57

การผลิตทิน(IV)คลอไรด์จากแร่ดีบุก

นางสาว เมธพร มารีอนุเคราะห์

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
ภาควิชาเคมีเทคนิค
บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
พ.ศ. 2535

ISBN 974-581-313-3

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

I17778967

PRODUCTION OF TIN(IV) CHLORIDE FROM TIN

MISS METHPORN MAREANUKROH

A Thesis Submitted in Partial Fulfilment of the Requirements

for the Degree of Master of Science

Department of Chemical Technology

Graduate School

Chulalongkorn University

1992

ISBN 974-581-313-3

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การผลิตทิน(IV)คลอไรด์จากแร่ดีบุก
โดย	นางสาวเมธพร มารีอนุเคราะห์
ภาควิชา	เคมีเทคนิค
อาจารย์ที่ปรึกษา	ศาสตราจารย์ ดร.สมศักดิ์ ดำรงค์เลิศ
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	ศาสตราจารย์ ดร.เผด็จ สิทธิสุนทร

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้นับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญามหาบัณฑิต

..... คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย
(ศาสตราจารย์ ดร.ถาวร วัชราภัย)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

..... ประธานกรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ดร.ภัทรพรรณ ประศาสน์สารกิจ)

..... อาจารย์ที่ปรึกษา
(ศาสตราจารย์ ดร.สมศักดิ์ ดำรงค์เลิศ)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม
(ศาสตราจารย์ ดร.เผด็จ สิทธิสุนทร)

..... กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ธราพงษ์ วิทิตศานต์)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

เมธพร มารีอนุเคราะห์ : การผลิตทิน(IV)คลอไรด์จากแร่ดีบุก (PRODUCTION OF TIN (IV) CHLORIDE FROM TIN) อ.ที่ปรึกษา : ศ.ดร.สมศักดิ์ ดำรงค์เลิศ, ศ.ดร.เผด็จ สิทธิสุนทร, 91 หน้า. ISBN 974-581-313-3

การผลิตทิน(IV)คลอไรด์จากแร่ดีบุก โดยการทำปฏิกิริยาระหว่างดีบุกกับแก๊สคลอรีนโดยตรง และมีแก๊สไนโตรเจนทำหน้าที่เป็นตัวเจือจาง และพาแก๊สคลอรีนเข้าสู่เครื่องปฏิกรณ์ ทิน(IV)คลอไรด์ที่ผลิตขึ้นไหลออกจากเครื่องปฏิกรณ์ในสถานะแก๊ส ผ่านคอนเดนเซอร์แล้วจึงควบแน่นเป็นของเหลวตกลงสู่ตัวรองรับ

วัตถุประสงค์ของงานวิจัยนี้คือเพื่อศึกษาถึงอิทธิพลของอุณหภูมิ อัตราการป้อนแก๊สคลอรีน สัดส่วนของแก๊สคลอรีนและอัตราการป้อนแก๊สรวม ที่มีต่อผลผลิตของผลิตภัณฑ์และศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการทำปฏิกิริยา จากผลการทดลองพบว่าปริมาณผลิตภัณฑ์มีค่ามากที่สุดที่อุณหภูมิ 140 องศาเซลเซียส เมื่อเพิ่มอัตราการป้อนแก๊สคลอรีน สัดส่วนแก๊สคลอรีน และอัตราการป้อนแก๊สรวม จะได้ปริมาณผลิตภัณฑ์เพิ่มขึ้น แต่ค่าเปอร์เซนต์yieldที่คำนวณจากปริมาณคลอรีนที่ใช้ไปมีค่าลดลง สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการทำปฏิกิริยา คือ อุณหภูมิ 140 องศาเซลเซียส สัดส่วนแก๊สคลอรีนระหว่าง 0.8 ถึง 0.9 และอัตราการป้อนแก๊สรวมไม่เกิน 0.7 ลิตรต่อนาที

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชา เคมีเทคนิค ลายมือชื่อนิสิต .....

สาขาวิชา เคมีเทคนิค ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา .....

ปีการศึกษา 2534 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม .....

C225539 : MAJOR CHEMICAL TECHNOLOGY
KEY WORD : TIN(IV) CHLORIDE/TIN
METHPORN MAREANUKROH : PRODUCTION OF TIN(IV) CHLORIDE FROM TIN.
THESIS ADVISORS : PROF.SOMSAK DAMRONGLERD, Dr.Ing., PROF.PADEJ SITTHISUNTORN, Ph.D. 91 pp. ISBN 974-581-313-3

Production of tin(IV) chloride from tin could be made through direct reaction between tin and chlorine gas while nitrogen gas was used as diluent and carrier of the chlorine gas to a reactor. The tin(IV) chloride gas product from the reactor was condensed into liquid form and eventually collected in a receiver.

The purposes of this thesis are a) to study the effect of temperature, feed flowrate of the chlorine gas, fraction of the chlorine gas and total feed flowrate on the production of tin(IV) chloride and b) to find the optimum conditions of the reaction. From the experimental data, the maximum volume of tin(IV) chloride could be obtained at reaction temperature of 140°C. Moreover, when the temperature, feed flowrate of Cl_2, fraction of Cl_2 and the total feed flowrate are increased, the production of tin(IV) chloride increases, meanwhile, the yield percentage computed from the used Cl_2 decreases. Therefore it can be concluded that the optimum condition for the production of tin(IV) chloride is at 140 °C with the fraction of Cl_2 between 0.8 and 0.9 and the total feed flowrate not over 0.7 l/min.

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชา เคมีเทคนิค ลายมือชื่อนิสิต .....
สาขาวิชา เคมีเทคนิค ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา .....
ปีการศึกษา 2534 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม .....

หอสมุดกลาง สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

กิตติกรรมประกาศ

ขอกราบขอบพระคุณ ศาสตราจารย์ ดร.สมศักดิ์ ดำรงค์เลิศ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ และศาสตราจารย์ ดร.เผด็จ สิทธิสุนทร อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม ที่ให้คำปรึกษา แนะนำตักเตือนและช่วยเหลือในการทำวิจัยครั้งนี้ให้ลุล่วงไปได้ด้วยดี รวมทั้งคณาจารย์ทุกท่านในภาควิชาเคมีเทคนิคที่ได้ให้คำแนะนำและช่วยเหลือ

ขอขอบคุณ คุณสังข์ ชมชื่นและคุณสนิท ปรีนคร ที่ช่วยสร้างและซ่อมแซมอุปกรณ์ในการทำวิจัยนี้จนสามารถดำเนินการวิจัยได้ดีมาตลอด ตลอดจนข้าราชการภาควิชาเคมีเทคนิคทุกท่านที่กรุณาให้ความสะดวกในการใช้ห้องปฏิบัติการ และขอขอบคุณพี่ ๆ เพื่อน ๆ และน้อง ๆ ในภาควิชาเคมีเทคนิคและผู้อยู่เบื้องหลังทุกท่านที่เป็นกำลังใจสนับสนุน ช่วยเหลือในการทำวิทยานิพนธ์มาโดยตลอด

เนื่องจากทุนการวิจัยครั้งนี้บางส่วนได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยของบัณฑิตวิทยาลัย จึงขอขอบพระคุณบัณฑิตวิทยาลัยมา ณ ที่นี้ด้วย

ท้ายที่สุดนี้ขอกราบขอบพระคุณบิดา-มารดา ที่เป็นกำลังใจและให้คำแนะนำ ความช่วยเหลือ และการสนับสนุนเสมอมาจนสำเร็จการศึกษา

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย ..... ง

บทคัดย่อภาษาอังกฤษ ..... จ

กิตติกรรมประกาศ ..... ฉ

สารบัญตารางประกอบ ..... ฌ

สารบัญรูปประกอบ ..... ญ

สัญญลักษณ์ ..... ฐ

บทที่

1 บทนำ 1

2 วารสารปริทัศน์ 3

2.1 ดีบุก 3

2.1.1 คุณสมบัติทางกายภาพของดีบุก 5

2.1.2 คุณสมบัติทางเคมีของดีบุก 9

2.2 คลอรีน 11

2.2.1 คุณสมบัติทางเคมีของคลอรีน 12

2.2.1 คุณสมบัติทางกายภาพของคลอรีน 13

2.3 ทิน(IV)คลอไรด์ 19

2.3.1 คุณสมบัติของทิน(IV)คลอไรด์ 21

2.3.2 ปฏิกิริยาเคมีที่เกี่ยวข้อง 23

3 อุปกรณ์และวิธีการทดลอง 24

3.1 อุปกรณ์การทดลอง 24

3.1.1 เครื่องปฏิกรณ์ 24

3.1.2 ชุดควบคุมอุณหภูมิ 26

3.1.3 คอนเดนเซอร์ 27

3.1.4 ตัวรองรับเก็บสาร 27

3.1.5 เครื่องวัดและควบคุมการป้อนแก๊สเข้าเครื่องปฏิกรณ์ 27

สารบัญ(ต่อ)

บทที่		หน้า
	3.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	27
	3.2.1 ดีบุก	28
	3.2.2 แก๊สคลอรีน	28
	3.2.3 แก๊สไนโตรเจน	28
	3.2.4 กรดซัลฟิวริกเข้มข้น	28
	3.2.5 สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์	29
	3.3 วิธีทำการทดลอง	29
	3.4 ขั้นตอนการทดลอง	31
4	ผลการทดลองและวิจารณ์	38
	4.1 ผลการทดลองการศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิ	38
	4.2 ผลการทดลองการศึกษาอิทธิพลของอัตราการป้อนแก๊สคลอรีน	43
	4.3 ผลการทดลองการศึกษาอิทธิพลของสัดส่วนของแก๊สคลอรีน	48
	4.4 ผลการทดลองการศึกษาอิทธิพลของอัตราการป้อนแก๊สรวม	53
	4.5 การหาสภาวะที่เหมาะสม	58
5	บทสรุปและข้อเสนอแนะ	72
เอกสารอ้างอิง		75
ภาคผนวก		78
ประวัติผู้เขียน		91

สารบัญตารางประกอบ

ตารางที่ หน้า

2.1 แสดงคุณสมบัติทางกายภาพของดีบุก 7

2.2 แสดงคุณสมบัติทางกายภาพของดีบุกที่แปรตามอุณหภูมิ 8

2.3 แสดงคุณสมบัติทางเทอร์โมไดนามิกส์ของดีบุก 8

2.4 แสดงไอโซโทปของดีบุก 9

2.5 แสดงปริมาณและผลของคลอรีนที่เป็นพิษต่อร่างกาย 11

2.6 แสดงไอโซโทปของคลอรีน 12

2.7 แสดงคุณสมบัติทางกายภาพของคลอรีน 14

2.8 แสด่งคุณสมบัติของทิน(IV)คลอไรด์ 22

ก.1 แสดงข้อมูลผลการทดลองการศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิ 79

ก.2 แสดงข้อมูลผลการทดลองการศึกษาอิทธิพลของอัตราการป้อนแก๊สคลอรีน 80

ก.3 แสดงข้อมูลผลการทดลองการศึกษาอิทธิพลของสัดส่วนของแก๊สคลอรีนในขั้นแรก .. 81

ก.4 แสดงข้อมูลผลการทดลองการศึกษาอิทธิพลของสัดส่วนของแก๊สคลอรีนในขั้นสอง .. 82

ก.5 แสดงข้อมูลผลการทดลองการศึกษาอิทธิพลของสัดส่วนของแก๊สคลอรีนในขั้นสาม .. 83

ก.6 แสดงข้อมูลผลการทดลองการศึกษาอิทธิพลของอัตราการป้อนแก๊สรวม 84

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญรูปประกอบ

รูปที่		หน้า
2.1	แสดงโครงสร้างของอะตอมดีบุก	5
2.2	แสดงความหนาแน่นของแก๊สคลอรีน	15
2.3	แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนาแน่นกับอุณหภูมิของคลอรีนเหลว	16
2.4	แสดงความดันไอของคลอรีนเหลว	17
2.5	แสดงค่าเอนทาลปีของคลอรีน	18
2.6	แสดงการใช้ทิน(IV)คลอไรด์เป็นสารตั้งต้น	19
2.7	แสดงการใช้ทิน(IV)คลอไรด์เป็นสารตั้งต้นในการผลิตสารประกอบดีบุกอินทรีย์	20
2.8	แสดงพันธะในโมเลกุลแบบโคเวเลนต์ของทิน(IV)คลอไรด์	21
3.1	แสดงสัดส่วนของเครื่องปฏิกรณ์	25
3.2	แสดงกระบวนการผลิตทิน(IV)คลอไรด์	30
3.3	เครื่องปฏิกรณ์	35
3.4	ชุดทดลองผลิตทิน(IV)คลอไรด์	35
3.5	เครื่องควบคุมและอุปกรณ์ปรับแรงดันไฟฟ้า	36
3.6	ดีบุกแท่ง	36
3.7	ดีบุกหลอมเหลว	37
3.8	ดีบุกเม็ด	37
4.1	กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณผลิตภัณฑ์กับอุณหภูมิ	39
4.2	กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซนต์ yield ที่คิดจากปริมาณดีบุกที่ใช้ไปกับอุณหภูมิ	40
4.3	กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซนต์ yield ที่คิดจากปริมาณคลอรีนที่ใช้ไปกับอุณหภูมิ	41
4.4	กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณผลิตภัณฑ์กับอัตราการป้อนแก๊สคลอรีน	44
4.5	กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซนต์ yield ที่คิดจากปริมาณดีบุกที่ใช้ไปกับอัตราการป้อนแก๊สคลอรีน	45

สารบัญรูปประกอบ(ต่อ)

รูปที่ หน้า

4.6 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซนต์ yield ที่คิดจากปริมาณคลอรีน ที่ใช้ไปกับอัตราการป้อนแก๊สคลอรีน 46

4.7 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณผลิตภัณฑ์กับสัดส่วนของแก๊สคลอรีน 49

4.8 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซนต์ yield ที่คิดจากปริมาณดีบุกที่ใช้ไป กับสัดส่วนของแก๊สคลอรีน 50

4.9 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซนต์ yield ที่คิดจากปริมาณคลอรีนที่ใช้ไป กับสัดส่วนของแก๊สคลอรีน 51

4.10 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณผลิตภัณฑ์กับอัตราการป้อนแก๊สรวม 54

4.11 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซนต์ yield ที่คิดจากปริมาณดีบุกที่ใช้ไป กับอัตราการป้อนแก๊สรวม 55

4.12 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซนต์ yield ที่คิดจากปริมาณคลอรีนที่ใช้ไป กับอัตราการป้อนแก๊สรวม 56

4.13 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณผลิตภัณฑ์ เปอร์เซนต์ yield ที่คิดจาก ปริมาณดีบุก และเปอร์เซนต์ yield ที่คิดจากปริมาณคลอรีน กับอุณหภูมิ 59

4.14 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณผลิตภัณฑ์จากการทดลองและจากการคำนวณ กับสัดส่วนของแก๊สคลอรีน ที่สภาวะอัตราการป้อนแก๊สรวม ๐.3 ลิตร/นาที 60

