

การถ่ายทอดองค์ความรู้ด้าน
การทดสอบแร่ดินขาวและการวิเคราะห์
ให้แก่
พนักงานของ บริษัท ศรีสยามวณิช จำกัด
และเจ้าหน้าที่ สรช.3



โดย

กลุ่มส่งเสริมและพัฒนาเทคโนโลยี และ
กลุ่มส่งเสริมและรักษาคุณภาพสิ่งแวดล้อม
สำนักงานอุตสาหกรรมพื้นฐานและการเหมืองแร่ เขต 3
กรมอุตสาหกรรมพื้นฐานและการเหมืองแร่
กระทรวงอุตสาหกรรม

มิถุนายน 2564

ระหว่างวันที่ 15 มีนาคม 2564 ถึงวันที่ 31 มีนาคม 2564 สำนักงานอุตสาหกรรมพื้นฐานและการเหมืองแร่ เขต 3 โดยกลุ่มส่งเสริมและพัฒนาเทคโนโลยี (กสท.) ร่วมกับกลุ่มส่งเสริมและรักษาคุณภาพสิ่งแวดล้อม (กสว.) ได้ทำการถ่ายทอดองค์ความรู้เกี่ยวกับการทดสอบแร่ดินขาว ให้แก่พนักงานของบริษัท ศรีสยามวณิช จำกัด จำนวน 1 ราย และเจ้าหน้าที่ของ สรข.3 ที่สนใจ โดยแบ่งออกเป็น 2 ส่วน คือ

- (1) การทดสอบคุณสมบัติทางเซรามิก
- (2) การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี

การทดสอบคุณสมบัติทางเซรามิกของแร่ดินขาว (Kaolinite) ที่จะกล่าวถึงนี้ยังใช้เพื่อตรวจสอบคุณสมบัติทางเซรามิกของอื่นๆ ด้วย เช่น แร่ฮาลลอยไซต์ต์ (Halloysite) แร่อิลไลต์ (Illite) หินอุตสาหกรรมชนิดหินแกรนิตเพื่ออุตสาหกรรมเซรามิก หินอุตสาหกรรมชนิดหินดินดานเพื่ออุตสาหกรรมเซรามิก และหินอุตสาหกรรมชนิดหินไรโอไลต์เพื่ออุตสาหกรรมเซรามิกด้วย ซึ่งคุณสมบัติหลักๆ ทางเซรามิกที่ทำการทดสอบมี 6 ประการประกอบด้วย

- (1) สี (Color) ก่อนและหลังเผาที่อุณหภูมิ 1,200 °C
- (2) ความขาวสว่าง (Brightness) ก่อนและหลังเผาที่อุณหภูมิ 1,200 °C
- (3) น้ำหนักที่หายไป (weight loss) หลังเผาที่อุณหภูมิ 1,200 °C
- (4) การหดตัว (Shrinkage) หลังเผาที่อุณหภูมิ 1,200 °C
- (5) การดูดซึมน้ำ (Water absorption) หลังเผาที่อุณหภูมิ 1,200 °C
- (6) ค่าความแข็งแรง (Strength) หลังเผาที่อุณหภูมิ 1,200 °C

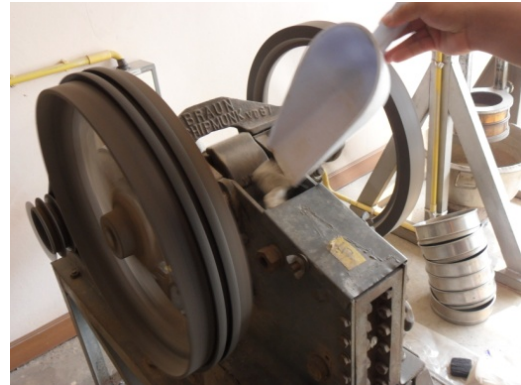
การเตรียมตัวอย่าง

ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างจะดำเนินการดังนี้ คือ

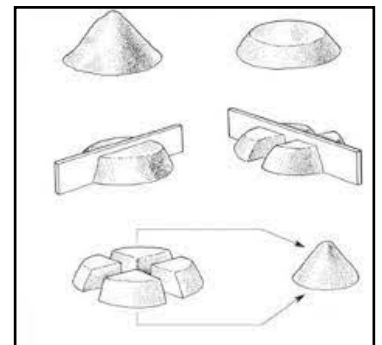
(1) หากตัวอย่างมีลักษณะเป็นก้อนขนาดใหญ่กว่า 3 นิ้ว จะนำมาทุบให้มีขนาดประมาณ 2.5-3.5 นิ้ว แล้วนำเข้าเครื่องบดหยาบจอร์คริชเซอร์ (Jaw Crusher) เพื่อบดตัวอย่างให้มีขนาดเล็กกว่า 1 นิ้ว จากนั้นนำมาผ่านเครื่องแบ่งตัวอย่าง (Riffle divider splitter) ตามรูปที่ 1 เพื่อลดปริมาณตัวอย่างลงให้เหลือจำนวนเท่าที่ต้องการใช้งาน (ประมาณ 1 กิโลกรัม) หากตัวอย่างมีลักษณะเป็นผงแล้วให้ข้ามไปดำเนินการตามข้อ (2)

