ภาคผนวกที่ 1

การวิเคราะห์ดิบ

1. การเตรียม reagent ที่ใช้ในการวิเคราะห์ดิบ

1.1 0.1 N I_2 solution 1000 ml.

1. ชั่งไอโอดีน 13 กรัม โปตัสเซียมไอโอไดด์ 25 กรัม
2. ละลายในน้ำ 200 มล. คนให้เข้ากันจนละลายหมด แล้วจึงเติมน้ำอีก 800 มล. คนให้เป็นเนื้อเดียวกัน เก็บในขวดสีชา

1.2 1 % KI solution 100 ml.

ชั่งโปตัสเซียมไอโอไดด์มา 1 กรัม ละลายในน้ำ 100 มล.

1.3 0.5 % starch solution 100 ml.

1. ชั่ง starch soluble มา 0.5 กรัม ละลายในน้ำ 20 มล.
2. เทลงในน้ำเดือด 80 มล. อย่างช้าๆพร้อมทั้งคนไปด้วย
3. ต้มต่อไปอีกประมาณ 5 นาที จึงนำมาทำให้เย็น

2. Standardization of Iodine solution (~0.1 N)

2.1 อบ arsenic (III)oxide ที่อุณหภูมิ 105-110 °ซ เป็นเวลาประมาณ 1-2 ชั่วโมง แล้วเก็บไว้ให้เย็นใน เดสิเคเตอร์

2.2 ชั่ง arsenic (III) oxide 0.2 กรัม (ละเอียดถึงทศนิยมตำแหน่งที่ 4)

2.3 ละลายในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 10 % ประมาณ 20 มล.

2.4 เติมน้ำ 50 มล.คนให้เข้ากัน แล้วทำให้เย็น

2.5 เติม 50 % HCl จนกระทั่งสารละลายเป็นกรดเล็กน้อย (litmus test)

2.6 เติมน้ำจนสารละลายมีปริมาตรประมาณ 200 มล.

2.7 เติมโซเดียมคาร์บอเนต 5 กรัม หรือเติมจนกระทั่งกระดาษลิตมัสเริ่มเปลี่ยนแปลงเป็นสีน้ำเงินอีกครั้ง

2.8 เติมน้ำแป้ง (0.5 %) 5 มล. เป็นอินดิเคเตอร์

2.9 ไตเตรตกับ 0.1 N I_2 solution จนกระทั่งถึง end point ซึ่งสารละลายจะปรากฏเป็นสีน้ำเงิน

3. ขั้นตอนการวิเคราะห์

3.1 Fuse แร่ 0.2 กรัม กับ NaOH (ใช้ประมาณ 10 เท่าของตัวอย่างแร่) ในเบ้าเหล็ก เป็นเวลา $1\frac{1}{2}$ - 2 ชั่วโมง ทิ้งไว้ให้เย็น

3.2 นำเบ้าใส่ beaker ขนาด 600 ml. ซึ่งมีน้ำอยู่ประมาณ 100 ml.

3.3 ต้มจนกระทั่งเกลือในเบ้าละลายออกมาหมด จึงวางทิ้งไว้ให้เย็น

3.4 ใช้ commercial HCl 100 ml. ล้างเบ้าขึ้นจากส่วนละลาย

3.5 เติม Iron reduced ประมาณ 2-3 g. อุ่นให้ร้อนด้วยไฟอ่อนๆ ประมาณ 5-10 นาที

3.6 กรองโดยใช้กระดาษกรองเบอร์ 1 หรือ เบอร์ 41 (Whatman) เก็บ filtrate ใน erlenmeyer flask ขนาด 1 l. ล้างตะกอนด้วย 2 % HCl

3.7 อุ่นสารละลายให้ร้อน และ reduce ภายใต้บรรยากาศของก๊าซ CO_2 โดยใช้ aluminium foil ความหนา 0.0015 นิ้ว ขนาด 2 x 2 " จำนวน 5 แผ่น เป็น reducing agent ระวังอย่าให้สารละลายเดือด

