text{BaS} + \text{HNO}_3$

3.12.3.2 การเตรียมสารประกอบแบเรียมไนเตรดจากแบเรียมคาร์บอเนต

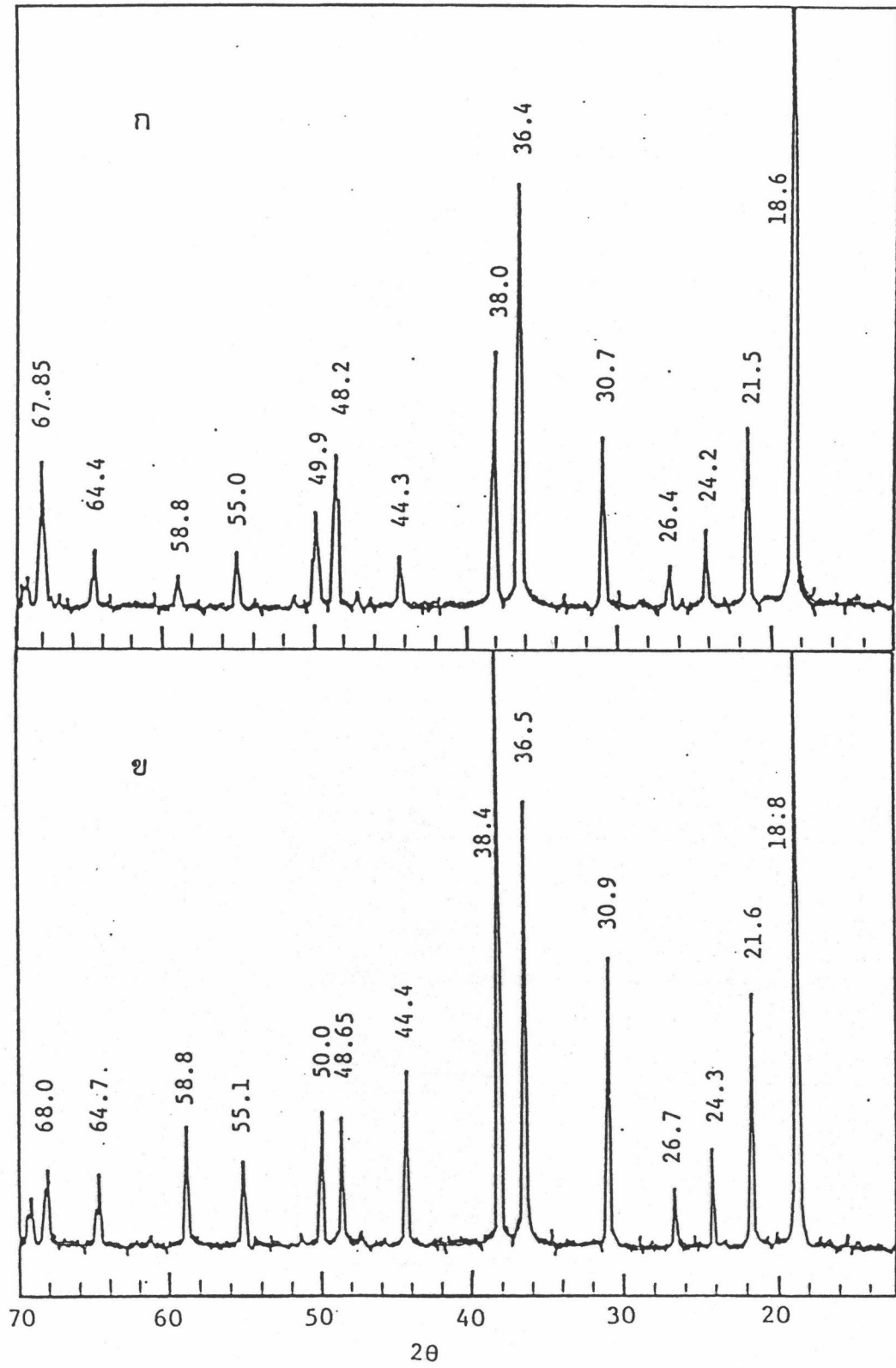
กับกรดไนตริก

นำแบเรียมคาร์บอเนตที่ได้จากการเตรียมตามข้อ 3.12.1 ชั่ง 10 กรัม ในบีกเกอร์ขนาด 250 cm³ เติมกรดไนตริกเข้มข้น 1 : 1 ลงไปช้า ๆ จนกระทั่งแบเรียมคาร์บอเนตละลายหมดพอดี กรองสารละลายที่ได้เพื่อแยกสิ่งเจือปนอื่น ๆ นำสารละลายที่ได้ ตกผลึก ได้ผลึกของแบเรียมไนเตรด และทำให้แห้งแล้วตรวจสอบความบริสุทธิ์ด้วยเทคนิค X-ray diffraction เช่นเดียวกับ 3.12.3.1 ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 3.32 และรูปที่ 3.23

ตารางที่ 3.32 แสดงผลการเตรียมสารประกอบแบเรียมไนเตรดจากแบเรียมคาร์บอเนต

กับกรดไนตริก

น้ำหนัก แบเรียมคาร์บอเนต (กรัม)	น้ำหนักแบเรียมไนเตรด (กรัม)		ผลผลิต (%)
	ทฤษฎี	การทดลอง	
10.0107	13.2572	12.0326	90.76
10.0158	13.2639	12.2402	92.28
10.0153	13.2633	12.0535	90.88
		เฉลี่ย	91.31



รูปที่ 3.23 แสดง X-ray diffraction pattern ของแบเรียมไนเตรต

ก. แบเรียมไนเตรตบริสุทธิ์

ข. แบเรียมไนเตรตที่เตรียมได้ (จาก $\text{BaCO}_3 + \text{HNO}_3$)