4.15 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซนต์ yield ที่คิดจากปริมาณดีบุกที่ใช้ไป จากการทดลองและจากการคำนวณกับสัดส่วนของแก๊สคลอรีนที่สภาวะอัตราการป้อน แก๊สรวม ๐.3 ลิตร/นาที 61

4.16 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซนต์ yield ที่คิดจากปริมาณคลอรีนที่ใช้ไป จากการทดลองและจากการคำนวณกับสัดส่วนของแก๊สคลอรีนที่สภาวะอัตราการป้อน แก๊สรวม ๐.3 ลิตร/นาที 62

4.17 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณผลิตภัณฑ์จากการทดลองและจากการคำนวณ กับสัดส่วนของแก๊สคลอรีน ที่สภาวะอัตราการป้อนแก๊สรวม ๐.5 ลิตร/นาที 63

สารบัญรูปประกอบ(ต่อ)

รูปที่ หน้า

4.18 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซนต์ yield ที่คิดจากปริมาณดีบุกที่ใช้ไปจากการทดลองและจากการคำนวณกับสัดส่วนของแก๊สคลอรีนที่สภาวะอัตราการป้อนแก๊สรวม 0.5 ลิตร/นาที 64

4.19 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซนต์ yield ที่คิดจากปริมาณคลอรีนที่ใช้ไปจากการทดลองและจากการคำนวณกับสัดส่วนของแก๊สคลอรีนที่สภาวะอัตราการป้อนแก๊สรวม 0.5 ลิตร/นาที 65

4.20 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณผลิตภัณฑ์จากการทดลองและจากการคำนวณกับสัดส่วนของแก๊สคลอรีน ที่สภาวะอัตราการป้อนแก๊สรวม 0.7 ลิตร/นาที 66

4.21 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซนต์ yield ที่คิดจากปริมาณดีบุกที่ใช้ไปจากการทดลองและจากการคำนวณกับสัดส่วนของแก๊สคลอรีนที่สภาวะอัตราการป้อนแก๊สรวม 0.7 ลิตร/นาที 67

4.22 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซนต์ yield ที่คิดจากปริมาณคลอรีนที่ใช้ไปจากการทดลองและจากการคำนวณกับสัดส่วนของแก๊สคลอรีนที่สภาวะอัตราการป้อนแก๊สรวม 0.7 ลิตร/นาที 68

4.23 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณผลิตภัณฑ์ เปอร์เซนต์ yield ที่คิดจากปริมาณดีบุก และเปอร์เซนต์ yield ที่คิดจากปริมาณคลอรีน กับอัตราการป้อนแก๊สรวม 71

ข.1 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างระดับขีดของโรตามิเตอร์ตัวที่ 1 (R_1) กับอัตราการไหลของแก๊ส (Q_1) 85

ข.2 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างระดับขีดของโรตามิเตอร์ตัวที่ 2 (R_2) กับอัตราการไหลของแก๊ส (Q_2) 86

ข.3 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างระดับขีดของโรตามิเตอร์ตัวที่ 3 (R_3) กับอัตราการไหลของแก๊ส (Q_3) 87

สัญญลักษณ์

ΔH	ค่าความร้อนของการเกิดปฏิกิริยา
Q1	อัตราการไหลของอากาศที่สภาวะมาตรฐานที่ผ่านโรตามิเตอร์ตัวที่ 1 (ลิตร/นาที)
Q2	อัตราการไหลของอากาศที่สภาวะมาตรฐานที่ผ่านโรตามิเตอร์ตัวที่ 2 (ลิตร/นาที)
Q3	อัตราการไหลของอากาศที่สภาวะมาตรฐานที่ผ่านโรตามิเตอร์ตัวที่ 3 (ลิตร/นาที)
R1	ระดับของลูกลอยของโรตามิเตอร์ตัวที่ 1
R2	ระดับของลูกลอยของโรตามิเตอร์ตัวที่ 2
R3	ระดับของลูกลอยของโรตามิเตอร์ตัวที่ 3

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย