



การวิเคราะห์แร็คติบ

องค์ประกอบของแร็คติบต่าง ๆ ได้มีการวิเคราะห์แล้วโดยกรมทรัพยากรธรณี
 คั้งที่แสดงไว้ในตารางที่ 8 แต่อย่างไรก็ตาม ตัวเลขเหล่านี้ไม่แน่นอน เนื่องจากแร็คติบ
 ละกอนก็มีองค์ประกอบที่ไม่เท่ากัน ดังนั้น จึงได้หาวิธีวิเคราะห์แร็คติบอย่าง ซึ่งมีอยู่หลาย
 วิธีด้วยกัน พบว่าวิธีการวิเคราะห์ด้วยการวัดแอมชอบแบนซ์ของสารละลาย เปรียบเทียบกับ
 กับสารละลายมาตรฐานเป็นวิธีที่ใช้เวลาน้อย (ประมาณ 2 ชั่วโมง) และมีความถูกต้อง
 พอใช้ได้ เนื่องจากที่สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์ประยุกต์แห่งประเทศไทย มีเครื่องสเปค
 โตรโฟโตมิเตอร์ ซึ่งสามารถขอใช้ได้ ดังนั้น จึงเลือกวิธีวิเคราะห์ด้วยการวัดแอมชอบ-
 แบนซ์

รายละเอียดวิธีการมีดังต่อไปนี้

การหาเปอร์เซ็นต์ที่สูญเสียเนื่องจากการเผา

1. เครื่องมือ

- 1.1 เตาเผาไฟฟ้า ตั้งอุณหภูมิได้ถึง 1200° ซ.
- 1.2 เคสิคเคเตอร์

2. วิธีการ

- 2.1 ชั่งสารตัวอย่างให้ได้น้ำหนักที่แน่นอน ใสลงในถ้วยที่ทนความร้อน
 เเผาในเตาเผาที่อุณหภูมิ 1000° ซ. จนได้น้ำหนักคงที่ (ประมาณครึ่งชั่วโมง)
- 2.2 เอาออกแล้วทิ้งไว้ให้เย็นในเคสิคเคเตอร์ ชั่งน้ำหนัก

3. การคำนวณ

$$\text{เปอร์เซ็นต์ที่สูญเสียเนื่องจากการเผา} = \frac{\text{น.น. ที่หายไป} \times 100}{\text{น.น. ของสารตัวอย่าง}}$$

การวิเคราะห์ชิลิกา

1. หลักการ เปลี่ยนชิลิกาให้อยู่ในรูปของสารละลาย โดยการเผาแร่คิมกับ โซเดียมไฮดรอกไซด์ ได้สารประกอบซิลิเกตซึ่งละลายได้ในสารละลายกรดเกลือเจือจาง ชิลิกาทำปฏิกิริยากับแอมโมเนียมโมลิบเดทที่มากเกินพอ ได้สารประกอบ สีเหลืองของกรดโมลิบโดซิลิก เติมกรดทาร์ทริกเพื่อเป็นบัฟเฟอร์ จากนั้นรีคิวส์ด้วย สารละลายรีคิวส์ จะให้สารละลายสีน้ำเงิน ความเข้มของสีซึ่งวัดโดยเครื่องสเปกโตร โฟโตมิเตอร์ที่ความยาวคลื่น 650 นาโนเมตร จะเป็นไปตามกฎของ Beer ซึ่งกล่าว ไว้วว่า ความเข้มของสี (วัดเป็นค่าแอบซอร์บแนนซ์) จะเป็นสัดส่วนโดยตรงกับปริมาณ ชิลิกาในสารละลาย จากค่าแอบซอร์บแนนซ์ เท่ากับ 2 ลบด้วยค่าลอการิทึมของเปอร์เซ็นต์ ทรานซมิชชัน พบว่าถ้าเขียนกราฟระหว่างปริมาณชิลิกากับเปอร์เซ็นต์ทรานซมิชชันบน กระดาษเซมิล็อก จะได้กราฟเส้นตรง ซึ่งใช้เป็นมาตรฐานในการ เปรียบเทียบความเข้ม ของสี

วิธีที่กล่าวนี้ วัดปริมาณชิลิกาได้ในช่วง 250 - 500 ไมโครกรัม

2. การเตรียมสารละลายตัวอย่าง

2.1 ชั่งโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1.5 กรัม ใส่ในถ้วยนิกเกิล ปิดฝาด้วยแล้ว ให้ความร้อนจนโซเดียมไฮดรอกไซด์ละลาย ทิ้งไว้ให้เย็น