3.8 ทิ้งไว้ให้เย็น ระวังอย่าให้สารละลายสัมผัสกับอากาศภายนอก เพื่อป้องกันไม่ให้ถูกออกซิไดซ์ โดยออกซิเจนในอากาศ

3.9 เติม 1 % KI 5 ml. 0.5 % starch solution 15 ml. นำไปไตเตรท กับ 0.1 N I_2 solution จนกระทั่งถึง end point ซึ่งสารละลายจะปรากฏเป็นสีน้ำเงิน ขณะไตเตรทต้องคอยเติม $NaHCO_3$ ไปเป็นระยะๆ เพื่อให้เกิด CO_2 ปกคลุมผิวหน้าของสารละลาย ป้องกันการออกซิไดซ์จากอากาศ

ภาคผนวกที่ 2

การคำนวณหาค่าเปอร์เซ็นต์การเก็บแร่ได้ (Recovery) ของจิก

ในการคำนวณค่า % Recovery ของจิกนั้น อาศัยการคำนวณจากผลวิเคราะห์ค่าความสมบูรณ์ของดีบุกในแร่ป้อน หัวแร่ และ หางแร่ โดยมิได้นำอัตราการไหลต่างๆมีเกี่ยวข้องด้วย ซึ่งจะให้ความถูกต้องดีกว่า เพราะการวัดอัตราการไหลครั้งหนึ่งๆใช้เวลาเพียง 3-4 วินาที ซึ่งจะมีข้อผิดพลาดค่อนข้างมาก ตรงข้ามกับผลการวิเคราะห์ความสมบูรณ์ซึ่งขึ้นกับฝีมือของผู้วิเคราะห์เป็นส่วนใหญ่ และมีข้อผิดพลาดน้อยกว่ามาก สูตรที่ใช้สามารถหาได้ดังนี้

จากสูตรเบื้องต้น

$$\% \text{ Recovery} = \frac{Cc}{Ff} \times 100 \qquad (1)$$

F = อัตราการไหลของแร่ป้อน

C = อัตราการไหลของหัวแร่

T = อัตราการไหลของหางแร่

f = ความสมบูรณ์ของดีบุกในแร่ป้อน

c = ความสมบูรณ์ของดีบุกในหัวแร่

t = ความสมบูรณ์ของดีบุกในหางแร่

จากหลักการสมดุลย์ของมวลสาร

$$F = C + T \qquad (2)$$

และโลหะดีบุกในแร่ป้อนเท่ากับโลหะดีบุกในหัวแร่และหางแร่รวมกัน

$$Ff = Cc + Tt \qquad (3)$$

$$(3) - t(2);\ F(f - t) = C(c - t)$$

$$\therefore \frac{C}{F} = \frac{f - t}{c - t}$$

C/F

$$\% \text{ Recovery} = \frac{c(f - t)}{f(c - t)} \times 100$$

นั่นคือสูตรที่นำไปใช้ในการคำนวณผลการทดลองสำหรับจิกนั่นเอง

ภาคผนวกที่ 3

การคำนวณตารางสมดุลย์มวลสารและเปอร์เซ็นต์การเก็บแร่ได้ (% Recovery)ของโต๊ะสั่นแยกแร่

เนื่องจากโต๊ะสั่นแยกแร่มีการเก็บแร่คละเพิ่มขึ้นมา ดังนั้นจึงไม่สามารถคำนวณเปอร์เซ็นต์การเก็บแร่ได้จากสูตรในภาคผนวกที่ 2 ทั้งนี้ การคำนวณจะต้องมีอัตราการไหลส่องค่ามาเกี่ยวข้องด้วย

