

การทดลอง และผลการทดลอง

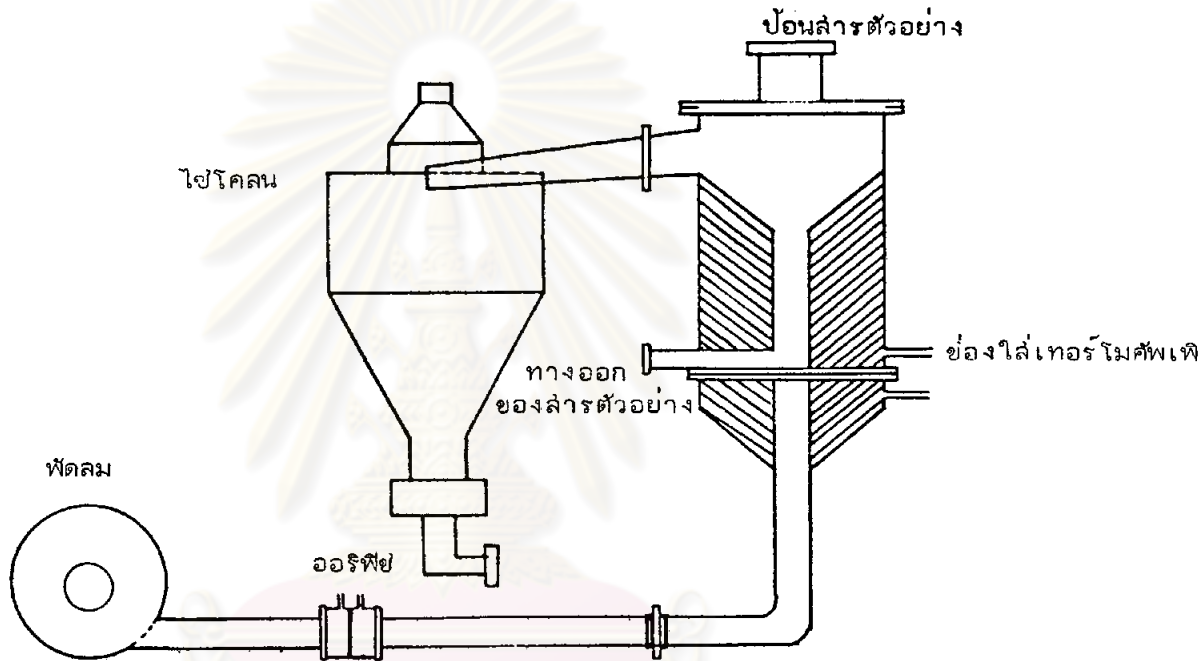
(Experimental procedures and results)

3.1 เครื่องมือและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง มีดังนี้

1. เครื่อง Inductively couple plasma spectrometer model ICPS-50 ของบริษัท Shimadzu
2. เครื่อง Atomic absorption spectrophotometer model AA-650 ของบริษัท Shimadzu
3. เครื่อง X-ray fluorescence spectrometer model JSX-60 ของบริษัท Jeol
4. เครื่อง X-ray diffraction spectrometer ของบริษัท Philips model TW 1130/91 (generator), CuK α (radiator)
5. เตาไฟฟ้า (electric furnace) ที่ควบคุมอุณหภูมิได้สูงสุด 1500 องศาเซลเซียส ของบริษัท Gallenkamp
6. เครื่องให้ความร้อน พร้อมเครื่องคนด้วยแม่เหล็ก (hot plate with magnetic stirrer)
7. อ่างน้ำมัน (oil bath) พร้อมเครื่องคน (stirring rod) และขดลวดให้ความร้อนที่ควบคุมอุณหภูมิได้
8. เครื่องย่อยหินชนิด jaw crusher ผลิตโดยคณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
9. เครื่องบดละเอียดชนิด disc mill Type T.2.250 SIEBTECHNIK
10. เครื่องดูดสูญญากาศ (vacuum pump) ของบริษัท Nelson Vacuum Pump

- 11. เครื่องวัด pH (pH meter) model PHM 83 Autocal pH meter ของบริษัท Radiometer
- 12. ขวดล่กัด (mixer separator) ขนาด 20 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- 13. ขวดหาความถ่วงจำเพาะ (pycnometer) ขนาด 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- 14. เตาเผาแบบฟลูอิดโตเซชัน (fluidization furnace) เตาเผาแบบฟลูอิดโตเซชัน เป็นเตาแบบทรงกระบอกตั้งตรง ดังแสดงอยู่ในรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 แสดงเตาเผาแบบฟลูอิดโตเซชัน (fluidization furnace)

เตาไฟนี้สร้างด้วยเหล็กทรงกระบอก ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายนอก 30 เซนติเมตร สูง 53 เซนติเมตร ภายในมีซีเมนต์ทนไฟหล่อติดผนังท่อเหล็ก หนา 10 เซนติเมตร ตรงกลางเป็นช่องกลวงรูปทรงกระบอก เส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 5 เซนติเมตร สูงเท่ากับความสูงของเตา ด้านล่างมีตะแกรงเจาะรูขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.07 เซนติเมตร เพื่อใช้รองรับแร่โครไมต์ที่จะหลอม ด้านข้างของเตาเจาะรูขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 2.5 เซนติเมตร อยู่เหนือแผ่นตะแกรง 3 เซนติเมตร เพื่อใช้ เป็นทางนำเอาแร่ที่ผ่านการหลอมแล้วออกจากเตา ส่วนบนของเตามีแผ่นกระจกทนไฟสำหรับมองการทำงานภายในเตา และมีช่องทางออกสำหรับอากาศที่ผ่านจากเตาแล้วต่อเข้ากับไซโคลน ใช้สำหรับซับฝุ่น หรือแร่ที่ลอยมากับอากาศร้อน

ในชั้นของซีเมนต์ทนไฟ มีลวดความร้อน ขนาด 4 กิโลวัตต์ ขดอยู่รอบ ๆ เตา ตั้งแต่ด้านล่างของเตา จนถึงความสูงประมาณ 20 เซนติเมตร จากลวดความร้อน มีสายไฟแรงสูงต่อกับเครื่องควบคุมอุณหภูมิที่สามารถควบคุมอุณหภูมิได้จนถึง 1200 องศาเซลเซียส

ภายในเตามีช่องสำหรับสอดเทอร์โมคัพเพิล เพื่อใช้วัดอุณหภูมิภายในเตา และต่อเข้ากับเครื่องควบคุมอุณหภูมิ

3.1.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง เป็น reagent grade ยกเว้นที่เขียน AR ซึ่งเป็น analytical grade

ชื่อสารเคมี	บริษัทผู้ผลิต
กรดไฮโดรคลอริก	Merck
กรดซัลฟูริก	Merck
กรดไนตริก	Merck
กำมะถันผง	J.T. Baker Chemical
แคลเซียมออกไซด์	May & Baker
โซเดียมคาร์บอเนต	Merck
โซเดียมโครเมต	Riedel
โซเดียมไดโครเมต (AR)	BDH
โซเดียมไอตรอกไซด์ (AR)	BDH
ไดโซเดียมเตตราโบเรต (บอแรกซ์) (AR)	BDH
ไตรออกซิลฟอสเฟต	Fluka
ไตรออกซิล เอมีน	Fluka
น้ำมันก๊าด	Esso Standard Thailand
โซเดียมเพอร์แมงกาเนต (AR)	Millinckrodt
แมงกานีสไดออกไซด์	May & Baker
สารละลายแอมโมเนีย	Carlo Erba
แอมโมเนียมโครเมต	Fluka
แอมโมเนียมไดโครเมต	Fluka

3.1.3 สารละลายมาตรฐานที่ใช้ในการทดลอง ซึ่งเป็นสารละลายที่มีความเข้มข้น

1 มิลลิกรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร สำหรับใช้วิเคราะห์ทาง Atomic absorption spectroscopy

ชื่อสารเคมี	บริษัทผู้ผลิต
ทองแดงไนเตรต	BDH
แคลเซียมไนเตรต	BDH
สังกะสีไนเตรต	BDH
ซิลิคอน	BDH
นิกเกิลไนเตรต	BDH
เฟอร์ริกไนเตรต	BDH
แมกนีเซียมไนเตรต	BDH
แมงกานีสไนเตรต	BDH
อะลูมิเนียมไนเตรต	BDH

3.1.4 สารตัวอย่าง และการเตรียมสารตัวอย่างเพื่อนำไปศึกษา

สารตัวอย่างที่ใช้ทำการศึกษา เป็นแร่โครไมต์ที่ได้มาจากจังหวัดอุดรธานี ลักษณะเป็นก้อนใหญ่สีดำแกมเขียว มีน้ำหนักมาก. นำมาย่อยให้มีขนาดเล็กลงด้วยเครื่องย่อยขนาดชนิด jaw crusher สุ่มตัวอย่างแร่ที่ย่อยขนาดแล้วมาบดด้วยเครื่องบดละเอียดชนิด disc mill สารตัวอย่างที่ได้เก็บไว้เพื่อการทดลองต่อไป

3.2 การศึกษาสมบัติของแร่โครไมต์

3.2.1 การหาสมบัติทางกายภาพของแร่โครไมต์

3.2.1.1 การหาปริมาณความชื้น ⁽⁴⁷⁾

นำเบ้ากระเบื้อง (porcelain crucible) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 3 เซนติเมตร ไปอบที่อุณหภูมิ 105-110 องศาเซลเซียส จนได้น้ำหนักคงที่ นำตัวอย่างแร่ที่บดละเอียดแล้วใส่ในเบ้ากระเบื้องหนัก 2.0000 กรัม ไปอบที่อุณหภูมิ 105-110 องศาเซลเซียส จนได้น้ำหนักคงที่ ผลการทดลองได้แสดงไว้ในตารางที่ 3.1



ตารางที่ 3.1 แสดงปริมาณความชื้นในแร่โครไมต์

ครั้งที่	น้ำหนักแร่ (กรัม)	น้ำหนักแร่หลังอบ (กรัม)	น้ำหนักที่หายไป (กรัม)	% ความชื้น
1	2.0000	1.9883	0.0017	0.58
2	2.0000	1.9885	0.0015	0.57
3	2.0000	1.9882	0.0018	0.59
4	2.0000	1.9883	0.0017	0.59
5	2.0000	1.9880	0.0120	0.60
6	2.0000	1.9888	0.0112	0.56
7	2.0000	1.9892	0.0108	0.54
8	2.0000	1.9875	0.0125	0.63
9	2.0000	1.9888	0.0112	0.56
10	2.0000	1.9880	0.0112	0.60
			ค่าเฉลี่ย	0.58 ± 0.02

3.2.1.2 การหาความถ่วงจำเพาะของแร่โครไมต์ ทำได้ดังนี้⁽⁴⁸⁾

1. ชั่งขวดหาความถ่วงจำเพาะ (pycnometer) พร้อมลูกให้ทราบน้ำหนักแน่นอน
2. เติมน้ำอย่างลงไปที่จำนวนหนึ่ง ประมาณ 0.5 กรัม แล้วนำไปชั่งให้ทราบน้ำหนักแน่นอน
3. เติมน้ำมันก๊าดลงในขวดพอประมาณ นำไปไล่อากาศที่ถูกซับไว้ด้วยเครื่องดูดสูญญากาศ แล้วนำมาเติมน้ำมันก๊าดลงไปอีกจนเต็ม แล้วปิดจุก เขีตภายนอกขวดให้แห้งและสะอาด แล้วนำไปชั่งอีกครั้งหนึ่งให้ทราบน้ำหนักแน่นอน
4. ถ่ายสารตัวอย่างออก ล้างให้สะอาด เติมน้ำมันก๊าดให้เต็มขวด ปิดฝาจุก เขีตภายนอกขวดให้แห้ง และสะอาด แล้วนำไปชั่งให้ทราบน้ำหนักที่แน่นอนอีกครั้งหนึ่ง

5. ล้างขวดให้สะอาด แล้วใส่น้ำกลั่นให้เต็มขวด ปิดจุก เช็ดภายนอกให้แห้ง และสะอาด แล้วนำไปชั่งให้ทราบน้ำหนักที่แน่นอน ผลการทดลองได้แสดงไว้ในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 แสดงผลการหาความถ่วงจำเพาะของแร่โครไมต์

การทดลอง	น้ำหนักที่ชั่งได้ (กรัม)		
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3
ขวด + จุก	8.3387	8.3387	8.3380
ขวด + จุก + สารตัวอย่าง	8.8863	9.0855	8.8151
ขวด + จุก + น้ำมันก๊าด	17.5022	17.4980	17.5005
ขวด + จุก + สารตัวอย่าง + น้ำมันก๊าด	17.9311	18.0840	17.8743
ขวด + จุก + น้ำกลั่น	19.9881	19.9878	19.9880
ความถ่วงจำเพาะของน้ำมันก๊าด	0.79	0.79	0.79
ความถ่วงจำเพาะของสารตัวอย่าง	3.64	3.63	3.63
ความถ่วงจำเพาะของแร่โครไมต์เฉลี่ย	3.63±0.00		

หมายเหตุ แสดงวิธีการคำนวณหาความถ่วงจำเพาะของสาร (48)

กำหนดให้

$$W_1 = \text{น้ำหนักขวด} + \text{จุก}$$

$$W_2 = \text{น้ำหนักขวด} + \text{จุก} + \text{สารตัวอย่าง}$$

$$W_3 = \text{น้ำหนักขวด} + \text{จุก} + \text{ของเหลวที่ใช้หาความถ่วงจำเพาะ}$$

$$W_4 = \text{น้ำหนักขวด} + \text{จุก} + \text{ของเหลวที่ใช้หาความถ่วงจำเพาะ} + \text{สารตัวอย่าง}$$

$$W_5 = \text{น้ำหนักขวด} + \text{จุก} + \text{น้ำกลั่น}$$

$$\text{ความถ่วงจำเพาะของของเหลวที่ใช้ (G)} = \frac{W_3 - W_1}{W_5 - W_1}$$

$$\begin{aligned}
 \text{ความถ่วงจำเพาะของสารตัวอย่าง} &= \frac{\text{น้ำหนักของสารตัวอย่าง}}{\text{น้ำหนักของของเหลวที่ถูกแทนที่ด้วยสารตัวอย่าง}} \\
 \text{(เมื่อใช้ของเหลวอื่น ๆ)} & \\
 \text{เป็นสารละลายเปรียบเทียบ)} & \\
 &= \frac{W_2 - W_1}{[(W_2 - W_1) + W_3 - W_4]} \\
 \text{ความถ่วงจำเพาะของสารตัวอย่าง} &= \frac{W_2 - W_1}{[(W_2 - W_1) + W_3 - W_4]} \cdot G \\
 \text{(เมื่อเทียบกับน้ำ)} & \\
 \text{เป็นสารละลายมาตรฐาน)} &
 \end{aligned}$$

3.2.2 การหาลัมปิดทางเคมีของแร่โครไมต์

3.2.2.1 การหาน้ำหนักที่หายไปเมื่อเผาที่อุณหภูมิสูง ๆ⁽⁴⁹⁾

(weight loss on ignition)

นำเบ้าแพลทินัมพร้อมฝาปิดที่จะใช้สำหรับทดลอง ไปเผาในเตาไฟฟ้าที่ควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 550 องศาเซลเซียส แล้วค่อย ๆ เพิ่มอุณหภูมิขึ้นจนถึง 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลาครึ่งชั่วโมง แล้วลดอุณหภูมิลงให้เป็นพอสมควร นำเบ้าแพลทินัมพร้อมฝาใส่ในเตลิกเคเตอร์ กังให้เย็นก่อนนำไปชั่งน้ำหนักไว้ ชั่งสารตัวอย่างหนัก 2.0000 กรัม ใส่เบ้าแพลทินัม แล้วนำไปอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 105-110 องศาเซลเซียส กังให้เย็นในเตลิกเคเตอร์ นำไปชั่งน้ำหนักอีกครั้งหนึ่ง แล้วนำไปเผาในเตาไฟฟ้าที่ควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 550 องศาเซลเซียส ปิดฝา แล้วเพิ่มอุณหภูมิจนถึง 1000 องศาเซลเซียส แล้วเผาต่ออีกครึ่งชั่วโมง ลดอุณหภูมิให้เป็นพอสมควร แล้วนำเบ้าแพลทินัมออกมาทำให้เย็นในเตลิกเคเตอร์ แล้วชั่งน้ำหนักไว้ ก็จะหาน้ำหนักที่หายไปจากการเผานี้ได้ ผลการทดลองได้แสดงไว้ในตารางที่ 3.3

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.3 แสดงผลการหาน้ำหนักที่หายไปเมื่อเผาที่อุณหภูมิสูง ๆ (1000 องศาเซลเซียส)

การทดลอง	น้ำหนักที่ยังได้ (กรัม)				
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ครั้งที่ 4	ครั้งที่ 5
น้ำหนักแร่	2.0000	2.0000	2.0000	2.0000	2.0000
น้ำหนักหลังอบ	1.9988	1.9885	1.9883	1.9880	1.9887
น้ำหนักหลังเผา	1.9167	1.9164	1.9179	1.9164	1.9170
% น้ำหนักที่หายไป	3.62	3.63	3.54	3.60	3.61

% น้ำหนักที่หายไปของแร่โครไมต์เมื่อเผาที่ 1000 องศาเซลเซียส โดยเฉลี่ย $3.60 \pm 0.03\%$

3.3 การหาล่องค้ประกอบในแร่โครไมต์

การวิเคราะห์หาล่องค้ประกอบต่าง ๆ ในแร่โครไมต์ เป็นสิ่งจำเป็นอย่างยิ่ง เพราะจะเป็นข้อมูลที่สำคัญในการเตรียมสารประกอบโครเมียมต่อไป และจะทำให้สามารถหาวิธีการกำสัลดสารเจือปนอื่น ๆ ให้หมดไปด้วย การวิเคราะห์สิ่งจำเป็นต้องใช้เทคนิคหลาย ๆ อย่างที่เหมาะสมเพื่อหาล่องค้ประกอบที่มีปริมาณมาก ๆ ซึ่งเป็นองค์ประกอบหลัก และองค์ประกอบที่มีปริมาณน้อย ๆ ให้ได้ข้อมูลที่ถูกต้อง ดังนั้น การวิเคราะห์หาล่องค้ประกอบในแร่โครไมต์นี้ได้ใช้เทคนิค 3 อย่างด้วยกัน คือ

3.3.1 การวิเคราะห์หาล่องค้ประกอบในแร่โครไมต์ โดยใช้เทคนิคทาง X-ray fluorescence spectrometry (XRFS)

การวิเคราะห์โดยอาศัยเทคนิคทาง XRFS เป็นวิธีการหนึ่งที่ให้ผลที่ถูกต้องเหมาะสมสำหรับที่จะวิเคราะห์สารตัวอย่างที่เป็นแร่ ซึ่งสามารถทำได้สะดวกและรวดเร็ว ทั้งคุณภาพวิเคราะห์และปริมาณวิเคราะห์ โดยเฉพาะอย่างยิ่ง เทคนิคนี้สามารถหาการวิเคราะห์สารตัวอย่างได้โดยที่สารตัวอย่างจะไม่ถูกทำลายอีกด้วย

3.3.1.1 การทำคุณภาพวิเคราะห์

นำสารตัวอย่างแร่โครไมต์ที่บดละเอียด ขนาด 200 เมช หนักประมาณ 4 กรัม มาอัดให้เป็นแผ่น โดยใช้แรงอัดประมาณ 400 กิโลกรัม/ตารางเซนติ-

เมตร ให้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 4 เซนติเมตร แล้วนำไปวิเคราะห์โดยใช้เทคนิคทาง XRF จากการใช้สภาวะในการทดลอง ดังนี้

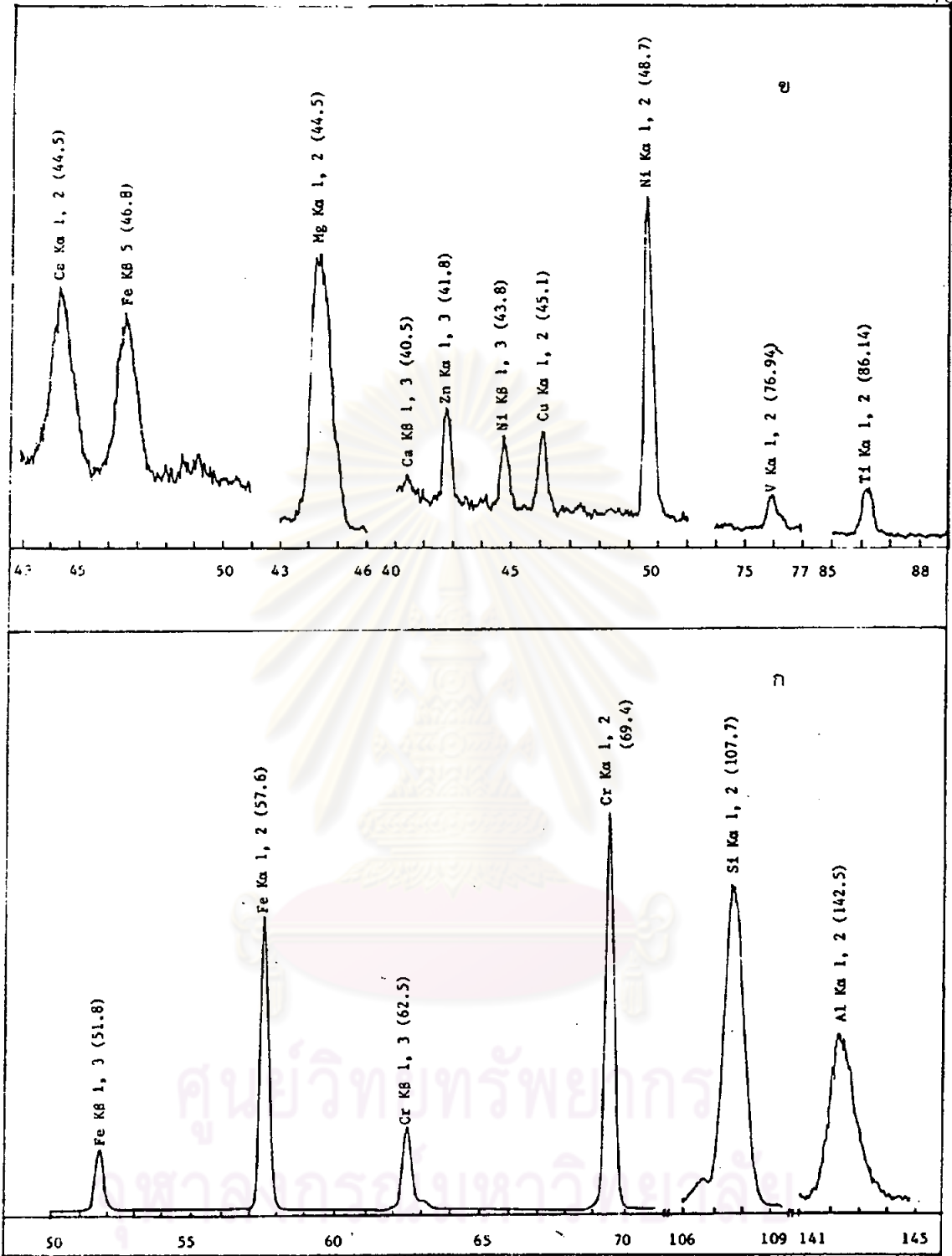
แหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์	ใช้หลอดโรเดียม (rhodium, X-ray tube)
พลังงานที่ใช้	40 กิโลวัตต์
กระแสไฟฟ้าที่ใช้	30 มิลลิแอมแปร์
analyzing crystal	EDDT* (ethylene diamine-d-tartrate) LiF 200** และ RbAP*** (rhubidium acid phthalate)
หัววัดที่ใช้	proportional* counter และ scintillation** counter

- หมายเหตุ
- * ใช้วิเคราะห์ธาตุ Ca, Si
 - ** ใช้วิเคราะห์ธาตุอื่น ๆ นอกเหนือจาก Ca Si และ Mg
 - *** ใช้วิเคราะห์ธาตุ Mg และหัววัด*

หลังจากที่ scan X-ray fluorescence ที่เกิดขึ้นตามมุมต่าง ๆ กันแล้ว จะได้ X-ray fluorescence spectra peak ที่ปรากฏใน spectra ตรงกับค่ามุม 2θ เท่าใดของธาตุ⁽⁵⁰⁾ ก็จะทราบว่าเป็นของธาตุอะไรได้ ผลการทดลองได้แสดงในรูปที่ 3.2

3.3.1.2 การทำปริมาณวิเคราะห์

การเตรียมสารมาตรฐานในการหาปริมาณของธาตุต่าง ๆ ในสารตัวอย่างโดยใช้เทคนิคนี้ จำเป็นจะต้องเตรียมสารมาตรฐานให้คล้ายคลึงกับสารตัวอย่างให้มากที่สุด ซึ่งจะทำให้การวิเคราะห์ได้ผลดีและถูกต้อง ดังนั้นจึงได้นำผลการวิเคราะห์สารตัวอย่างโดยเทคนิคทาง Atomic absorption spectrophotometry (จะได้กล่าวต่อไป) มาใช้คำนวณหาปริมาณของส่วนประกอบในการเตรียมสารมาตรฐาน ดังแสดงไว้ในตารางที่ 3.4 น้ำหนักของสารประกอบรวมกันทั้งหมดเป็นสารมาตรฐานได้ประมาณ 7 กรัม



รูปที่ 3.2 แสดง XRF spectra peak ของธาตุที่เป็นองค์ประกอบในแร่โครไมต์
 ก. ธาตุที่เป็นองค์ประกอบหลัก
 ข. ธาตุที่เป็นองค์ประกอบย่อย

ตารางที่ 3.4 แสดงปริมาณของสารประกอบที่ใช้เตรียมสารมาตรฐานเพื่อใช้หาปริมาณวิเคราะห์ของธาตุต่าง ๆ ในแร่โครไมต์ โดยใช้เทคนิค XRFs

สารประกอบ	น้ำหนัก (กรัม)	ปริมาณร้อยละ
$\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$	4.6700	66.85
Fe_2O_3	0.7150	10.24
SiO_2	0.8558	12.25
* TiO_2	0.0170	0.24
* Ca(OH)_2	0.0190	0.27
MgO	0.5800	8.30
Al_2O_3	0.0950	1.36
Zn	0.0005	0.01
CuO	0.0063	0.09
V_2O_5	0.0045	0.06
$\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	0.0224	0.33
ปริมาณรวม	6.9685	100.00

หมายเหตุ *ได้จากการทดลองโดยใช้เทคนิคทาง XRFs

สำหรับสารตัวอย่างนั้นเตรียมได้เช่นเดียวกับการวิเคราะห์ทางคุณภาพ จาก count rate ที่วัดได้ของสารมาตรฐาน และสารตัวอย่างเมื่อทำการวิเคราะห์ที่สภาวะเดียวกัน ก็สามารถคำนวณหาปริมาณของแต่ละธาตุได้ ดังแสดงไว้ในตารางที่ 3.5

ตารางที่ 3.5 แสดงผลการหาปริมาณของสารตัวอย่างแร่โครไมต์โดยเทคนิคทาง XRFS

ธาตุ	เปอร์เซ็นต์	สารประกอบ	เปอร์เซ็นต์
Cr	28.43	Cr ₂ O ₃	41.55
Fe	15.86	FeO	20.81
Si	6.90	SiO ₂	14.77
Mg	8.47	MgO	14.05
Ca	0.07	CaO	0.10
Zn	0.06	ZnO	0.07
Cu	0.03	CuO	0.03
Ni	0.13	NiO	0.16
V	0.02	V ₂ O ₅	0.04
Ti	0.07	TiO ₂	0.11

3.3.2 การวิเคราะห์หาองค์ประกอบในแร่โครไมต์โดยใช้เทคนิคทาง Atomic absorption spectrophotometry (AAS)

ในการวิเคราะห์หาองค์ประกอบโดยใช้เทคนิคทาง AAS จะต้องทำให้สารตัวอย่างอยู่ในรูปของสารละลายให้หมดเสียก่อน ซึ่งในบางครั้งสารตัวอย่างบางชนิดทำได้ค่อนข้างยาก สำหรับขั้นตอนการทดลอง มีดังนี้

3.3.2.1 ศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมสารละลายตัวอย่างจากแร่โครไมต์ โดยวิธีการหลอมกับฟลักซ์ (flux)

การเตรียมสารละลายตัวอย่างของแร่โครไมต์ โดยใช้วิธีการหลอมกับฟลักซ์ คือ ไดโซเดียมเตตราโบเรต (Na₂B₄O₇·10H₂O) หรือบอแรกซ์ โดยชั่งสารตัวอย่างที่บดละเอียด และอบไล่ความชื้นแล้วขนาด -200 เมช จำนวน 0.1000 กรัม ผสมกับบอแรกซ์ 1.000 กรัม ให้เข้ากัน ใส่ในแก้วแพลทินัม นำไปเผาบนตะเกียงเพื่อให้บอแรกซ์หลอมก่อนจึงนำไปเข้าเตาเผาที่ควบคุมอุณหภูมิไว้ที่อุณหภูมิต่าง ๆ กัน โดยทำการทดลองเป็น 2 กลุ่ม คือ กลุ่มหนึ่งใช้วิธีการหลอมครั้งเดียว อีกกลุ่มหนึ่งใช้หลอม 2 ครั้ง

เพื่อดูความสมบูรณ์ของการหลอมละลาย แต่ละกลุ่มใช้เวลาในการหลอม 1 และ 2 ชั่วโมงครึ่ง ตามลำดับ ดังแสดงไว้ในตารางที่ 3.6 แล้วทิ้งเบ้าแพลทินัมให้เป็นลง นำไปละลายในปิกเกอร์ขนาด 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ซึ่งบรรจุน้ำกลั่นประมาณ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมกรดไนตริกเจือจาง จำนวน 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วนำปิกเกอร์วางบนเตาไฟฟ้า ใช้แท่งแก้วคนจนกระทั่งไม่มีสารติดอยู่ที่เบ้าแพลทินัม ผลการทดลองได้แสดงไว้ในตารางที่ 3.6

ตารางที่ 3.6 แสดงผลของการหลอมแร่โครไมต์กับบอแรกซ์ที่อุณหภูมิ และเวลาต่าง ๆ กัน โดยหลอมเพียงครั้งเดียว

อุณหภูมิที่ใช้หลอม (องศาเซลเซียส)	เวลาที่ใช้หลอม (ชั่วโมง)		ผลการทดลอง
	กลุ่มที่ 1	กลุ่มที่ 2	
800	1	2½	ปฏิกิริยาเกิดไม่สมบูรณ์*
900	1	2½	ปฏิกิริยาเกิดไม่สมบูรณ์
1000	1	2½	ปฏิกิริยาเกิดไม่สมบูรณ์
1100	1	2½	ปฏิกิริยาเกิดไม่สมบูรณ์
1150	1	2½	ปฏิกิริยาเกิดไม่สมบูรณ์