2.2 ชั่งตัวอย่างแร่ที่บดจนละเอียดแล้วคละกันไปให้ได้น้ำหนักที่แน่นอน 0.0500 กรัม โดยใช้เครื่องชั่งที่ชั่งได้ละเอียดถึงทศนิยม 4 ตำแหน่งของกรัม ใส่สาร ตัวอย่างนี้ลงในถ้วยนิกเกิล หยดแอลกอฮอล์ลงบนสารตัวอย่างเพื่อให้อุ่น แล้วตั้งทิ้งไว้ ให้ระเหย จากนั้นเผาถ้วยนิกเกิล ค่อย ๆ เขย่าถ้วยเพื่อไม่ให้สารตัวอย่างลอยอยู่บนผิว ของเหลว เผาด้วยเปลวไฟแรง ๆ ค่อย ๆ ประมาณ 5 นาที แล้วปล่อยให้เย็น

2.3 เติมน้ำประมาณ 25 มล. ตั้งทิ้งไว้ 1 ชม. จากนั้นถ่ายสารละลาย ลงในบีกเกอร์ขนาด 600 มล. ซึ่งมีน้ำหนักอยู่ 400 มล. และกรดไฮโดรคลอริก ความ เข้มข้น 1 : 1 อยู่ 20 มล. ล้างตะกอนทุกอย่างในถ้วยนิกเกิลลงในบีกเกอร์ให้หมด ระวังอย่าให้กรดตกกับถ้วยนิกเกิล

2.4 ถ่ายสารละลายลงในขวดแก้วปริมาตร ขนาด 1000 มล. เจือจางด้วยน้ำสะอาดจนถึงขีด เก็บสารละลายที่ได้นี้ในขวดพลาสติก เป็นสารละลาย ก.

3. การเตรียมสารละลายมาตรฐาน เนื่องจากการวิเคราะห์นี้เป็นเพียงส่วนประกอบของการวิจัย การเตรียมสารละลายมาตรฐานของซิลิกอนและอลูมิเนียมโดยตนเอง จะมีความยุ่งยากในการหาสารที่มีความบริสุทธิ์สูง และความละเอียดในการเตรียม ดังนั้น จึงได้ขอสารละลายมาตรฐานจากสถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์ประยุกต์ฯ ซึ่งรับรองว่าบริสุทธิ์ถึง 99.99 % สารละลายที่ขอมามีความเข้มข้น 1000 มิลลิกรัม/ลิตร (หรือ 1 มก./มล.) นำมาเจือจางให้ได้ความเข้มข้นในระดับต่าง ๆ กันดังนี้ 0.1, 0.01, 0.001 มก./มล. ตามลำดับ

4. สารเคมี

4.1 สารละลายแอมโมเนียมโมลิบเดต เตรียมโดยการละลายแอมโมเนียมโมลิบเกต 7.5 กรัม ในน้ำ เติมกรดซัลฟูริกความเข้มข้น 1 : 1 จำนวน 10 มล. แล้วเจือจางเป็น 100 มล. เก็บไว้ในขวดพลาสติก

4.2 สารละลายกรดทาร์ทาริก ความเข้มข้น 10 % เก็บไว้ในขวดพลาสติก

4.3 สารละลายรีคิวซ์ : เตรียมโดยการละลายโซเดียมซัลไฟต์ 0.7 กรัม ในน้ำ 10 มล. เติม 0.15 กรัม ของ 1-amino-2-naphthol-4-sulfonic acid กวนจนกระทั่งละลายหมด ละลายโซเดียมไบซัลไฟต์ 9.0 กรัม ในน้ำ 90 มล. เติมสารละลายนี้ลงในสารละลายอันแรก ผสมให้เข้ากัน แล้วเก็บไว้ในขวดพลาสติก

5. วิธีวิเคราะห์

5.1 คุกสารละลาย ก. 10 มล. สารละลายมาตรฐานซิลิกอนจำนวนใกล้เคียงกับที่มีอยู่ในสารละลาย ก. และสารละลายเบลงค์ (Blank solution) ลงในขวดปริมาตรขนาด 100 ลบ.ซม. แยกกัน เจือจางให้มีปริมาตรประมาณ 50 - 60 ลบ.ซม.

