

# ตอนที่ 1 การสกัดแร่

## 1.1 สารเคมีและอุปกรณ์

### สารเคมี

- $\text{Fe}_2\text{O}_3$  , E.Merck , AG.
- $\text{MnO}_2$  , Carlo Erba S.p.A. , AR
- $\text{Nb}_2\text{O}_5$  , Fluka 72520 , puriss 99.5 % , AG.
- $\text{SnO}_2$  , Fluka , purum , AG.
- $\text{TiO}_2$  , Carlo Erba , code 488257 , Z3F051234D
- $\text{WO}_3$  , Fluka 95410 , puriss 99.9 % , AG.
- $\text{Y}_2\text{O}_3$  , Fluka 95834 , puriss 99.9 % , AG
- $\text{ZrO}_2$  , Fluka 96594 , 99 % , AG.
- แป้งข้าวโพด 100 % , ตรา ไมจินา (CPC / Aji ประเทศไทย)
- $\text{NH}_4\text{OH}$  (28.0-30.0 % ) J.T. Baker
- กรดเกลือเข้มข้น (36.5 - 38.0 % ) J.T.Baker
- เอทิลีนไกลคอล ( $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$ ) (BDH Chemicals , Ltd., Pool , England)
- แร่โอลิเมไนต์ ได้รับความอนุเคราะห์จากสำนักงานทรัพยากรธรณีเขต 1 จังหวัดสงขลา

### อุปกรณ์

- เครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์แบบกระจายพลังงาน ( EDXRF spectrometer , Spectrace TX 5000 , Spectrace Instruments , Mountain View , CA , USA.)
- เครื่องเขย่าผสมสารแบบเป็นวง ( Orbital shaker , Adolf Kuhner AG , Schweiz และ INFORS AG , Rittergasse 27 CH - 4103 Bottingen )
- เครื่องอัดเม็ดสารตัวอย่างแบบไฮโดรลิก ( Ring Press 00-25 , Research and Industrial Instruments Company , UK)
- เบ้าอัดเม็ดสารตัวอย่างขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 31 มิลลิเมตร (Specac , Kent , England )

## 1.2 วิธีการทดลอง

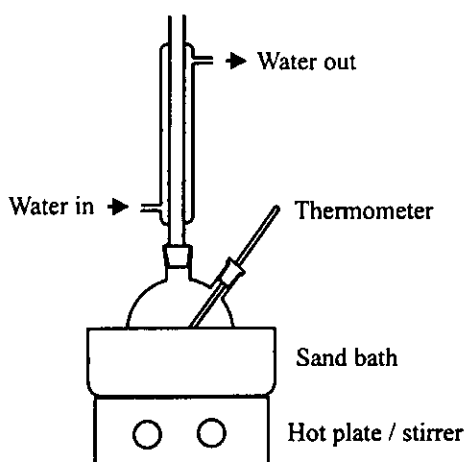
ในการทดลองแรกเริ่มนั้นใช้แร่เพียงเล็กน้อย คือ ประมาณ 3 กรัม และสกัดด้วยกรด 2 ชนิด คือ

ก. กรดเกลือเข้มข้นผสมกับเอทิลีน ไกลคอล

ข. กรดเกลือเข้มข้น

โดยจัดอุปกรณ์ดังรูปที่ 1 ระยะเวลาที่ใช้ในการสกัดประมาณ 100 ชั่วโมง และอุณหภูมิที่ใช้อยู่ในช่วง 90 - 100 ° C

เมื่อสิ้นสุดการสกัดแต่ละครั้ง กรองเนื้อแร่ที่ยังเหลืออยู่ออก ล้างด้วยน้ำหลายครั้งจนหมดฤทธิ์กรด(ทดสอบด้วยกระดาษลิตมัส) เนื้อแร่ที่เหลือนี้ คือ ส่วนที่เรียกว่า รูไทล์หยาบ (ส่วนสารละลายกรดจากการกรองนั้นจะมีเหล็กและแมงกานีสละลายอยู่ เก็บเอาไว้ทำการศึกษาต่อไป แต่มิได้ถือเป็นส่วนหนึ่งของโครงการนี้เนื่องจากจะต้องเสียเวลาอีกมาก จึงจะไม่ขอกล่าวถึงส่วนนี้อีก)