ในระหว่างการเก็บตัวอย่าง การเก็บแร่ป้อนและหางแร่ซึ่งมีอัตราการไหลสูงมาก ใช้เวลาเก็บ 3-4 วินาที จึงทำให้เกิดข้อผิดพลาดได้มาก แต่การเก็บหัวแร่และแร่คละ สามารถเก็บได้โดยใช้เวลาเก็บนาน เพื่อให้ได้ตัวอย่าง 1 ถุง จึงทำให้ข้อมูลนี้ค่อนข้างมีความถูกต้องสูงมาก ดังนั้น ผู้วิจัยจึงใช้ค่าอัตราการไหลของหัวแร่และแร่คละมาช่วยในการคำนวณ

1. การหาสูตรการคำนวณเปอร์เซ็นต์การเก็บแร่ได้ (% Recovery)

ในการคำนวณดังกล่าวอาศัยการคำนวณการสูญเสียแร่ไปกับหางแร่เป็น % Lost ก่อน แล้วถือว่าที่เหลือเป็นส่วนที่สามารถเก็บได้ (Recovery) ทั้งนี้เนื่องจากแร่คละนั้นถูกนำกลับไปป้อนโต๊ะสั่นอีกทันทีในลักษณะวงจรปิด

กำหนดให้สัญญาลักษณ์ต่างๆเหมือนดังในภาคผนวกที่ 2 โดยมีเพิ่มเติมคือ

M = อัตราการไหลของแร่คละ

m = ความสมบูรณ์ของดีบุกในแร่คละ

จากสูตรเบื้องต้น

$$\% \text{ Lost} = \frac{Tt}{Ff} \times 100 \qquad (1)$$

จากหลักการสมดุลย์ของมวลสาร

$$F = C + M + T \qquad (2)$$

$$Ff = Cc + Mm + Tt \qquad (3)$$

$(3) - (2)f;\quad 0 = C(c - f) + M(m - f) + T(t - f)$

$$\therefore T = \frac{C(c - f) + M(m - f)}{(f - t)} \qquad (4)$$

$(3) - (2)t;\quad F(f - t) = C(c - t) + M(m - t)$

$$\therefore F = \frac{C(c - t) + M(m - t)}{(f - t)} \qquad (5)$$

แทนค่า F และ T ใน (1)

$$\% \text{ Lost} = \frac{C(c - f) + M(m - f)}{C(c - t) + M(m - t)} \times \frac{t}{f} \times 100$$

จัดเรียงใหม่

$$\% \text{ Lost} = \frac{t}{f} \left\{\frac{C(c - f) + M(m - f)}{C(c - t) + M(m - t)}\right\} \times 100 \quad (6)$$

$$\% \text{ Recovery} = 100 - \% \text{ Lost} \quad (7)$$

2. การคำนวณหาการกระจายของดีบุกในแร่คละและหัวแร่

จากสมการที่ (7) เป็นค่าเปอร์เซ็นต์การเก็บแร่ได้ หรือเป็นการกระจายของดีบุกที่อยู่ในหัวแร่และแร่คละรวมกัน ในการคำนวณเพื่อแยกว่าดีบุกกระจายในแร่คละ หรือในหัวแร่เท่าใด สามารถคำนวณได้ตามตัวอย่างข้างล่างนี้

ในที่นี้เรารู้ค่าอัตราการไหล ความสมบูรณ์ของดีบุกของหัวแร่และแร่คละ และเปอร์เซ็นต์การเก็บแร่ได้ ตัวอย่างนี้เป็นการคำนวณค่าของโต๊ะสั่นตัวที่ 3

	อัตราการไหล 1	% Sn 2	หน่วยต่อร้อยตัน 3 = (1 x 2)	การกระจายของดีบุก (%)
หัวแร่	0.02	43.67	0.8734	63.16*
แร่คละ	0.13	1.16	0.1508	10.91
			1.0242	74.07

หมายเหตุ

*ได้จากการคำนวณดังนี้

การกระจายของดีบุกในหัวแร่ = $(100 - \% \text{ Lost}) \times \frac{0.8734}{1.0242}$

การกระจายตัวของดีบุกในแร่คละ = $(100 - \% \text{ Lost}) \times \frac{0.1508}{1.0242}$