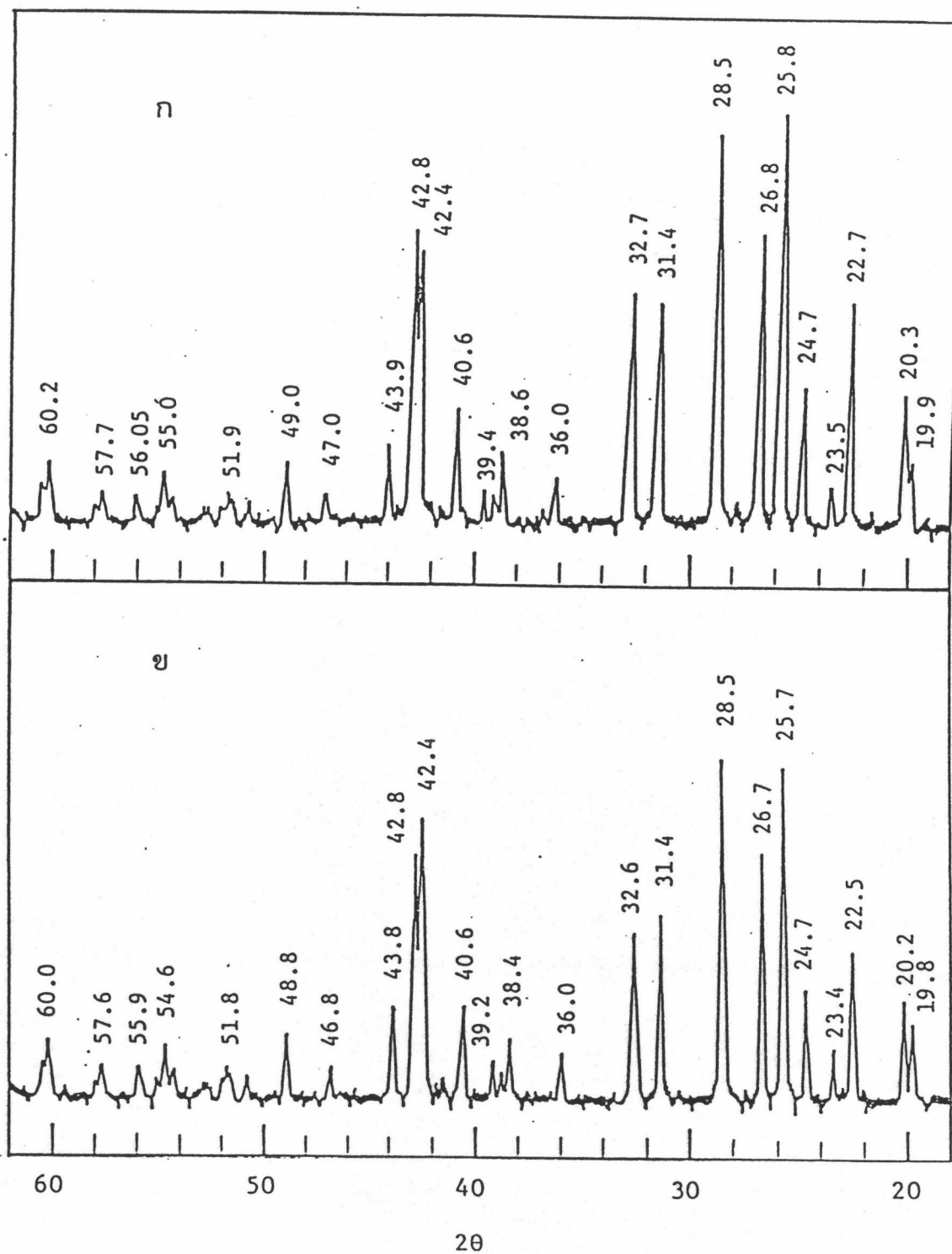
3.12.4 การเตรียมสารประกอบแบเรียมซัลเฟต

3.12.4.1 สารประกอบแบเรียมซัลเฟตจาก สารละลายแบเรียมซัลไฟด์กับกรดซัลฟูริก ดังการทดลองต่อไปนี้

ชั่งถ้ำดำ (black ash) ซึ่งมีแบเรียมซัลไฟด์อยู่ 72.47 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก มา 10 กรัม ใส่ในปิกเกอร์ขนาด 250 cm³ ละลายด้วยน้ำกลั่น 100 cm³ ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ตามขั้นตอน 3.11 กรองสารละลายที่ได้ นำไปแช่ในน้ำเย็นเล็กน้อยเพื่อลดอุณหภูมิลง จากนั้นค่อย ๆ เติมกรดซัลฟูริกเข้มข้นลงไปให้เป็นกรดมากเกินพอเล็กน้อย (ประมาณ 5 cm³) คนสารละลายที่ได้อัตโนมัติ จะได้สารประกอบแบเรียมซัลเฟตสีขาวตกตะกอนออกมา กรองตะกอนที่ได้ ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่นหลาย ๆ ครั้ง ทำให้แห้ง แล้วเผาที่ 800 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 45 นาที เพื่อระเหยน้ำผลึกออกให้หมด นำไปหาเปอร์เซ็นต์ของผลที่ได้ และเทียบความบริสุทธิ์ของแบเรียมซัลเฟตกับสารบริสุทธิ์ โดยเทคนิคของ X-ray diffraction ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 3.33 และรูปที่ 3.24

ตารางที่ 3.33 แสดงผลการเตรียมสารประกอบแบเรียมซัลเฟต จากสารละลายแบเรียมซัลไฟด์กับกรดซัลฟูริก

น้ำหนักถ้ำดำ (กรัม)	ปริมาณกรด (cm ³)	น้ำหนักแบเรียมซัลเฟต (กรัม)		ผลผลิต (%)
		ทฤษฎี	การทดลอง	
10.0358	5.0	10.0205	9.7937	97.74
10.0484	5.0	10.0331	9.8897	98.57
10.0275	5.0	10.0122	9.8931	98.81
			เฉลี่ย	98.37