5.2 คุกสารละลายแอมโมเนียมโมลิบเกตให้ได้ปริมาตรแน่นอน 1.5 มล. เติมลงไป เขย่าให้เข้ากัน ตั้งทิ้งไว้ 10 นาที

5.3 เติมสารละลายกรดทาร์ตริก 4 มล. แล้วรีบเติมสารละลายรีคิวซ์
 ที่จำนวน 1 มล. ลงในขวดใบแรก เขย่าขวดในขณะที่เติมอยู่ควย เติมน้ำให้เป็น
 100 มล. ก่อนที่จะทำขวดต่อไป

5.4 ตั้งทิ้งไว้ 1 ช.ม. แล้วนำไปวัดค่าแอมซอบแบนซ์ ที่ 650 นาโนเมตร
 โดยใช้สารละลายแบลงค์เป็นสารอ้างอิง

6. ตัวอย่างการคำนวณ

ในขบวนการวิเคราะห์ใช้สารละลายตัวอย่าง = 10 มล.
 มีสารตัวอย่างละลายอยู่ = $0.0500 \times \frac{10}{1000}$ กรัม
 หรือ = 0.5 ม.ก.

สมมุติว่ามีซิลิกาอยู่ 50 %
 ปริมาณซิลิกาที่วิเคราะห์ = $0.5 \times 0.5 = 0.25$ มก.
 น.น.โมเลกุลของซิลิกอน = 28 ซิลิกอนไดออกไซด์ = 60
 ปริมาณซิลิกอนในสารตัวอย่าง = $\frac{0.25 \times 28}{60}$
 = 0.1167 มก.

ดังนั้น เวลาวิเคราะห์จึงพยายามใช้สารละลายมาตรฐานให้ได้ใกล้เคียงกับ
 ปริมาณซิลิกอนในสารตัวอย่าง

เลือกใช้สารละลายมาตรฐาน 0.01 มก/มล จำนวน 10 มล.

สมมุติว่านำไปวัดค่าแอมซอบแบนซ์ได้ดังนี้

สารละลายมาตรฐานวัดได้ = 0.295
 สารละลายตัวอย่างที่ 1 = 0.357
 ตามกฎของ Beer จะได้ซิลิกอนในตัวอย่าง = $\frac{0.01 \times 10 \times 0.357}{0.295}$
 = 0.1210 มก.

คิดเป็นซีลีกา	=	$\frac{0.1210 \times 60}{28}$	
	=	0.2593	มก.
เปอร์เซ็นต์ซีลีกา	=	$\frac{0.2593 \times 100}{0.5}$	
	=	51.9 %	

การวิเคราะห์หอดูมินา

1. การเตรียมสารละลายตัวอย่าง สารละลายตัวอย่างที่ใช้ ใช้สารละลายตัวอย่างอันเกี่ยวกับการวิเคราะห์ซีลีกา
2. การเตรียมสารละลายมาตรฐาน สารละลายมาตรฐานอลูมินาที่ใช้ในการทดลอง ได้มาจากสถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์ประยุกต์ ซึ่งเตรียมมาจากโลหะอลูมิเนียมบริสุทธิ์ ความเข้มข้นของสารละลายคิดเป็นอลูมิเนียม 1000 มก/ล นำสารละลายนี้มาเจือจางให้ได้ความเข้มข้น 0.005 มก/มล. แล้วเก็บไว้ในขวดพลาสติก
3. สารเคมี
 - 3.1 สารละลายแคลเซียมคลอไรด์ : เตรียมโดยการละลายแคลเซียมคาร์บอเนต 7 กรัม คายน้ำประมาณ 50 มล. เติมกรดไฮโดรคลอริก ความเข้มข้น 1 : 1 ทีละหยด จนกระทั่งละลายหมด ต้มเป็นเวลา 1 - 2 นาที ทิ้งไว้ให้เย็น แล้วเจือจางเป็น 500 มล.
 - 3.2 สารละลายไฮดรอกซิลแอมโมเนียมคลอไรด์ เข้มข้น 10 %
 - 3.3 กรดไทโอกซีคลอลิก : เตรียมโดยการเจือจาง 5 มล. ของกรด คายน้ำเป็น 100 มล.
 - 3.4 สารละลายบัพเฟอร์ : เตรียมโดยการละลายโซเดียมอะซีเตต 70 กรัม ในน้ำ เติมกรดอะซีติก 30 มล. แล้วเจือจางให้เป็น 500 มล.
 - 3.5 สารละลาย อลิซารีน-เรค-เอส 0.1 % : เตรียมโดยการละลายสารดังกล่าว 0.2 กรัม เจือจางให้เป็น 200 มล. กรองเพื่อให้ได้สารละลายที่ใส