เนื่องจาก % Lost ที่คำนวณได้ = 25.93 %

∴ การกระจายของดีบุกในหัวแร่ = $(100-25.93) \times \frac{0.8734}{1.0242}$

= 63.16

และการกระจายของดีบุกในแร่คละ = $(100-25.93) \times \frac{0.8734}{1.0242}$

= 10.91

3. การคำนวณตารางการสมดุลย์ของมวลสารของโต๊ะสั่นแยกแร่

จากหัวข้อที่ผ่านมา เราทราบค่าต่างๆที่จำเป็นในการสร้างตารางสมดุลย์ของมวลสาร คือ

-อัตราการไหลของหัวแร่และแร่คละ (C , M)

-ค่าความสมบูรณ์ของดีบุกในแร่ป้อน หัวแร่ แร่คละ และหางแร่ (f, c, m,t)

-การกระจายของดีบุกในหัวแร่ และในแร่คละ และในหางแร่ (% Lost)

ค่าที่ขาดหายไปคือ อัตราการไหลของแร่ป้อน และหางแร่ ทั้งนี้ค่าเหล่านี้จะต้องได้มาจากการคำนวณค่า " หน่วยต่อร้อยตัน" สำหรับหางแร่ และแร่ป้อนก่อน ตัวอย่างการคำนวณโดยใช้ข้อมูลของโต๊ะสั่นตัวที่ 3 เช่นกันมีดังนี้

	อัตราการไหล 1	% Sn 2	หน่วยต่อร้อยตัน 3 = (1 x 2)	การกระจายของดีบุก (%)
แร่ป้อน	F	0.51	x	100.00
หัวแร่	0.02	43.67	0.8734	63.16
แร่คละ	0.13	1.16	0.1508	10.91
หางแร่	T	0.14	y	25.93

ค่าที่ไม่รู้ค่าคือ

F = อัตราการไหลของแร่ป้อน

T = อัตราการไหลของหางแร่

x = หน่วยต่อร้อยตันของแร่ป้อน

y = หน่วยต่อร้อยตันของหางแร่

x สามารถคำนวณได้ 2 วิธี โดยอาศัยความสัมพันธ์

$$\text{การกระจายของดีบุก (\%)} = \frac{\text{หน่วยต่อร้อยตัน}}{x} \times 100$$

∴ เมื่อคำนวณจากข้อมูลของหัวแร่ :-

$$x = \frac{0.8734}{63.16} \times 100$$

$$= 1.3828$$

คำนวณจากข้อมูลของแร่คละ :-

$$x = \frac{0.1508}{10.91} \times 100$$

$$= 1.3822$$

ค่าเฉลี่ยของ x $= \frac{1.3822 + 1.3822}{2}$

$= 1.3825$

ดังนั้นสามารถคำนวณหาค่า y ได้ดังนี้

$y = 1.3825 - 0.8734 - 0.1508$

$= 0.3583$

เมื่อทราบค่า x และ y แล้วจึงย้อนกลับมาคำนวณค่าอัตราการไหลของแร่ป้อนและหางแร่ได้โดยอาศัยความสัมพันธ์ ดังนี้

หน่วยต่อร้อยตัน = อัตราการไหล x ความสมบูรณ์ของดีบุก

ดังนั้น $T = \frac{0.3583}{0.14}$

$= 2.56$

$F = \frac{1.3825}{0.51}$

$= 2.71$

เช็ค $F = C + M + T$

$= 0.02 + 0.13 + 2.56$

$= 2.71$ ถูกต้อง

ดังนั้นจะได้ตารางการสมดุลย์ของมวลสารดังนี้

	อัตราการไหล	% Sn	หน่วยต่อร้อยตัน	การกระจายของดีบุก (%)
แร่ป้อน	2.71	0.51	1.3825	100.00
หัวแร่	0.02	43.67	0.8734	63.16
แร่คละ	0.13	1.16	0.1508	10.91
หางแร่	2.56	0.14	0.3583	25.93