(2) หากตัวอย่างมีจำนวนมากเกินไปให้นำมาแบ่งด้วยวิธี coning quartering เพื่อให้ได้ปริมาณที่ต้องการ กล่าวคือ กองตัวอย่างเป็นรูปกรวยแล้วทำให้แบนลงเล็กน้อย จากนั้นแบ่งออกเป็น 4 ส่วนเท่าๆ กัน แล้วนำเฉพาะส่วนที่อยู่ตรงข้ามกัน 2 ส่วนมาเพื่อใช้งาน ทั้งนี้หากมีปริมาณตัวอย่างยังมีมากเกินไปก็นำมาทำการแบ่งด้วยวิธีการเดิมซ้ำอีก ปริมาณตัวอย่างก็จะลดลงไปเรื่อยๆ ทำซ้ำๆ ไปจนกว่าจะได้ปริมาณตัวอย่างตามที่ต้องการ (รูปที่ 2)

(3) นำไปอบเพื่อไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 80 – 100 องศาเซลเซียส จนแห้ง (รูปที่ 3)



รูปที่ 1 กรณีตัวอย่างเป็นก้อนขนาดใหญ่ นำมาบดย่อยให้มีขนาดเล็กลง จนมีขนาด < 1 นิ้ว



รูปที่ 2 แบ่งตัวอย่างด้วยเครื่องแบ่งตัวอย่าง (Jones Riffle Splitter) หรือด้วยวิธี Coning and quartering



รูปที่ 3 นำตัวอย่างไปอบเพื่อไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 80 - 100 องศาเซลเซียส จนแห้ง

การทดสอบคุณสมบัติทางเซรามิก

กระบวนการทดสอบคุณสมบัติทางเซรามิกเหล่านี้จะดำเนินการตามขั้นตอนต่างๆ ดังนี้

(1) นำตัวอย่างแร่ที่ได้จากการเตรียมตัวอย่างมาบดให้ละเอียดด้วยโกร่ง แล้วนำไปร่อนผ่านตะแกรงขนาด 100 เมช (รูปที่ 4)

(2) นำส่วนที่ผ่านตะแกรงประมาณ 10 กรัม มาใส่ในถ้วยใส่ตัวอย่าง (sample holder) ของเครื่องวัดความขาว แล้วทำการวัดค่าความขาว จะได้ค่าความขาวของตัวอย่างก่อนเผา (รูปที่ 5)

(3) นำตัวอย่างที่ได้จากการเตรียมตัวอย่างมาทำการบดละเอียดด้วยเครื่องบดละเอียด (Disk Grinder) เป็นเวลาประมาณ 1 นาที (รูปที่ 6) หรืออาจใช้วิธีบดแบบเปียกด้วยเครื่องบดละเอียด (ball mill) (รูปที่ 7) แล้วนำไปอบให้แห้ง จากนั้นนำตัวอย่างที่ได้มาทำการอัดขึ้นรูปเป็นชิ้นงานให้เป็นแผ่นกลมแบนด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิก ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 4 เซนติเมตร ด้วยแรงดัน 10,000 ปอนด์ ตัวอย่างละ 5 ชิ้น (รูปที่ 8)

(4) นำเป็นชิ้นงานที่อัดแล้วไปตรวจสอบสีโดยนำไปเทียบกับ MUNSELL SOIL COLOR CHARTS, 1975 Ed. (รูปที่ 9) จะได้สีก่อนเผาของตัวอย่าง จากนั้นนำมาวัดเส้นผ่านศูนย์กลาง (d_1) และชั่งน้ำหนัก (w_1) (รูปที่ 10)

(5) นำเป็นชิ้นงานไปเผาด้วยเตาไฟฟ้าที่ 1,200 องศาเซลเซียส โดยมีอัตราการเพิ่มอุณหภูมิของเตาจากอุณหภูมิห้องถึง 200 องศาเซลเซียส ในอัตรา 4 องศาเซลเซียสต่อนาที และจาก 200 ถึง 1,200 องศาเซลเซียส ในอัตรา 5 องศาเซลเซียสต่อนาที และคงอุณหภูมิไว้ที่ 1,200 องศาเซลเซียส (Soaking time) นาน 30 นาที แล้วปล่อยให้เย็นตัวในเตา (รูปที่ 11)

(6) นำเป็นชิ้นงานออกจากเตามาตรวจสอบสีหลังเผา โดยนำไปเทียบกับ MUNSELL SOIL COLOR CHARTS, 1975 Ed. แล้วนำไปวัดเส้นผ่านศูนย์กลาง (d_2) และชั่งน้ำหนัก (w_2)