หมายเหตุ *ยังคงมีสารตัวอย่างที่เหลือจากการหลอมอยู่เป็นจำนวนมาก

สำหรับกลุ่มที่สองนั้น ใช้วิธีการหลอม 2 ครั้ง โดยนำตะกอนที่เหลือจากการทำครั้งแรกมาทำการทดลองใหม่อีกครั้ง เช่นเดียวกับที่ได้กล่าวมาแล้วข้างต้น โดยเมื่อละลายสารที่หลอมออกจากเบ้าแพลทินัมแล้วกรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42 ล้างตะกอนด้วยน้ำร้อน แล้วเก็บสิ่งกรองไว้ ส่วนตะกอนและกระดาษกรองนำไปอบให้แห้ง แล้วนำไปเผาในเบ้าแพลทินัมบนตะเกียง จนเหลือแต่ตะกอน ชั่งบอแรกซ์อีก 1,000 กรัม ผสมให้เข้ากัน แล้วนำไปเผาในเตาเผาไฟฟ้าที่ควบคุมอุณหภูมิไว้ที่อุณหภูมิ และเวลาต่าง ๆ กัน อีกครั้งหนึ่ง ดังแสดงไว้ในตารางที่ 3.7 แล้วทิ้งเบ้าแพลทินัมให้เป็นนำไปละลายด้วยกรดไนตริกเจือจาง แล้วกรองสารละลายที่ได้ ล้างกระดาษกรองด้วยน้ำร้อน สารละลายที่กรองได้นำไปรวมกับสารละลายที่เก็บไว้ครั้งแรก ปรับปริมาตรใน

ขวดมาตรฐาน 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรด้วยน้ำกลั่นจนครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร
ผลการทดลองได้แสดงไว้ในตารางที่ 3.7 สำหรับละลายที่ได้เก็บไว้สำหรับทดลองต่อไป

ตารางที่ 3.7 แสดงผลของการหลอมแร่โครไมต์กับบอแรกซ์ที่อุณหภูมิและเวลาต่าง ๆ กัน โดยการ
หลอม 2 ครั้ง

อุณหภูมิที่ใช้หลอม (องศาเซลเซียส)	เวลาที่ใช้หลอม (ชั่วโมง)		ผลการทดลอง*	
	กลุ่มที่ 1	กลุ่มที่ 2	กลุ่มที่ 1	กลุ่มที่ 2
800	1	2½	x	x
900	1	2½	x	x
1000	1	2½	x	x
1100	1	2½	x	✓
1150	1	2½	x	✓

หมายเหตุ * เครื่องหมาย x แสดงปฏิกิริยาไม่สมบูรณ์
✓ แสดงปฏิกิริยาสมบูรณ์ ไม่เหลือสารตัวอย่างหลังจากการหลอมเลย

ในการวิเคราะห์เพื่อหาธาตุที่เป็นองค์ประกอบต่าง ๆ ของแร่โครไมต์
โดยใช้เทคนิคทาง AAS นั้น จำเป็นต้องเลือก hollow cathode lamp ปริมาณกระแส
ไฟฟ้า ชนิดของเปลวไฟ (flame) ความกว้างของ slit และความยาวคลื่นที่จะวัดให้
เหมาะสม ดังแสดงไว้ในตารางที่ 3.8

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.8 แสดงค่าต่าง ๆ ที่จะต้องเลือกใช้ให้ถูกต้องในการวิเคราะห์หาปริมาณของธาตุ โดยใช้เทคนิคทาง AAS

ธาตุ	กระแสไฟฟ้า (mA)	ชนิดของเปลวไฟ*	ความกว้างของ slit o A	ความยาวคลื่น (nm)
Al	7	N-A	5	309.3
Ca	5	A-A	5	422.7
Cr	5	N-A	3	357.9
Cu	3	A-A	3	324.8
Fe	7	A-A	2	248.3
Mg	4	A-A	6	285.2
Mn	8	A-A	2	279.5
Ni	8	A-A	2	232.0
Si	10	N-A	5	251.6
Zn	3	A-A	5	213.9

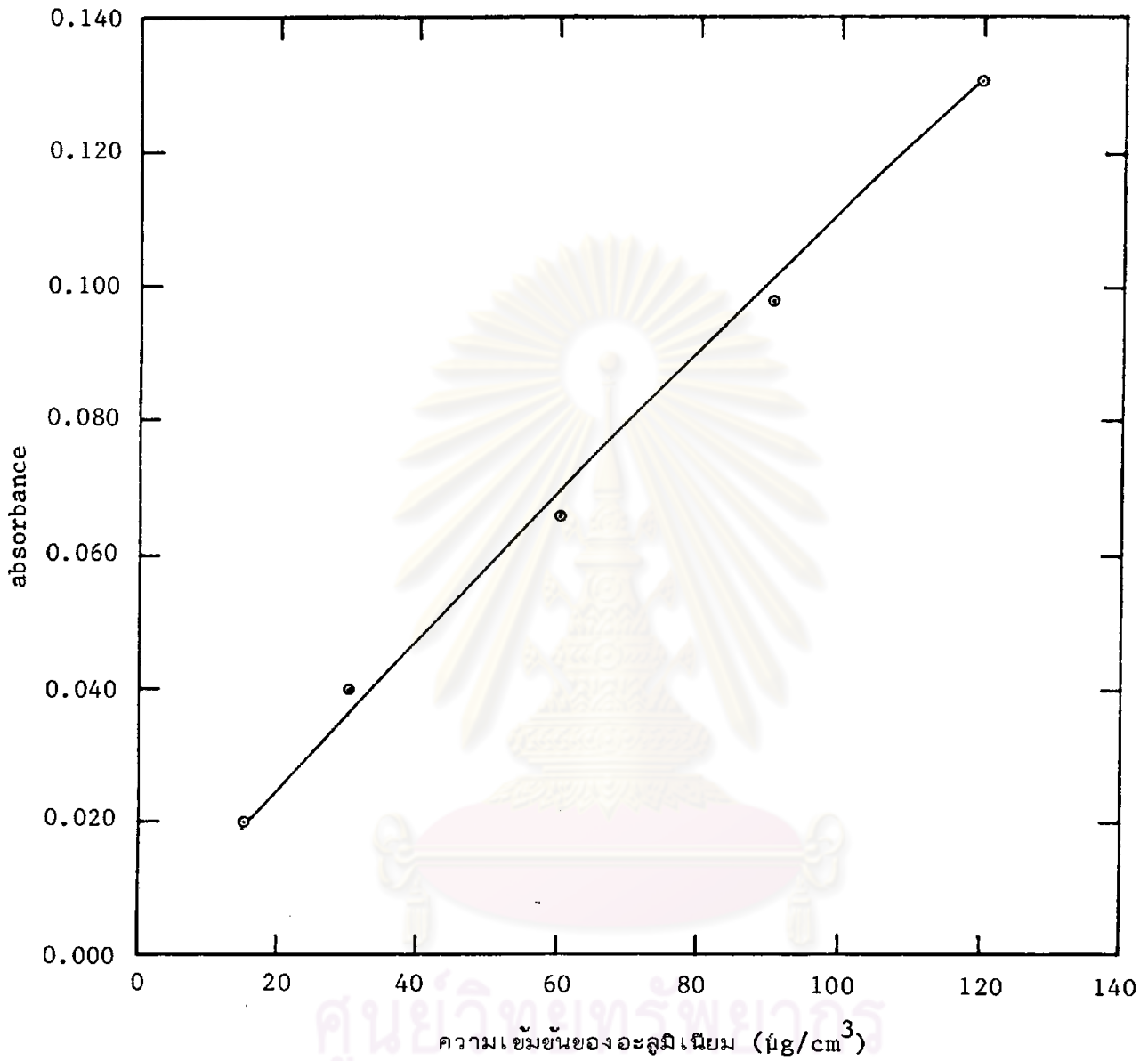
หมายเหตุ * A-A = air-Acetylene
N-A = nitrous oxide-acetylene

3.3.2.2 การทำกราฟมาตรฐานเพื่อวิเคราะห์หาปริมาณธาตุต่าง ๆ

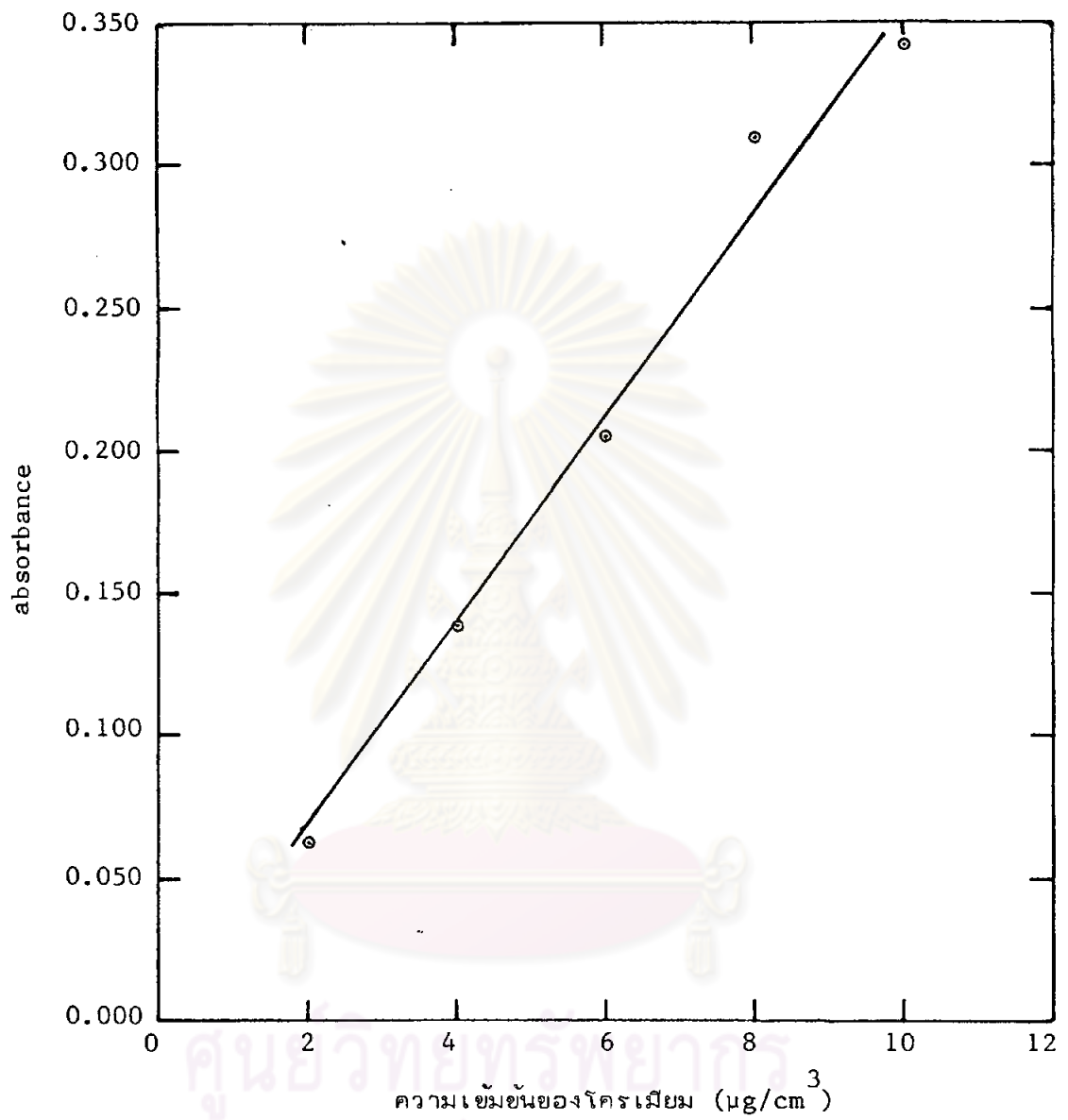
ในการทำกราฟมาตรฐานเพื่อวิเคราะห์หาปริมาณธาตุต่าง ๆ

ในสารละลายตัวอย่างแร่โครโมต์ที่เตรียมไว้ ใช้สารละลายมาตรฐานซึ่งมีความเข้มข้น 1 มิลลิกรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร ของธาตุต่าง ๆ ที่ต้องการหาปริมาณ มาทำให้เป็นสารละลายที่มีความเข้มข้นตามต้องการต่าง ๆ กัน แล้วนำไปวัดค่า absorbance ด้วยเครื่อง Atomic absorption spectrometer ผลการทดลองหาความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้มข้น กับค่า absorbance โดยใช้ least square method ในการเขียนกราฟ ดังแสดงในรูปที่ 3.3-3.11

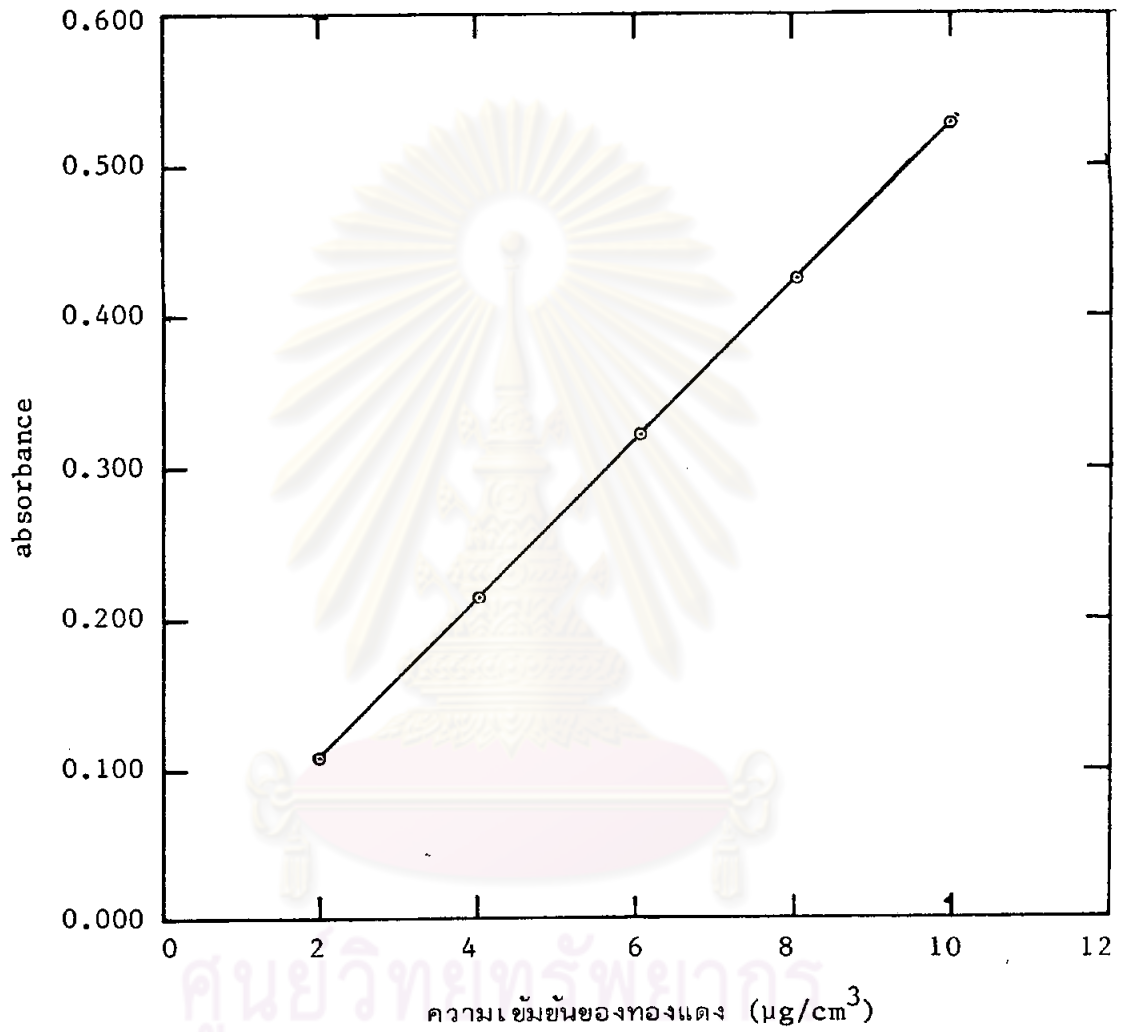
สารละลายตัวอย่างของแร่โครโมต์เมื่อนำไปวิเคราะห์หาปริมาณของธาตุต่าง ๆ เช่นเดียวกับสารละลายมาตรฐาน ผลการทดลองได้แสดงไว้ในตารางที่ 3.9-3.10



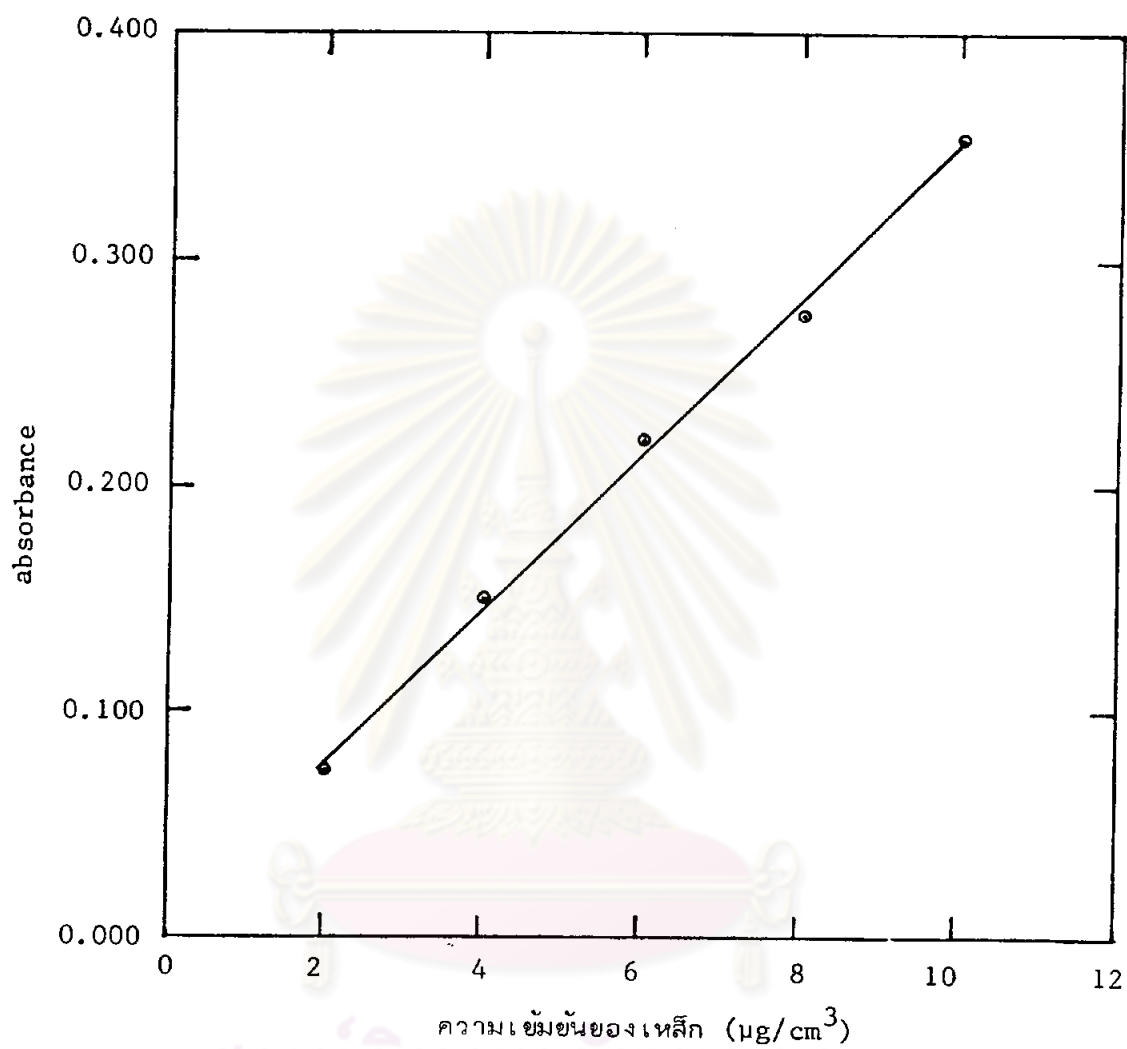
รูปที่ 3.3 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า absorbance กับค่าความเข้มข้นของอะลูมิเนียม



รูปที่ 3.4 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า absorbance กับค่าความเข้มข้นของโครเมียม

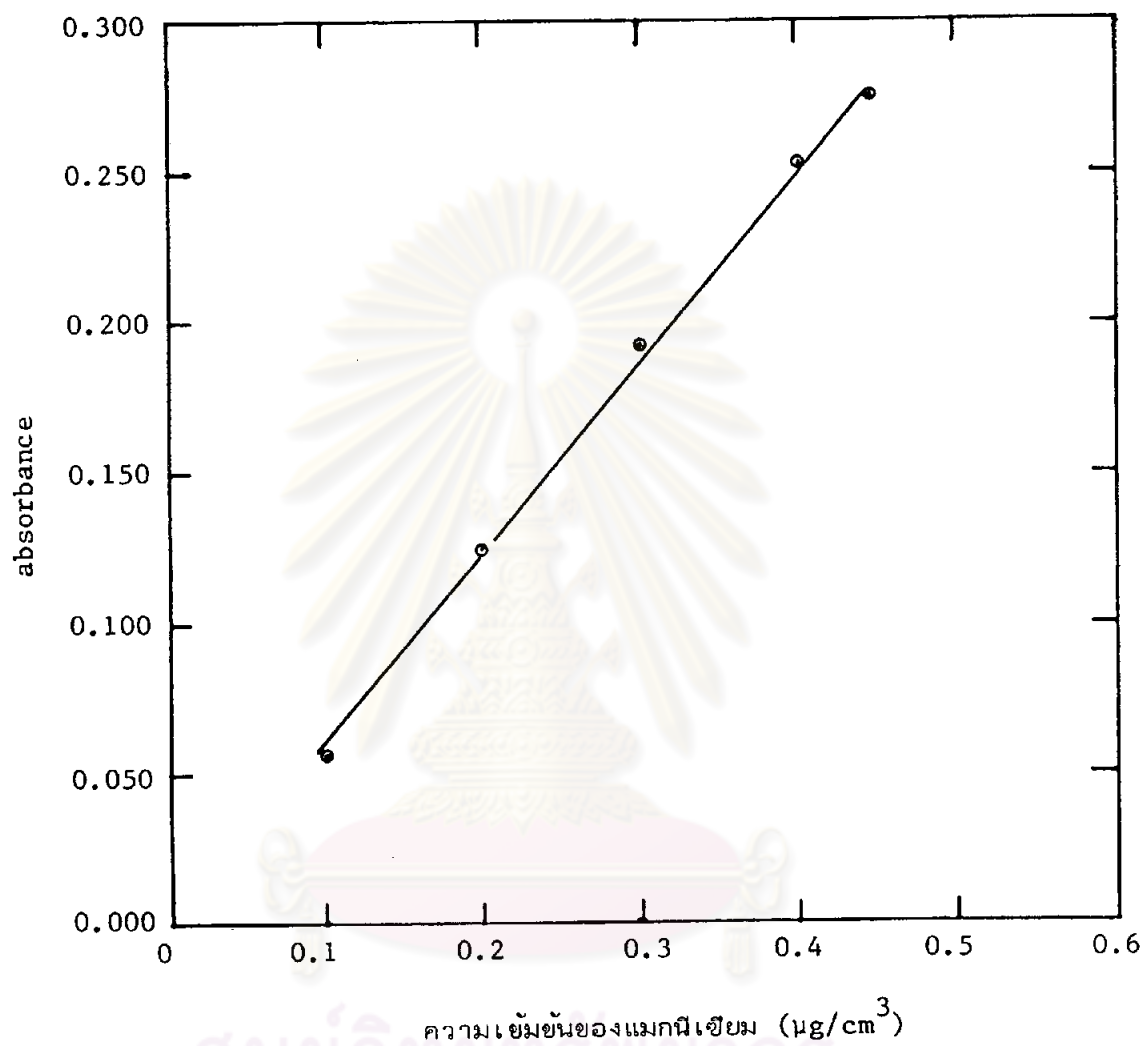


รูปที่ 3.5 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า absorbance กับค่าความเข้มข้นของทองแดง

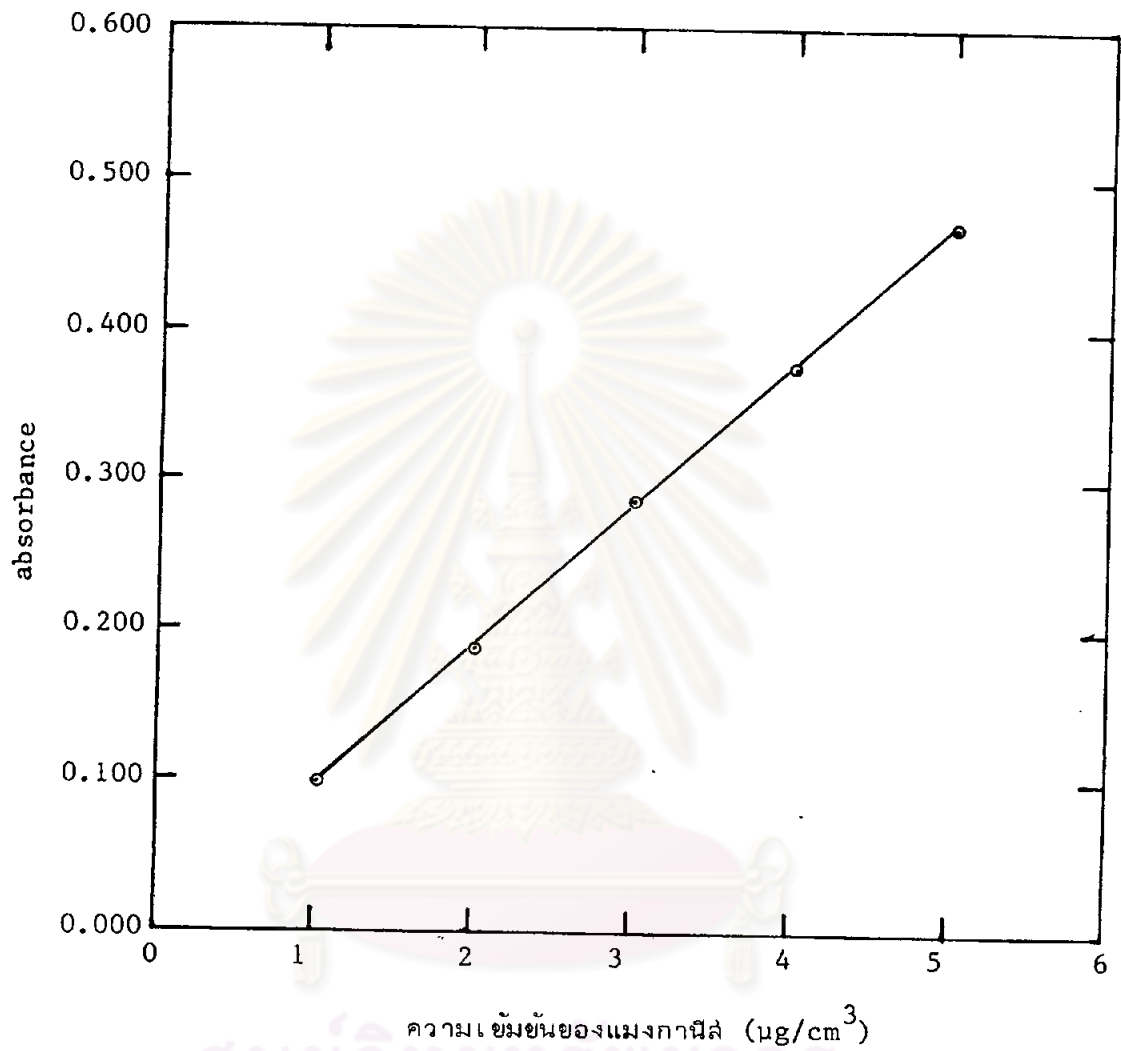


รูปที่ 3.6 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า absorbance กับค่าความเข้มข้นของเหล็ก

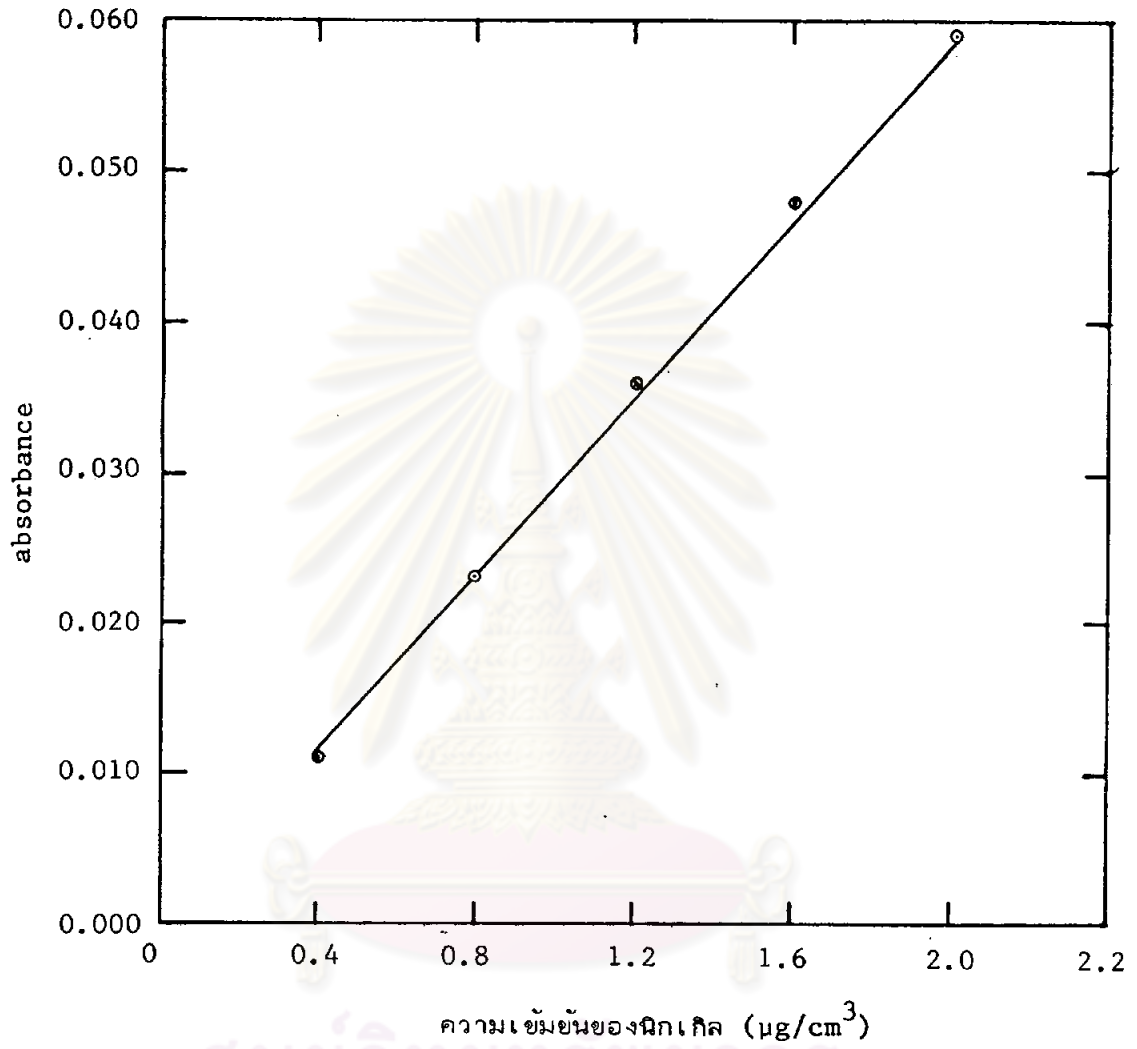
ศูนย์วิทยุโทรพยากรณ์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.7 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า absorbance กับค่าความเข้มข้นของแมกนีเซียม