รูปที่ 1 อุปกรณ์สกัดแร่

รูไทล์หยาบที่สกัดด้วยกรดเกลือเข้มข้นผสมกับเอทิลีนไกลคอล(ข้อ ก.)จะมีสีเทาเขียวและร่วน ส่วนที่สกัดด้วยกรดเกลือเข้มข้นล้วน(ข้อ ข.)จะมีสีน้ำตาลเหลืองหรือน้ำตาลดำ โดยยังคงลักษณะเป็นเม็ดทรายละเอียดเหมือนแร่โอลิเมนไนต์

ตรวจสอบองค์ประกอบของรูไทล์หยาบด้วยเครื่อง EDXRF โดยการนำไปผสมกับแป้งแล้วอัดเป็นเม็ดแบน (pellet) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 31 มิลลิเมตร

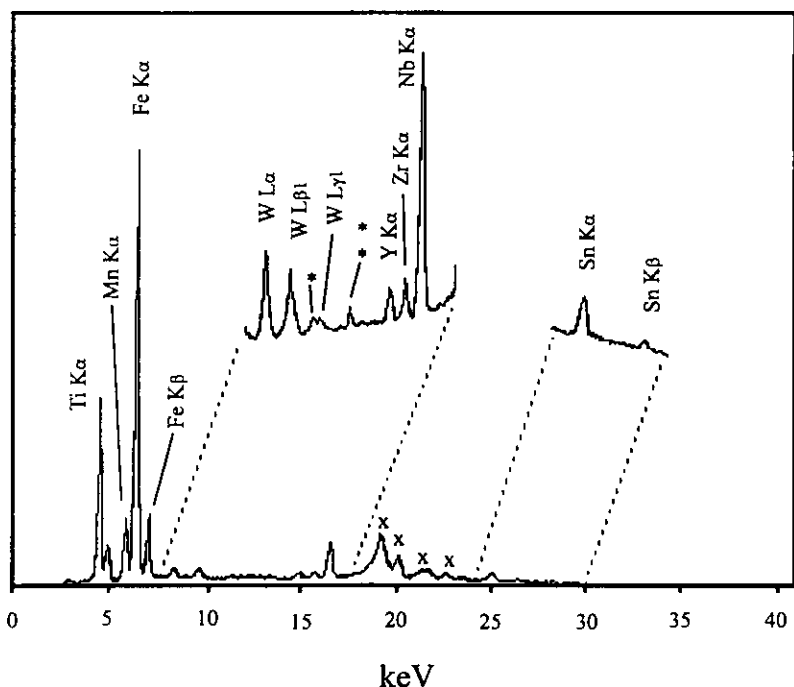
เมื่อการทดลองกับแร่ปริมาณ 3 กรัมเริ่มเห็นผลในทางที่ดี ต่อมาจึงได้เพิ่มปริมาณแร่มากขึ้นเป็น 50 กรัม ลักษณะการจัดอุปกรณ์เหมือนเดิมแต่จะมีขนาดใหญ่ขึ้น

### 1.3 ผลการทดลองและอภิปราย

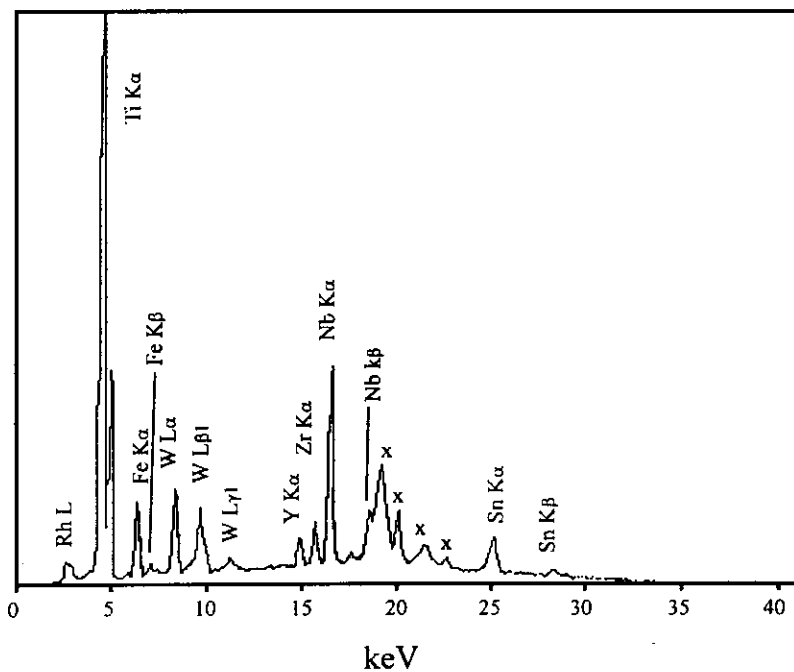
แร่โอลิเมนไนด์โดยทั่วไปมีสูตร  $FeTiO_3$  แต่ในความเป็นจริงจะมีธาตุอื่นปนเป็นมลทินอยู่ด้วยอีกหลายชนิด คือ Mn , Y , Zr , Nb , Sn และ W แร่โอลิเมนไนด์ที่นำมาศึกษานี้ได้รับความอนุเคราะห์จากศูนย์ทรัพยากรธรณีเขต 1 จังหวัดสงขลา ซึ่งได้รับมาจากแหล่งผลิตแร่ต่างๆ ในภาคใต้อีกทอดหนึ่งและนำมากรองรวมกันไว้ ดังนั้นจึงไม่สามารถระบุแหล่งที่มาของแร่ได้อย่างแน่ชัด และแร่ที่ได้รับมาแต่ละครั้งก็จะมีองค์ประกอบแตกต่างกัน ลักษณะทางกายภาพอาจจะคล้ายกัน คือ มีลักษณะเป็นเม็ดเล็ก(คล้ายทราย) สีดำ แต่เมื่อนำมาวิเคราะห์องค์ประกอบด้วยเครื่อง EDXRF หรือ XRD ก็จะทำให้เห็นว่าต่างกัน (ในระหว่างการทำงานวิจัยนี้ทางผู้วิจัยได้พัฒนาวิธีการวิเคราะห์องค์ประกอบแร่โอลิเมนไนด์ด้วยเครื่อง EDXRF ซึ่งเชื่อว่าจะให้ผลแม่นยำและแน่นอนขึ้น และได้เสนอเป็นบทความเผยแพร่ในวารสาร Journal of Trace and Microprobe Techniques ซึ่งต้นฉบับแสดงในภาคผนวกที่ 1 )

ในการประเมินประสิทธิภาพของการสกัดแร่ นั้นจะใช้วิธีวิเคราะห์องค์ประกอบของแร่ก่อนการสกัดเปรียบเทียบกับหลังการสกัด สำหรับการสกัดด้วยกรดเกลือเข้มข้นผสมเอทิลีนไกลคอลหรือสกัดด้วยกรดเกลือเข้มข้นอย่างเดียวที่ใช้ในงานวิจัยนี้พบว่า Fe และ Mn ในแร่จะถูกสกัดออกไปมากที่สุด โดยจะเห็นว่าเดิมในแร่ก่อนสกัดนั้นจะมี Fe และ Mn ปริมาณมาก จากการตรวจองค์ประกอบเชิงคุณภาพด้วยเครื่อง EDXRF จะเห็นพีกของ Fe และ Mn มีขนาดใหญ่ แม้แต่พีกของ Ti (ที่อยู่ใกล้กัน)ซึ่งเป็นองค์ประกอบหลักยังมีขนาดเล็กกว่าพีกของ Fe ส่วนธาตุอื่นๆ ( เช่น Y , Zr , Nb , Sn , W ) มีเพียงเล็กน้อย ต้องขยายสเปกตรัมจึงจะสังเกตเห็นได้ (รูปที่ 2) แต่หลังจากการสกัดแล้วจะเหลือ Fe และ Mn ตกค้างในแร่(หรือส่วนที่เรียกว่า รุ้ไหลหยาบ)เพียงเล็กน้อยเท่านั้น เมื่อตรวจสอบด้วยเครื่อง EDXRF จะเห็นว่า มี Fe และ Mn เหลืออยู่น้อยมาก ปรากฏเป็นเพียงพีกเล็กๆเท่านั้นและเล็กกว่าพีกของ Ti มาก(รูปที่ 3) ซึ่งตรงกันข้ามกับรูปที่ 2 ธาตุ Ti จะถูกสกัดออกมาได้บ้างแต่น้อยมาก และจะเกิดในกรณีที่ใช้เวลาสกัดนานมาก ส่วนธาตุอื่นๆนั้นไม่มีถูกสกัดออกมาเลย(ตรวจไม่พบในส่วนที่เป็นสารละลาย)