(7) จากนั้นนำเป็นชิ้นงานที่วัดค่าต่างๆ แล้วไปต้มในน้ำ รักษาอุณหภูมิให้คงที่ประมาณ 150 ± 5 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ปล่อยให้เย็นตัวในน้ำ ทิ้งไว้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วจึงนำไปชั่งน้ำหนักอีกครั้ง (w_3)

(8) ทำการทดสอบค่าความแข็งแรงหลังเผาจะทำการขึ้นรูปขึ้นทดสอบ โดยขึ้นรูปขึ้นทดสอบเป็นแท่งดินสอยาว 15 เซนติเมตร ด้วยอุปกรณ์รีดดินเป็นแท่ง จำนวน 5 ชิ้นงาน

(9) นำชิ้นงานที่ได้จาก (8) ไปเผาในเตาไฟฟ้าโดยใช้อุณหภูมิ 1,200 องศาเซลเซียส โดยคงอุณหภูมิไว้ 30 นาที แล้วปล่อยให้เย็นตัวในเตา

(10) นำมาวัดเส้นผ่านศูนย์กลางของแท่งทดสอบ (d) แล้วนำไปเข้าเครื่องวัดความแข็งแรง (bending strength) (รูปที่ 12)

(11) นำค่าต่างๆ ที่ได้มาคำนวณคุณสมบัติต่างๆ ด้วยสูตรทางคณิตศาสตร์ ดังนี้

- ค่าการหดตัวหลังเผา (Fired shrinkage) คำนวณจากสูตร :

$$\% \text{ การหดตัวหลังเผา} = \frac{d_1 - d_2}{d_1} \times 100$$

- คำน้้ำหนักที่หายไปหลังเผา (weight loss) คำนวณจากสูตร :

$$\% \text{ น้ำหนักที่หายไป} = \frac{W_1 - W_2}{W_1} \times 100$$

- ค่าการดูดซึมน้ำหลังเผา (Water absorption) คำนวณจากสูตร :

$$\% \text{ การดูดซึมน้ำ} = \frac{W_3 - W_2}{W_2} \times 100$$

- ค่าความแข็งแรงหลังเผา (Fired Strength) คำนวณจากสูตร :

$$\text{ค่าความแข็งแรงหลังเผา} = M = \frac{8Fg}{\pi d^3}$$

โดยที่ ; M = Modulus of rupture (psi หรือ MPa Kg/cm²)

F = น้ำหนักที่ใช้กด (lbf หรือ N)

g = ระยะห่างระหว่างฐานรองแท่งทดสอบ (in หรือ mm)

d = เส้นผ่านศูนย์กลางของแท่งทดสอบ (in หรือ mm)



รูปที่ 4 การบดตัวอย่างด้วยโกร้ง แล้วรอนด้วยตะแกรง



รูปที่ 5 เครื่องวัดค่าความขาวสว่าง Photovolt Reflectance Colorimeter 577-A



รูปที่ 6 การบดตัวอย่างด้วยเครื่องบดละเอียด (Disk Grinder)



รูปที่ 7 ทำการบดแบบเปียกด้วยเครื่องบดละเอียด (ball mill)



รูปที่ 8 การอัดขึ้นรูปแผ่นชิ้นงานให้เป็นแผ่นกลมแบนด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิก



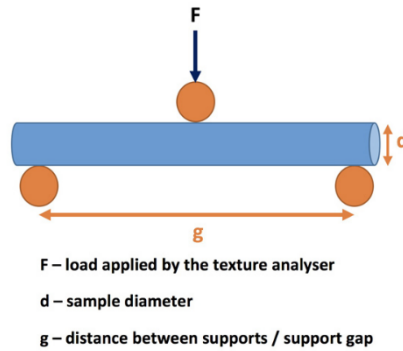
รูปที่ 9 การนำตัวอย่างแร่แป้นชิ้นงานมาตรวจสอบสี โดยเปรียบเทียบกับ Munsell Soil Color Charts



รูปที่ 10 การวัดเส้นผ่านศูนย์กลางและชั่งน้ำหนักของแป้นชิ้นงาน



รูปที่ 11 นำตัวอย่างไปเผาที่อุณหภูมิ 1,200 องศาเซลเซียส โดยคงอุณหภูมิไว้ 30 นาที



รูปที่ 12 วิธีการวางตัวอย่างเพื่อทดสอบ bending strength

การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี


ในส่วนของการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของแร่ดินขาวนั้น องค์ประกอบหลักที่สำคัญที่จำเป็นต้องทำการวิเคราะห์หาปริมาณว่ามีอยู่มากหรือน้อยเท่าไรในแร่ดินขาว ซึ่งบ่งชี้ถึงคุณภาพของดินขาว ว่าดีหรือไม่ เหมาะสมที่จะนำไปใช้ในงานเซรามิกประเภทใดนั้น ประกอบด้วยซิลิกา (SiO_2) อะลูมินา (Al_2O_3) เพอร์ริกออกไซด์ (Fe_2O_3) ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) แคลเซียมออกไซด์ (CaO) แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) โซเดียมออกไซด์ (Na_2O) โพแทสเซียมออกไซด์ (K_2O) และส่วนที่หายไปหลังการเผา (Loss on Ignition : LOI) โดยขั้นตอนและวิธีการวิเคราะห์จะดำเนินการตามวิธีปฏิบัติงาน (Work Instruction) การวิเคราะห์แร่ดินขาว ซึ่งกลุ่มส่งเสริมและรักษาคุณภาพสิ่งแวดล้อม สำนักงานอุตสาหกรรมพื้นฐานและการเหมืองแร่ เขต 3 ได้จัดทำไว้ ทั้งนี้วิธีปฏิบัติงานดังกล่าวได้นำมาประกอบไว้ในภาคผนวก