รูปที่ 3.24 แสดง X-ray diffraction pattern ของแบเรียมซัลเฟต

ก. แบเรียมซัลเฟตบริสุทธิ์

ข. แบเรียมซัลเฟตที่เตรียมได้ จาก $\text{BaS} + \text{H}_2\text{SO}_4$

3.12.4.2 ล่ารประกอบแบเรียมซิลเฟตเตรียมจากล่ารละลายแบเรียมซิลไฟด์

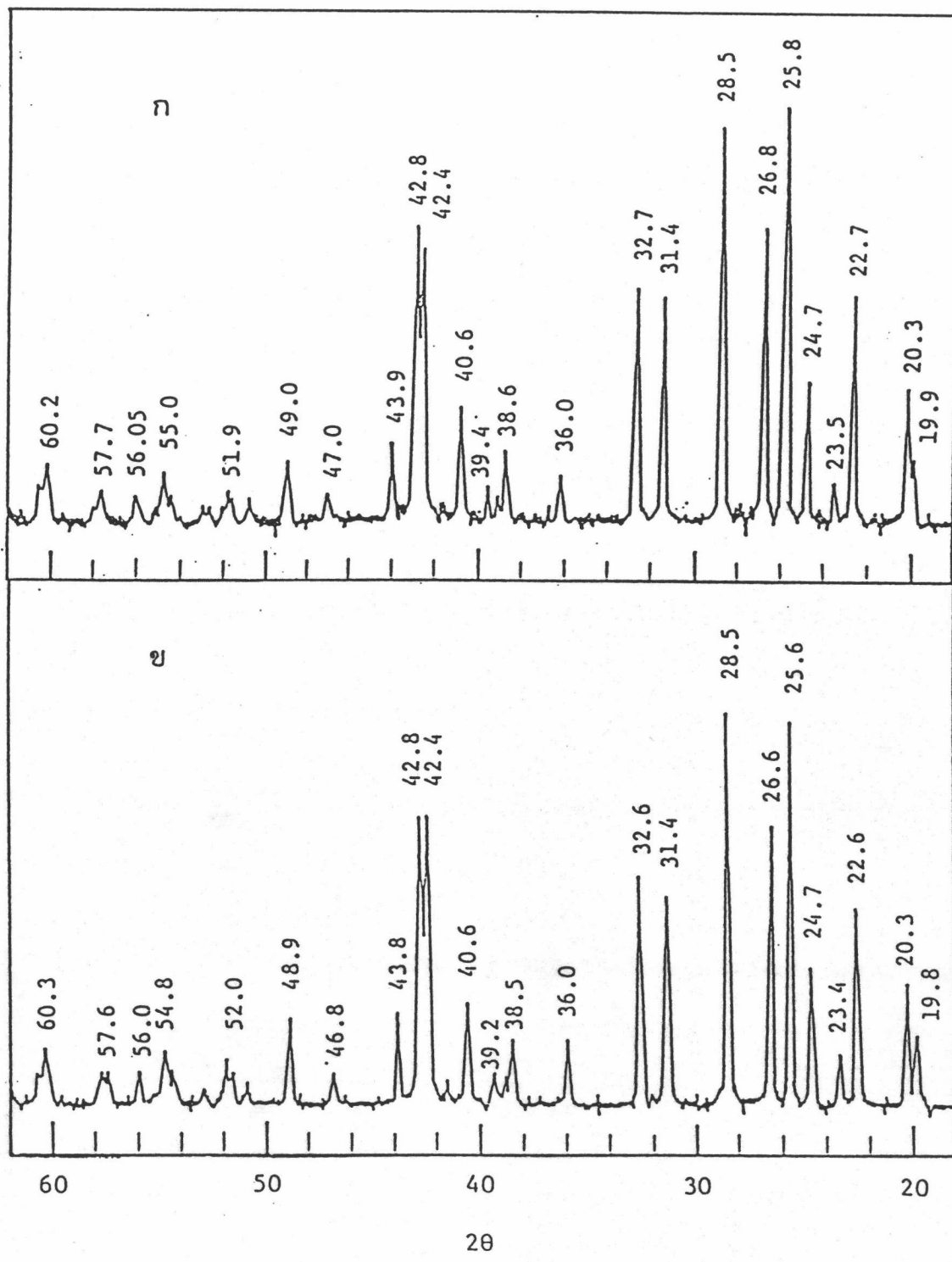
กับโซเดียมซิลเฟต

น้ำถ้ำดำ ซึ่งมีปริมาณของแบเรียมซิลไฟด์ 72.47 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก ซึ่ง 10 กรัม ในปิกเกอร์ขนาด 250 cm³ ละลายด้วยน้ำกลั่น 100 cm³ ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส กรองล่ารละลายที่ได้แล้วเติมล่ารละลายโซเดียมซิลเฟตจนตะกอนตกสมบูรณ์ (ประมาณ 7.5 กรัม) คนในอัตราเร็วพอประมาณ จะได้ตะกอนแบเรียมซิลเฟต กรองออกมาล้างด้วยน้ำกลั่นหลาย ๆ ครั้ง นำตะกอนอบและเผาให้แห้งที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ซึ่งน้ำหนักของตะกอนที่ได้ส่วนล่ารละลายที่เหลือนำไปตกผลึกของโซเดียมซิลไฟด์ เก็บความบริสุทธิ์ของแบเรียมซิลเฟตกับล่ารบริสุทธิ์ โดยเทคนิคของ X-ray diffraction ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 3.34 และรูปที่ 3.25

ตารางที่ 3.34 แสดงผลการเตรียมล่ารประกอบแบเรียมซิลเฟต จากล่ารละลายแบเรียมซิลไฟด์

กับ โซเดียมซิลเฟต

น้ำหนักถ้ำดำ (กรัม)	น้ำหนักโซเดียม ซิลเฟต (กรัม)	น้ำหนักแบเรียมซิลเฟต (กรัม)		ผลผลิต (%)
		ทฤษฎี	การทดลอง	
10.0107	7.5	9.9954	9.7369	97.41
10.0095	7.5	9.9943	9.7330	97.38
10.0216	7.5	10.0062	9.9024	98.96
			เฉลี่ย	97.92



รูปที่ 3.25 แสดง X-ray diffraction pattern ของแบเรียมซัลเฟต