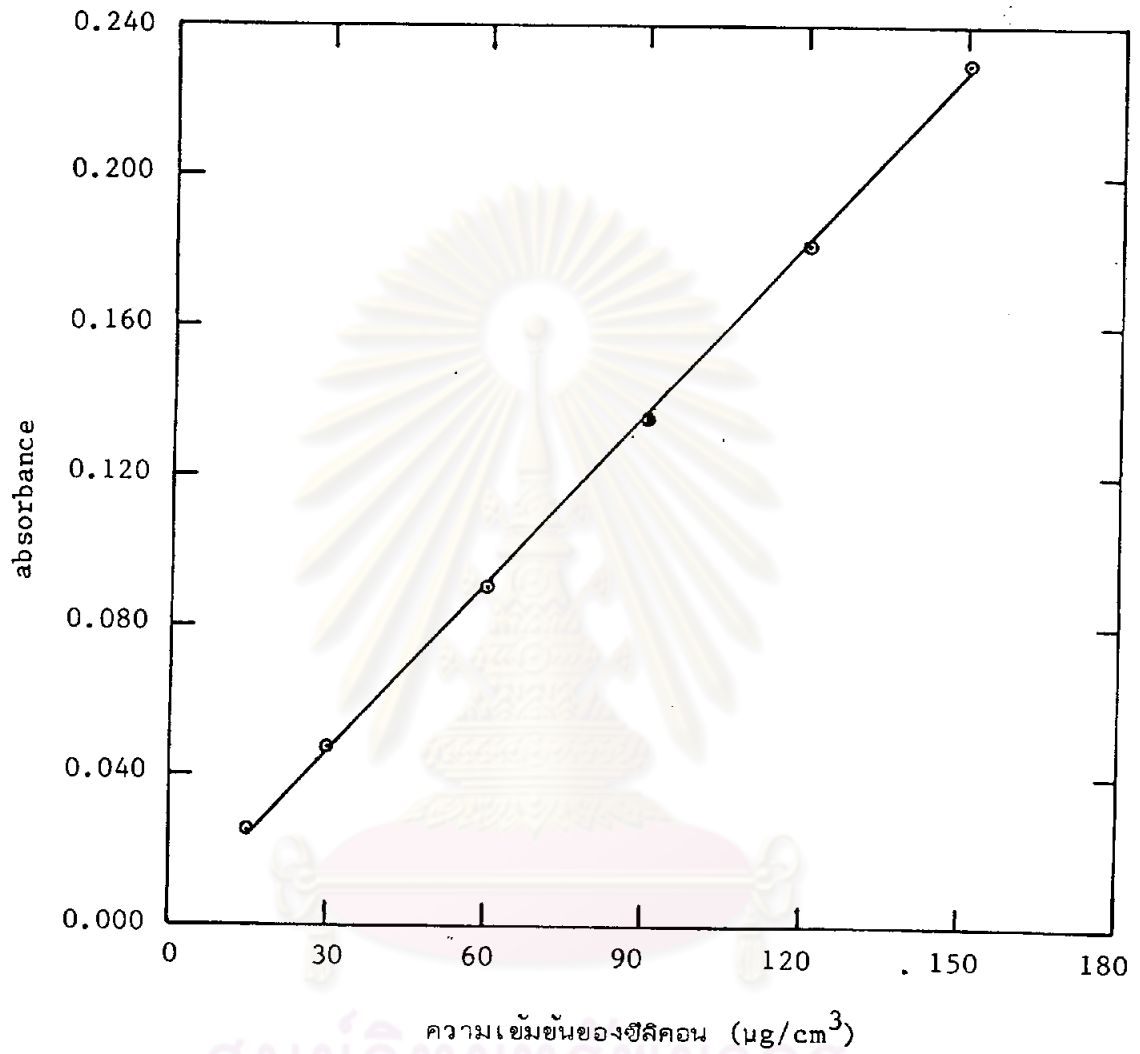


รูปที่ 3.8 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า absorbance กับค่าความเข้มข้นของแมงกานีส



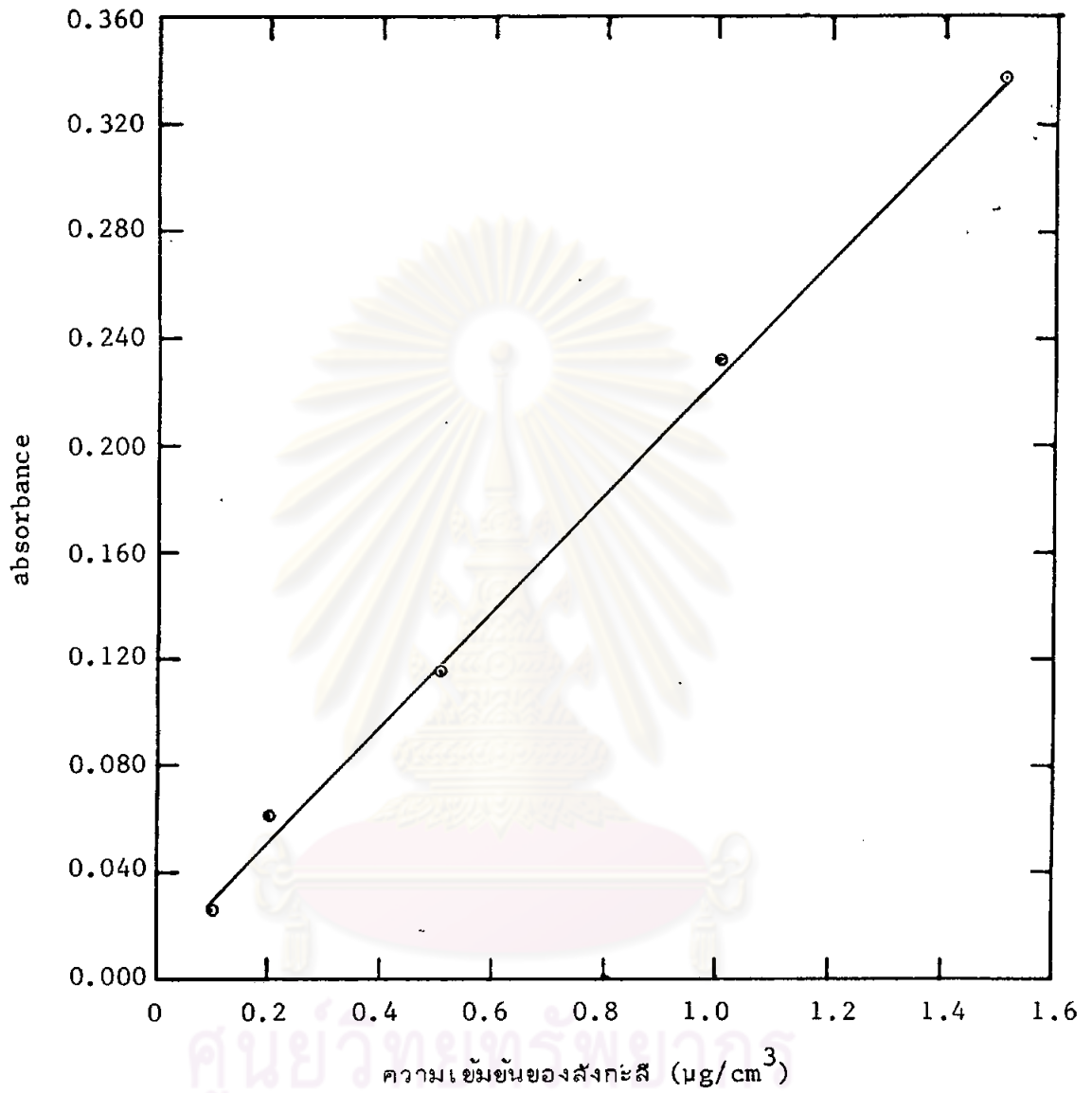
รูปที่ 3.9 ความสัมพันธ์ระหว่างค่า absorbance กับค่าความเข้มข้นของนิกเกิล

ศูนย์วิทยุทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.10 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า absorbance กับค่าความเข้มข้นของซิลิคอน

ศูนย์วิทยุทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.11 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า absorbance กับค่าความเข้มข้นของสังกะสี

ตารางที่ 3.9 แสดงผลการวิเคราะห์หาค่าองค์ประกอบของธาตุต่าง ๆ ในสารละลายตัวอย่างด้วยเทคนิคทาง AAS

ธาตุ	ปริมาณธาตุเป็น % โดยน้ำหนัก*									%เฉลี่ย
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ครั้งที่ 4	ครั้งที่ 5	ครั้งที่ 6	ครั้งที่ 7	ครั้งที่ 8	ครั้งที่ 9	
Al	3.55	3.45	3.66	3.66	3.66	3.66	3.76	3.55	3.55	3.61 ± 0.09
Cr	28.87	28.72	28.72	29.00	28.00	28.72	29.12	29.00	29.12	29.92 ± 0.16
Cu	0.06	0.08	0.07	0.06	0.08	0.04	0.12	0.08	0.04	0.07 ± 0.02
Fe	12.23	11.97	12.26	12.26	12.26	11.97	11.54	11.31	12.11	11.99 ± 0.33
Mg	9.94	9.79	9.71	9.79	10.02	9.63	9.94	9.86	9.71	9.82 ± 0.12
Mn	0.15	0.15	0.16	0.16	0.16	0.16	0.16	0.16	0.16	0.16 ± 0.00
Ni	0.15	0.15	0.15	0.14	0.14	0.14	0.14	0.14	0.15	0.14 ± 0.01
Si	8.21	8.14	8.14	8.21	8.27	8.14	8.14	8.14	8.21	8.18 ± 0.05
Zn	0.34	0.45	0.36	0.42	0.39	0.38	0.37	0.43	0.44	0.40 ± 0.04

หมายเหตุ * % โดยน้ำหนักได้จากการใช้ least square method ในการเขียนกราฟมาตรฐาน แล้วเทียบค่าการดูดกลืนแสงกับค่าความเข้มข้น



ตารางที่ 3.10 แสดงผลการวิเคราะห์องค์ประกอบในรูปของออกไซด์ของธาตุต่าง ๆ ในสารละลายตัวอย่าง

สารประกอบ	ปริมาณคิดเป็น % โดยน้ำหนัก
Al_2O_3	6.82 ± 0.16
Cr_2O_3	42.27 ± 0.23
CuO	0.09 ± 0.03
FeO	15.43 ± 0.42
MgO	16.28 ± 0.20
MnO	0.20 ± 0.00
NiO	0.19 ± 0.01
SiO_2	17.51 ± 0.10
ZnO	0.49 ± 0.05

3.3.3 การวิเคราะห์หาองค์ประกอบในแร่โครไมต์ตามวิธีมาตรฐานเชิง classical method ตาม ANSI/ASTM C572-70

ในการวิเคราะห์นี้ ได้ทำตามวิธีมาตรฐานของ ASTM⁽⁴⁵⁾ ผลของการวิเคราะห์ได้แสดงไว้ในตารางที่ 3.11

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.11 แสดงผลการวิเคราะห์หาองค์ประกอบในแร่โครไมต์ตามวิธี ASTM

สารประกอบ	ปริมาณคิดเป็น % โดยน้ำหนัก
Al_2O_3	8.69
CaO	0.29
Cr_2O_3	39.77
Fe_2O_3	20.07
MgO	16.62
MnO	0.31
SiO_2	13.22

3.4 ศึกษาหาวิธีสกัดโครเมียมจากแร่โครไมต์

3.4.1 การเตรียมสารตัวอย่างให้มีขนาดต่าง ๆ กัน

นำแร่โครไมต์มาบดให้มีขนาดเล็กลงด้วยเครื่องบดหยาบ ลูบตัวอย่างมาบดให้ละเอียดอีกครั้งหนึ่ง แล้วนำมาร่อนผ่านตะแกรงร่อน (sieve) ขนาด 40, 60, 80, 100, 120, 140, 170 และ 200 เมช เพื่อแยกขนาด เก็บสารตัวอย่างไว้เพื่อการทดลองต่อไป

3.4.2 ศึกษาวิธีการสกัดโครเมียมจากแร่โครไมต์ด้วยกรด

การศึกษากการสกัดแร่โครไมต์ด้วยกรดซัลฟูริก เพราะเป็นกรดหาง่าย ราคาถูก ในการสกัดนี้จึงต้องศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสม เพื่อให้การสกัดโครเมียมออกมาได้เปอร์เซ็นต์สูง โดยทำการเปลี่ยนตัวแปร (vary parameter) ต่าง ๆ คือ เวลา ปริมาณกรดซัลฟูริก อุณหภูมิ ปริมาณของออกซิแดนท์ เวลาและอุณหภูมิที่ใช้บดแร่ ขนาดเม็ดของแร่ เพื่อสรุปหาสภาวะที่เหมาะสมของขบวนการนี้

3.4.2.1 การหาเวลาที่เหมาะสมในการสกัดโครเมียมให้มากที่สุดจากแร่โครไมต์ด้วยกรดซัลฟูริก เมื่อไม่มีออกซิแดนท์ (oxidant)

ชั่งแร่โครไมต์บดละเอียดขนาด -200 เมช ที่ได้เตรียมไว้แล้วใน

ข้อ 3.4.1 มา 5.0000 กรัม ใส่ในขามกระเบื้องขนาด 150 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมกรดซัลฟูริกเข้มข้นลงไป 15 ลูกบาศก์เซนติเมตร นำไปอบในเตาเผาที่ควบคุมอุณหภูมิไว้ที่

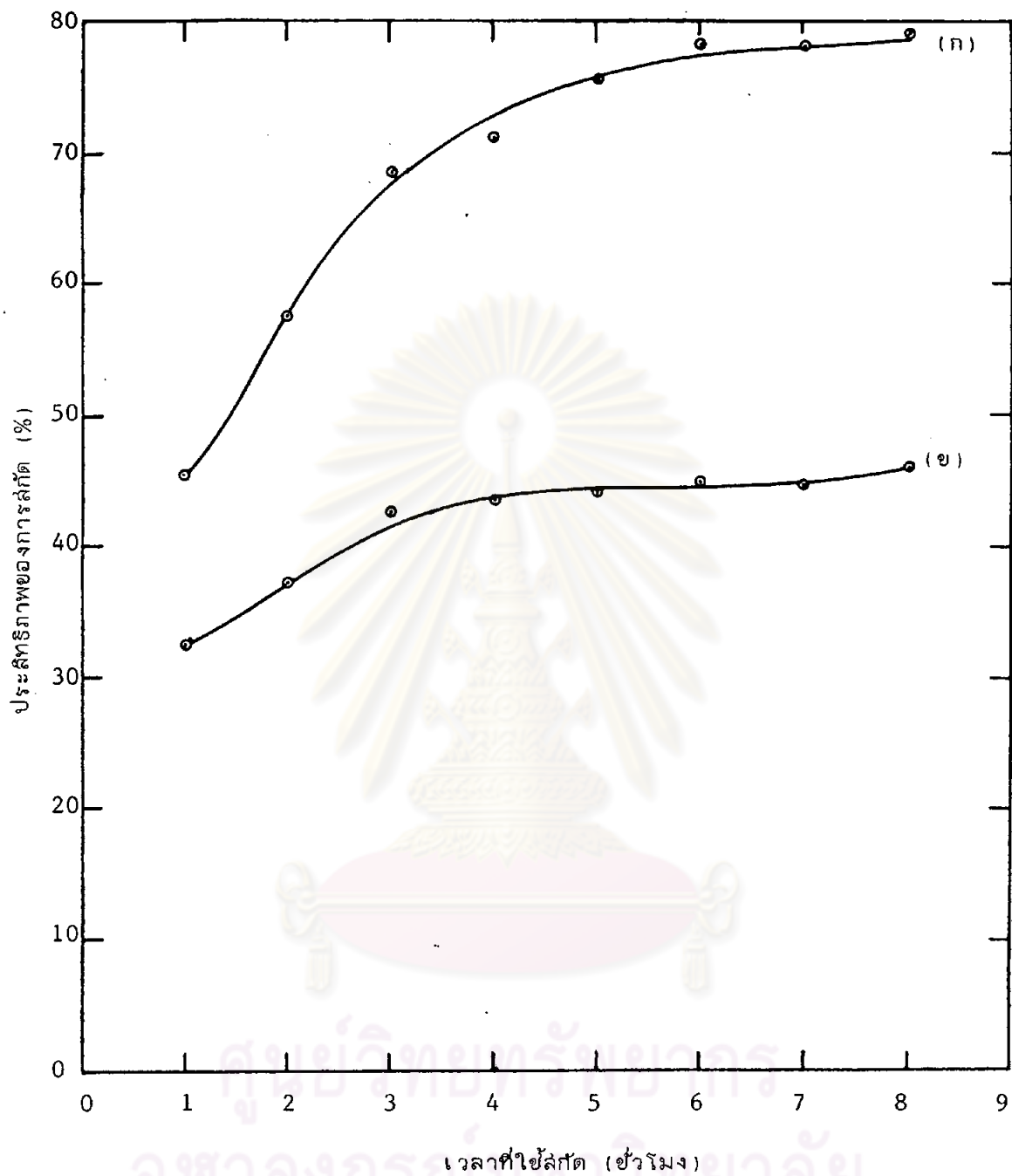
350 องค์กรเซลเซียส นาน 10 นาที กิ่งให้เป็น ถ่ายสารตัวอย่างลงในขวดรูปชมพู่ ขนาด 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำกลั่นให้มีปริมาตร 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร นำไปต้มในอ่างน้ำมันที่ควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 100 องศาเซลเซียส โดยมีเครื่องกวนทำด้วย แก้วกวนอยู่ตลอดเวลา เป็นเวลา 1 ชั่วโมง หลังจากนั้นให้เป็นแล้วนำไปกรองภายใต้ ความดันต่ำ ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น สารละลายที่ได้นำไปปรับปริมาตรให้เป็น 1000 ลูกบาศก์เซนติเมตร ในขวดมาตรฐาน (volumetric flask) ด้วยน้ำกลั่น แล้วนำไป วิเคราะห์หาปริมาณโครเมียมที่สกัดออกมาได้ด้วยเทคนิคทาง ICPS

ในทำนองเดียวกัน ได้ทำการทดลองเช่นเดียวกับข้างต้น แต่ใช้ เวลาสกัดเพิ่มเป็น 2, 3, 4, 5, 6, 7 และ 8 ชั่วโมง ตามลำดับ แต่ละตัวอย่างที่ สกัดได้นำไปวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียมตามวิธีข้างต้น (ICPS) ผลการทดลองได้ แสดงไว้ในตารางที่ 3.12 และรูปที่ 3.12

ตารางที่ 3.12 แสดงผลการหาเวลาที่เหมาะสมต่อการสกัดแร่โครไมต์ด้วยกรดซัลฟูริกเมื่อมีออกซิ- แตนท์ และไม่มีออกซิแตนท์

เวลาที่สกัด ชั่วโมง	ประสิทธิภาพของการสกัด (%)	
	เมื่อมีออกซิแตนท์	เมื่อไม่มีออกซิแตนท์
1	43.41	32.44
2	57.56	37.09
3	68.63	42.56
4	71.15	43.61
5	75.70	43.95
6	78.41	44.82
7	78.04	44.74
8	78.95	46.05

จะเห็นได้ว่าการสกัดโครเมียมออกจากแร่โครไมต์ จะให้ผลดีต่อเมื่อมีออกซิแตนท์ และ จากสภาวะที่ใช้ทดลองจะต้องใช้เวลาสกัดถึงประมาณ 6 ชั่วโมง



รูปที่ 3.12 แสดงผลการหาเวลาที่เหมาะสมต่อการสั้กัดแร่โครไมต์ด้วยกรดซัลฟูริกในช่วงเวลาต่าง ๆ กัน

- ก. เมื่อมีออกซิเดนต์ (MnO_2)
- ข. เมื่อไม่มีออกซิเดนต์ (MnO_2)

3.4.2.2 การหาเวลาที่เหมาะสมในการสกัดโครเมียมให้มากที่สุดจากแร่โครไมต์ ด้วยกรดซัลฟูริกเมื่อมีออกซิแดนท์

ชั่งแร่โครไมต์บดละเอียดขนาด -200 เมช ที่เตรียมไว้ในข้อ

3.4.1 มา 5.0000 กรัม ใส่ในขามกระเบื้องขนาด 150 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมแมงกานีสไดออกไซด์ 5.0000 กรัม ผสมให้เข้ากัน เติมกรดซัลฟูริกเข้มข้น 15 ลูกบาศก์เซนติเมตร นำไปอบในเตาเผาที่ควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 350 องศาเซลเซียส ทั้งไว้ให้เป็น แล้วถ่ายสารตัวอย่างลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำกลั่นให้มีปริมาตร 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วทำการทดลองเช่นเดียวกับการทดลองที่ 3.4.2.1 สารละลายที่สกัดได้นำไปวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียมที่สกัดออกมาได้ด้วยเทคนิคทาง ICPS ผลการทดลองได้แสดงไว้ในตารางที่ 3.12 และรูปที่ 3.12

3.4.2.3 การหาปริมาณกรดซัลฟูริกที่เหมาะสมในการสกัดโครเมียมจากแร่โครไมต์

ชั่งแร่โครไมต์ที่บดละเอียดขนาด -200 เมช ที่เตรียมไว้ในข้อ

3.4.1 มา 5.0000 กรัม ใส่ในขามกระเบื้องขนาด 150 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมแมงกานีสไดออกไซด์ 5.0000 กรัม ผสมให้เข้ากัน จำนวน 10 ตัวอย่าง แล้วเติมกรดซัลฟูริกเข้มข้น จำนวน 3, 6, 9, 12, 18, 21, 24, 30, 35 และ 45 ลูกบาศก์เซนติเมตร ตามลำดับ แล้วทำการทดลองเช่นเดียวกับการทดลองที่ 3.4.2.2 โดยใช้เวลาในการสกัด 6 ชั่วโมง สารละลายของแต่ละตัวอย่างที่สกัดได้นำไปวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียมที่สกัดออกมาได้ด้วยเทคนิคทาง ICPS ผลการทดลองได้แสดงไว้ในตารางที่ 3.13 และรูปที่ 3.13

ศูนย์วิทยาศาสตร์การแพทย์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

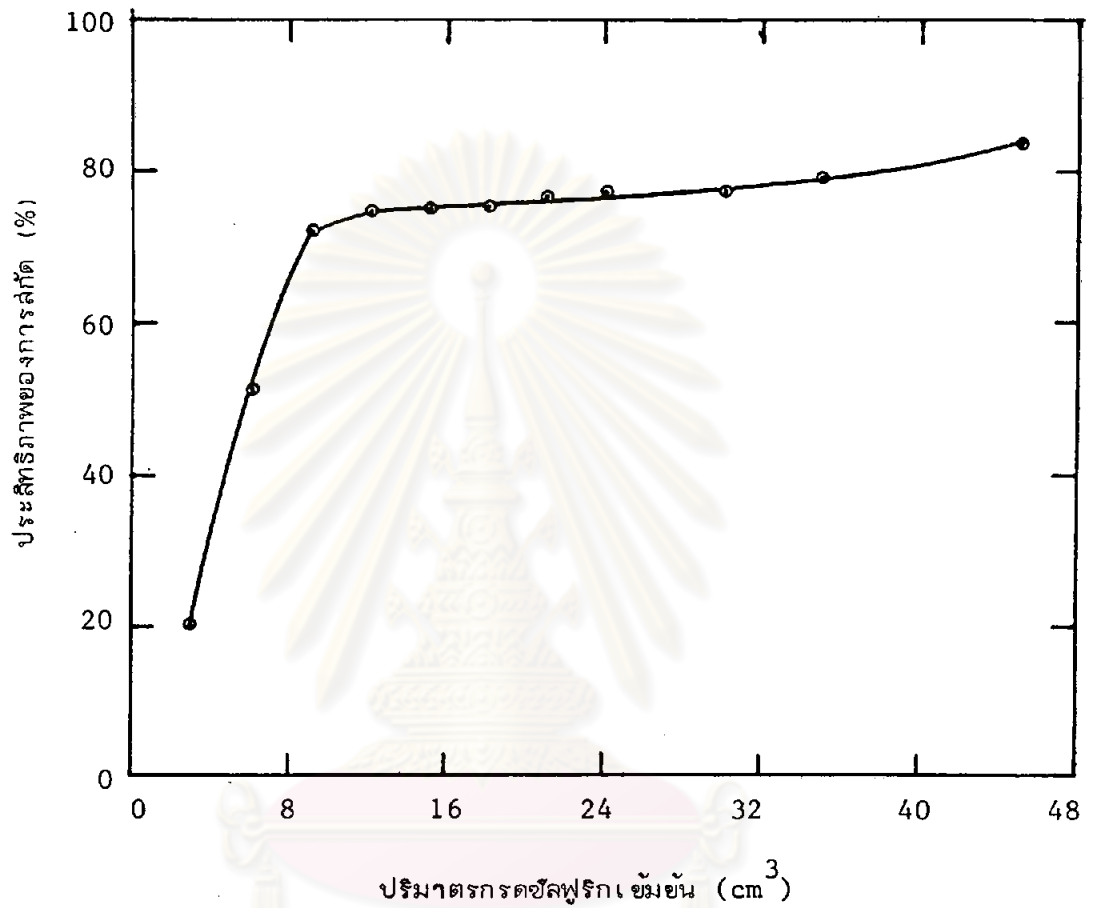
ตารางที่ 3.13 แสดงผลการหาปริมาณกรดซัลฟูริกที่เหมาะสมต่อการสกัดแร่โครไมต์

ปริมาณกรดซัลฟูริกที่ใช้สกัด (ลูกบาศก์เซนติเมตร)	ประสิทธิภาพของการสกัด (%)
3	20.72
6	52.79
9	72.35
12	74.67
18	75.20
21	76.76
24	77.02
30	77.21
35	78.98
45	83.60

จากข้อมูลในตารางที่ 3.13 และรูปที่ 3.13 ปริมาณกรดซัลฟูริกที่เหมาะสมในการสกัดโครเมียมออกจากแร่โครไมต์นั้นควรเป็น 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ต่อแร่โครไมต์ 5.0000 กรัม

3.4.2.4 การหาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการสกัดโครเมียมจากแร่โครไมต์ด้วยกรดซัลฟูริก

ขังแร่โครไมต์ที่บดละเอียดขนาด -200 เมช ที่เตรียมไว้ในข้อ 3.4.1 มา 5.0000 กรัม ใส่ขำกระบะเบ็องขนาด 150 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมแมงกานีสไดออกไซด์ 5.0000 กรัม ผสมให้เข้ากัน เติมกรดซัลฟูริกเข้มข้น 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ได้เตรียมตัวอย่างทั้งหมด 5 ตัวอย่าง แล้วทำการทดลองเช่นเดียวกับการทดลองที่ 3.4.2.2 โดยสกัดที่อุณหภูมิ 45, 60, 80, 100 และ 112 องศาเซลเซียส ตามลำดับ เป็นเวลา 6 ชั่วโมง สารละลายแต่ละตัวอย่างที่สกัดได้ นำไปวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียมที่สกัดออกมาได้ด้วยเทคนิคทาง ICPS ผลการทดลองได้แสดงไว้ในตารางที่ 3.14 และรูปที่ 3.14



รูปที่ 3.13 แสดงผลการหาปริมาณกรดซัลฟริกที่เหมาะสมต่อการใส่แร่โครไมต์

ศูนย์วิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.14 แสดงการหาอุณหภูมิที่เหมาะสมต่อการสกัดแร่โครไมต์ด้วยกรดซัลฟูริก