ภาคผนวก

วิธีปฏิบัติงาน (Work Instruction) การวิเคราะห์แร่ดินขาว

โดย

กลุ่มส่งเสริมและรักษาคุณภาพสิ่งแวดล้อม
สำนักงานอุตสาหกรรมพื้นฐานและการเหมืองแร่ เขต 3

 <p>สำนักงานอุตสาหกรรมพื้นฐานและการเหมืองแร่เขต 3 เชียงใหม่</p>	วิธีปฏิบัติงาน (Work Instruction)	รหัสเอกสาร : -
		วันที่ ประกาศ : -
	การวิเคราะห์แร่ดินขาว	แก้ไขครั้งที่ : -
		หน้า : 1/7

แร่ดินขาว (Kaolinite) สูตรเคมี $Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$ ประกอบด้วย $Al_2O_3 = 40.0 \%$, $SiO_2 = 46.0 \%$ และ $H_2O = 14.0 \%$ มีหลายชื่อ เช่น China clay หรือ Kaolin หรือดินกาเหลียง คือ แร่ที่มีลักษณะเป็นดินสีขาว ซึ่งประกอบด้วยสารประกอบผลึกเล็กๆ ของแร่ Kaolinite เป็นสารประกอบไฮดรอกไซด์อะลูมิเนียมซิลิเกต (Hydrous aluminium silicate) ปกติมีสีขาว แต่อาจมีสีสนิมเหล็กหรือขุยอินทรีย์ (Humus) ปนจนมีสีเหลืองหรือสีหม่นๆ ก็ได้ เกิดจากการผุตัวทางเคมีของแร่ประกอบหินจำพวกเฟลด์สปาร์ โดยปกติมักเกิดเป็นก้อนคล้ายดิน มีทั้งชนิดที่เนื้อแน่นและชนิดเนื้อร่วน ด้านคล้ายดิน ผลึกชนิดที่เป็นแผ่นจะวาวแบบมุก

สำหรับการวิเคราะห์แร่ดินขาวเป็นการวิเคราะห์หาปริมาณของซิลิกา (SiO_2) อะลูมินา (Al_2O_3) เพอร์ริกออกไซด์ (Fe_2O_3) ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) แคลเซียมออกไซด์ (CaO) แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) โซเดียมออกไซด์ (Na_2O) โพแทสเซียมออกไซด์ (K_2O) และส่วนที่หายไปหลังการเผา (Loss on Ignition : LOI)

หลักการ

หลอมตัวอย่างด้วยสารที่ช่วยให้หลอม (Flux) จากนั้นขึ้นอยู่กับการแยกธาตุต่างๆ ในตัวอย่างโดยใช้การตกตะกอนตามลำดับ ดังนี้

1) แยกซิลิกา (SiO_2) โดยการ Dehydrate silicic acid (H_2SiO_3) ได้ตะกอน SiO_2 ชั่งน้ำหนักเพื่อหาปริมาณซิลิกา


2) กลุ่ม R_2O_3 คือ ตะกอนของ อะลูมินา (Al_2O_3) เพอร์ริกออกไซด์ (Fe_2O_3), ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ได้จากการนำสารละลายที่แยก SiO_2 ออกไปแล้ว มาทำให้เป็นต่างอ่อนๆ ด้วยสารละลายแอมโมเนีย จากนั้นหาปริมาณ Al_2O_3 ด้วยวิธีคำนวณ ส่วน Fe_2O_3 ใช้วิธีไทเทรตกับ $KMnO_4$ สำหรับ TiO_2 ใช้วิธีเทียบสี (UV-Vis Spectrophotometer)

3) นำสารละลายที่แยก R_2O_3 ออกแล้ว มาหาแคลเซียมออกไซด์ (CaO) โดยการตกตะกอนในรูปออกซาเลต แล้วไทเทรตกับ Potassium permanganate, $KMnO_4$ (กรณีมีปริมาณน้อยกว่า 1 % ใช้วิธี Atomic Absorption Spectrophotometer, AAS)

4) นำสารละลายที่แยก CaO ออกแล้ว มาหาแมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) โดยการตกตะกอนในรูปฟอสเฟตแล้วชั่งน้ำหนัก (กรณีมีปริมาณน้อยกว่า 1 % ใช้วิธี Atomic Absorption Spectrophotometer, AAS)