4. วิธีวิเคราะห์

4.1 บีบอัดสารละลาย ก. 10 มล. สารละลายมาตรฐานอนุมิเนียมและสารละลายเปลา ลงในขวดปริมาตรชนิด 100 มล. แยกกันแต่ละขวด

4.2 เติมสารละลายแคลเซียมคลอไรด์ 1 มล. ผสมให้เข้ากัน

4.3 เติมสารละลายไฮดรอกซิลแอมโมเนียมคลอไรด์ 1 มล. ผสมให้เข้ากัน

4.4 เติมกรดไทโอกซิลลอลิก 1 มล. ผสมให้เข้ากัน

4.5 เติมสารละลายบัพเฟอร์ให้ได้อัตราที่แน่นอน 10 มล. ผสมให้เข้ากัน แล้วทิ้งไว้ 10 นาที

4.6 เติมสารละลายอลิซารีน-เรด-เอส ให้ได้อัตราที่แน่นอน 5 มล. แล้วเจือจางให้เป็น 100 มล.

4.7 ทิ้งทิ้งไว้ 1 ชม. แล้ววัดแอมพลิจูดด้วยเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ที่มีความยาวคลื่น 475 นาโนเมตร โดยใช้สารละลายเปลาเป็นสารอ้างอิง

5. ตัวอย่างการคำนวณ

ใช้สารละลายตัวอย่างจำนวน = 10 มล.

ใช้สารละลายมาตรฐานอนุมิเนียม = 0.0800 มก.

แอมพลิจูดของสารละลายมาตรฐาน = 0.322

แอมพลิจูดของสารละลายตัวอย่าง = 0.378

อนุมิเนียในสารละลายตัวอย่าง = $\frac{0.08 \times 0.378 \times 102}{0.322 \times 54}$

= 0.1774 มก.

เปอร์เซ็นต์อนุมิเนีย = $\frac{0.1774 \times 1000 \times 100}{50 \times 10}$

= 35.5 %

การวิเคราะห์เฟอร์ริกออกไซด์

1. หลักการ เปลี่ยนเฟอร์ริกออกไซด์ที่มีอยู่ในแร่ดิบให้อยู่ในรูปของเฟอร์ริกซัลเฟตที่ละลายอยู่ในน้ำ โดยการทำปฏิกิริยากับไฮโดรเจนฟลูออไรด์และกรดซัลฟูริก ในกรณีที่มีกรดซัลฟูริกเหลืออยู่ในสารละลายนี้มาก ต้องปรับ pH ให้เท่ากับ 3.3

จากนั้นรีคิวซ์เฟอร์ริกซัลเฟตด้วยไฮดรอกไซด์แอมโมเนียมคลอไรด์ให้เป็นเฟอร์รัส และจะรวมตัวกับออกซิเจนที่แนบโทรลีน โดยมีไซเคียมซีเตรทเป็นบัฟเฟอร์ให้สารละลายที่มีสีส้ม ค่าแอมซอมแมนซ์ของสารละลายนี้วัดที่ 510 นาโนเมตร จะเป็นไปตามกฎของ Beer

2. การเตรียมสารละลายตัวอย่าง

2.1 ชั่งสารตัวอย่างหนัก 0.4000 กรัม ใส่ลงในถ้วยแพลตทินัม ซึ่งในการทดลองนี้ได้ใช้บีกเกอร์โพลีเอทิลีนที่สามารถทนกรดและความร้อนได้แทน เติมกรดซัลฟูริก 1 : 1 จำนวน 3 มล. และไฮโดรเจนฟลูออไรด์ 10 มล. ตั้งระเหยบนเครื่องอังไอน้ำ จนกระทั่งไฮโดรเจนฟลูออไรด์ระเหยจนเกือบหมด ให้ความร้อนอย่างแรงจนเกิดควันสีขาวของซัลเฟอร์ไตรออกไซด์ แล้วทิ้งไว้ให้เย็น

2.2 เทสารละลายนี้ลงในบีกเกอร์ ล้างถ้วยให้สะอาดด้วยน้ำกลั่น กรองสารละลายนี้เพื่อแยกตะกอนออก จากนั้นเจือจางด้วยน้ำสะอาดจนได้สารละลายปริมาตร 100 มล. เก็บสารละลายนี้ในขวดพลาสติกเป็นสารละลาย ข.

3. การเตรียมสารละลายมาตรฐานหลัก

ชั่งเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟตเฮกซะไฮเดรต $FeSO_4 \cdot (NH_4)_2SO_4 \cdot 6H_2O$ หนัก 0.2455 ± 0.0005 กรัม

ละลายในน้ำเติมกรดซัลฟูริก 1 : 1 3 มล. แล้วเจือจางเป็น 500 มล.

น.น.โมเลกุลของเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟต = 391.847

น.น.โมเลกุลของเฟอร์ริกออกไซด์ = 155.694

เพราะฉะนั้น 1 ลบ.ซม.ของสารละลายมาตรฐานเหล่านี้จะเทียบเท่ากับ
เฟอริกออกไซด์

$$= \frac{0.2455 \times 159.694 \times 1000}{391.847 \times 500 \times 2}$$

= 0.1 มก.

4. สารเคมี

4.1 สารละลายไฮดรอกซิลแอมโมเนียมคลอไรด์ เข้มข้น 10 %

4.2 สารละลายอโซฟีแนนโทรลีน เข้มข้น 0.1 %

4.3 สารละลายโซเดียมซัลเฟต เข้มข้น 10 %

5. วิธีวิเคราะห์

5.1 ไซทอปริมาตร 100 มล. 3 ใบ ใบแรกใส่สารละลายมาตรฐาน
เหล็ก 5 มล. ใบที่สอง ใส่สารละลาย ข. ในปริมาณที่ใกล้เคียงกับมาตรฐาน ใบที่สาม
ใส่น้ำเปล่าเพื่อเป็นแบลนด์

5.2 ปรับ pH เป็น 3.3 แล้วเติมสารละลายไฮดรอกซิลแอมโมเนียมคลอไรด์ 5 มล. ผสมแล้วตั้งทิ้งไว้ 10 นาที

5.3 เติมสารละลายอโซฟีแนนโทรลีน 10 มล. ผสมให้เข้ากัน

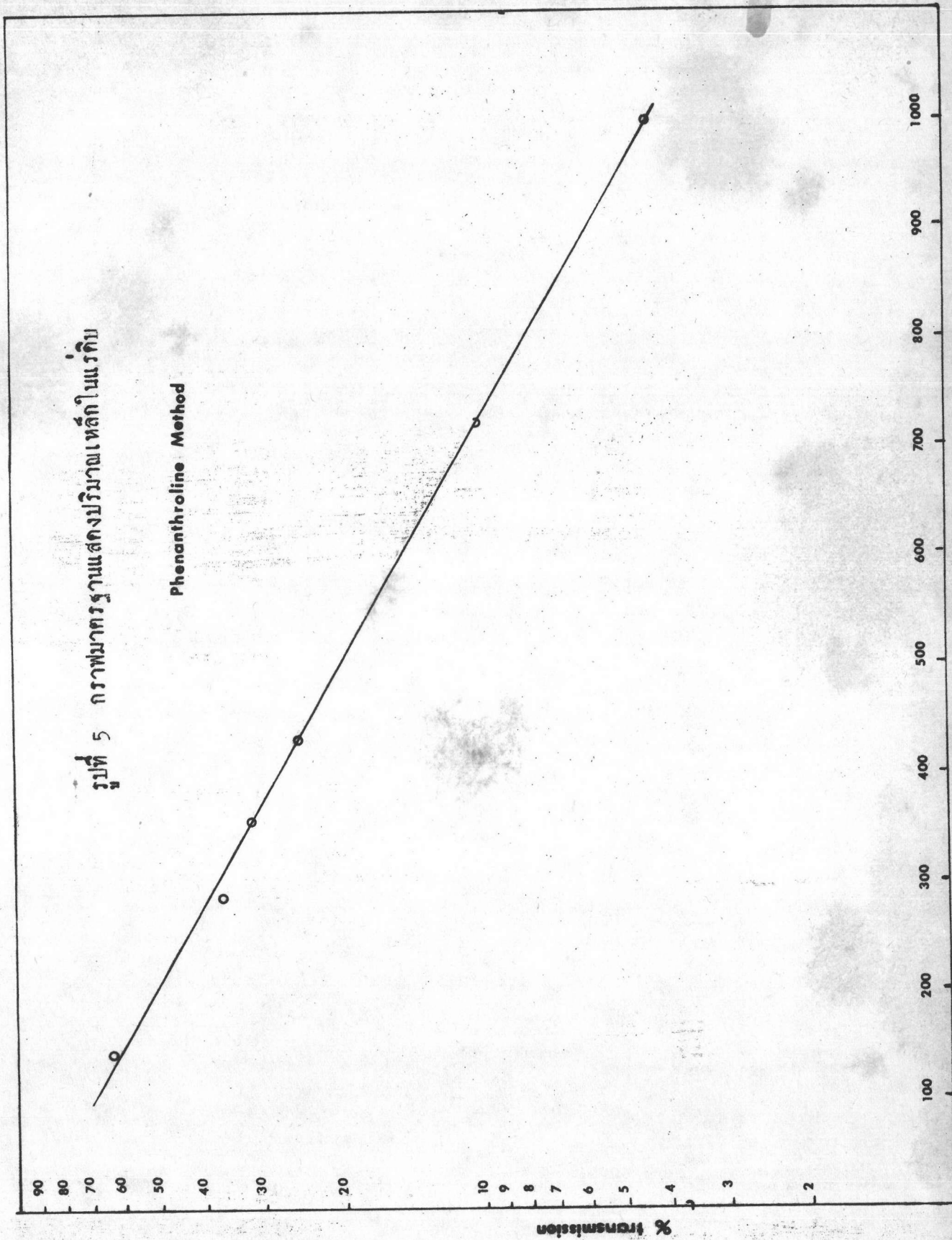
5.4 เติมสารละลายโซเดียมซัลเฟต 10 มล. แล้วเจือจางให้เป็น
100 มล. ตั้งทิ้งไว้ 1 ชม.

5.5 วัดแอมพลิจูดที่ความยาวคลื่น 510 นาโนเมตร โดยใช้สารละลาย
แบลนด์ เป็นสารอ้างอิง

6. ตัวอย่างการคำนวณ ได้ทดลองหาค่าเปอร์เซ็นต์ทรานซมิชชันโดยใช้สาร
ละลายมาตรฐานเหล็ก ในปริมาณที่แตกต่างกัน ผลการทดลองได้นำมาเขียนกราฟดังที่ได้
แสดงไว้ในรูปที่ 5 พบว่า ปริมาณเหล็กในสารละลาย 100 มล. ที่ทดลองนี้มีค่าเหมาะสม
ในช่วง 200 - 500 ไมโครกรัมของเฟอริกออกไซด์ ดังนั้น ปริมาณสารละลายตัวอย่าง
ที่จะนำมาวิเคราะห์ จำเป็นต้องคำนวณให้ได้ค่าที่เหมาะสม โดยการประมาณเปอร์เซ็นต์
ในแร็คบีกอน เช่น ตัวอย่างแร่มีเฟอริกออกไซด์ ประมาณ 0.5 % ถ้าให้สารละลายมี

รูปที่ 5 กราฟมาตรฐานแสดงปริมาณเหล็กในแก้วกีบ

Phenanthroline Method



เฟอริกออกไซด์อยู่ 350 ไมโครกรัม จะได้น้ำหนักของแรดิบ 70 มก. ซึ่งคิดเป็น
 ปริมาณสารละลายตัวอย่าง $\frac{100}{400} \times 70 = 17.5$ มล.^{1, 2, 3}

สมมติว่าในการทดลองได้ออกผลต่าง ๆ ดังนี้

ปริมาณสารละลายตัวอย่างที่ใช้	15	มล.
ผลการวัดได้ค่าทรานซมิชชัน	50	%
ปริมาณเฟอริกออกไซด์ที่อ่านจากกราฟ	0.203	มก.
คิดเป็นปริมาณเฟอริกออกไซด์	$\frac{0.203 \times 100 \times 100}{400 \times 15}$	
	= 0.338	%

¹ Frank J. Welcher, Standard Methods of Chemical Analysis
 (6th ed.; Vol.2, part A), 1963.

² M.J. Taras, AE. Greenbery, R.D. Hoak and M.C.Rand,
Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater
 (13th ed.; New York: 1971).

³ Office of the Director of Coal Research, Methods of
 Analyzing and Testing Coal and Coke, Bulletin 638, Bureau
 of Mines, p. 76 - 78.