ก. แบเรียมซัลเฟตบริสุทธิ์

ข. แบเรียมซัลเฟตที่เตรียมได้จาก $BaS + Na_2SO_4$

3.13 การตรวจสอบความบริสุทธิ์ของสารประกอบแบเรียมต่าง ๆ

สำหรับข้อกำหนดของมาตรฐาน สารประกอบแบเรียมต่าง ๆ แสดงในภาคผนวก

3.13.1 วิธีการตรวจสอบเปอร์เซ็นต์ของแบเรียมคาร์บอเนตในสารประกอบ

แบเรียมคาร์บอเนต

ขั้นตอนการทดลองมีดังนี้

1. ชั่งสารประกอบแบเรียมคาร์บอเนตที่จะตรวจสอบ 5,000 กรัม ใส่ในปิกเกอร์ขนาด 250 cm³
2. เติมน้ำ 50 cm³ จากนั้นหยดกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นทีละหยด จนกระทั่งสารตัวอย่างละลายหมด และหยดเพิ่มอีก 2-3 หยด
3. อุ่นเล็กน้อย เพื่อช่วยในการละลาย ถ้าสารละลายขุ่นกรองสารที่ไม่ละลายออก นำสารละลายที่กรองได้ใส่ในขวดมาตรฐาน 500 cm³ ล้างกระดาษกรองและส่วนที่เหลือด้วยน้ำ แล้วทำให้ปริมาตรของสารละลายครบ 500 cm³ เขย่าให้เข้ากัน
4. นำสารละลายมา 20 cm³ ใส่ในปิกเกอร์ 250 cm³ เติมน้ำ 30 cm³ เติมกรดไฮโดรคลอริก (1 : 1) 5 cm³ ต้มจนเดือด
5. เติม กรดซัลฟูริก (1 : 2) 3 cm³ โดยเติมทีละหยด ต้มสารละลายต่ออีกประมาณ 5 นาที ปิดปิกเกอร์ด้วยกระจกนาฬิกาเพื่อกันกระเด็น ยกตั้งทิ้งไว้ประมาณ 30 นาที เติม 75 cm³ ของ 95 % เอธานอล คนและตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 3 ชั่วโมง
6. กรองสารละลายที่ได้ด้วย sinterglass crucible#4 ที่อบและชั่งน้ำหนักแน่นอนไว้แล้ว ล้างตะกอนด้วย 1 % กรดซัลฟูริกใน 50 % เอธานอล
7. อบให้แห้ง และนำตะกอนไปเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ทำให้เย็นในเตลิกเคเตอร์ ชั่งน้ำหนักที่แน่นอน

คำนวณน้ำหนักของตะกอน และนำมาคำนวณเปอร์เซ็นต์ของแบเรียมคาร์บอเนต

ที่มีในสารประกอบแบเรียมคาร์บอเนต ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 3.35

3.13.2 วิธีการตรวจสอบเปอร์เซ็นต์ของแบเรียมคลอไรด์, แบเรียมไนเตรต

ได้ใช้วิธีการตกตะกอนแบเรียมออกมาอยู่ในรูปของแบเรียมไดโครเมต ด้วย $K_2Cr_2O_7$ ตามขั้นตอนต่อไปนี้

1. ชั่งน้ำหนักของสารตัวอย่างมา 0.500 กรัม (น้ำหนักที่แน่นอน) ใส่ใน ปีกเกอร์ขนาด 400 cm^3
2. เติมน้ำ 225 cm^3 และกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นให้มากเกินพอเล็กน้อย คนจนกระทั่งละลายหมด
3. อุณหภูมิประมาณ 80 องศาเซลเซียส และเติม 10 cm^3 ของ 40 % สารละลายแอมโมเนียมอะซิเตต พร้อมทั้งคนตลอดเวลา และเติม 25 cm^3 ของ 10 % สารละลายโพแทสเซียมไดโครเมต และ 10 กรัมของยูเรีย
4. ปิดปีกเกอร์ด้วยกระจกนาฬิกา ต้มจนสารละลายเดือด แล้วลดอุณหภูมิ จนกระทั่งตะกอนตกมารวมกันข้างล่างของปีกเกอร์ อุณหภูมิอีก 1 ชั่วโมง ขณะที่ผ่านไปครึ่งชั่วโมง ล้างกระจกนาฬิกาและด้านข้างของปีกเกอร์ด้วยน้ำ ปรับปริมาตรของสารละลายในปีกเกอร์ให้อยู่ในช่วง 225 - 250 cm^3 ด้วยน้ำร้อน
5. กรองขณะร้อน ด้วย sinter glass crucible#4 ล้างตะกอนด้วยสารละลาย 0.5 % โพแทสเซียมไดโครเมต
6. ล้างตะกอนขั้นสุดท้ายด้วยน้ำกลั่นอีก 4 ครั้ง อบตะกอนที่ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ทำให้เย็นและชั่งน้ำหนักของแบเรียมโครเมต

จากผลการทดลองสามารถคำนวณเปอร์เซ็นต์ของแบเรียมคลอไรด์ หรือแบเรียมไนเตรต ที่มีในสารประกอบได้ดังแสดงในตารางที่ 3.35

3.13.3 วิธีการตรวจสอบเปอร์เซ็นต์ของแบเรียมซัลเฟต

การหาเปอร์เซ็นต์ของแบเรียมซัลเฟต ทำได้โดยการตกตะกอนให้อยู่ในรูปของแบเรียมไดโครเมตเช่นกัน โดยการชั่งตัวอย่าง 0.500 กรัม (น้ำหนักที่แน่นอน) ผสมกับโซเดียมคาร์บอเนต 10 กรัม ในเบ้าพลาตินัมที่มีฝาปิด นำไปเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 ชั่วโมง เมื่อเย็นนำตะกอนละลายด้วยน้ำออกจากเบ้าให้หมด กรองสารละลายที่ได้ นำตะกอนเติมน้ำ 20 cm³ กรดไนตริกเข้มข้น 20 cm³ และ 6 cm³ ของ 70 - 72 % สารละลายกรดเปอร์คลอริก ระเหยแห้ง เติมน้ำ 100 cm³ ถ้ามีซิลิกากรองออก แล้วทำตามขั้นตอนของ 3.13.2 จากข้อ 2 ไป จนได้น้ำหนักของแบเรียมโครเมต นำมาคำนวณเปอร์เซ็นต์ของแบเรียมซัลเฟตที่มีในสารประกอบ ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 3.35

ตารางที่ 3.35 แสดงผลการวิเคราะห์ความบริสุทธิ์ของสารประกอบแบเรียม

สารประกอบ	ความบริสุทธิ์ (%)
แบเรียมคาร์บอเนต (จาก $BaS + Na_2CO_3$)	99.34
แบเรียมคาร์บอเนต (จาก $BaS + CO_2$)	90.04
แบเรียมคลอไรด์ (จาก $BaS + HCl$)	94.40
แบเรียมคลอไรด์ (จาก $BaCO_3 + HCl$)	95.03
แบเรียมไนเตรต (จาก $BaS + HNO_3$)	94.57
แบเรียมไนเตรต (จาก $BaCO_3 + HNO_3$)	97.56
แบเรียมซัลเฟต (จาก $BaS + Na_2SO_4$)	95.82
แบเรียมซัลเฟต (จาก $BaS + H_2SO_4$)	96.64

3.14 การเตรียมลิโทโพน

ในการทดลอง เตรียมลิโทโพน โดยการใส่สารละลายแบเรียมซัลไฟด์ ที่ได้จากการละลายของเถ้าดำ (black ash) กับสารละลาย สังกะสีซัลเฟต ที่สามารถเตรียมได้จากแร่สังกะสี สำหรับแร่สังกะสีที่ใช้นำมาจากบริษัทไทยซิงค์ มีองค์ประกอบดังแสดงในตารางที่ 3.37 ขั้นตอนการทดลองดังนี้

3.14.1 การเตรียมสารละลายสังกะสีซัลเฟตจากแร่สังกะสี

นำแร่สังกะสีมาละลายด้วยกรดซัลฟูริก ที่มีเนื้อกรด 30 % โดยน้ำหนัก ใช้อัตราส่วน น้ำหนักแร่สังกะสีต่อกรดเท่ากับ 1 ต่อ 20 คนอย่างแรงที่อุณหภูมิ 60 - 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 1 ชั่วโมง จากนั้นตั้งทิ้งไว้ให้เย็นกรองเอาส่วนที่ไม่ละลายออก สารละลายใส่ที่ได้นำไปกำจัดเหล็กออกโดยการออกซิไดซ์ด้วยไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) 10 volume จำนวน 15 cm^3 ต่อสารละลาย 100 cm^3 ปรับ pH โดยการเติมสังกะสีออกไซด์อย่างช้า ๆ เหล็กจะตกตะกอนออกมาในรูปเฟอร์ริกออกไซด์ ($Fe(OH)_3$) การตกตะกอนจะสมบูรณ์ที่ pH 5.5 โดยควบคุมอุณหภูมิขณะตกตะกอนเหล็กให้อยู่ในช่วง 80-100 องศาเซลเซียส กรองตะกอนเหล็กที่ได้ออก นำสารละลายใส่ไปกำจัดโลหะหนักที่ยังเหลืออยู่โดยการเติมผงสังกะสี (Zinc powder) ใช้ผงสังกะสี 0.5 กรัม ต่อสารละลาย 1000 cm^3 ควบคุมอุณหภูมิให้อยู่ในช่วง 80-100 องศาเซลเซียส แล้วกรอง เก็บสารละลายใส่ของสังกะสีซัลเฟตไว้เตรียมลิโทโพนในขั้นต่อไป

ตารางที่ 3.36 แสดงผลการทดลองการเตรียมสารละลายสังกะสีซัลเฟต

สารละลาย	ปริมาณธาตุที่มีในสารละลาย			
	Zn (กรัม/ลิตร)	Fe (ppm)	Pb (ppm)	Sb (ppm)
สังกะสีซัลเฟตเดิม	15.01	226	378	5.24
หลังกำจัดเหล็ก	37.16	-	127	1.08
หลังเติมผงสังกะสี	39.40	-	-	-

จะเห็นว่าจากผลการทดลองสารละลายสังกะสีซัลเฟตที่เตรียมได้มีความบริสุทธิ์เพียงพอที่จะนำไปทดลองต่อไป

ตารางที่ 3.37 องค์ประกอบของแร่สังกะสีจากเหมืองผาแดง อำเภอแม่สอด จังหวัดตาก
วิเคราะห์โดยบริษัทไทยซิงค์

องค์ประกอบ	เปอร์เซ็นต์
Zn	24 - 48
SiO ₂	20 - 30
CO ₂	01 - 10
Al ₂ O ₃	3 - 8
Fe ₂ O ₃	4 - 8
Pb	0.01 - 0.3
Mn	0.2 - 0.4
Cd	0.1 - 0.3
Cu	0.02 - 0.04
Ni	0.005- 0.05
Co	0.002- 0.03
CaO	0.01 - 0.02
MgO	0.2 - 0.5

3.14.2 การผสมเพื่อเตรียมลิโทโพน

นำถ่านดำ (black ash) ละลายน้ำได้สารละลายแบเรียมซัลไฟด์ นำสารละลาย 200 cm³ ซึ่งมีความเข้มข้น 2.29 x 10⁻² โมล ผสมกับสารละลายสังกะสีซัลเฟต ความเข้มข้น 6.06 x 10⁻¹ โมล จำนวน 40 cm³ ปริมาณของสารละลายสังกะสีซัลเฟต มากเกินพอเล็กน้อย การผสมทำได้ทั้งในขณะร้อนหรือเย็น ผสมในอัตราเร็วพอประมาณ หลังจากผสมแล้วกรองตะกอนออกและล้างตะกอนที่ได้ด้วยน้ำ จนกว่าสารละลายใสจะไม่มีสังกะสีซัลเฟตเหลืออยู่ นำตะกอนที่กรองได้ไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิประมาณ 105 องศาเซลเซียส จากนั้นนำไปบดเพื่อเตรียมเผาต่อไป

3.14.3 การเผาลิโทโพน (Calcination)

การเผาลิโทโพน เป็นขั้นตอนที่สำคัญมาก เพราะเป็นขั้นสุดท้ายในการปรับปรุงลิโทโพน ให้มีคุณสมบัติของการเป็นแม่สี ในการเผาต้องควบคุมให้อากาศเข้าไปได้น้อยที่สุด เนื่องจากองค์ประกอบตัวหนึ่งของลิโทโพน คือ สังกะสีซัลไฟด์ (ZnS) ถูกออกซิไดส์ได้ง่าย อาจเปลี่ยนเป็นสังกะสีออกไซด์ (ZnO) ทำให้คุณภาพของสีเสียไป ทำได้โดยการเผาลิโทโพน ในภาชนะที่มีฝาปิด ที่อุณหภูมิ 900 - 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 30 นาที จะได้ลิโทโพนที่มีคุณสมบัติของการเป็นแม่สีเพื่อใช้เป็นประโยชน์ต่อไป ผลผลิตที่ได้แสดงในตารางที่ 3.38

ตารางที่ 3.38 แสดงผลการเตรียมลิกโทโฟน

น้ำหนักแก้วดำ (กรัม)	น้ำหนักลิกโทโฟน (กรัม)		ผลผลิต (%)
	ทฤษฎี	การทดลอง	
10.3270	7.4193	6.7459	90.92
10.4650	7.5638	6.8072	90.00
10.1212	7.4673	6.8412	91.61
		เฉลี่ย	90.84

3.15 การวิเคราะห์องค์ประกอบในลิโทโพน(46)

ทำการวิเคราะห์องค์ประกอบในลิโทโพน โดยวิเคราะห์ปริมาณของ $BaSO_4$, ZnO และ ZnS ที่มีในลิโทโพน ตามวิธีการของ ASTM

ตารางที่ 3.39 แสดงผลการวิเคราะห์องค์ประกอบในลิโทโพน

องค์ประกอบ ในลิโทโพน	ผลการวิเคราะห์ (%)			
	1	2	3	ค่าเฉลี่ย
$BaSO_4$	64.77	65.33	64.21	64.77
ZnO (ใน pigment)	4.91	4.71	5.18	4.93
ZnS	29.63	29.76	29.32	29.57