5) สำหรับการหาโซเดียมออกไซด์ (Na_2O) โพแทสเซียมออกไซด์ (K_2O) ใช้วิธี Atomic Absorption Spectrophotometer, AAS

6) ส่วนที่หายไปหลังการเผา (Loss on Ignition : LOI) ใช้วิธีชั่งน้ำหนัก


 <p>สำนักงานอุตสาหกรรมพื้นฐานและการเหมืองแร่ Department of Primary Industries and Mines การเหมืองแร่เขต 3 เชียงใหม่</p>	วิธีปฏิบัติงาน (Work Instruction)	รหัสเอกสาร : -
		วันที่ ประกาศ : -
	การวิเคราะห์แร่ดินขาว	แก้ไขครั้งที่ : -
		หน้า : 2/7

เครื่องมือ

- 1) เป้าทองคำขาว (Platinum crucible)
- 2) ถ้วยทองคำขาว (Platinum dish)
- 3) ปีกเกอร์ กระบอกตวง บิวเรตและขวดปริมาตร
- 4) ตะเกียงบุนเซ็น
- 5) กรวยกรองและกระดาษกรอง
- 6) เตาเผาไฟฟ้า (Electric furnace)
- 7) Hot plate
- 8) Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS)
- 9) UV-Vis Spectrophotometer
- 10) เตาอบไฟฟ้า (Electric oven)
- 11) หม้อดูดความชื้น (Desiccator)
- 12) เครื่องชั่งไฟฟ้าชนิดละเอียด (Electric balance)

สารเคมี

- 1) Sodium carbonate, Na_2CO_3
- 2) Potassium hydrogen carbonate, KHCO_3
- 3) Hydrochloric acid, HCl
- 4) Nitric acid, HNO_3
- 5) Hydrofluoric acid, HF
- 6) Sulphuric acid, H_2SO_4
- 7) Ammonium hydroxide, NH_4OH
- 8) Ammonium chloride, NH_4Cl
- 9) Potassium hydrogen sulphate, KHSO_4
- 10) Potassium permanganate, KMnO_4
- 11) Stannous chloride, $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
- 12) Mercuric chloride, HgCl_2
- 13) Hydrogen peroxide, H_2O_2
- 14) Phosphoric acid, H_3PO_4
- 15) Standard solution 1,000 มิลลิกรัม/ลิตร ของ Mg, Ca, Na, K และ TiCl_4

 <p>สำนักงานอุตสาหกรรมพื้นฐานและ การเหมืองแร่เขต 3 เชียงใหม่</p>	วิธีปฏิบัติงาน (Work Instruction)	รหัสเอกสาร : -
	การวิเคราะห์แร่ดินขาว	วันที่ ประกาศ : -
		แก้ไขครั้งที่ : -
		หน้า : 3/7

ขั้นตอนการวิเคราะห์และการคำนวณ

การหาปริมาณซิลิกา (SiO₂)


- 1) ชั่งตัวอย่างแร่ 0.5 กรัม ใส่ใน Platinum crucible เติม Flux Na₂CO₃ : KHCO₃ (3:1) ลงไป 5 กรัม นำไปเผาจนหลอมด้วยตะเกียงเบนซิน นาน 10 - 20 นาที ทิ้งให้เย็น
- 2) นำมาใส่ในบีกเกอร์ที่มีน้ำกลั่นอยู่ 50 มิลลิลิตร เติม HCl เข้มข้น 20 มิลลิลิตร เมื่อตะกอนหลุดออกจากเบ้าจนหมด เอาเบ้าออก ระบายให้แห้งบน Hot plate
- 3) เติม 10 % HCl จำนวน 100 มิลลิลิตร อุ้มนาน 30 นาที กรองด้วยกระดาษกรอง Whatman เบอร์ 40 ล้างตะกอนด้วย 1 % HCl จำนวน 3 ครั้ง เก็บสารละลายไว้
- 4) นำตะกอนใส่ใน Platinum crucible เผาด้วยตะเกียงเบนซิน แล้วเข้าเตาเผาที่อุณหภูมิ 1,100 องศาเซลเซียส นาน 30 นาที ทิ้งให้เย็น ชั่งน้ำหนัก (A)
- 5) เติม HF 10 มิลลิลิตร นำไประเหยให้แห้งบน Water bath จากนั้นเผาด้วยตะเกียงเบนซิน ทิ้งให้เย็น ชั่งน้ำหนัก (B) คำนวณหา % ซิลิกา (SiO₂) จาก

$$\% \text{SiO}_2 = \frac{\text{น้ำหนัก A (กรัม)} - \text{น้ำหนัก B (กรัม)}}{\text{น้ำหนักตัวอย่าง}} \times 100$$

- 6) นำสารละลายที่เก็บไว้ใน ข้อ 3 มาใส่ NH₄Cl 5 กรัม คนให้ละลาย เติม NH₄OH จนสารละลายมีสภาพเป็นด่างอ่อนๆ (จะมีตะกอน R₂O₃ ตกลงมา โดย R ได้แก่ Al, Fe และ Ti) อุ้มนาน Hot plate นาน 30 นาที
- 7) กรองด้วยกระดาษกรอง Whatman เบอร์ 41 ล้างด้วย 5 % NH₄OH ที่ร้อน จำนวน 3 ครั้ง
- 8) นำตะกอนใส่ใน Platinum crucible ที่ทราบน้ำหนัก เผาด้วยตะเกียงเบนซินแล้วเข้าเตาเผาที่อุณหภูมิ 1,100 องศาเซลเซียส นาน 30 นาที ทิ้งให้เย็น ชั่งน้ำหนัก คำนวณหา % R₂O₃ จาก

$$\% \text{R}_2\text{O}_3 = \frac{(\text{น้ำหนัก Platinum crucible} + \text{ตะกอน}) - \text{น้ำหนัก Platinum crucible}}{\text{น้ำหนักตัวอย่าง}} \times 100$$

- 9) เติม KHSO₄ 5 กรัม ลงใน Platinum crucible ที่มีตะกอนของ R₂O₃ อยู่ นำไปเผาด้วยตะเกียงเบนซินจนหลอมนาน 10 - 20 นาที ทิ้งให้เย็น นำมาใส่ในบีกเกอร์ที่มี 10 % H₂SO₄ 50 มิลลิลิตร อุ้มนานให้ตะกอนละลาย เอาเบ้าออก เทสารละลายใส่ในขวดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรให้ครบ เพื่อใช้หาปริมาณของเฟอร์ริกออกไซด์ (Fe₂O₃) และ ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO₂)

 <p>สำนักงานอุตสาหกรรมพื้นฐานและการเหมืองแร่เขต 3 เชียงใหม่</p>	วิธีปฏิบัติงาน (Work Instruction)	รหัสเอกสาร : -
	การวิเคราะห์แร่ดินขาว	วันที่ ประกาศ : -
		แก้ไขครั้งที่ : -
		หน้า : 4/7

การทำปริมาณเฟอร์ริกออกไซด์ (Fe_2O_3) : ดูดสารละลายจากขวดปริมาตรใน (ข้อ 9) มา 50 มิลลิลิตร ใส่ในปิกรอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร เติม HCl เข้มข้น 2 มิลลิลิตร ใส่ NH_4OH จนสารละลายมีสภาพเป็นด่างอ่อนๆ อุณหภูมิบน Hot plate นาน 30 นาที กรองด้วยกระดาษกรอง Whatman เบอร์ 41 ล้างด้วย 5 % NH_4OH ที่ร้อนจำนวน 3 ครั้ง เป่าตะกอนที่อยู่บนกระดาษกรองลงในปิกรอร์ใบเดิม เติม HCl (1:1) 20 มิลลิลิตร อุณหภูมิจนตะกอนละลาย ใส่ 10 % $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ ที่ละลายจนได้สารละลายไม่มีสี เติมน้ำกลั่น 200 มิลลิลิตร แช่ให้เย็น 5 นาที ใส่ 5 % $HgCl_2$ 25 มิลลิลิตร นำไปไทเทรตกับสารละลายมาตรฐาน $KMnO_4$ (0.1 N) จนได้จุดยุติสีชมพู บันทึกปริมาตรของสารละลายมาตรฐาน $KMnO_4$ ที่ใช้ในการไทเทรต คำนวณหา % Fe_2O_3 จาก

$$1 \text{ มิลลิลิตร ของ } 0.1 \text{ N } KMnO_4 = 0.005584 \text{ กรัม Fe}$$

$$\text{หรือ } \% Fe = \frac{0.005584 \times N \times V \times 100}{0.1 \times \text{น้ำหนักตัวอย่าง} \times 50}$$

เมื่อ V = ปริมาตรของสารละลายมาตรฐาน $KMnO_4$ ที่ใช้ในการไทเทรต (มิลลิลิตร)
 N = ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน $KMnO_4$ ที่ใช้ในการไทเทรต (นอร์มัลลิตี)
 โดย $\% Fe_2O_3 = \% Fe \times 1.4297$


การทำปริมาณไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) : ดูดสารละลายจากขวดปริมาตรใน (ข้อ 9) มาใส่ในขวดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร เติม H_2SO_4 1 มิลลิลิตร + H_3PO_4 1 มิลลิลิตร + H_2O_2 1 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรให้ครบ ทิ้งไว้ 15 นาที วัด Absorbance ที่ความยาวคลื่น 430 นาโนเมตร โดยใช้ UV-Vis Spectrophotometer เช่นเดียวกับสารละลายมาตรฐาน TiO_2 โดยใช้ 10 % H_2SO_4 เป็น Blank (Standard คือ 1 มิลลิลิตร = 0.15 มิลลิกรัม TiO_2) คำนวณหา % TiO_2 จาก Calibration curve ของ Standard solution

$$\% TiO_2 = \frac{A \times C \times 100}{B \times \text{น้ำหนักตัวอย่าง} \times 1000}$$

เมื่อ A = ปริมาณ TiO_2 ที่อ่านได้จาก Calibration curve (มิลลิกรัม)
 B = ปริมาตรของสารละลายที่ดูดจากสารละลายตัวอย่าง (มิลลิลิตร)
 C = ปริมาตรของสารละลายตัวอย่างทั้งหมด (มิลลิลิตร)

การทำปริมาณอะลูมินา (Al_2O_3) : โดยใช้วิธีคำนวณจาก

$$\% Al_2O_3 = \% R_2O_3 - \% Fe_2O_3 - \% TiO_2$$

 <p>สำนักงานอุตสาหกรรมพื้นฐานและการเหมืองแร่เขต 3 เชียงใหม่</p>	วิธีปฏิบัติงาน (Work Instruction)	รหัสเอกสาร : -
		วันที่ ประกาศ : -
	การวิเคราะห์แร่ดินขาว	แก้ไขครั้งที่ : -
		หน้า : 5/7

การทำปริมาณ CaO , MgO , Na_2O , K_2O : ชั่งตัวอย่างแร่ 0.2 กรัม ใส่ใน Platinum dish เติม HF 10 มิลลิลิตร ระเหยให้แห้งบน Water bath เติม 10 % HNO_3 50 มิลลิลิตร อุ่นให้ร้อน กรองลงในขวดปริมาตรขนาด 200 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรให้ครบ นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงโดย Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS) เปรียบเทียบกับสารละลายมาตรฐานของ Mg Ca Na และ K โดยคำนวณจาก

$$\% CaO = \frac{C1 \times 200 \times 100 \times 1.4}{\text{น้ำหนักตัวอย่าง} \times 1,000,000}$$

$$\% MgO = \frac{C2 \times 200 \times 100 \times 1.6579}{\text{น้ำหนักตัวอย่าง} \times 1,000,000}$$

$$\% Na_2O = \frac{C3 \times 200 \times 100 \times 1.348}{\text{น้ำหนักตัวอย่าง} \times 1,000,000}$$


$$\% K_2O = \frac{C4 \times 200 \times 100 \times 1.2046}{\text{น้ำหนักตัวอย่าง} \times 1,000,000}$$

เมื่อ C1, C2, C3, C4 = ความเข้มข้น (มิลลิกรัม/ลิตร) ของแคลเซียม แมกนีเซียม โซเดียมและโพแทสเซียม ในสารละลายตัวอย่างจาก Calibration curve

หมายเหตุ

1) Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS) เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณอะตอมของธาตุ โดยเฉพาะธาตุที่เป็นโลหะ โดยอาศัยหลักการดูดกลืนคลื่นแสงของอะตอมของธาตุในสถานะที่เป็นแก๊สกับความยาวคลื่นแสงที่เหมาะสมสำหรับธาตุนั้นๆ วิธี AAS ส่วนใหญ่ใช้ Calibration Method ซึ่งใช้ในกรณีที่สารตัวอย่างไม่ค่อยมีสิ่งรบกวนและสารตัวอย่างเจือจาง ทำการวิเคราะห์ได้โดยเทียบกับสารละลายมาตรฐานที่ทราบความเข้มข้นแน่นอนแล้ว โดยปรับสัญญาณที่ได้จาก Blank ให้เป็นศูนย์ แล้วจึงวัดค่าแอมพลิจูดของสารละลายมาตรฐานที่มีความเข้มข้นต่างๆกัน (4-5 ความเข้มข้น) นำผลมาเขียนกราฟเพื่อหาความสัมพันธ์กับความเข้มข้นของสารละลายจะได้ Calibration curve จากนั้นคำนวณหาความเข้มข้นโดยการแปลผลเทียบสัญญาณของตัวอย่างกับกราฟมาตรฐาน

2) การเตรียมสารละลายมาตรฐาน Mg, Ca, Na และ K ที่มีความเข้มข้นเป็น 0.5, 1.0, 2.0 และ 5.0 มิลลิกรัม/ลิตร เพื่อทำกราฟมาตรฐาน

 <p>สำนักงานอุตสาหกรรมพื้นฐานและการเหมืองแร่เขต 3 เชียงใหม่</p>	วิธีปฏิบัติงาน (Work Instruction)	รหัสเอกสาร : -
	การวิเคราะห์แร่ดินขาว	วันที่ ประกาศ : -
		แก้ไขครั้งที่ : -
		หน้า : 6/7

(2.1) เตรียม Stock standard solution ที่มีความเข้มข้น 100 มิลลิกรัม/ลิตร ของ Mg, Ca, Na และ K จาก Standard solution 1,000 มิลลิกรัม/ลิตร โดยปิเปตสารละลายมาตรฐาน 1,000 มิลลิกรัม/ลิตร มา 10 มิลลิลิตร ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ตามลำดับ เติม สารละลาย 1 % HNO₃ จนถึงขีดปรับปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน

(2.2) เตรียมสารละลายมาตรฐาน Mg, Ca, Na และ K ที่มีความเข้มข้นเป็น 0.5, 1.0, 2.0 และ 5.0 มิลลิกรัม/ลิตร โดยปิเปตสารละลายของ Stock standard solution 100 มิลลิกรัม/ลิตร มา 0.5, 1.0, 2.0 และ 5.0 มิลลิลิตร ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ตามลำดับ เติมสารละลาย 1 % HNO₃ จนถึงขีดปรับปริมาตร เขย่าให้เข้ากัน เทใส่ขวด Polyethylene ขนาด 100-150 มิลลิลิตร ปิดฝาให้แน่น

การหาปริมาณส่วนที่หายไปหลังการเผา (Loss on Ignition, LOI) : ชั่งตัวอย่างแร่ ที่อบแล้ว 1.0 กรัม ใส่ใน Platinum crucible ที่ทราบน้ำหนัก นำเข้าเตาเผาที่อุณหภูมิ 1,100 องศาเซลเซียส นาน 30 นาที ทิ้งให้เย็น ชั่งน้ำหนัก คำนวณจาก

$$\% \text{ LOI} = \frac{W1 - W2}{\text{น้ำหนักตัวอย่าง}} \times 100$$

เมื่อ W1 = น้ำหนักของตัวอย่าง + น้ำหนักของ Platinum crucible ก่อนเข้าเตาเผา

W2 = น้ำหนักของตัวอย่าง + น้ำหนักของ Platinum crucible หลังเข้าเตาเผา

ข้อสังเกต

1) การหลอมด้วย Basic flux แร่ที่อยู่ในดินจะเปลี่ยนเป็นสารประกอบที่ละลายได้ในกรดเกลือ
 2) ถ้าตัวอย่างมีซิลไฟด์ หรือ Ferrous iron สูง ก่อนที่จะนำตัวอย่างไปผสมกับ Flux ควรนำตัวอย่างไปเผาไฟประมาณ 2 - 3 นาที เพื่อป้องกันไม่ให้เกิด Reduction ของ FeO กลายเป็น โลหะเหล็ก (Metallic iron) ซึ่งจะเกิด Alloy กับเบ้าทองคำขาว ทำให้เบ้าชำรุด


3) Silicic acid ที่ละลายอยู่ในสารละลายจะ Dehydrate เป็น SiO₂ ตามสมการ



4) NH₄Cl ที่เติมลงไป เพื่อป้องกันไม่ให้ Mg(OH)₂ ตกตะกอนลงมาร่วมกับ Fe และ Al

5) ถ้าเติมสารละลายแอมโมเนียมมากเกินไป จะทำให้ตะกอนของ Al(OH)₃ ละลายได้ แต่ตะกอนของ Fe(OH)₃ หรือ Ti(OH)₃ จะไม่ละลาย

6) การทำความสะอาดเบ้าทองคำขาว โดยการหลอมด้วย Potassium hydrogen sulphate, KHSO₄ เล็กน้อย ทิ้งให้เย็น แล้วละลายในน้ำร้อน

 <p>สำนักงานอุตสาหกรรมพื้นฐานและการเหมืองแร่เขต 3 เชียงใหม่</p>	วิธีปฏิบัติงาน (Work Instruction)	รหัสเอกสาร : -
	การวิเคราะห์แร่ดินขาว	วันที่ ประกาศ : -
		แก้ไขครั้งที่ : -
		หน้า : 7/7

7) การใช้กรด HF ต้องใช้ด้วยความระมัดระวัง เพราะทำอันตรายต่อผิวหนัง ห้ามใช้โดยไม่สวมถุงมือและเสื้อคลุม

8) HF เป็นกรดที่กัดแก้ว ห้ามใช้กับภาชนะที่เป็นแก้วทุกชนิด

9) ตะกอนที่เหลือจากไล่ SiO_2 จะไม่บริสุทธิ์ จะมี Oxide ของ Fe, Al และ Ti อยู่ด้วยเสมอ และถ้าไม่ระมัดระวังการล้างตะกอนในขณะที่กรองด้วยแล้ว จะมี NaCl อยู่ด้วย

10) ที่อุณหภูมิ 1,200 องศาเซลเซียส Ferric oxide อาจเปลี่ยนเป็น Magnetite แต่ถ้าต่ำกว่า 1,100 องศาเซลเซียส อาจจะได้ H_2O ในตะกอน R_2O_3 ออกไม่หมด

อ้างอิง

1. ยุคล มั่นทนะจิตร, 2535, คู่มือการวิเคราะห์ทางเคมีสำหรับแร่และหิน, ฝ่ายวิเคราะห์วิจัยแร่และหิน กองวิเคราะห์ กรมทรัพยากรธรณี
2. อัศนีย์ ฉายากุล, 2551, คุณภาพดินเพื่ออุตสาหกรรมเซรามิก, กองวิเคราะห์และตรวจสอบทรัพยากรธรณี กรมทรัพยากรธรณี
3. Kirschenbaum, H., 1983, The Classical Chemical Analysis of Silicate Rocks The Old and the New, Geological Survey Gulletin 1547