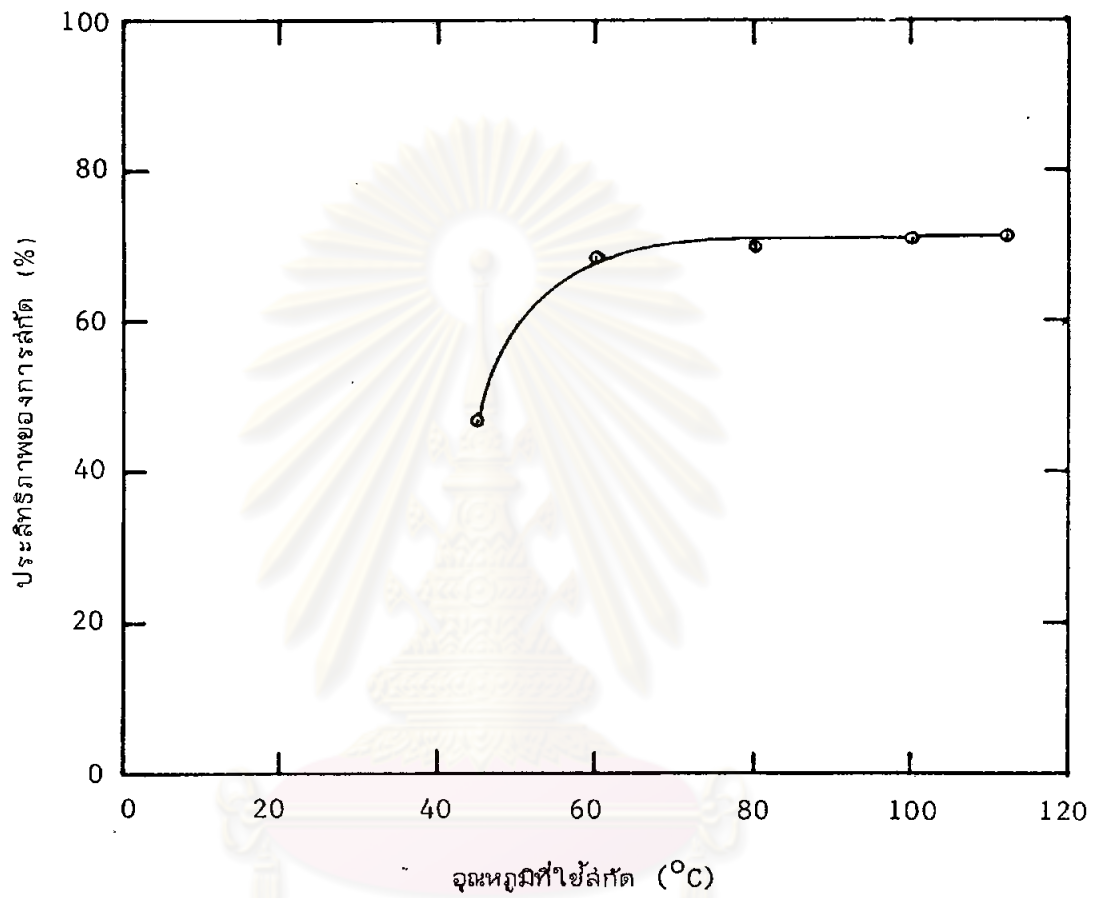
อุณหภูมิที่ใช้สกัด (องศาเซลเซียส)	ประสิทธิภาพของการสกัด (%)
45	46.76
60	68.17
80	69.82
100	70.55
112	71.09

อุณหภูมิที่เหมาะสมที่ใช้ในการสกัดโครเมียมออกจากแร่โครไมต์ด้วยกรดซัลฟูริกนั้น ควรเป็นอุณหภูมิประมาณ 80 องศาเซลเซียส

3.4.2.5 การหาปริมาณออกซิแดนซ์ที่เหมาะสมในการสกัดแร่โครไมต์ด้วยกรดซัลฟูริก

ซึ่งแร่โครไมต์ที่บดละเอียด ขนาด -200 เมช ที่ได้เตรียมไว้ในข้อ

3.4.1 มา 5.0000 กรัม ใส่ขำกระเบื้องขนาด 150 ลูกบาศก์เซนติเมตร จำนวน 7 ตัวอย่าง เติมแมงกานีสไดออกไซด์ลงไป 2.0000, 3.0000, 4.0000, 6.0000, 8.0000, 10.0000 และ 12.0000 กรัม ตามลำดับ ผลัมให้เข้ากัน เติมกรดซัลฟูริกเข้มข้น 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วทำการทดลองเช่นเดียวกับการทดลองที่ 3.4.2.2 โดยสกัดที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง สารละลายของแต่ละตัวอย่างที่สกัดได้นำไปวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียมที่สกัดออกมาได้ด้วยเทคนิคทาง ICPS ผลการทดลองได้แสดงไว้ในตารางที่ 3.15 และรูปที่ 3.15



รูปที่ 3.14 แสดงการหาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการสกัดแร่โครไมต์ด้วยกรดซัลฟูริก

ศูนย์วิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.15 แสดงการหาปริมาณออกซิเจนที่เหมาะสมต่อการสกัดแร่โครไมต์ด้วยกรดซัลฟูริก

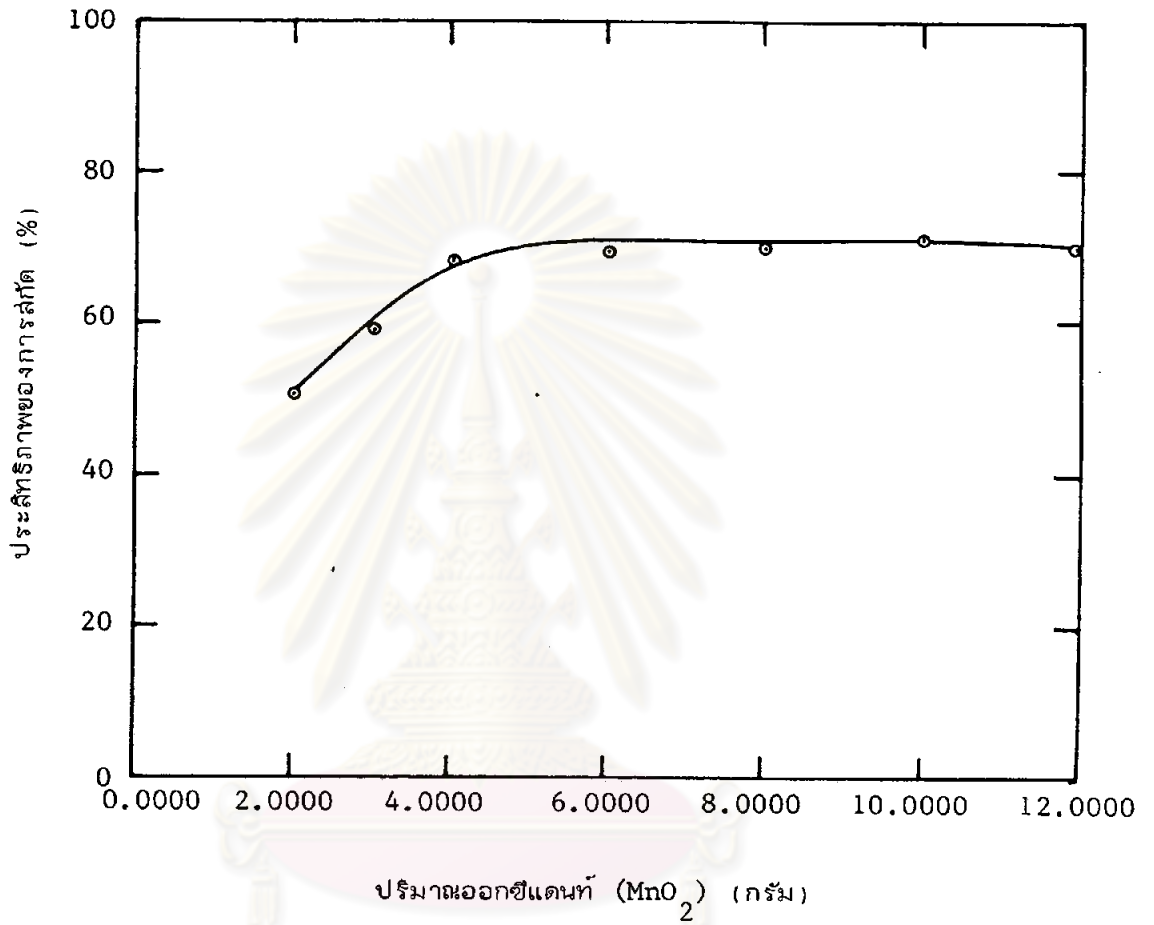
ปริมาณออกซิเจนที่ใส่ (กรัม)	ประสิทธิภาพของการสกัด (%)
2.0000	50.70
3.0000	58.90
4.0000	68.22
6.0000	69.35
8.0000	70.08
10.0000	71.11
12.0000	70.29

จากรูปที่ 3.15 แสดงให้เห็นว่าปริมาณออกซิเจนที่ 5.0000 กรัม สามารถสกัดโครเมียมจากแร่โครไมต์ที่ใส่ 5.0000 กรัม ได้ประมาณ 69 เปอร์เซ็นต์ ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส โดยใช้เวลา 6 ชั่วโมง

3.4.2.6 การหาเวลาที่เหมาะสมในการอบ (bake) แร่โครไมต์กับกรดซัลฟูริกในการสกัดแร่โครไมต์

ยังแร่โครไมต์ที่บดละเอียด ขนาด -200 เมช ที่ได้เตรียมไว้ในข้อ

3.4.1 มา 5.0000 กรัม ใส่ในขามกระเบื้องขนาด 150 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมแมงกานีสไดออกไซด์ 5.0000 กรัม ผสมให้เข้ากัน เติมกรดซัลฟูริกเข้มข้น 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร จำนวน 8 ตัวอย่าง นำไปอบในเตาเผาที่อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส นาน 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60 และ 70 นาที ตามลำดับ ทั้งให้เย็น แล้วนำไปสกัดเช่นเดียวกับการทดลองที่ 3.4.2.2 โดยสกัดที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส นาน 6 ชั่วโมง สารละลายที่ได้นำไปวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียมด้วยเทคนิคทาง ICPS ผลการทดลองได้แสดงไว้ในตารางที่ 3.16 และ รูปที่ 3.16



รูปที่ 3.15 แสดงการหาปริมาณออกซีแดนท์ที่เหมาะสมต่อการสกัดแร่โครไมต์ด้วยกรดซัลฟูริก

คู่มือวิทยานิพนธ์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.16 แสดงการหาเวลาที่เหมาะสมในการอบแร่โครไมต์กับกรดซัลฟูริก

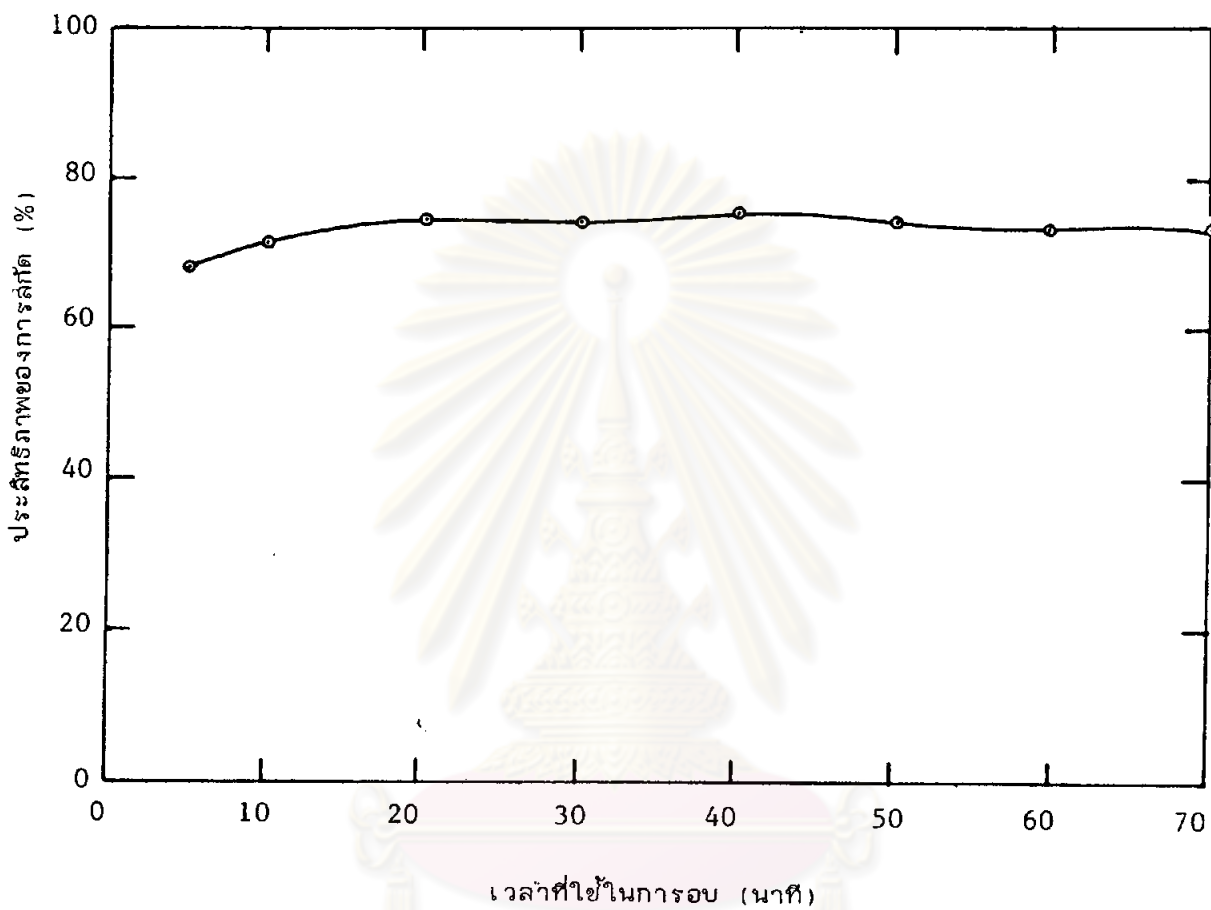
เวลาที่ใช้อบ (นาที)	ประสิทธิภาพของการสกัด (%)
5	68.43
10	71.36
20	73.80
30	74.06
40	75.59
50	74.21
60	74.48
70	74.35



จากรูปที่ 3.16 แสดงให้เห็นว่าการอบแร่กับกรดซัลฟูริกที่อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส นานประมาณ 10 นาที จะช่วยทำให้การสกัดแร่ได้ดีขึ้น

3.4.2.7 การหาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการอบแร่โครไมต์กับกรดซัลฟูริกในการสกัดแร่โครไมต์

ยังแร่โครไมต์ที่บดละเอียด ขนาด -200 เมช ที่ได้เตรียมไว้ในข้อ 3.4.1 มา 5.0000 กรัม ใส่ขี้ผึ้งกระเบื้องขนาด 150 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมแมงกานีสไดออกไซด์ 5.0000 กรัม ผลไม้ให้เข้ากัน เติมกรดซัลฟูริกเข้มข้น 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร จำนวน 8 ตัวอย่าง นำไปอบในเตาเผาที่อุณหภูมิ 150, 250, 350, 450, 550, 650, 750 และ 800 องศาเซลเซียส ตามลำดับ แต่ละอุณหภูมิใช้เวลาในการอบนาน 10 นาที กิ่งให้เป็น แล้วนำไปสกัดเช่นเดียวกับการทดลองที่ 3.4.2.2 โดยสกัดที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส นาน 6 ชั่วโมง สารละลายที่ได้นำไปวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียม ด้วยเทคนิคทาง ICPS ผลการทดลองได้แสดงไว้ในตารางที่ 3.17 และ รูปที่ 3.17



รูปที่ 3.16 แสดงการหาเวลาที่เหมาะสมในการอบแร่โครไมต์กับกรดซัลฟูริก

ศูนย์วิทยาศาสตร์การแพทย์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

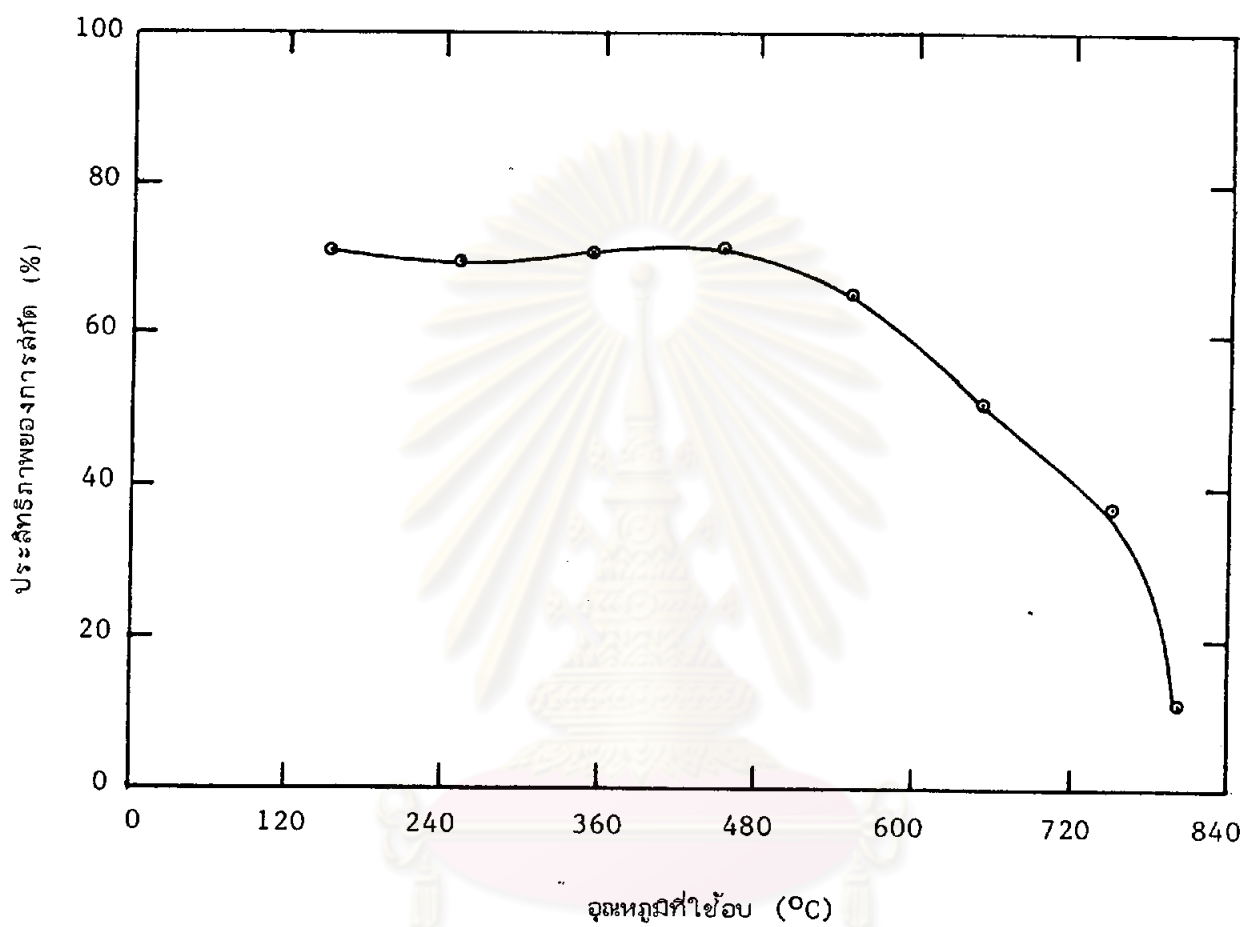
ตารางที่ 3.17 แสดงการหาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการอบแร่โครไมต์กับกรดซัลฟูริกในการสกัดแร่โครไมต์

อุณหภูมิที่ใช้ออบ (องศาเซลเซียส)	ประสิทธิภาพของการสกัด (%)
150	70.98
250	69.70
350	70.97
450	71.30
550	65.14
650	50.73
750	37.29
800	11.46

ลากรูปที่ 3.17 แสดงให้เห็นว่าอุณหภูมิเหมาะสมที่ใช้ออบแร่ก่อนนำไปสกัดอยู่ที่อุณหภูมิประมาณ 150 องศาเซลเซียส

3.4.2.8 ศึกษาขนาดของเม็ดแร่โครไมต์ (mesh size) ที่มีผลต่อการสกัดโครเมียมออกจากแร่โครไมต์ด้วยกรดซัลฟูริก

ขังแร่โครไมต์ที่บดละเอียด ขนาด -40, -60, -80, -100, -120, -140, -170 และ -200 เมช ตามลำดับ ที่ได้เตรียมไว้แล้วในข้อ 3.4.1 มาอย่างละ 5.0000 กรัม ใส่ในขามกระเบื้องขนาด 150 ลูกบาศก์เซนติเมตร แต่ละตัวอย่างเต็มแมงกานีสไดออกไซด์ลงไป 5.0000 กรัม ผลัมให้เข้ากัน เติมกรดซัลฟูริกเข้มข้น 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร นำไปอบในเตาเผาที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส กังให้เย็น แล้วทำการสกัดโครเมียมเช่นเดียวกับการทดลองที่ 3.4.2.2 ทำการสกัดที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง สารละลายที่ได้แสดงไว้ในตารางที่ 3.18 และรูปที่ 3.18



รูปที่ 3.17 แสดงการหาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการอบแร่โครไมต์กับกรดซัลฟูริกในการสกัดแร่โครไมต์

ศูนย์วิจัยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.4.2.9 ศึกษาขนาดของเม็ดแร่โครไมต์ที่มีต่อการสกัดด้วยกรดซัลฟูริก

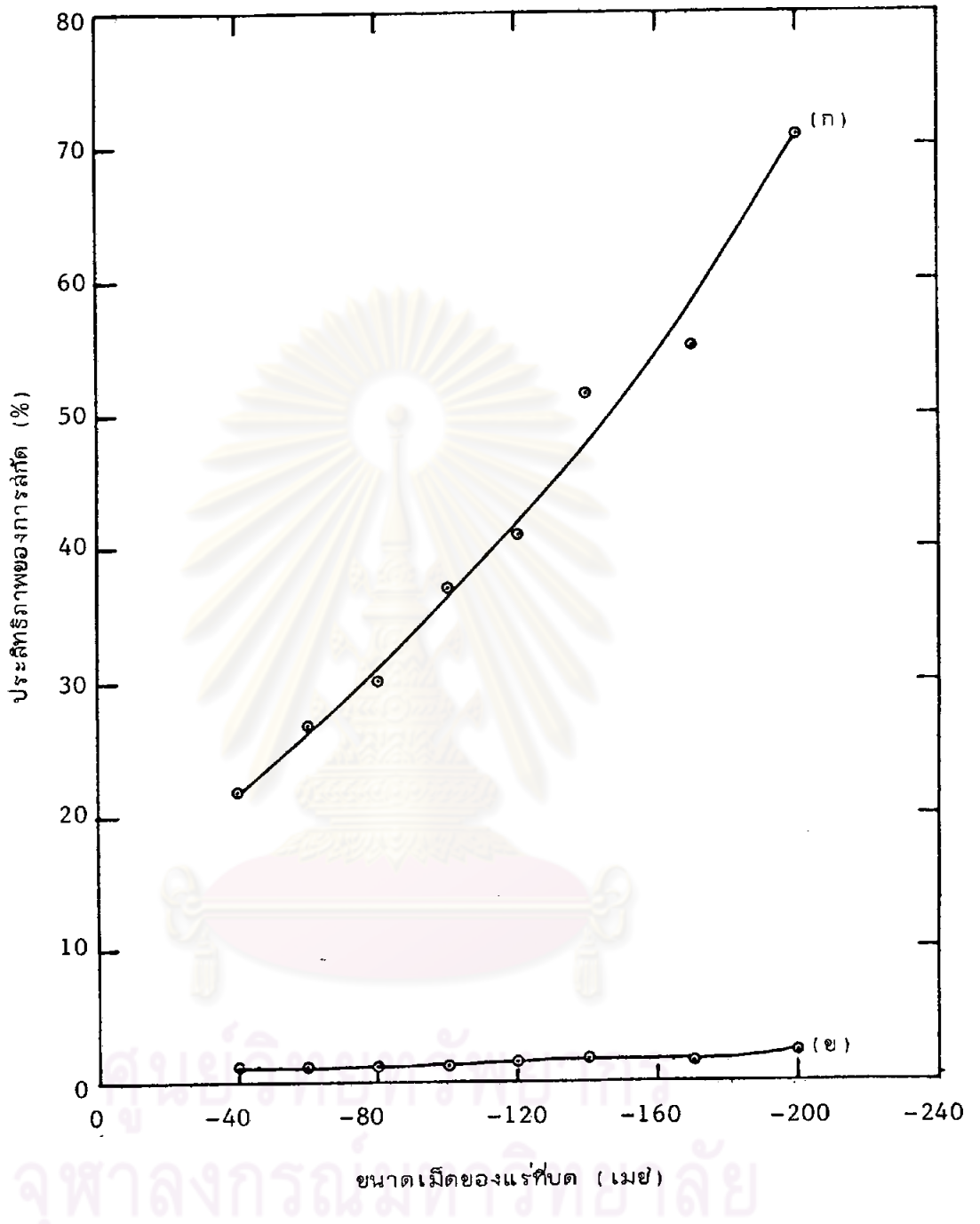
เมื่อไม่อบแร่โครไมต์กับกรดซัลฟูริก

ชั่งแร่โครไมต์ที่บดละเอียด ขนาด -40, -60, -80, -100, -120, -140, -170 และ -200 เมช ตามลำดับ ที่ได้เตรียมไว้แล้วในข้อ 3.4.1 มาอย่างละ 5.0000 กรัม ใส่น้ำในขวดรูปชมพู่ แต่ละตัวอย่างเติมแมงกานีสไดออกไซด์ลงไป 5.0000 กรัม ผสมให้เข้ากัน เติมกรดซัลฟูริกเข้มข้น 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วเติมน้ำกลั่นให้มีปริมาตรทั้งหมด 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร นำไปสกัดเช่นเดียวกับการทดลองที่ 3.4.2.2 โดยสกัดที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง สारละลายที่ได้นำไปวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียมด้วยเทคนิคทาง ICPS ผลการทดลองได้แสดงไว้ในตารางที่ 3.18 และ รูปที่ 3.18

ตารางที่ 3.18 แสดงผลของการศึกษาขนาดของเม็ดแร่โครไมต์ที่มีต่อการสกัดโครเมียมออกจากแร่โครไมต์ด้วยกรดซัลฟูริก

ขนาดของเม็ดแร่โครไมต์ (เมช)	ประสิทธิภาพของการสกัด (%)	
	เมื่ออบแร่กับกรดซัลฟูริก	ไม่ได้อบแร่กับกรดซัลฟูริก
-40	21.51	1.01
-60	26.61	1.19
-80	29.97	1.20
-100	37.26	1.37
-120	40.91	1.45
-140	51.80	1.54
-170	55.04	1.59
-200	70.85	2.20

จะเห็นว่าขนาดของเม็ดแร่ที่จะนำมาสกัดนั้นมีบทบาทที่สำคัญ จากรูปนี้ ขนาดของเม็ดแร่ที่เหมาะสมในการสกัดเอาโครเมียมออกมาจากแร่ควรมีขนาดประมาณ -200 เมชขึ้นไป



รูปที่ 3.18 แสดงผลการศึกษานาขนาดเม็ดยกของแร่โครไมต์ที่มีต่อการสกัดโครเมียมออกจากแร่โครไมต์ด้วยกรดซัลฟูริก

- ก. เมื่ออบแร่โครไมต์กับกรดซัลฟูริก
- ข. ไม่ได้อบแร่โครไมต์กับกรดซัลฟูริก

3.4.3 ศึกษาการสกัดโครเมียมจากแร่โครไมต์ด้วยต่าง

การสกัดแร่โครไมต์ด้วยต่างโดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ มีวิธีทำดังนี้

3.4.3.1 การสกัดโครเมียมจากแร่โครไมต์ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์เมื่อไม่มีออกซิแดนท์

ชั่งแร่โครไมต์ที่บดละเอียด ขนาด -200 เมช ที่ได้เตรียมไว้ในข้อ

3.4.1 มา 5.0000 กรัม ใส่ในปีกเกอร์ทำด้วยเทฟลอน (teflon) ขนาด 100 ลูกบาศก์-เซนติเมตร เติมโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 5 โมล/ลิตร จำนวน 30 ลูกบาศก์-เซนติเมตร โดยเตรียมทั้งหมด 4 ตัวอย่าง แล้วนำไปวางบนเตาไฟฟ้าที่มีเครื่องคนด้วยแม่เหล็ก โดยควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 90 องศาเซลเซียส ใช้เวลาในการสกัด 2, 4, 6 และ 8 ชั่วโมง ตามลำดับ แล้วนำมากรองล้างตะกอนด้วยน้ำร้อน ส่าละลายที่กรองได้ของแต่ละตัวอย่าง นำไปวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียมด้วยเทคนิคทาง ICPS ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 3.19

ตารางที่ 3.19 แสดงผลของการสกัดโครเมียมจากแร่โครไมต์ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ เมื่อไม่มีออกซิแดนท์

เวลาที่สกัด (ชั่วโมง)	ประสิทธิภาพของการสกัด (%)
2	0.03
4	0.04
6	0.04
8	0.06

จากผลการทดลองนี้ แสดงให้เห็นว่า ประสิทธิภาพในการสกัดโครเมียมจากแร่โครไมต์ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์นั้นค่อนข้างต่ำมาก จึงไม่เหมาะที่จะนำมาใช้ในการสกัด

3.4.3.2 การสกัดโครเมียมจากแร่โครไมต์ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์เมื่อใช้
แมงกานีสไดออกไซด์เป็นออกซิแดนท์

ซึ่งแร่โครไมต์บดละเอียด ขนาด -200 เมช ที่ได้เตรียมไว้ในข้อ

3.4.1 มา 5.0000 กรัม ใส่ในปีกเกอร์ทำด้วยเทฟลอนขนาด 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร
เติมแมงกานีสไดออกไซด์ลงไป 5.0000 กรัม แล้วเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 5 โมลาร์
ลงไป 30 ลูกบาศก์เซนติเมตร โดยเตรียมทั้งหมด 4 ตัวอย่าง นำไปวางบนเตาไฟฟ้า
ที่มีเครื่องควบแน่นแม่เหล็ก แล้วสกัดที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส ใช้เวลาล้างนาน 2,
4, 6 และ 8 ชั่วโมง ตามลำดับ แล้วนำมากรอง ล้างตะกอนด้วยน้ำร้อน ล้างละลาย
ที่กรองได้เป็นของแต่ละตัวอย่าง นำไปวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียมด้วยเทคนิคทาง ICPS
ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 3.20

ตารางที่ 3.20 แสดงผลการสกัดโครเมียมจากแร่โครไมต์ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์เมื่อใช้แมงกานีส-
ไดออกไซด์เป็นออกซิแดนท์

เวลาที่ใช้สกัด (ชั่วโมง)	ประสิทธิภาพของการสกัด (%)
2	0.07
4	0.08
6	0.09
8	0.10

การสกัดโครเมียมจากแร่โครไมต์ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์เมื่อใช้แมงกานีสไดออกไซด์
นั้นให้ประสิทธิภาพในการสกัดต่ำเช่นเดียวกับการทดลองที่ 3.4.3.1 จึงไม่เหมาะที่จะ
นำมาใช้สกัด

3.4.3.3 การสกัดโครเมียมจากแร่โครไมต์ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์เมื่อใช้ โพแทสเซียมเพอร์แมงกาเนตเป็นออกซิแดนท์

ขังแร่โครไมต์ที่บดละเอียด ขนาด -200 เมช ที่ได้เตรียมไว้ใน
ข้อ 3.4.1 มา 5.0000 กรัม ใส่ในปิกเกอร์ทำด้วยเพฟลอนขนาด 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร
เติมโพแทสเซียมเพอร์แมงกาเนตลงไป 0.5200 กรัม แล้วเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น
5 โมล/ลิตร จำนวน 30 ลูกบาศก์เซนติเมตร ทำทั้งหมด 5 ตัวอย่าง แล้วนำไปสกัด
เช่นเดียวกับการทดลองที่ 3.4.3.2 ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส โดยใช้เวลา 2,
4, 6, 8 และ 10 ชั่วโมง ตามลำดับ สารละลายที่สกัดได้นำไปวิเคราะห์หาปริมาณ
โครเมียมด้วยเทคนิคทาง ICPS ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 3.21

ตารางที่ 3.21 แสดงผลการสกัดโครเมียมจากแร่โครไมต์ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์เมื่อใช้โพแทสเซียม-
เพอร์แมงกาเนตเป็นออกซิแดนท์

เวลาที่ใช้สกัด (ชั่วโมง)	ประสิทธิภาพของการสกัด (%)
2	14.92
4	15.23
6	15.27
8	15.40
10	15.53

จากผลการทดลองนี้ แสดงให้เห็นว่าประสิทธิภาพในการสกัดโครเมียมจากแร่โครไมต์
ยังคงต่ำอยู่ และไม่เหมาะที่จะนำมาใช้เป็นวิธีสกัดโครเมียม

3.5 ศึกษาการสกัดแยกโครเมียมออกจากสารละลายมาตรฐานโครเมียมด้วยตัวทำละลายสาร อินทรีย์

เพื่อทำการศึกษาวิธีสกัดแยกเอาโครเมียมออกจากสารละลายโครเมียม เพื่อให้
บริสุทธิ์ขึ้น โดยจะศึกษากับสารละลายโครเมียมมาตรฐานก่อน เพื่อทดสอบและหาสภาวะที่เหมาะสม

ในการแยกโครเมียม แล้วจึงจะนำไปทดลองสกัดกับสารละลายของโครเมียมที่ได้จากแร่โครไมต์
ตัวทำละลายสารอินทรีย์ที่เลือกใช้ได้แก่ สารประกอบพวกเอมีน คือ ไตรออกทิลเอมีน (trioctyl-
amine, TOA) และสารประกอบไตรบิวทิลฟอสเฟต (tributylphosphate, TBP)

3.5.1 ศึกษาการสกัดแยกโครเมียมออกจากสารละลายมาตรฐานโครเมียมด้วยสาร ละลาย TOA (trioctylamine)

ในการทดลองนี้ ได้ใช้สารละลายมาตรฐานโครเมียมที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ กัน
คือ 10, 20, 30, 40, 50, 60 และ 100 ไมโครกรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร และใช้สารละลาย
TOA ที่เข้มข้นเป็น 2, 4, 5 และ 7 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร ในน้ำมันก๊าดที่ฟอกสีด้วยผงถ่านแล้ว
เปิดสารละลายมาตรฐานของโครเมียมเข้มข้น 10, 20, 30, 40, 50, 60
และ 100 ไมโครกรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร มาอย่างละ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ในขวดสกัดแต่ละ
ขวดตามลำดับ แล้วเปิดสารละลาย TOA เข้มข้น 2 เปอร์เซ็นต์ จำนวน 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร
ใส่ในขวดสกัดตามลำดับ (อัตราส่วนของ $o:a^*$ เท่ากับ 1:1) แล้วเขย่านานประมาณ
5 นาที ทิ้งไว้จนกระทั่งสารละลายแยกเป็น 2 ชั้น แยกชั้นล่างซึ่งเป็นชั้นน้ำทิ้งไป นำชั้นบนไปล้าง
ให้สะอาดด้วยการเขย่ากับน้ำกลั่น 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร อีกครั้งหนึ่ง แล้วทิ้งไว้ให้แยกชั้น แยกชั้น
น้ำทิ้งไป แล้วเปิดสารละลายแอมโมเนียเข้มข้น 10 เปอร์เซ็นต์ โดยปริมาตร จำนวน
10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ในขวดสกัด แล้วเขย่านาน 15 นาที ทิ้งไว้ให้แยกชั้น แล้วแยกชั้นบนที่
เป็นชั้นสารอินทรีย์ทิ้งไป จากนั้นนำชั้นล่างซึ่งเป็นชั้นน้ำไปวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียมด้วยเครื่อง
ICPS ทำการทดลองเช่นเดียวกันกับข้างบน โดยใช้สารละลาย TOA ที่มีความเข้มข้น 4, 5
และ 7 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ แล้ววิเคราะห์หาปริมาณโครเมียมที่สกัดได้ด้วยเทคนิคทาง ICPS
ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 3.22

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.22 แสดงผลการสกัดสารละลายมาตรฐานโครเมียมด้วยสารละลาย TOA

ความเข้มข้นของ สารละลายมาตรฐาน โครเมียม ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$)	ความเข้มข้นของ TOA (%)	ความเข้มข้นของ สารละลาย แอมโมเนีย (%)	ประสิทธิภาพของการสกัด (%)
10	2	10	1.40
20	2	10	2.73
30	2	10	2.88
40	2	10	3.80
50	2	10	4.31
60	2	10	6.00
100	2	10	8.51
10	4	10	2.13
20	4	10	3.54
30	4	10	5.47
40	4	10	6.04
50	4	10	9.16
60	4	10	10.24
100	4	10	12.07
10	5	10	2.17
20	5	10	2.57
30	5	10	5.35
40	5	10	6.18
50	5	10	9.74
60	5	10	10.31
100	5	10	12.59

ตารางที่ 3.22 (ต่อ) แสดงผลการสกัดสารละลายมาตรฐานโครเมียมด้วยสารละลาย TOA

ความเข้มข้นของ สารละลายมาตรฐาน โครเมียม ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$)	ความเข้มข้นของ TOA (%)	ความเข้มข้นของ สารละลาย แอมโมเนีย (%)	ประสิทธิภาพของการสกัด * (%)
10	7	10	2.18
20	7	10	2.53
30	7	10	4.08
40	7	10	5.92
50	7	10	10.01
60	7	10	11.03
100	7	10	10.75

$$* o:a = \frac{\text{ปริมาตรของชั้นสารอินทรีย์}}{\text{ปริมาตรของชั้นน้ำ}}$$

$$* \text{เปอร์เซ็นต์การสกัดได้} = \frac{\text{ปริมาณของโครเมียมในตัวอย่างสกัด}}{\text{ปริมาณของโครเมียมในสารละลาย}} \times 100$$

3.5.2 ศึกษาการสกัดโครเมียมออกจากสารละลายมาตรฐานโครเมียมด้วยสารละลาย

TBP

ปีเปตสารละลายมาตรฐานโครเมียมที่มีความเข้มข้น 10, 20 และ 30 ไมโครกรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร จำนวน 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ตามลำดับ ใส่ขวดสกัด แล้วปีเปตสารละลาย TBP เข้มข้น 5 เปอร์เซ็นต์ โดยปริมาตรในน้ำมันก๊าดที่กำจัดแล้ว จำนวน 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำลงไป (อัตราส่วนของ o:a เท่ากับ 1:1) เขย่าประมาณ 5 นาที แล้วตั้งให้แยกชั้น แยกส่วนที่เป็นชั้นน้ำทิ้งไป นำชั้นบนมาเขย่ากับน้ำกลั่น 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร นาน 5 นาที ตั้งไว้ให้แยกชั้น แล้วแยกชั้นน้ำทิ้งไป นำชั้น TBP มาสกัดอีกครั้งหนึ่งด้วยสารละลายแอมโมเนีย เข้มข้น 10 เปอร์เซ็นต์ โดยปริมาตร จำนวน 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วเขย่านานประมาณ 15 นาที ตั้งไว้ให้แยกชั้น โครเมียมจะละลายอยู่ในชั้นของน้ำ แยกเอาไปวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียมด้วยเทคนิคทาง ICPS ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 3.23

ตารางที่ 3.23 แสดงผลการสกัดสารละลายมาตรฐานโครเมียมด้วยสารละลาย TBP

ความเข้มข้นของ สารละลายมาตรฐาน โครเมียม ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$)	ความเข้มข้นของ TBP (%)	ความเข้มข้นของ สารละลาย แอมโมเนีย (%)	ประสิทธิภาพของการสกัด (%)
10	5	10	0.23
20	5	10	0.15
30	5	10	0.27

3.5.3 ศึกษาการสกัดโครเมียมออกจากสารละลายมาตรฐานโครเมียมโดยใช้สารละลาย
ผล้มของ TOA และ TBP

ใช้สารละลายมาตรฐานโครเมียมที่มีความเข้มข้น 10, 20, 30 และ 40 ไมโคร-
กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร จำนวนอย่างละ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ตามลำดับ แล้วนำไปสกัดด้วย
สารละลายผล้มซึ่งมี TOA เข้มข้น 5 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร กับ TBP เข้มข้น 5 เปอร์เซ็นต์โดย
ปริมาตร ในน้ำหนักที่ก่่าจัดสีแล้ว จำนวน 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร เช่นเดียวกับการทดลองที่ 3.5.2
ผลการทดลองของการสกัดโครเมียมได้แสดงไว้ในตารางที่ 3.24

ตารางที่ 3.24 แสดงผลการสกัดสารละลายมาตรฐานโครเมียมด้วยสารละลายผล้มของ TOA และ
TBP

ความเข้มข้นของ สารละลายมาตรฐาน โครเมียม ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$)	ความเข้มข้นของ TOA (%)	ความเข้มข้นของ TBP (%)	ความเข้มข้นของ สารละลาย แอมโมเนีย (%)	ประสิทธิภาพ ของการสกัด (%)
10	5	5	10	2.82
20	5	5	10	2.93
30	5	5	10	6.17
40	5	5	10	8.45

3.5.4 ศึกษาการสกัดโครเมียมออกจากสารละลายมาตรฐานโครเมียมที่ละลายอยู่ในกรดซัลฟูริก ที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ กัน โดยใช้สารละลาย TOA

ใช้สารละลายมาตรฐานโครเมียมที่มีความเข้มข้น 100 ไมโครกรัม/ลูกบาศก์-
เซนติเมตร ซึ่งละลายอยู่ในกรดซัลฟูริกที่มีความเข้มข้น 0.1, 0.2, 0.3, 0.4 และ 0.5 โมล/ลิตร
จำนวน 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ตามลำดับ แล้วนำไปสกัดด้วยสารละลาย TOA เข้มข้น 2, 4, 5
และ 7 เปอร์เซ็นต์ โดยปริมาตร ในน้ำมันก๊าดที่กำจัดแล้ว ตามลำดับ จำนวน 10 ลูกบาศก์เซนติ-
เมตร เช่นเดียวกับการทดลองที่ 3.5.2 ทุกประการ ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 3.25

ตารางที่ 3.25 แสดงผลการสกัดสารละลายมาตรฐานโครเมียมที่ละลายในกรดซัลฟูริกที่มีความเข้มข้น
ต่าง ๆ กันด้วยสารละลาย TOA

ความเข้มข้นของ สารละลายมาตรฐาน โครเมียม ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$)	ความเข้มข้นของ กรดซัลฟูริก (โมล/ลิตร)	ความเข้มข้นของ TOA (%)	ความเข้มข้นของ สารละลาย แอมโมเนีย (%)	ประสิทธิภาพ ของการสกัด (%)
100	0.1	2	10	60.41
100	0.1	4	10	67.48
100	0.1	5	10	75.07
100	0.1	7	10	76.35
100	0.2	2	10	65.19
100	0.2	4	10	65.49
100	0.2	5	10	76.44
100	0.2	7	10	80.26
100	0.3	2	10	68.39
100	0.3	4	10	68.46
100	0.3	5	10	81.63
100	0.3	7	10	82.35

ตารางที่ 3.25 (ต่อ)

ความเข้มข้นของ สารละลายมาตรฐาน โครเมียม ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$)	ความเข้มข้นของ กรดซัลฟูริก (โมล/ลิตร)	ความเข้มข้นของ TOA (%)	ความเข้มข้นของ สารละลาย แอมโมเนีย (%)	ประสิทธิภาพ ของการสกัด (%)
100	0.4	2	10	70.20
100	0.4	4	10	71.34
100	0.4	5	10	80.47
100	0.4	7	10	82.35
100	0.5	2	10	70.01
100	0.5	4	10	72.59
100	0.5	5	10	82.15
100	0.5	7	10	83.20

3.5.5 ศึกษาการสกัดโครเมียมออกจากสารละลายมาตรฐานโครเมียมที่ละลายในกรด

ซัลฟูริกเข้มข้นต่าง ๆ กัน ด้วยสารละลายผล้มของ TOA และ TBP

ใช้สารละลายมาตรฐานโครเมียมที่มีความเข้มข้น 100 ไมโครกรัม/ลูกบาศก์-
เซนติเมตร ซึ่งละลายในกรดซัลฟูริกเข้มข้น 0.1, 0.2, 0.3, 0.4 และ 0.5 โมล/ลิตร อย่างละ
10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ตามลำดับ แล้วนำไปสกัดด้วยสารละลายผล้มของ TOA เข้มข้น 5 เปอร์เซ็นต์
โดยปริมาตร กับ TBP เข้มข้นต่าง ๆ กัน คือ 2, 4, 5 และ 7 เปอร์เซ็นต์ โดยปริมาตร ในน้ำชั้น
ก๊าดที่กำจัดแล้ว ตามลำดับ จำนวน 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร เช่นเดียวกับการทดลองที่ 3.5.2 ทุก
ประการ ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 3.25

ตารางที่ 3.26 แสดงผลการสกัดสารละลายมาตรฐานโครเมียมที่ละลายในกรดซัลฟูริกที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ กัน ด้วยสารละลายผล้มของ TOA และ

TBP

ความเข้มข้นของ สารละลายมาตรฐานโครเมียม ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$)	ความเข้มข้นของ กรดซัลฟูริก (%)	ความเข้มข้นของ TOA (%)	ความเข้มข้นของ TBP (%)	ความเข้มข้นของ สารละลาย แอมโมเนีย (%)	ประสิทธิภาพของการสกัด (%)
100	0.1	5	2	10	72.26
100	0.1	5	4	10	76.57
100	0.1	5	5	10	78.42
100	0.1	5	7	10	79.16
100	0.2	5	2	10	73.27
100	0.2	5	4	10	76.79
100	0.2	5	5	10	78.86
100	0.2	5	7	10	81.49
100	0.3	5	2	10	79.41
100	0.3	5	4	10	85.05
100	0.3	5	5	10	92.68*
100	0.3	5	7	10	90.47

ตารางที่ 3.26 (ต่อ)

ความเข้มข้นของ สารละลายมาตรฐานโครเมียม ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$)	ความเข้มข้นของ กรดซัลฟูริก (%)	ความเข้มข้นของ TOA (%)	ความเข้มข้นของ TBP (%)	ความเข้มข้นของ สารละลาย แอมโมเนีย (%)	ประสิทธิภาพของการสกัด (%)
100	0.4	5	2	10	79.81
100	0.4	5	4	10	87.64
100	0.4	5	5	10	85.80
100	0.4	5	7	10	87.91
100	0.5	5	2	10	79.79
100	0.5	5	4	10	87.66
100	0.5	5	5	10	88.53
100	0.5	5	7	10	88.49

หมายเหตุ * การสกัดสารละลายมาตรฐานโครเมียมเข้มข้น 100 ไมโครกรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร ในกรดซัลฟูริกที่มีความเข้มข้น 0.3 โมล/ลิตร โดยใช้สารละลายผล้มของ TOA เข้มข้น 5 เปอร์เซ็นต์ กับ TBP เข้มข้น 5 เปอร์เซ็นต์ในน้ำมันก๊าดมีประสิทธิภาพในการสกัดถึง 92.68 เปอร์เซ็นต์

3.5.6 ศึกษาหาความเข้มข้นของ TOA ที่เหมาะสมในการสกัดโครเมียมออกจาก
สารละลายมาตรฐานโครเมียมที่ละลายในกรดซัลฟูริกเข้มข้น 0.3 โมล/ลิตร

ใช้สารละลายมาตรฐานโครเมียมที่มีความเข้มข้น 100 ไมโครกรัม/ลูกบาศก์-
เซนติเมตร ซึ่งละลายอยู่ในกรดซัลฟูริกเข้มข้น 0.3 โมล/ลิตร จำนวน 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร
นำไปสกัดด้วยสารละลายผลของ TBP เข้มข้น 5 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร กับ TOA เข้มข้นต่าง ๆ กัน
คือ 2, 4, 5 และ 7 เปอร์เซ็นต์ ในน้ำหนักที่กำจัดแล้ว ตามลำดับ จำนวน 10 ลูกบาศก์เซนติ-
เมตร เช่นเดียวกับการทดลองที่ 3.5.2 ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 3.27



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.27 แสดงการหาความเข้มข้นของ TOA ที่เหมาะสมในการสกัดโครเมียมออกจากสารละลายมาตรฐานโครเมียมที่ละลายในกรดซัลฟูริก
เข้มข้น 0.3 โมล/ลิตร

ความเข้มข้นของ สารละลายมาตรฐานโครเมียม ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$)	ความเข้มข้นของ กรดซัลฟูริก (%)	ความเข้มข้นของ TOA (%)	ความเข้มข้นของ TBP (%)	ความเข้มข้นของ สารละลาย แอมโมเนีย (%)	ประสิทธิภาพของการสกัด (%)
100	0.3	1	5	10	74.67
100	0.3	2	5	10	77.78
100	0.3	3	5	10	81.08
100	0.3	4	5	10	88.58 [*]
100	0.3	5	5	10	89.38

หมายเหตุ * การสกัดสารละลายมาตรฐานโครเมียมเข้มข้น 100 ไมโครกรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร ในกรดซัลฟูริกเข้มข้น 0.3 โมลาร์ โดยใช้สารละลาย
ผสมของ TOA เข้มข้น 4 เปอร์เซ็นต์ และ TBP เข้มข้น 5 เปอร์เซ็นต์ จะทำให้ได้ค่าการสกัดสูงถึง 88.58 เปอร์เซ็นต์



3.5.7 ศึกษาหาความเข้มข้นของสารละลายแอมโมเนียที่เหมาะสมในการสกัดโครเมียม
ออกจากชั้นสารละลายผลัมของ TOA และ TBP

ใช้สารละลายมาตรฐานโครเมียมที่มีความเข้มข้น 100 ไมโครกรัม/ลูกบาศก์-
เซนติเมตร ซึ่งละลายอยู่ในกรดซัลฟูริกเข้มข้น 0.3 โมล/ลิตร จำนวน 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร
แล้วนำไปสกัดด้วยสารละลายผลัมของ TOA เข้มข้น 4 เปอร์เซ็นต์ โดยปริมาตร กับ TBP เข้มข้น
5 เปอร์เซ็นต์ โดยปริมาตร ในน้ำมันก๊าดที่กำจัดสีแล้ว จำนวน 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร เช่นเดียวกับ
การทดลองที่ 3.5.2 นำชั้นของสารละลายผลัมของ TOA และ TBP หลังจากล้างด้วยน้ำกลั่นแล้ว
มาสกัดเอาโครเมียมออกมาจากชั้น TOA และ TBP ด้วยสารละลายแอมโมเนียที่มีความเข้มข้น
ต่าง ๆ กัน คือ 5, 10, 15 และ 20 เปอร์เซ็นต์ โดยปริมาตร จำนวน 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร
ตามลำดับ เป็นเวลานาน 15 นาที แยกชั้นน้ำซึ่งมีโครเมียมละลายอยู่ไปวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียม
ที่สกัดได้ โดยใช้เทคนิคทาง ICPS ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 3.28

ตารางที่ 3.28 แสดงการหาความเข้มข้นของสารละลายแอมโมเนีย ที่เหมาะสมในการสกัดสารละลายมาตรฐานโครเมียมออกจากชั้นสารละลายผล้มของ TOA และ TBP

ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานโครเมียม ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$)	ความเข้มข้นของกรดซัลฟูริก (%)	ความเข้มข้นของ TOA (%)	ความเข้มข้นของ TBP (%)	ความเข้มข้นของสารละลายแอมโมเนีย (%)	ประสิทธิภาพของการสกัด (%)
100	0.3	4	5	5	78.27
100	0.3	4	5	10	83.79
100	0.3	4	5	15	89.80*
100	0.3	4	5	20	89.89

หมายเหตุ * ความเข้มข้นของสารละลายแอมโมเนียเข้มข้น 15 เปอร์เซ็นต์ สามารถสกัดโครเมียมได้ 89.80 เปอร์เซ็นต์

3.5.8 ศึกษาหาค่า K_d เพื่อหาอัตราส่วนของปริมาณของชั้นสารอินทรีย์ต่อปริมาณของชั้นน้ำ (o:a) ที่เหมาะสมในการสกัดโครเมียมออกจากสารละลายมาตรฐานโครเมียมที่ละลายอยู่ในกรดซัลฟูริกเข้มข้น 0.3 โมล/ลิตร

การทดลองหาค่า K_d เพื่อหาอัตราส่วนของ o:a ที่เหมาะสมในการสกัดโครเมียม โดยใช้สารละลายมาตรฐานโครเมียมเข้มข้น 100 ไมโครกรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร ในการละลายกรดซัลฟูริกเข้มข้น 0.3 โมล/ลิตร จำนวน 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วสกัดด้วยสารละลายผสมของ TOA เข้มข้น 4 เปอร์เซ็นต์ โดยปริมาตร กับ TBP เข้มข้น 5 เปอร์เซ็นต์ โดยปริมาตร ในน้ำขุ่นก๊าดที่กำจัดสีแล้ว โดยทำให้อัตราส่วน o:a มีค่าต่าง ๆ กันเป็น 1:1, 1:2, 1:3 และ 1:4 ตามลำดับ เมื่อแยกสกัดแล้วเอาชั้นน้ำทิ้งไป แล้วล้างชั้นสารอินทรีย์ด้วยน้ำกลั่น โดยให้อัตราส่วนของ o:a คงเดิมทุกครั้ง แยกชั้นน้ำทิ้งไป แล้วสกัดเอาโครเมียมออกมาอยู่ในชั้นน้ำอีกครั้งด้วยสารละลายแอมโมเนียเข้มข้น 15 เปอร์เซ็นต์ โดยปริมาตร โดยให้อัตราส่วนของ o:a คงเดิม ในการสกัดนี้ทำเหมือนการทดลองที่ 3.5.2 ทุกประการ ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 3.2.9

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

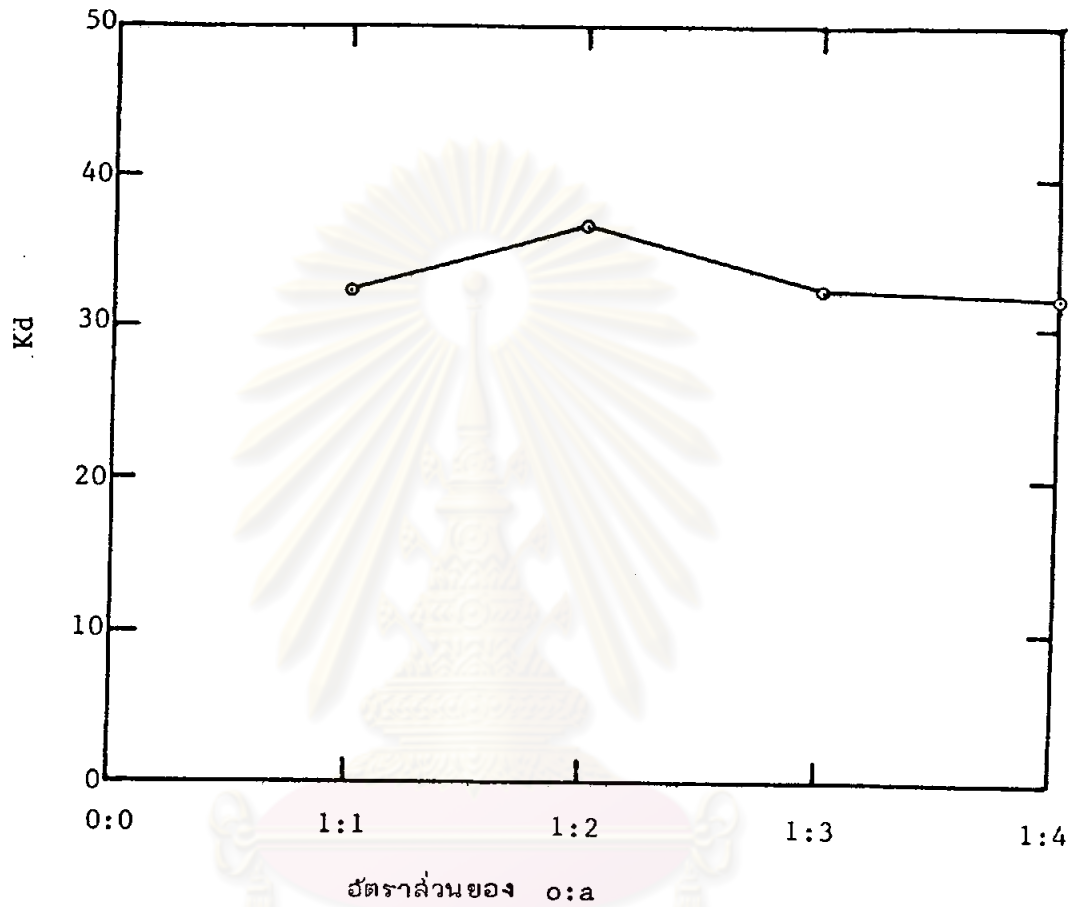
ตารางที่ 3.29 แสดงผลการหาค่า Kd เพื่อหาอัตราส่วนของ o:a ที่เหมาะสมในการสกัดสารละลายมาตรฐานโครเมียมที่ละลายในกรดซัลฟริกเข้มข้น 0.3 โมล/ลิตร

o: a	ความเข้มข้นของ สารละลาย มาตรฐาน โครเมียม ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$)	ความเข้มข้นของ กรดซัลฟริก (โมล/ลิตร)	ความเข้มข้นของ TOA (%)	ความเข้มข้นของ TBP (%)	ความเข้มข้นของ สารละลาย แอมโมเนีย (%)	ความเข้มข้นของ โครเมียม ในชั้นน้ำ ที่เหลือหลังสกัด ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$)	ความเข้มข้นของ โครเมียม ที่สกัดได้ ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$)	Kd
1: 1	100	0.3	4	5	15	2.62	86.08	32.81
1: 2	100	0.3	4	5	15	2.37	87.62	36.87
1: 3	100	0.3	4	5	15	2.56	83.36	32.53
1: 4	100	0.3	4	5	15	2.66	84.66	31.77

หมายเหตุ

$$Kd = \frac{\text{ความเข้มข้นของโครเมียมที่ละลายอยู่ในชั้นของสารอินทรีย์}}{\text{ความเข้มข้นของโครเมียมที่ละลายอยู่ในชั้นน้ำ}}$$

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.19 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า K_d กับอัตราส่วนของ $o:a$ ในการสกัดสารละลายมาตรฐานโครเมียมที่ละลายในกรดซัลฟูริกเข้มข้น 0.3 โมล/ลิตร

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.6 การสกัดโครเมียมออกจากสารละลายโครเมียมที่ได้จากสารละลายแร่โครไมต์ในกรดซัลฟูริก โดยใช้สารละลายผล้มของ TOA กับ TBP

จากการศึกษาหาข้อมูลเกี่ยวกับสภาวะที่เหมาะสมในการสกัดโครเมียมจากสารละลายมาตรฐานโครเมียมก่อนหน้านี้ ผลการทดลองแสดงไว้ใน ตารางที่ 3.29 และที่ได้จากการสกัดโครเมียมจากสารละลายของแร่โครไมต์ตามการทดลองที่ 3.4.2.1-3.4.2.7 ผลการทดลองแสดงไว้ใน ตารางที่ 3.30

ตารางที่ 3.30 แสดงผลการสกัดสารละลายโครเมียมที่ได้จากการสกัดแร่โครไมต์ด้วยกรดซัลฟูริก โดยใช้สารละลายผล้มของ TOA กับ TBP

น้ำหนักแร่โครไมต์ (กรัม)	โครเมียมที่ได้จากการสกัดแร่ด้วยกรดซัลฟูริก ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$)	โครเมียมที่ได้จากการสกัดสารละลายแร่ด้วย TOA และ TBP ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$)	โครเมียมที่เหลือในสารละลายแร่หลังสกัด ($\mu\text{g}/\text{cm}^3$)	Kd	ประสิทธิภาพของการสกัด (%)
5.0000	78.24	70.94	2.11	33.60	90.66
5.0000	81.28	73.86	2.41	30.61	90.86
5.0000	82.00	71.42	2.16	32.99	87.09
			เฉลี่ย	32.40	89.54

3.7 ศึกษาการสกัดโครเมียมออกจากแร่โครไมต์ด้วยวิธีการเผากับโซเดียมคาร์บอเนต

การสกัดโครเมียมออกจากแร่โครไมต์ด้วยการเผากับโซเดียมคาร์บอเนตนั้น ได้ผลผลิตแคลเซียมออกไซด์ลงไปด้วย เพื่อป้องกันการหลอมเหลวระหว่างแร่โครไมต์กับโซเดียมคาร์บอเนต โดยวิธีการสกัดแบบนี้ จะได้สารประกอบของโครเมียมออกมาเป็นโซเดียมโครเมต

เพื่อให้การสกัดเป็นไปอย่างมีประสิทธิภาพ จึงได้ทดลองหาสภาวะที่เหมาะสมในการสกัดเสียก่อน โดยทำการทดลอง ดังนี้

3.7.1 ศึกษาหาอุณหภูมิที่เหมาะสมที่จะใช้ในการเผาแร่โครไมต์กับโซเดียมคาร์บอเนต

ชั่งแร่โครไมต์ที่บดละเอียดขนาด -200 เมช ครึ่งละ 2.0000 กรัม ผสมกับโซเดียมคาร์บอเนต 1.5000 กรัม และแคลเซียมออกไซด์ 1.0000 กรัม ใส่ในเบ้าแพลทินัม แล้วนำไปเผาในเตาเผาที่ควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 500, 600, 700, 800, 900, 1000, 1100 และ 1200 องศาเซลเซียส ตามลำดับ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง นำออกมาทิ้งไว้ให้เย็น แล้วนำของผสมมาละลายน้ำประมาณ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ตั้งบนเตาไฟฟ้า ละลายตะกอนออกจากเข้าแพลทินัมจนหมด นำไปกรอง ล้างตะกอนด้วยน้ำร้อนจนน้ำล้างตะกอนไม่มีสี เหลืองของสารละลายโซเดียมโครเมต นำสารละลายทั้งหมดใส่ขวดมาตรฐานขนาด 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร ปรับปริมาตรของสารละลายให้ได้ตามต้องการ แล้วนำสารละลายที่ได้ไปวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียมด้วยเทคนิคทาง ICPS ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 3.31 และรูปที่ 3.20

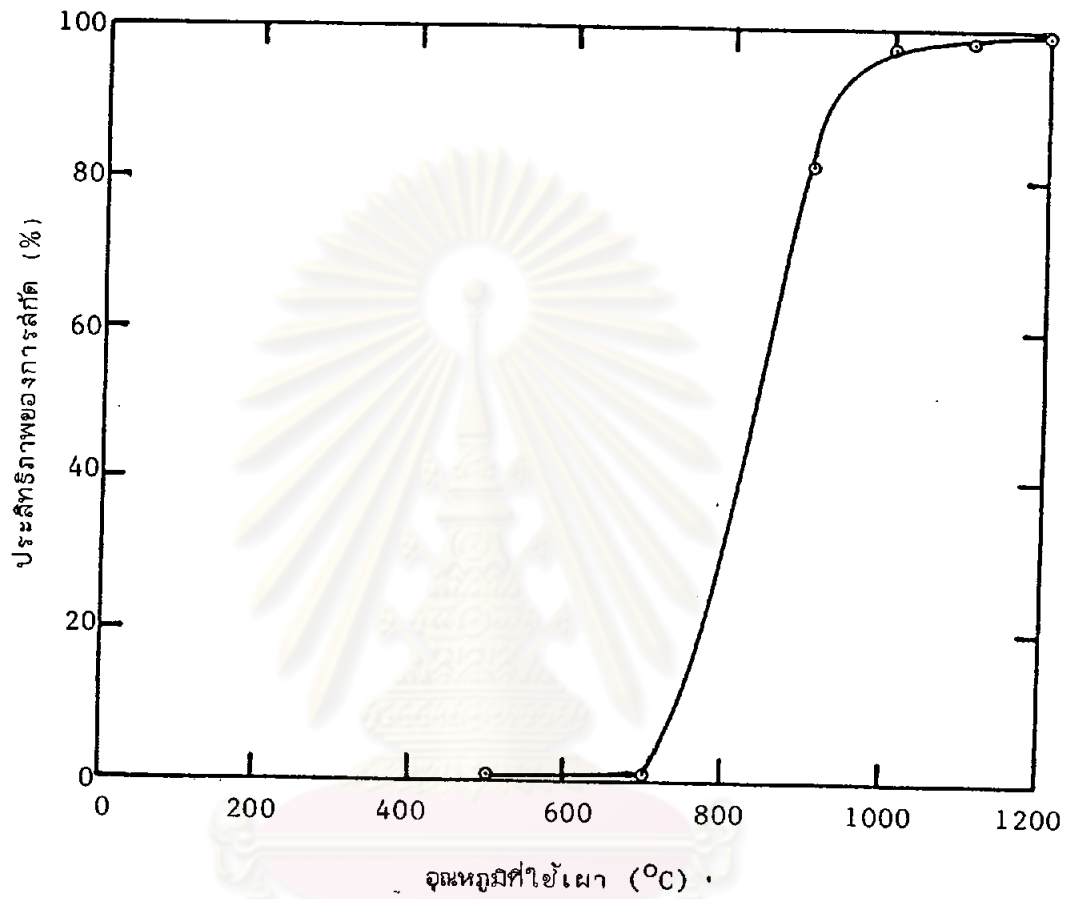
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.31 แสดงผลของการหาอุณหภูมิที่เหมาะสมที่ใช้เผาแร่โครไมต์กับโซเดียมคาร์บอเนต

อุณหภูมิที่เผา (องศาเซลเซียส)	ประสิทธิภาพของการสกัด (%)
500	0.35
600	0.41
700	0.52
800	56.58
900*	81.75
1000	97.03
1100	98.46
1200	99.01

หมายเหตุ * ถ้าเผาแร่โครไมต์กับโซเดียมคาร์บอเนตที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส จะให้เปอร์เซ็นต์ในการสกัดถึง 81.75 เปอร์เซ็นต์ เมื่อดูจากกราฟในรูป 3.20 จะเป็นช่วงที่กราฟมีความชันมากกว่าการเผาที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส

ศูนย์วิจัยทรัพยากรธรณี
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.20 แสดงผลการหาอุณหภูมิที่เหมาะสมที่ใช้เผาแร่โครไมต์กับโซเดียม-คาร์บอเนต

ศูนย์วิจัยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

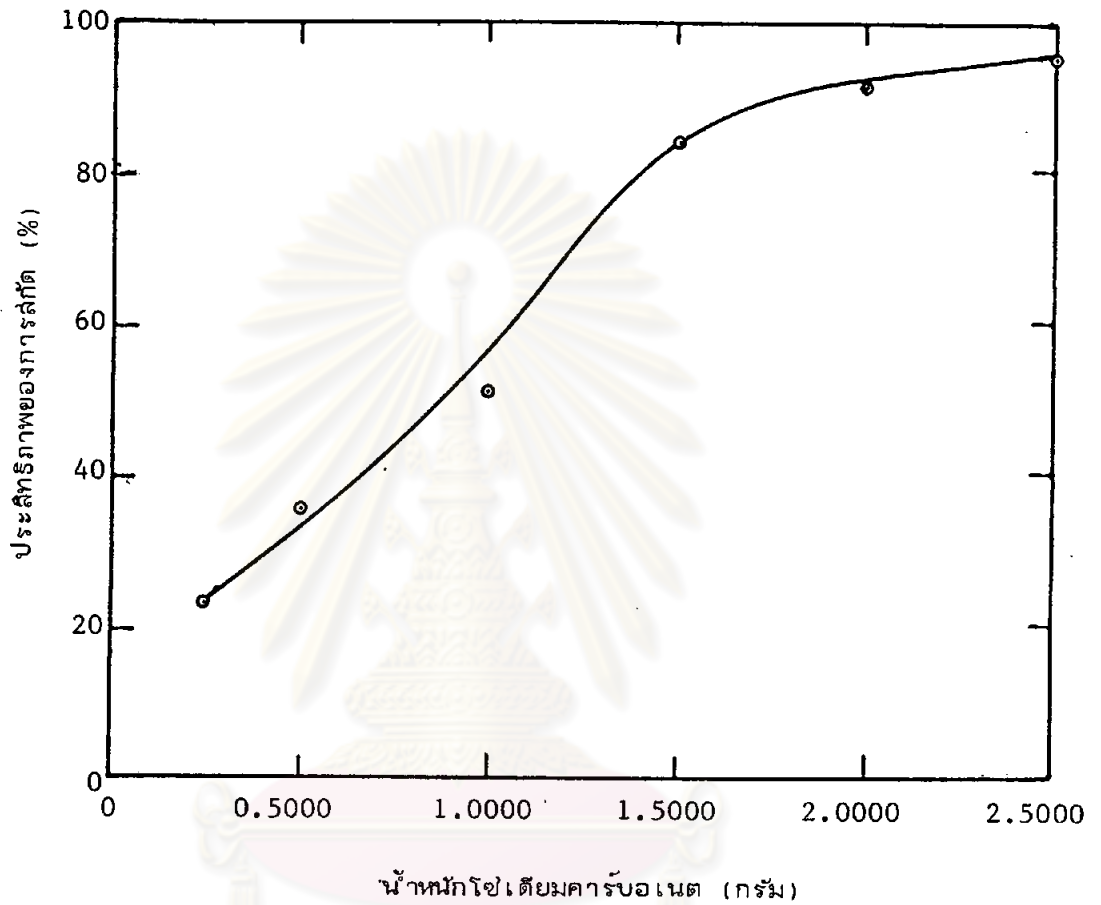
3.7.2 ศึกษาหาปริมาณโซเดียมคาร์บอเนตที่เหมาะสมที่จะใช้เผากับแร่โครไมต์

ชั่งแร่โครไมต์ที่บดละเอียดขนาด -200 เมช ครงละ 2.0000 กรัม ผสมกับโซเดียมคาร์บอเนต ครงละ 0.2500, 0.5000, 1.0000, 1.5000, 2.0000 และ 2.5000 กรัม ตามลำดับ และผสมกับแคลเซียมออกไซด์ 1.0000 กรัม ทุกครง นำของผลม่ใส่ในเบ้าเพลทินัม นำไปเผาในเตาเผาที่ควบคุมอุณหภูมิไว้ที่เหมาะสมที่สุด ซึ่งเป็นอุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียสนาน 2 ชั่วโมง แล้วทำการทดลองเช่นเดียวกับการทดลองที่ 3.7.1 ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 3.32 และรูปที่ 3.21

ตารางที่ 3.32 แสดงผลของการหาปริมาณโซเดียมคาร์บอเนตที่เหมาะสมที่จะใช้เผากับแร่โครไมต์

น้ำหนักโซเดียมคาร์บอเนต (กรัม)	ประสิทธิภาพของการสกัด (%)
0.2500	23.07
0.5000	35.48
1.0000	50.97
1.5000	84.24
2.0000	91.51
2.5000	94.95

การเผาแร่โครไมต์กับโซเดียมคาร์บอเนตในปริมาณต่าง ๆ กัน ที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส เมื่อใช้โซเดียมคาร์บอเนต 1.5000 กรัมต่อแร่โครไมต์ 2.0000 กรัม จะให้ค่าการสกัด 84.24 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งจะใช้ทดลองในลำดับต่อไป



รูปที่ 3.21 แสดงผลของการหาปริมาณโซเดียมคาร์บอเนตที่เหมาะสมที่ใช้เผากับแร่โครไมต์

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.7.3 ศึกษาหาเวลาที่เหมาะสมที่จะใช้เฝ้าแร่โครไมต์กับโซเดียมคาร์บอเนต

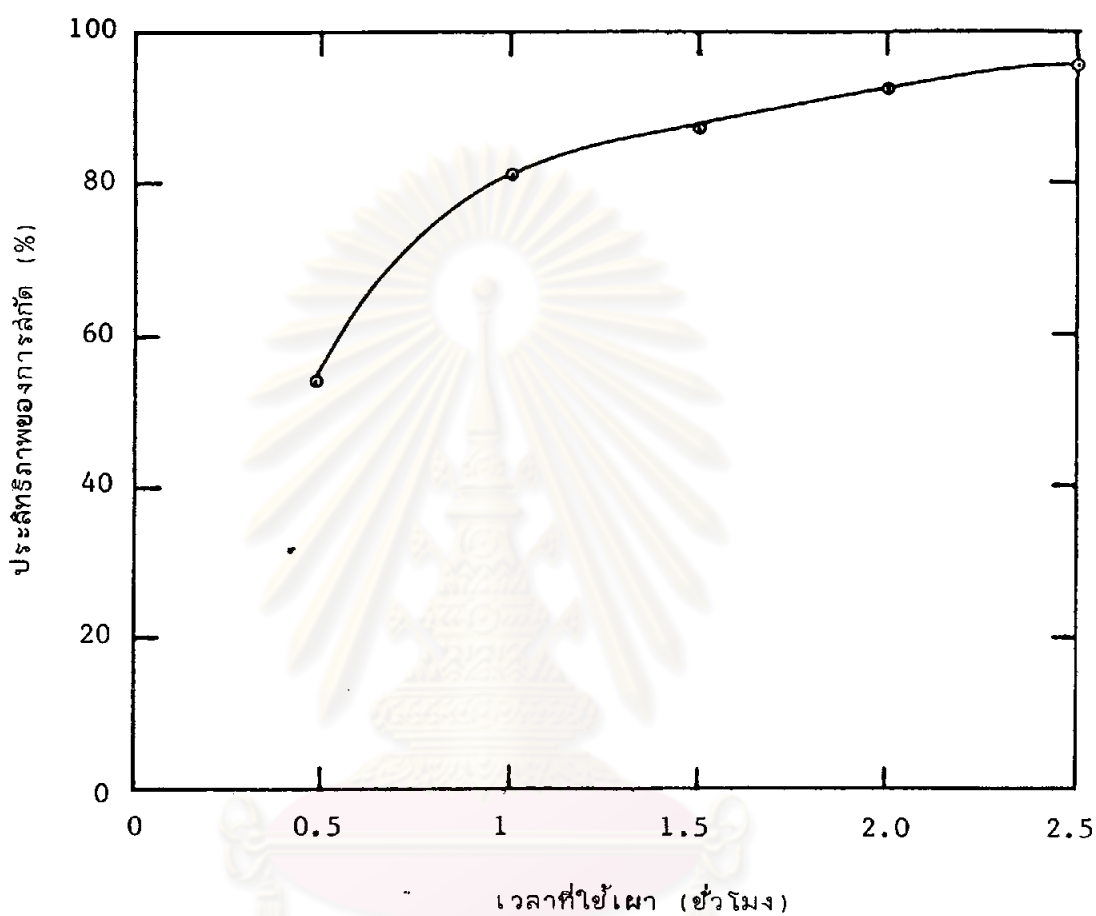
ขังแร่โครไมต์ที่บดละเอียดขนาด -200 เมช ครั้งละ 2.0000 กรัม ผสมกับโซเดียมคาร์บอเนต 1.5000 กรัม ซึ่งเป็นปริมาณที่พอเหมาะในการทำให้เกิดปฏิกิริยา และผสมแคลเซียมออกไซด์อีก 1.0000 กรัมทุกครั้ง นำของผสมใส่ในเบ้าแพลทินัม นำไปเผาในเตาเผาที่ควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลาต่าง ๆ กัน คือ 0.5, 1.0, 1.5, 2.0 และ 2.5 ชั่วโมง ตามลำดับ แล้วทำการทดลองเช่นเดียวกับการทดลองที่ 3.7.1 ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 3.33 และ รูปที่ 3.22

ตารางที่ 3.33 แสดงผลการหาเวลาที่เหมาะสมที่จะใช้เฝ้าแร่โครไมต์กับโซเดียมคาร์บอเนต

เวลาที่ใช้เฝ้าแร่ (ชั่วโมง)	ประสิทธิภาพของการสกัด (%)
0.5	53.91
1.0	81.54
1.5	87.37
2.0	92.65
2.5	95.32

เวลาที่เหมาะสมที่จะใช้เฝ้าแร่โครไมต์กับโซเดียมคาร์บอเนต ควรเป็น 1.5 ชั่วโมง

ศูนย์วิจัยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.22 แสดงผลการหาเวลาที่เหมาะสมที่ใช้เฝ้าแร่โครไมต์กับโซเดียมคาร์บอเนต

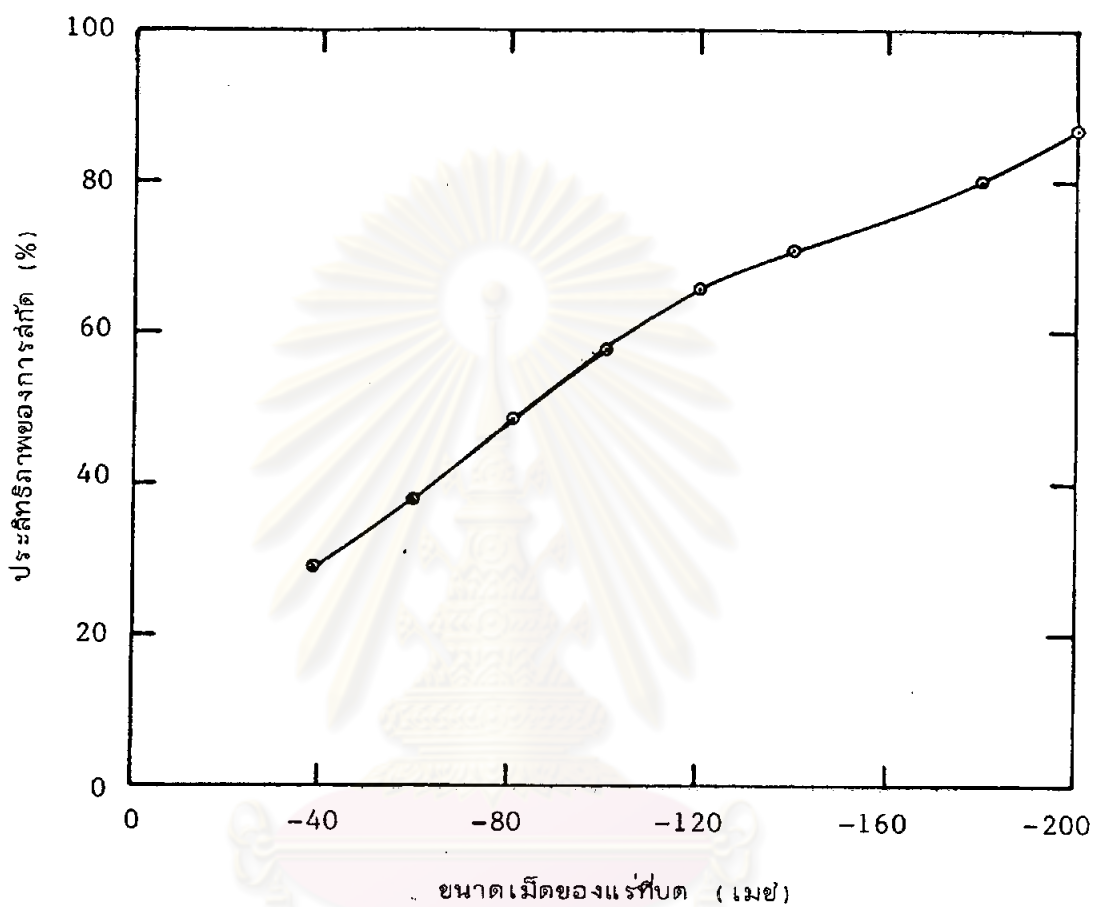
ศูนย์วิทยาศาสตร์การแพทย์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.7.4 ศึกษาขนาดเมล็ดของแร่โครไมต์ที่มีต่อการทำปฏิกิริยาเมื่อเผากับโซเดียมคาร์บอเนต

ชั่งแร่โครไมต์ที่บดละเอียดขนาดต่าง ๆ กัน คือ -40, -60, -80, -100, -120, -140, -170 และ -200 เมช มาอย่างละ 2.0000 กรัม ตามลำดับ ผสมกับโซเดียมคาร์บอเนต 1.5000 กรัม และแคลเซียมออกไซด์ 1.0000 กรัม นำของผสมใส่ในเบ้าแพลทินัม แล้วนำไปเผาในเตาเผาที่ควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 900 องศาเซลเซียสนาน 1.5 ชั่วโมง นำของผสมที่ได้ไปหาปริมาณโครเมียมเช่นเดียวกันกับการทดลองที่ 3.7.1 ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 3.34 และรูปที่ 3.23

ตารางที่ 3.34 แสดงผลของการศึกษาขนาดเมล็ดของแร่ที่มีต่อการทำปฏิกิริยาเมื่อเผากับโซเดียมคาร์บอเนต

ขนาดเมล็ดแร่ (เมช)	ประสิทธิภาพของการสกัด (%)
-40	28.91
-60	37.31
-80	48.26
-100	57.54
-120	65.51
-140	70.97
-170	79.94
-200	86.68



รูปที่ 3.23 แสดงผลของขนาดเม็ดยอดแร่ที่มีต่อการเกิดปฏิกิริยาเมื่อเผากับโซเดียมคาร์บอเนต

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.8 ศึกษาการสกัดโครเมียมจากแร่โครไมต์โดยการเผากับโซเดียมคาร์บอเนตด้วยเทคนิคฟลูอิด-ไดเซชัน

โดยทั่วไป การเผาสารผสมเพื่อให้เกิดปฏิกิริยาเคมีในขบวนการอุตสาหกรรมนั้น มักจะใช้เตาเผาแบบหมุนตามแนวนอน (rotary kiln) แต่หลังจากที่ได้มีผู้ค้นพบเทคนิคใหม่เกี่ยวกับฟลูอิดไดเซชัน ไม่ว่าจะ เป็นปฏิกิริยาทางออกซิเดชัน หรือรีดักชัน สามารถทำได้ทั้งนั้น ดังนั้น การทดลองนี้จึงได้พยายามนำเอาเทคนิคนี้มาทดลองศึกษาถึงความเป็นไปได้เสียก่อน

3.8.1 ศึกษาหาอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแร่โครไมต์กับโซเดียมคาร์บอเนตแบบฟลูอิดไดเซชัน

ใช้แร่ที่บดละเอียด ขนาด -60 เมช โซเดียมคาร์บอเนต และแคลเซียมออกไซด์ ผสมกันในอัตราส่วน 2:1.5:1 โดยน้ำหนัก จำนวนทั้งหมด 90 กรัม สำหรับใช้ในการทดลอง ทำการอุ่นเตาโดยเปิดสวิตช์ให้กระแสไฟฟ้าผ่านเข้าไปในหลอดความร้อน จนได้อุณหภูมิ 600, 700 และ 800 องศาเซลเซียส ตามลำดับ แล้วเติมสารตัวอย่างที่ได้เตรียมไว้แล้วข้างต้นเข้าไปในเตา โดยเติมทางด้านบนของเตา แล้วจึงเปิดพัดลมให้อากาศผ่านเข้าทางด้านล่างของเตา ปรับกระแสลมให้ได้ความเร็ว 4.4 เซนติเมตร/วินาที โดยใช้เวลาในการเผา 15 นาที แล้วจึงดับสวิตช์ไฟฟ้า แต่ยังคงเปิดพัดลมอยู่ เพื่อให้สารตัวอย่างที่ถูกเผาแล้วเย็นตัวลง หลังจากนั้นจึงนำเอาสารตัวอย่างที่เผาแล้วออกทางด้านข้างของเตา แล้วนำไปละลายน้ำ ต้ม และกรองส่วนที่ละลายออก แล้วจึงนำสารละลายไปวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียมโดยเทคนิคทาง ICPS ผลการทดลอง แสดงไว้ในตารางที่ 3.35

ตารางที่ 3.35 แสดงผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแร่โครไมต์กับโซเดียมคาร์บอเนตแบบฟลูอิดไดเซชัน

อุณหภูมิที่ใช้ (องศาเซลเซียส)	ประสิทธิภาพของการสกัด (%)
600	0.08
700	0.11
800	0.11

ลักษณะสารตัวอย่างหลังจากเผาแล้วมีสีเหลืองจางมาก แสดงให้เห็นถึงการเกิดปฏิกิริยาไม่เต็ม ถ้าปฏิกิริยาเกิดได้ดีแล้ว สารตัวอย่างที่ได้จะมีสีเหลืองชัดเจน

3.8.2 ศึกษาระยะเวลาที่ใช้เผาแร่โครไมต์กับโซเดียมคาร์บอเนต โดยใช้เทคนิคแบบ

ฟลูอิดไดเซชัน

ใช้แร่โครไมต์ที่บดละเอียด ขนาด -60 เมช โซเดียมคาร์บอเนต และแคลเซียมออกไซด์ ผสมกันในอัตราส่วน 2:1.5:1 โดยน้ำหนัก จำนวน 90 กรัม นำไปเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส แล้วทำการทดลองเหมือนกับการทดลองที่ 3.8.1 ทุกประการ โดยใช้เวลาในการเผาต่าง ๆ กัน เป็น 1, 2, และ 4 ชั่วโมง ตามลำดับ แล้วนำของผลมาวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียมที่สกัดได้ ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 3.36

ตารางที่ 3.36 แสดงผลของเวลาที่ใช้ในการเผาแร่โครไมต์กับโซเดียมคาร์บอเนตแบบฟลูอิดไดเซชัน

เวลาที่ใช้ (ชั่วโมง)	ประสิทธิภาพของการสกัด (%)
1	16.74
2	20.60
4	28.41

ลักษณะของสารตัวอย่างหลังการเผาแล้วมีสีเหลืองจางมาก แสดงให้เห็นถึงประสิทธิภาพในการสกัดไม่ดี

3.8.3 ศึกษาหาขนาดเม็ดของแร่ที่ใช้ในการเผากับโซเดียมคาร์บอเนต โดยใช้เทคนิคแบบ

ฟลูอิดไดเซชัน

ใช้แร่โครไมต์ที่บดละเอียด ขนาด -40, -60 และ -80 เมช ตามลำดับ ผสมกับโซเดียมคาร์บอเนต และแคลเซียมออกไซด์ โดยผสมกันในอัตราส่วน 2:1.5:1 โดยน้ำหนัก จำนวน 90 กรัม ใส่ในเตาเผาที่ควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 800 องศาเซลเซียส แล้วทำการทดลองเช่นเดียวกับการทดลองที่ 3.8.1 โดยใช้เวลาในการเผา 2 ชั่วโมง แล้วนำของผลมาวิเคราะห์หาปริมาณโครเมียมที่สกัดได้ ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 3.37

ตารางที่ 3.37 แสดงผลของขนาดเม็ดของแร่โครไมต์ที่ใช้ในการเผากับโซเดียมคาร์บอเนตแบบ
ฟลูอิดโตเซชัน

ขนาดเม็ดแร่ (เมช)	ประสิทธิภาพของการสกัด (%)
-40	8.15
-60	19.67
-80	23.88



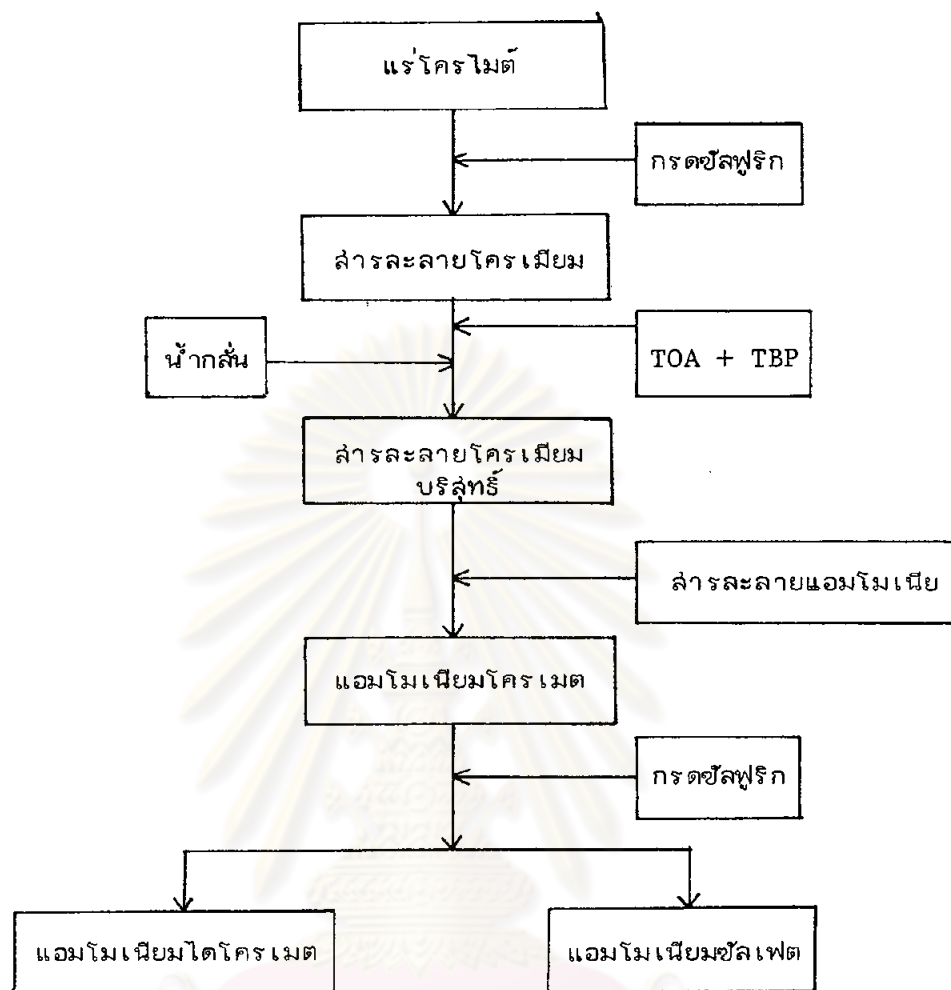
ลักษณะของสารตัวอย่างหลังจากการเผาสีเหลืองจาง ขนาดเม็ดแร่ -80 เมชนั้น เกิดการเคลื่อนที่
รุนแรงกว่าขนาดเม็ดแร่ -40 และ -60 เมช การเลือกใช้ขนาดเม็ดแร่ที่เล็กเกินไปนั้น จะเกิด
การฟุ้งกระจายของสารตัวอย่าง และการสัมผัสกันของโซเดียมคาร์บอเนตกับแร่โครไมต์ก็เกิดได้
น้อยลง

3.9 การเตรียมสารประกอบบางชนิดของโครเมียมที่มีประโยชน์

สารประกอบโครเมียมที่เตรียมขึ้นนี้ ได้ใช้สารตั้งต้นที่สกัดออกมาได้จากแร่โครไมต์ ทั้งใน
ส่วนที่สกัดด้วยกรดซัลฟูริก และส่วนที่สกัดด้วยการเผากับโซเดียมคาร์บอเนต ซึ่งทราบสภาวะในการสกัด
แล้วในข้อ 3.4-3.7

3.9.1 วิธีเตรียมสารประกอบแอมโมเนียมโครเมต

ในที่นี้ สารประกอบแอมโมเนียมโครเมตจะเตรียมจากส่วนที่สกัดเอาโครเมียม
ออกจากแร่โครไมต์ด้วยกรดซัลฟูริก แล้วสกัดแยกโครเมียมออกมาให้บริสุทธิ์ด้วยการสกัดกับสารอินทรีย์
ในครั้งแรก แล้วสกัดออกมาด้วยสารละลายแอมโมเนียขั้นสุดท้าย ดังแสดงในรูปที่ 3.24



รูปที่ 3.24 การเตรียมสารประกอบแอมโมเนียมโครเมต และแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์โครเมต