เมื่อเริ่มศึกษาระยะแรกนั้นใช้แร่ปริมาณน้อยก่อน คือ 3 กรัม และเป้าหมายเดิมนั้นจะใช้สกัดด้วยกรดเกลือเข้มข้นเพียงอย่างเดียว แต่จากการตรวจเอกสารพบว่า Girgin และ Turker ได้รายงานการสกัดแร่โอลิเมนไนด์ด้วยของผสมกรดเกลือและเอทิลีนไกลคอล ( $C_2H_6O_2$ ) จึงได้เพิ่มการทดลองใช้ของผสมนี้เข้ามาในงานวิจัยนี้ด้วยเพื่อจะได้เปรียบเทียบกับ การสกัดด้วยกรดเกลืออย่างเดียว (ผลการศึกษานี้ได้เสนอเป็นบทความเผยแพร่ในวารสาร Hydrometallurgy ดังแสดงในภาคผนวกที่ 2 ) จากการศึกษาเปรียบเทียบการสกัดทั้งสองวิธีได้ข้อสรุปว่า การสกัดด้วยกรดเกลืออย่างเดียวจะได้ผลดีกว่า คือ ปริมาณ Fe และ Mn ในส่วน



รูปที่ 2 สเปกตรัม EDXRF ของแร่โอลิเมไนต์ (ก่อนสกัด) (สังเกต  
 พีกของ Fe ที่มีขนาดใหญ่กว่าของ Ti และพีกของ Mn ที่  
 มองเห็นได้ชัดเจน) (พีก x เป็นพีกที่เกิดจากการกระเจิง  
 แสง , \* เป็นพีกรวมของ Ti , \*\* เป็นพีกรวมของ Fe)



รูปที่ 3 สเปกตรัม EDXRF ของรูไทล์หายาบ (หลังสกัด) (สังเกตพีกของ  
 Fe มีขนาดเล็กกว่า Ti มาก และพีกของ Mn มองไม่เห็น)

ที่เป็นรูโทล์หยาบจะเหลือน้อยกว่าและสีของรูโทล์หยาบจะดูสะอาดกว่า คือ เป็นสีน้ำตาลอ่อนหรือน้ำตาลดำ ในขณะที่รูโทล์หยาบที่สกัดด้วยของผสมกรดเกลือและเอทิลีนไกลคอลจะมีสีเทาเขียว(และมีปริมาณ Fe และ Mn มากกว่า) ดังนั้นต่อมาในภายหลัง จึงใช้วิธีสกัดด้วยกรดเกลือเข้มข้นอย่างเดียว

ตารางที่ 1 องค์ประกอบของรูโทล์หยาบ ( 50 กรัม , 100 ชั่วโมง , 90-100 °C )

	Fe , %	Mn , %	Y , ppm	Zr , ppm	Nb , %	W , %	Sn , %
<u>ก่อนสกัด</u>							
แร้อิลเมไนต์	20.58	1.57	236	374	0.18	0.32	0.28
<u>หลังสกัด</u>							
การทดลอง 1	0.31	0.04	539	1166	0.36	0.80	0.78
การทดลอง 2	0.30	0.04	529	956	0.38	0.90	0.76
การทดลอง 3	0.36	0.06	527	1029	0.35	0.68	0.69
การทดลอง 4	0.32	0.05	474	1055	0.37	0.79	0.82

ในการสกัดนี้จากเดิมที่ใช้แร่ 3 กรัม ใช้เวลาสกัด 100 ชั่วโมง อุณหภูมิ 90 - 100 °C เมื่อได้วางแนวทางไว้แน่นอนแล้วจึงได้เพิ่มปริมาณแร่เป็นครั้งละ 50 กรัม เนื่องจากถ้าใช้เพียง 3 กรัมจะได้รูโทล์หยาบน้อยเกินไปไม่เพียงพอต่อการนำไปใช้ในตอนที่ 2 องค์ประกอบของรูโทล์หยาบที่ได้จากการสกัดแร่ 50 กรัม แสดงในตารางที่ 1 ซึ่งก็ยังคงเป็นไปตามข้อสรุปเดิมคือ Fe และ Mn 2 ธาตุ ที่ถูกสกัดออกไปและมีเหลืออยู่ในรูโทล์หยาบไม่มากนัก