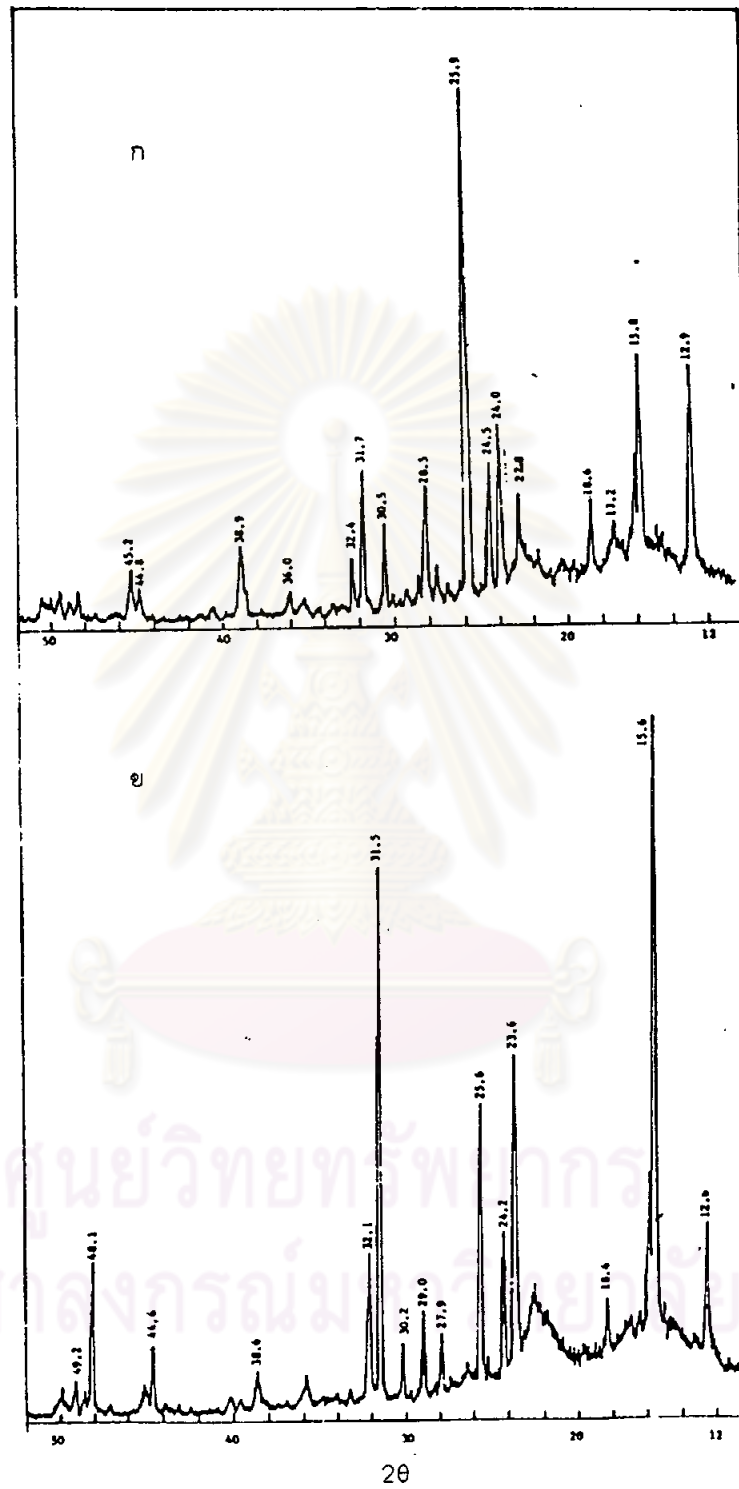
ในการทดลองนี้ได้ใช้แร่โครไมต์ที่บดละเอียด ขนาด -200 เมช จำนวน 250 กรัม ผสมกับแมงกานีสไดออกไซด์ จำนวน 250 กรัม ให้เข้ากัน แล้วเติมกรตซ์สฟูริกเข้มข้น 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร ทำการสกัดโครเมียมออกมาตามวิธีที่เหมาะสม ซึ่งได้ศึกษาไว้แล้วตามข้อ 3.4.2 สารละลายโครเมียมที่ได้นี้ยังมีสารอื่นเจือปนอยู่มาก จึงจำเป็นต้องสกัดแยกเอาโครเมียมออกมาให้บริสุทธิ์ โดยใช้สารประกอบอินทรีย์ ดังการทดลองในข้อ 3.6 แล้วนำสารละลายที่สกัดได้มาตกผลึก ซึ่งจะได้ผลึกของแอมโมเนียมโครเมตตกออกมา ผลึกที่ได้ทำให้แห้ง แล้วนำไปตรวจสอบความบริสุทธิ์ โดยใช้เทคนิคทาง X-ray diffraction เทียบกับสารมาตรฐานแอมโมเนียมโครเมตบริสุทธิ์ ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 3.38 และรูปที่ 3.25

ตารางที่ 3.38 แสดงผลการเตรียมสารประกอบแอมโมเนียมโครเมต

น้ำหนักแร่ (กรัม)	น้ำหนักแมงกานีส- ไดออกไซด์	กรดซัลฟูริก (ลูกบาศก์เซนติเมตร)	น้ำหนักแอมโมเนียม- โครเมต (กรัม)
250	250	500	100



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.25 แสดง X-ray diffraction pattern ของแอมโมเนียโครเมต

ก. แอมโมเนียโครเมตที่เตรียมได้

ข. แอมโมเนียโครเมตบริสุทธิ์

3.9.2 วิธีเตรียมสารประกอบแอมโมเนียมไดโครเมต

สารประกอบแอมโมเนียมไดโครเมตนั้น เตรียมได้จากสารประกอบแอมโมเนียม-โครเมต โดยมีขั้นตอนแสดงอยู่ในรูปที่ 3.24 โดย

ชั่งแอมโมเนียมโครเมตมา 10.0000 กรัม ใส่ในปีกเกอร์ขนาด 100 ลูกบาศก์-เซนติเมตร ละลายด้วยน้ำกลั่น 20 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 7.4 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วตกผลึกแอมโมเนียมไดโครเมต ส่วนสารละลายที่เหลือ นำไปแยกเอาแอมโมเนียมซัลเฟต เป็นผลพลอยได้ แล้วหาเปอร์เซ็นต์ผลผลิต (yield) ตรวจสอบสารประกอบที่ได้กับสารบริสุทธิ์ โดยวิธีทาง X-ray diffraction ผลการทดลองได้แสดงไว้ในตารางที่ 3.39 และรูปที่ 3.26-3.27

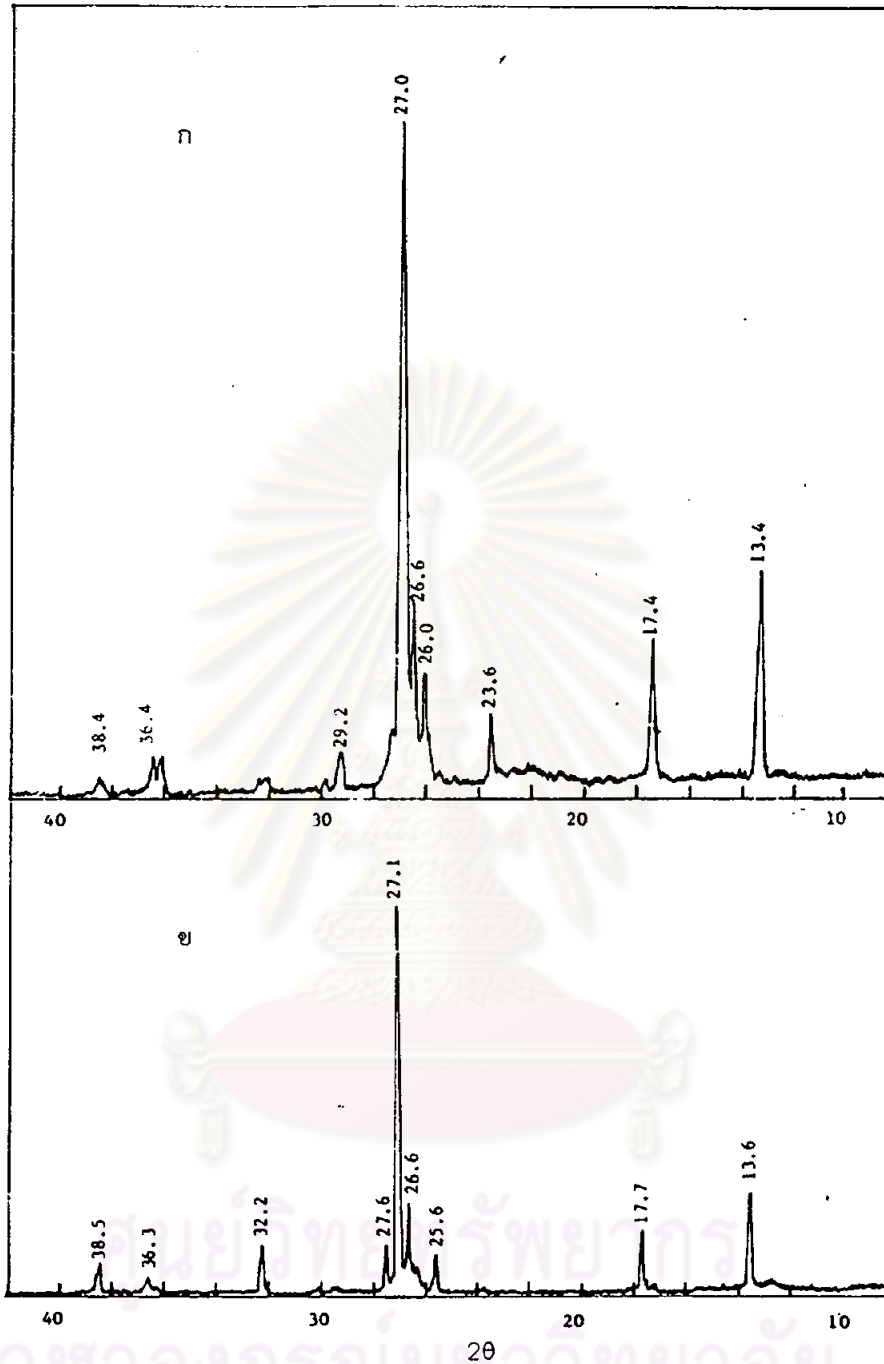


ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.39 แสดงผลการเตรียมสารประกอบแอมโมเนียมไดโครเมต และแอมโมเนียมซัลเฟต จากสารประกอบแอมโมเนียมโครเมต

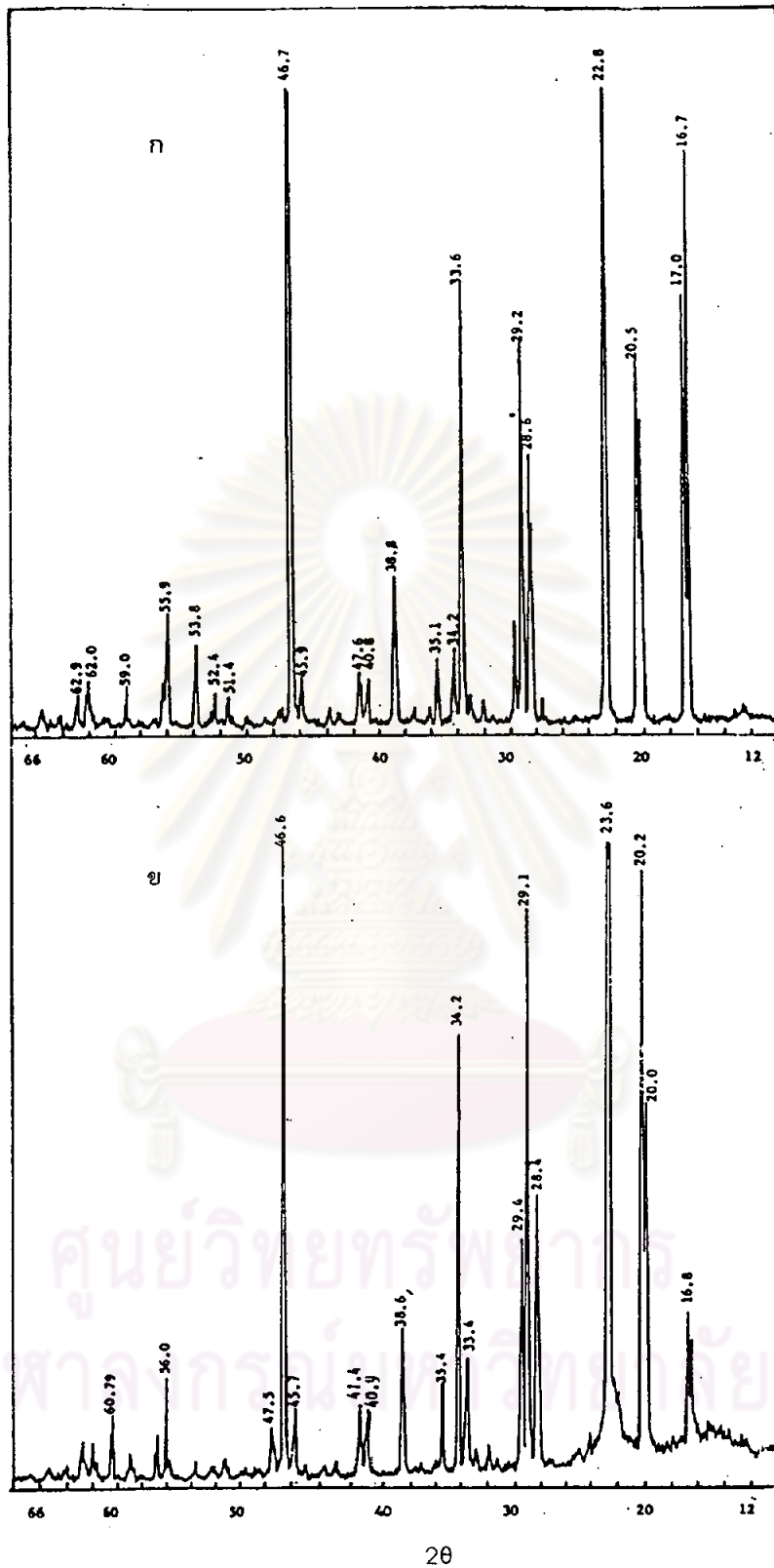
น้ำหนัก แอมโมเนียมโครเมต (กรัม)	ปริมาณ กรดซัลฟูริก (ลูกบาศก์เซนติเมตร)	น้ำหนักแอมโมเนียมไดโครเมต		ผลผลิต (%)	น้ำหนักแอมโมเนียมซัลเฟต		ผลผลิต (%)
		ทฤษฎี (กรัม)	การทดลอง (กรัม)		ทฤษฎี (กรัม)	การทดลอง (กรัม)	
10.0000	7.4	8.2879	7.6261	92.01	4.3444	3.5803	82.41
10.0000	7.4	8.2879	7.4200	89.52	4.3444	3.6404	83.79
10.0000	7.4	8.2879	7.4971	90.45	4.3444	3.6026	82.92
			เฉลี่ย	90.66		เฉลี่ย	83.04

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.26 แสดง X-ray diffraction pattern ของแอมโมเนียไมโตโครเมต

- ก. แอมโมเนียไมโตโครเมตที่เตรียมได้
- ข. แอมโมเนียไมโตโครเมตบริสุทธิ์



รูปที่ 3.27 แสดง X-ray diffraction pattern ของแอมโม่พอลิเอทิลีน

ก. แอมโม่พอลิเอทิลีนที่เตรียมได้

ข. แอมโม่พอลิเอทิลีนบริสุทธิ์

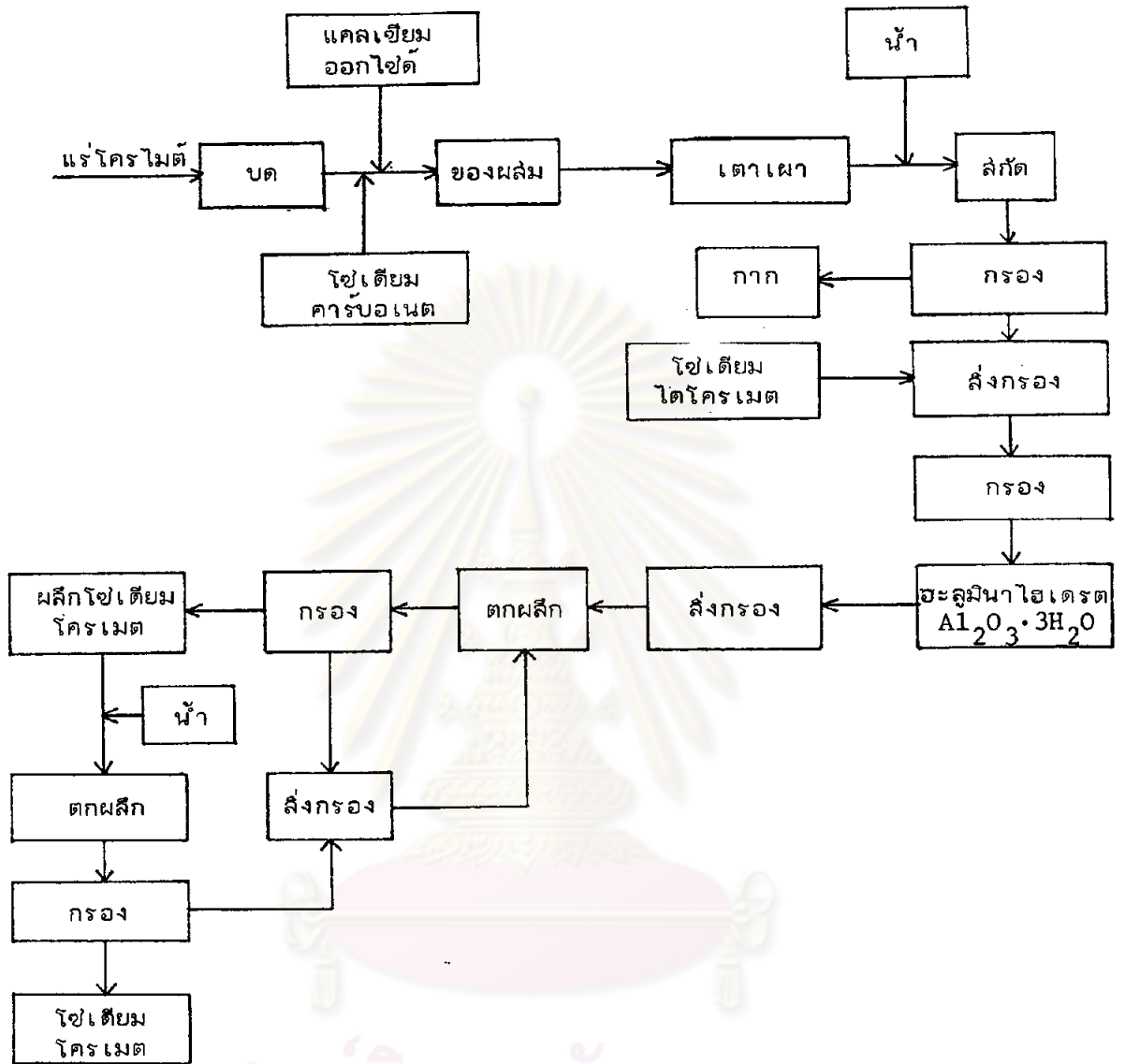
3.9.3 วิธีเตรียมสารประกอบโซเดียมโครเมต

สารประกอบโซเดียมโครเมต เตรียมจากกรรมวิธีการสกัดแร่โครไมต์โดยการเผาแร่โครไมต์กับโซเดียมคาร์บอเนต ดังการทดลองที่ได้กล่าวไว้ในข้อ 3.7

ในการทดลอง ใช้แร่โครไมต์ซึ่งบดละเอียดขนาด -200 เมช หนัก 500 กรัม ผสมกับโซเดียมคาร์บอเนต 375 กรัม และแคลเซียมออกไซด์ 250 กรัม นำไปเผาเช่นเดียวกับที่ได้ทดลองที่ 3.7 สารละลายโครเมียมซึ่งอยู่ในรูปของโครเมต (CrO_4^{2-}) ที่ได้นำมาตกผลึก ตามขั้นตอนดังแสดงในรูปที่ 3.28 ซึ่งจะได้สารประกอบโซเดียมโครเมตตกผลึกออกมา นำไปทำให้บริสุทธิ์ และตรวจสอบสารประกอบที่ได้โดยวิธีทาง X-ray diffraction เทียบกับโซเดียมโครเมตบริสุทธิ์ ผลการทดลองได้แสดงอยู่ในตารางที่ 3.40 และ รูปที่ 3.29

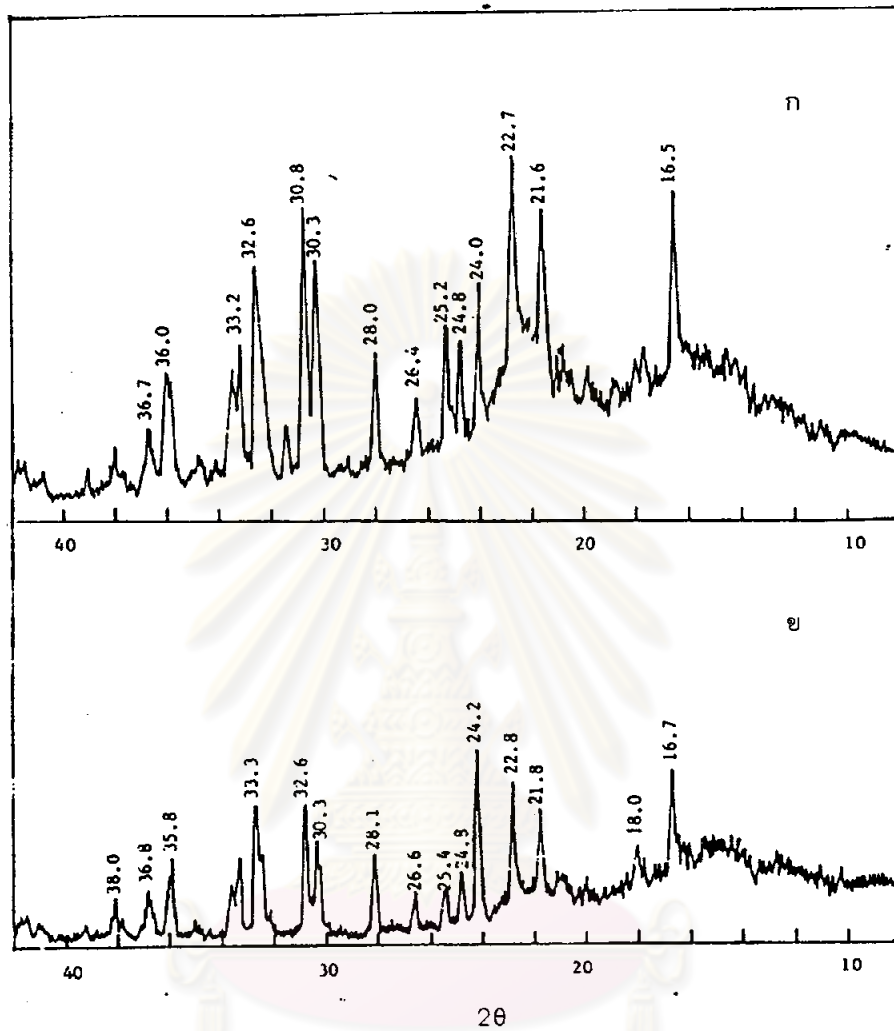
ตารางที่ 3.40 แสดงผลการเตรียมสารประกอบโซเดียมโครเมต

น้ำหนักแร่ (กรัม)	น้ำหนักโซเดียมคาร์บอเนต (กรัม)	น้ำหนักแคลเซียมออกไซด์ (กรัม)	น้ำหนักโซเดียมโครเมต (กรัม)
500	375	250	270



รูปที่ 3.28 แสดงการเตรียมสารประกอบโซเดียมโครเมต

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



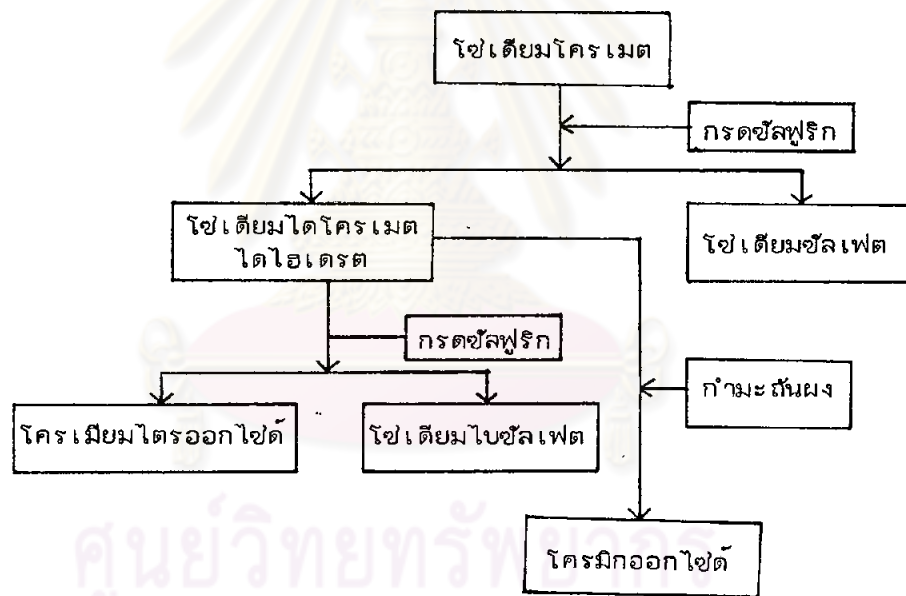
รูปที่ 3.29 แสดง X-ray diffraction pattern ของโพลีเอทิลีนโครเมต

ก. โพลีเอทิลีนโครเมตที่เตรียมได้

ข. โพลีเอทิลีนโครเมตบริสุทธิ์

3.9.4 วิธีเตรียมสารประกอบโซเดียมไดโครเมต ไดไฮเดรต

สารประกอบโซเดียมไดโครเมต ไดไฮเดรต เตรียมได้จากสารประกอบโซเดียม-โครเมต ดังแสดงในรูปที่ 3.30 โดยชั่งสารประกอบโซเดียมโครเมต 20.0000 กรัม ใส่ในปิกเกอร์ขนาด 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ละลายด้วยน้ำกลั่น 30 ลูกบาศก์เซนติเมตร เพื่อปรับสภาพของสารละลายให้มี pH 4.7⁽¹⁴⁾ ซึ่งจะใช้กรดซัลฟูริกเข้มข้นเติมลงไปประมาณ 3.4 ลูกบาศก์เซนติเมตร นำสารละลายไปต้มให้เดือด จะได้ผลึกโซเดียมซัลเฟตตกออกมาก่อน แล้วทำให้บริสุทธิ์อีกครั้งหนึ่ง ก็จะได้โซเดียมซัลเฟตเป็นผลพลอยได้ จากนั้นนำสารละลายที่เหลือไปตกผลึกโซเดียมไดโครเมต ไดไฮเดรตออกมา แล้วทำให้บริสุทธิ์ด้วยการตกผลึกซ้ำ หาเปอร์เซ็นต์ผลผลิต และตรวจสอบความบริสุทธิ์ของสารประกอบที่ได้เทียบกับโซเดียมไดโครเมต ไดไฮเดรต และโซเดียมซัลเฟตบริสุทธิ์ โดยวิธีทาง X-ray diffraction ผลการทดลองได้แสดงอยู่ในตารางที่ 3.41 และรูปที่ 3.31-3.32

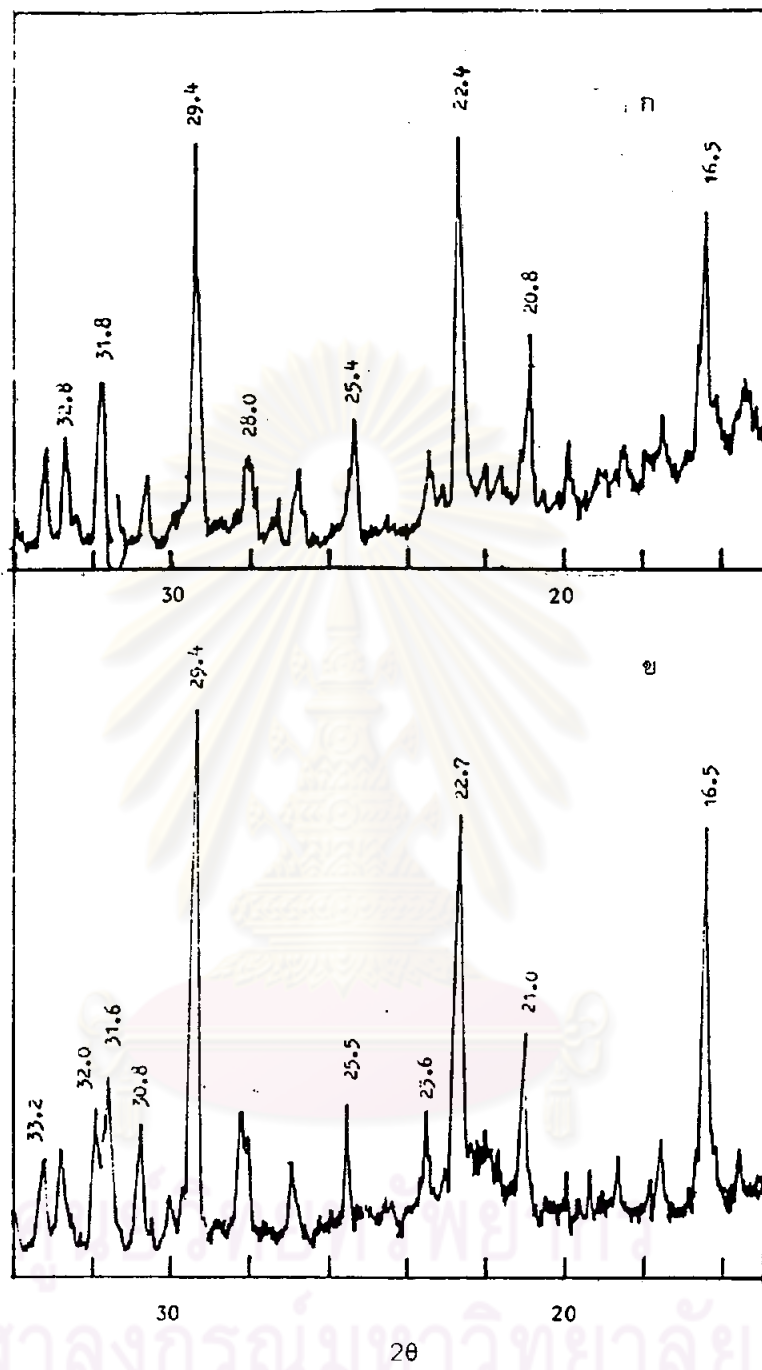


รูปที่ 3.30 แสดงการเตรียมสารประกอบโซเดียมไดโครเมต ไดไฮเดรต โครเมียม-ไดออกไซด์ และโครมิกออกไซด์

ตารางที่ 3.41 แสดงผลการเตรียมสารประกอบโซเดียมไดโครเมต ไดไฮเดรต และโซเดียมซัลเฟตจากสารประกอบโซเดียมโครเมต

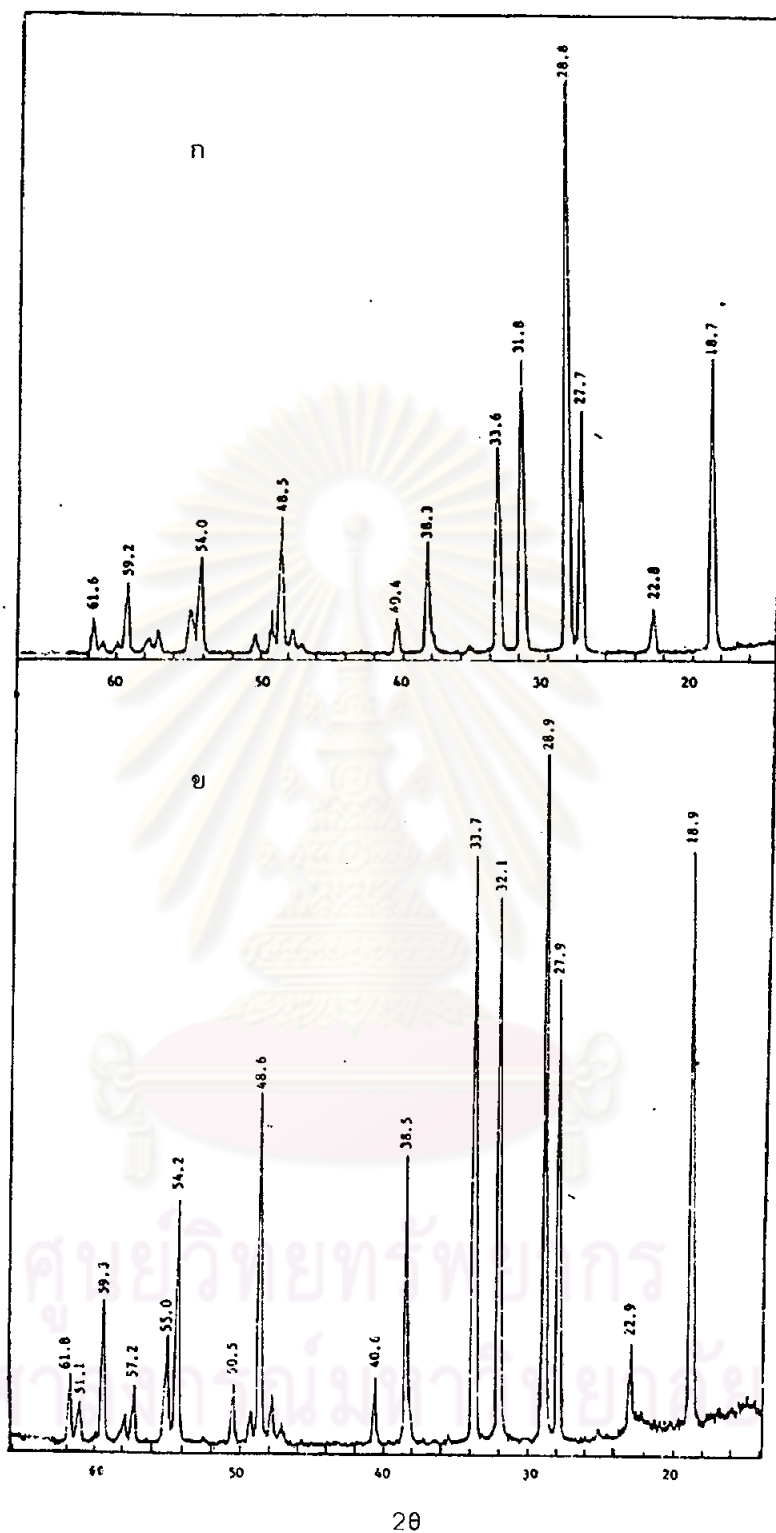
น้ำหนัก โซเดียมโครเมต (กรัม)	ปริมาณ กรดซัลฟูริก (ลูกบาศก์เซนติเมตร)	น้ำหนักโซเดียมไดโครเมต ไดไฮเดรต		ผลผลิต (%)	น้ำหนักโซเดียมซัลเฟต		ผลผลิต (%)
		ทฤษฎี (กรัม)	การทดลอง (กรัม)		ทฤษฎี (กรัม)	การทดลอง (กรัม)	
20.0000	3.4	16.1735	15.0142	92.83	8.7691	7.8923	90.00
20.0000	3.4	16.1735	14.9846	92.64	8.7691	7.9201	90.31
20.0000	3.4	16.1735	14.7333	91.09	8.7691	8.0299	91.57
		เฉลี่ย		92.19	เฉลี่ย		90.63

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.31 แสดง X-ray diffraction pattern ของโพลีเอทิลีนไทโครเมต

- ก. โพลีเอทิลีนไทโครเมตที่เตรียมได้
- ข. โพลีเอทิลีนไทโครเมตบริสุทธิ์



รูปที่ 3.32 แสดง X-ray diffraction pattern ของโซเดียมซิลิเกต

ก. โซเดียมซิลิเกตที่เตรียมได้

ข. โซเดียมซิลิเกตบริสุทธิ์

3.9.5 วิธีเตรียมสารประกอบโครเมียมไตรออกไซด์

สารประกอบโครเมียมไตรออกไซด์ เตรียมได้จากสารประกอบไฮเดียมไดโครเมต ดังแสดงในรูปที่ 3.30 โดยชั่งสารประกอบไฮเดียมไดโครเมตมา 10.0000 กรัม ใส่ใน ปีกเกอร์ขนาด 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ละลายด้วยน้ำกลั่น 10 ลูกบาศก์เซนติเมตรและนำไปแช่ในน้ำแข็ง เพื่อลดอุณหภูมิของสารละลายลง จากนั้นค่อย ๆ เติมกรดซัลฟูริกเข้มข้นลงไป โดยให้มีอัตราส่วนของ สารละลายไฮเดียมไดโครเมต ต่อกกรดซัลฟูริกเข้มข้น เท่ากับ 1:1 โดยน้ำหนัก (โดยประมาณ) คน สารละลายที่ได้ตลอดเวลา จะได้สารประกอบโครเมียมไตรออกไซด์สีแดงตกผลึกออกมา กรองผลึก ออกมา แล้วนำไปตกผลึกใหม่ให้บริสุทธิ์ ส่วนสารละลายที่เหลือ นำไปตกผลึกไฮเดียมไบซัลเฟตเป็น ผลพลอยได้ หลังจากทำให้สารทั้งสองบริสุทธิ์แล้ว นำไปหาเปอร์เซ็นต์ของผลที่ได้ และเทียบความ บริสุทธิ์ของไฮเดียมไบซัลเฟต กับสารบริสุทธิ์โดยวิธีการทาง X-ray diffraction ผลการ ทดลองได้แสดงอยู่ในตารางที่ 3.42 และรูปที่ 3.33

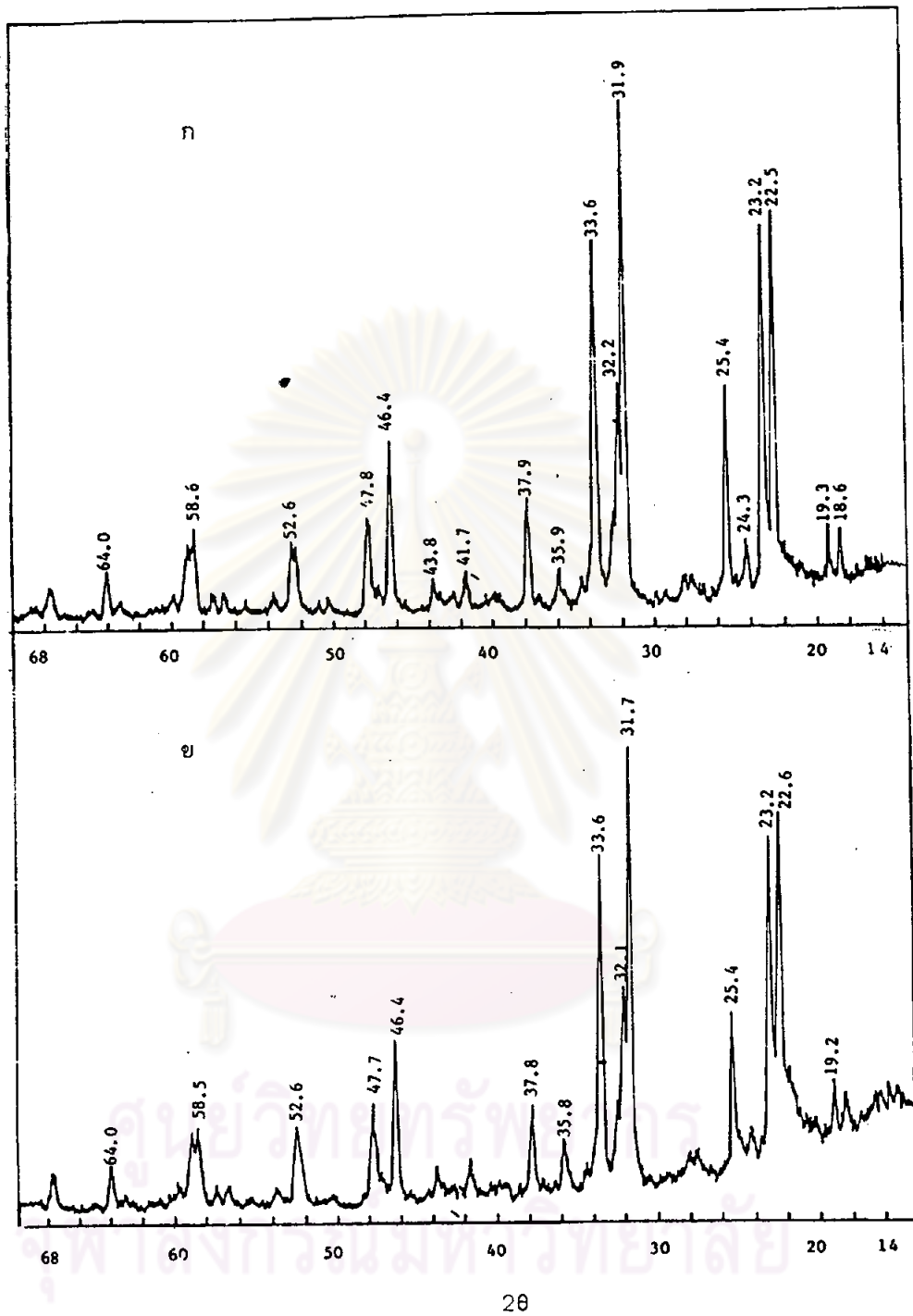
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.42 แสดงผลการเตรียมสารประกอบโครเมียมไตรออกไซด์ และโซเดียมโบไซด์เฟต จากสารประกอบโซเดียมไดโครเมต

น้ำหนัก โซเดียมไดโครเมต (กรัม)	ปริมาตร กรดซัลฟูริก (ลูกบาศก์เซนติเมตร)	น้ำหนักโครเมียมไตรออกไซด์		ผลผลิต (%)	น้ำหนักโซเดียมโบไซด์เฟต		ผลผลิต (%)
		ทฤษฎี (กรัม)	การทดลอง (กรัม)		ทฤษฎี (กรัม)	การทดลอง (กรัม)	
10.0000	10.87	6.7109	6.1045	90.96	8.0570	7.1465	88.69
10.0000	10.87	6.7109	6.2970	93.83	8.0570	6.9142	85.81
10.0000	10.87	6.7109	6.1854	92.16	8.0570	6.9956	86.82
			เฉลี่ย	92.32		เฉลี่ย	87.11

สารประกอบโครเมียมไตรออกไซด์ที่เตรียมได้นี้ ไม่ได้ตรวจสอบด้วยวิธี X-ray diffraction เนื่องจากสารประกอบนี้ดูดความชื้นได้มาก
จึงไม่สามารถตรวจวัดได้

ศูนย์วิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.33 แสดง X-ray diffraction pattern ของโซ่เตียมไบซิลเฟต

ก. โซ่เตียมไบซิลเฟตที่เตรียมได้

ข. โซ่เตียมไบซิลเฟตบริสุทธิ์

3.9.6 วิธีเตรียมสารประกอบโครมิกออกไซด์

สารประกอบโครมิกออกไซด์ เตรียมได้จากสารประกอบไฮเดียมโตโครเมต โดยการเผากับกำมะถันผง ซึ่งทำหน้าที่เป็นรีดิวซิงเอเจนต์ ดังแสดงในรูปที่ 3.30 ในการเตรียมสารประกอบโครมิกออกไซด์นี้ ได้ทดลองศึกษาเพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการเผาไฮเดียมโตโครเมตกับกำมะถันผง ดังนี้

3.9.6.1 การหาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเผาไฮเดียมโตโครเมตกับกำมะถันผง

ซึ่งไฮเดียมโตโครเมตมา 2.0000 กรัม ผสมกับกำมะถันผง 1.0000 กรัม ใส่ในเบ้ากระเบื้องที่มีฝาปิด นำเข้าเตาเผาไฟฟ้าที่ควบคุมอุณหภูมิไว้ต่าง ๆ กัน คือที่ 400, 500, 600, 700 และ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 45 นาที แล้วนำออกมาตั้งทิ้งไว้ให้เย็น จะได้สารประกอบโครมิกออกไซด์สีเขียว ล้างด้วยน้ำกลั่นเพื่อกำจัดไฮเดียมซัลเฟตที่เกิดขึ้นในปฏิกิริยา แล้วกำจัดผงกำมะถันที่เหลือโดยใช้คาร์บอนไดซัลไฟด์ (CS_2) ละลายออกไป นำโครมิกออกไซด์ที่ได้ไปอบให้แห้ง แล้วชั่งน้ำหนักไว้ ผลการทดลองแสดงอยู่ในตารางที่ 3.43

ตารางที่ 3.43 แสดงผลของการหาอุณหภูมิที่เหมาะสมที่ใช้ในการเผาไฮเดียมโตโครเมตกับกำมะถันผง

อุณหภูมิที่เผา (องศาเซลเซียส)	น้ำหนักโครมิกออกไซด์		ผลผลิต (%)
	ทฤษฎี (กรัม)	การทดลอง (กรัม)	
400	1.0335	-	-
500	1.0335	0.7725	74.74
600	1.0335	0.8703	84.20
700	1.0335	0.8973	86.81
800	1.0335	-	-

เผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส ปฏิกิริยาไม่เกิดขึ้น ส่วนการเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส หลังจากล้างโครมิกออกไซด์ด้วยน้ำกลั่น ยังมีผลึกใสซึ่งไม่ละลายน้ำปนอยู่ และอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเตรียมสารประกอบโครมิกออกไซด์ คือ 600

องค์ค่าเซลล์เชื้อเพลิง

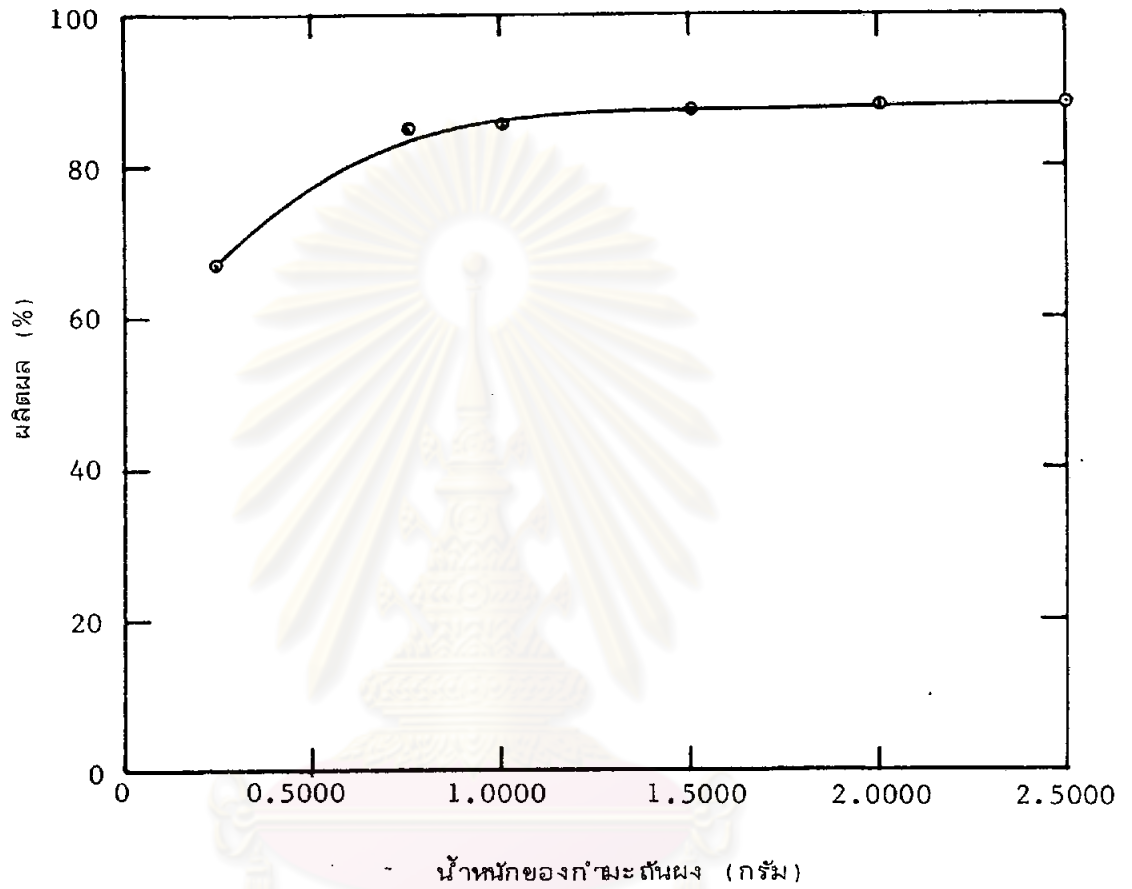
3.9.6.2 การหาปริมาณกำมะถันผงที่เหมาะสมในการเผาไหม้โซเดียมไดโครเมต

ซึ่งโซเดียมไดโครเมตมา 2.0000 กรัม ผสมกับกำมะถันผงมีปริมาณต่าง ๆ กัน คือ 0.2400, 0.5000, 0.7500, 1.0000, 1.5000, 2.0000 และ 2.5000 กรัม ตามลำดับ ใส่ในเบ้ากระเบื้อง แล้วนำเข้าเตาเผาไฟฟ้าที่ควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 600 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่เหมาะสมในการทำให้เกิดปฏิกิริยา เป็นเวลานาน 45 นาที แล้วนำออกมาตั้งทิ้งไว้ให้เย็น จากนั้นนำไปกำจัดโซเดียมซัลเฟตและกำมะถันผงที่เหลือ เช่นเดียวกับการทดลองในข้อ 3.9.6.1 ซึ่งน้ำหนักโครมิกออกไซด์ที่ได้ไว้ ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 3.44 และ รูปที่ 3.34

ตารางที่ 3.44 แสดงผลของการหาปริมาณกำมะถันผงที่เหมาะสมในการเผาไหม้โซเดียมไดโครเมต

น้ำหนักกำมะถันผง (กรัม)	น้ำหนักโครมิกออกไซด์		ผลผลิต (%)
	ทฤษฎี (กรัม)	การทดลอง (กรัม)	
0.2400 [*]	1.0335	0.6920	66.95
0.5000	1.0335	0.8540	82.63
0.7500	1.0335	0.8775	84.90
1.0000	1.0335	0.8859	85.71
1.5000	1.0335	0.9013	87.20
2.0000	1.0335	0.9095	87.97
2.5000	1.0335	0.9099	88.03

หมายเหตุ * น้ำหนักกำมะถันผง 0.2400 กรัม เมื่อคำนวณจากสมการการเกิดโครมิกออกไซด์ จะพอดีกับโซเดียมไดโครเมต 2.0000 กรัม โดยจะให้โครมิกออกไซด์ 1.0335 กรัม และปริมาณกำมะถันผงที่เหมาะสม คือ 1.0000 กรัม



รูปที่ 3.34 แสดงผลของการหาปริมาณกำมะถันผงที่เหมาะสมในการเผากับโซเดียมไดโครเมต

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.9.6.3 การหาเวลาที่เหมาะสมในการเผาโซเดียมไดโครเมต กับ

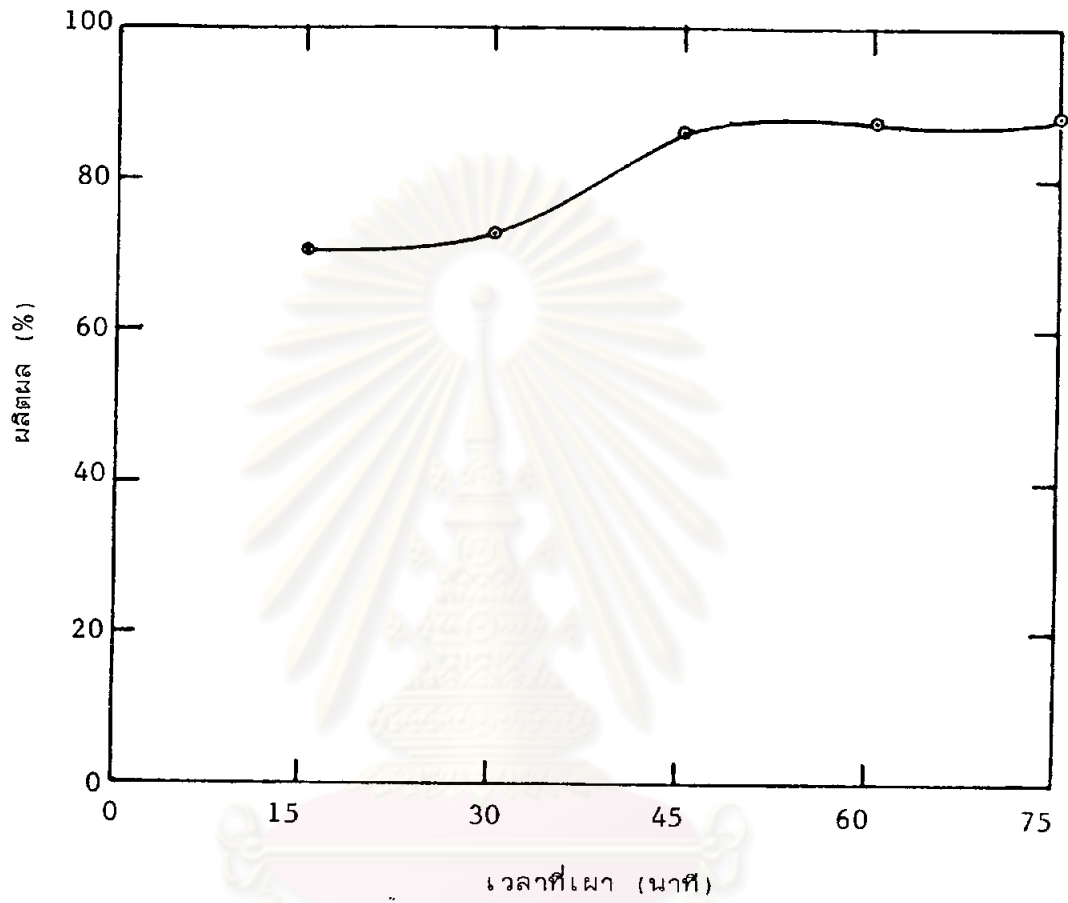
กำมะถันผง

ซังโซเดียมไดโครเมตมา 2.0000 กรัม ผสมกับกำมะถันผง

1.0000 กรัม ใส่ในเบ้ากระเบื้อง นำเข้าเตาเผาไฟฟ้าที่ควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 15, 30, 45, 60 และ 75 นาที ตามลำดับ จากนั้นนำออกมาทิ้งไว้ให้เย็น นำไปกำจัดโซเดียมซัลเฟต และผงกำมะถันที่เหลือให้หมดไปโดยทำเช่นเดียวกับการทดลองในข้อ 3.9.6.1 ชั่งน้ำหนักโครมิกออกไซด์ที่ได้ไว้ ทำการตรวจสอบสารประกอบที่ได้ เทียบกับโครมิกออกไซด์บริสุทธิ์ โดยวิธีการทาง X-ray diffraction ผลการทดลองแสดงอยู่ในตารางที่ 3.45 และรูปที่ 3.35-3.36

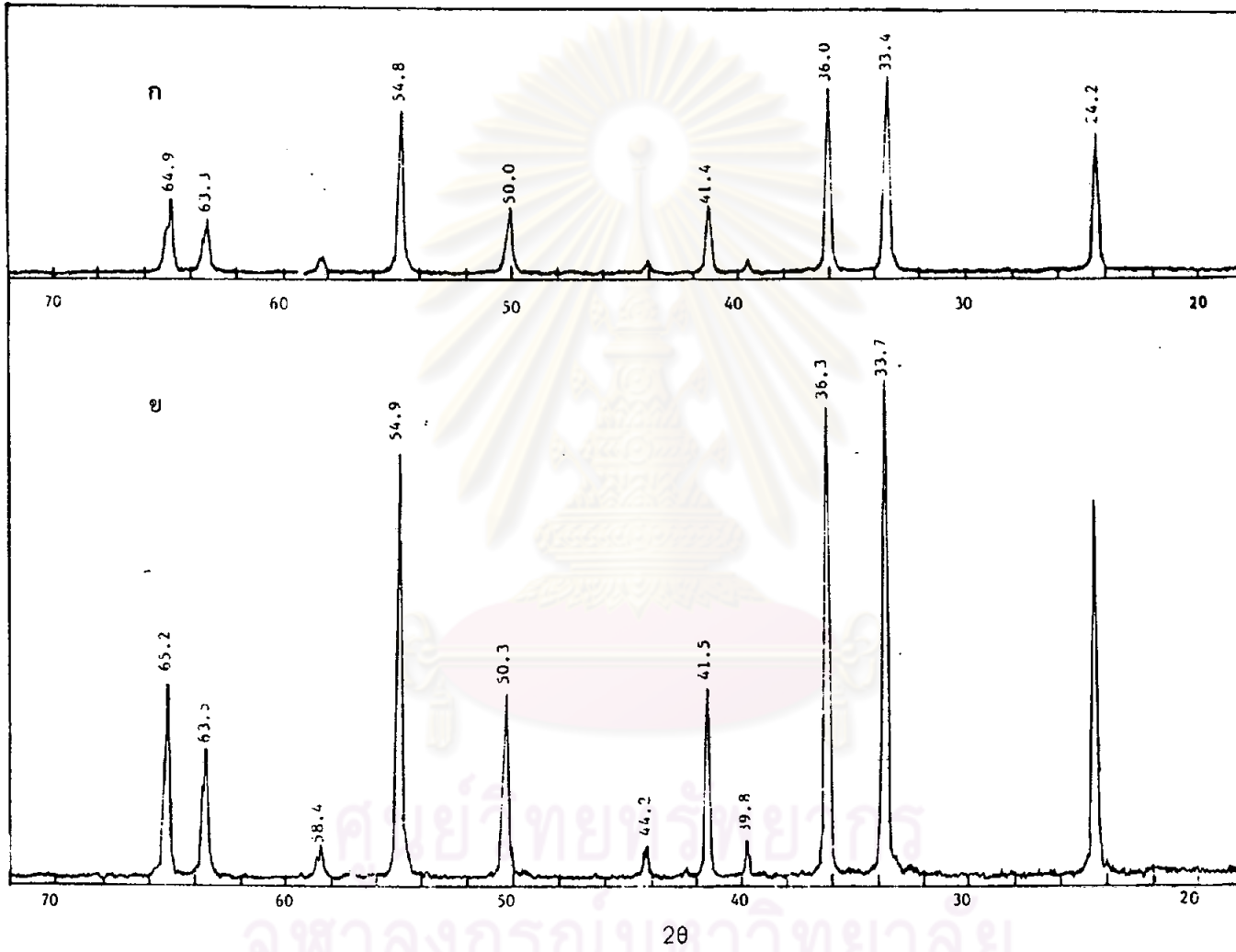
ตารางที่ 3.45 แสดงผลของการหาเวลาที่เหมาะสมในการเผาโซเดียมไดโครเมตกับกำมะถันผง

เวลาที่เผา (นาที)	น้ำหนักโครมิกออกไซด์		ผลผลิต (%)
	ทฤษฎี (กรัม)	การทดลอง (กรัม)	
15	1.0335	0.7328	70.89
30	1.0335	0.7537	72.92
45	1.0335	0.8943	86.52
60	1.0335	0.9026	87.32
75	1.0335	0.9086	87.92



รูปที่ 3.35 แสดงผลของการหาเวลาที่เหมาะสมในการเผาโซเดียมไดโครเมตกับกำมะถันผง

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.36 แสดง X-ray diffraction pattern ของไครมิกออกไซด์

ก. ไครมิกออกไซด์ที่เตรียมได้

ข. ไครมิกออกไซด์*Bacillus subtilis*

3.10 การวิเคราะห์หาความบริสุทธิ์ของสารประกอบโครเมียม

สารประกอบโครเมียมที่เตรียมได้ ดังได้กล่าวไว้ในข้อ 3.9 ได้แก่ โห้เตียมโครเมต โห้เตียมไดโครเมต แอมโมเนียมโครเมต แอมโมเนียมไดโครเมต และโครเมียมไตรออกไซด์ นำมาวิเคราะห์หาความบริสุทธิ์โดยวิธีไอโอดิเมตริ (Iodometry) ส่วนโครมิกออกไซด์ วิเคราะห์ด้วยเทคนิคทาง X-ray fluorescence ผลการทดลองได้แสดงอยู่ในตารางที่ 3.46

ตารางที่ 3.46 แสดงผลการวิเคราะห์หาความบริสุทธิ์ของสารประกอบโครเมียม

สารประกอบ	ความบริสุทธิ์ (%)
โห้เตียมโครเมต	98.11
โห้เตียมไดโครเมต	99.48
แอมโมเนียมโครเมต	95.18
แอมโมเนียมไดโครเมต	98.00
โครเมียมไตรออกไซด์	97.89
โครมิกออกไซด์	99.76

3.11 การวิเคราะห์หาความบริสุทธิ์ของสารประกอบที่เป็นผลพลอยได้จาก การเตรียมสารประกอบของโครเมียม

สารประกอบต่าง ๆ ที่เป็นผลพลอยได้ในปฏิกิริยาการเตรียมสารประกอบของโครเมียม ได้แก่ โห้เตียมซัลเฟต โห้เตียมไบซัลเฟต และแอมโมเนียมซัลเฟต นำมาวิเคราะห์หาความบริสุทธิ์ โดยวิธีการตกตะกอนซัลเฟต ด้วยสารละลายแบเรียมคลอไรด์ (BaCl_2)⁽⁴⁴⁾ ล้างน้ำหนักของแบเรียมซัลเฟต (BaSO_4) ที่ซึ่งได้สามารถหาปริมาณของเกลือซัลเฟตได้ ผลการทดลองได้แสดงอยู่ในตารางที่ 3.47

ตารางที่ 3.47 แสดงผลการวิเคราะห์ความบริสุทธิ์ของสารประกอบที่เป็นผลพลอยได้จากการเตรียม
สารประกอบของโครเมียม

สารประกอบ	ความบริสุทธิ์ (%)
โซเดียมซัลเฟต	99.13
โซเดียมไบซัลเฟต	97.56
แอมโมเนียมซัลเฟต	95.10

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย