

การสกัดดีบุกออกจากฮาร์ดเสดโดย การละลายด้วยกรดไฮโดรคลอริก

สิริพร ทองป่อ และ ชاکกร จารุพิสิษฐ*

ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย กรุงเทพฯ 10330 ประเทศไทย

E-mail: siriporn.thn@student.chula.ac.th and chakorn@chula.ac.th*

บทคัดย่อ

ฮาร์ดเสดคือโลหะผสมดีบุก-เหล็กที่เกิดขึ้นในระหว่างกระบวนการถลุงแร่ดีบุกซึ่งถูกหมุนเวียนในวงจรถลุง การสกัดดีบุกออกจากฮาร์ดเสดโดยการละลายด้วยกรดไฮโดรคลอริก สามารถแยกดีบุกออกจากเหล็กได้และไม่ต้องหมุนเวียนฮาร์ดเสด ปัจจัยที่ใช้ในการละลายได้แก่ อุณหภูมิตั้งแต่ 40 ถึง 70 องศาเซลเซียส ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 1 ถึง 4 โมลาร์ น้ำหนักฮาร์ดเสดต่อปริมาตรสารละลาย 5 ถึง 20 กรัมต่อ 100 มิลลิลิตรและเวลาที่ใช้ในการละลายไม่เกิน 6 ชั่วโมง ดีบุกและเหล็กในฮาร์ดเสดถูกละลายออกมาเป็นดีบุกคลอไรด์และเหล็กคลอไรด์ในสารละลาย สำหรับฮาร์ดเสดที่มีดีบุก 46.31 เปอร์เซ็นต์ และเหล็ก 41.49 เปอร์เซ็นต์ ขนาดอนุภาค -270 เมช ดีบุกละลายออกมาได้หมด และ เหล็กละลายได้ 77.85 เปอร์เซ็นต์ในเวลา 6 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส ความเข้มข้นของกรด 3 โมลาร์ และน้ำหนักฮาร์ดเสดต่อปริมาตรสารละลาย 15 กรัมต่อ 100 มิลลิลิตร ในการแยกดีบุกออกจากสารละลายทำโดยการปรับ pH ของสารละลายด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ ที่ pH 3.0 สามารถแยกดีบุกได้ประมาณ 97.68 เปอร์เซ็นต์ในรูปตะกอนดีบุกไฮดรอกไซด์ ในขณะที่เหล็กยังคงอยู่ในสารละลาย

คำสืบค้น

ฮาร์ดเสด โลหะผสมดีบุก-เหล็ก โลหวิทยาสารละลาย การสกัด การตกตะกอน

EXTRACTION OF TIN FROM HARDHEAD BY HYDROCHLORIC ACID LEACHING

Siriporn Thongbo and Charkorn Jarupisitthorn*

Department of Metallurgical Engineering,
Faculty of Engineering, Chulalongkorn University, Bangkok 10330, Thailand
E-mail: siriporn.thn@student.chula.ac.th and chakorn@chula.ac.th*

ABSTRACT

Hardhead is a tin-iron alloy formed during tin smelting process which is recycled in the smelting circuit. Extraction of tin from hardhead can be done by leaching with hydrochloric acid. The leaching parameters investigated are temperatures of 40-70 °C, HCl concentration of 1-4 M, hardhead/acid solution of 5-20 g/100ml and leaching time up to 6 hours. Tin and iron in hardhead dissolved in hydrochloric acid as tin chloride and Iron chloride. For hardhead containing 46.31% Sn and 41.49% Fe with -270 mesh size, tin was completely leached out whereas 77.85% of Fe was extracted at 70 °C, 3 M HCl, 15 g/100ml hardhead/acid solution within 6 hours. The separation of tin from the leached solution was done by pH adjustment with NaOH. At pH 3.0 around 97.68% of tin was recovered as tin hydroxide precipitate while iron remained in the solution.

KEYWORDS

hardhead, tin-iron alloy, hydrometallurgy, extraction, precipitation

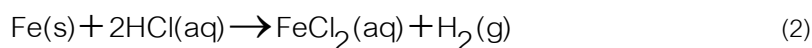
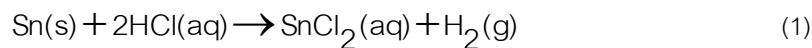
I. บทนำ

ดีบุกเป็นโลหะที่มีราคาแพงเมื่อเทียบกับโลหะพื้นฐานอื่นเช่น ทองแดง ตะกั่ว และสังกะสี มีการนำดีบุกไปใช้ประโยชน์หลายด้าน เช่น ผลิตแผ่นเหล็กนิวส โลหะบัดกรี ใช้ในงานหล่อ เช่น ผสมกับทองแดงเพื่อผลิตเป็นบรอนซ์ดีบุก ใช้หล่อเป็นพิวเตอร์ โลหะดีบุกส่วนใหญ่ได้จากการถลุงแร่แคสซิเทไรต์ ซึ่งมีดีบุกอยู่ในรูป SnO_2 ในการถลุงแร่ดีบุกนิยมใช้กรรมวิธีถลุงสองขั้น ประกอบด้วยถลุงหั่วแร่ในขั้นแรกซึ่งจะได้โลหะดีบุกที่ไม่บริสุทธิ์และสแลกที่มีดีบุกสูง ซึ่งจะต้องนำไปถลุงซ้ำในขั้นที่สอง เพื่อให้ได้สแลกที่มีดีบุกต่ำไม่เกิน 1% และจะได้โลหะผสมดีบุก-เหล็ก ที่เรียกว่าฮาร์ดเฮด (hardhead) ที่จะต้องหมุนเวียนกลับไปสู่ขั้นตอนการถลุงในขั้นแรก ทำให้สิ้นเปลืองพลังงานในการถลุงและทำให้กำลังการผลิตของเตาถลุงลดลง นอกจากการถลุงสแลกให้ได้ฮาร์ดเฮดแล้ว อาจใช้กรรมวิธี sulfide fuming ในการถลุงสแลก ซึ่งจะได้ฝุ่นดีบุกออกไซด์หมุนเวียนกลับเข้าสู่เตาถลุง แทนที่จะเป็นฮาร์ดเฮด แต่จะมีปัญหามลภาวะทางอากาศเนื่องจากมีก๊าซซัลเฟอร์ไดออกไซด์เกิดขึ้นในกระบวนการด้วย อีกวิธีหนึ่งคือการใช้ ferrosilicon process เพื่อแยกโลหะดีบุกออกจากเหล็กในฮาร์ดเฮด ทำให้ไม่ต้องหมุนเวียนฮาร์ดเฮด [1,2] แต่วิธีดังกล่าวเป็นวิธีที่ใช้ความร้อนสูงเช่นกัน การใช้เทคโนโลยีโลหวิทยาสารละลาย (hydrometallurgy) มาสกัดฮาร์ดเฮด เพื่อแยกดีบุกและเหล็กออกจากกันโดยใช้สารละลายที่เหมาะสมในการละลาย (leaching) ซึ่งเป็นกระบวนการที่ใช้อุณหภูมิต่ำ สิ้นเปลืองพลังงานน้อย จึงอาจใช้เป็นกรรมวิธีทางเลือกในการจัดการฮาร์ดเฮด

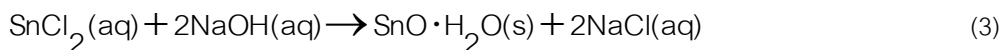
M.A.Barakat [3] สามารถแยกตะกั่ว ดีบุกและอินเดียม จากเศษลวดโลหะผสม (In 42.3%, Sn49.2%, Pb8.5%) โดยการละลายด้วย สารละลาย HCl-HNO_3 ที่อุณหภูมิ 80°C ในเวลา 1.45 ชั่วโมงสามารถละลายดีบุกและอินเดียมให้อยู่ในสารละลายได้หมด ในขณะที่ตะกั่วจะตกตะกอนเป็นตะกั่วคลอไรด์เมื่อลดอุณหภูมิลงมาถึง 10°C จากนั้นจึง ปรับ pH ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ไปที่ 2.0 ถึง 2.8 เพื่อตกตะกอนดีบุกออกจากสารละลายเป็นดีบุกไฮดรอกไซด์ ($\text{SnO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$) M.A. Rabah [4] ทดลองใช้วิธีโลหวิทยาสารละลายร่วมกับโลหวิทยาความร้อนในการแยกคืบทองแดง ดีบุกและตะกั่วจากเศษขี้กิ้งโลหะบรอนซ์ (Sn7.02%, Pb7.88%, Cu60.06%, Zn 0.37%, โลหะออกไซด์ 24.662%) สารละลายแอมโมเนียเหมาะสำหรับละลายทองแดง แต่ไม่เหมาะสำหรับดีบุก และตะกั่ว โลหะทั้งสามในเศษขี้กิ้งถูกละลายได้หมดด้วย HCl 4 M ที่อุณหภูมิ 75°C ในเวลา 24 ชั่วโมง เมื่อใช้สัดส่วนของสารละลายต่อขี้กิ้ง 15:1 การผสม H_2O_2 ในสารละลาย HCl จะช่วยให้การละลายเร็วขึ้น K. Scott และคณะ [5] ได้ละลายโลหะบัดกรี (ดีบุก-ตะกั่ว) บนแผ่นวงจรด้วยกรดไนตริกความเข้มข้น 0.7-4.2 โมล/ลิตรที่อุณหภูมิห้อง ดีบุก-ตะกั่วละลายได้เร็วกว่าชิ้นทองแดง ดีบุกจะตกตะกอนเป็นสแตนนิกออกไซด์ นำตะกอนดีบุกไปละลายด้วย H_2SO_4 , KOH , NaOH และ HCl พบว่าตะกอนดีบุกไม่ละลายหรือละลายได้ช้ามากยกเว้น HCl ซึ่งเมื่อใช้ HCl 10% อุณหภูมิ 90°C สามารถละลายตะกอนดีบุกหมดในเวลา 15 นาที M.A. Barakat [6] เก็บคืบโลหะจาก Zinc solder dross (Sn14.8%, Pb16.3%, Al 0.41%, Zn64.5%) โดยใช้ H_2SO_4 3% ที่ 45°C เพื่อละลายสังกะสีและอะลูมิเนียมออกไป ใช้ HCl 5 โมลาร์ ที่อุณหภูมิสูงละลายดีบุก-ตะกั่ว เมื่ออุณหภูมิของสารละลายลดลงมาที่อุณหภูมิห้อง จะได้ตะกอนตะกั่วคลอไรด์ ปรับ pH ของสารละลายไปที่ 2.4 จะได้ดีบุกไฮดรอกไซด์ตกตะกอนออกมา L.S.Y. Lee และ F. Lawson [7] ศึกษาการละลายของดีบุกในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์โดยใช้ rotating disc ปฏิกริยาที่เกิดขึ้นเป็นดังนี้ $2\text{Sn} + 2\text{OH}^- + \text{O}_2 = 2\text{HSnO}_2^-$ ที่ pH ประมาณ 14 โดยขั้นตอนที่ควบคุมอัตราเร็วคือ การแพร่ของออกซิเจนที่ละลายผ่าน liquid boundary layer และวัดค่า activation energy ได้ 12.6 KJ/mol Tamas Kekesi และคณะ [8] ศึกษาการสกัดดีบุกจากเศษเหล็กโดยวิธีเคมีและวิธีไฟฟ้าในสารละลายต่าง โดยหาอัตราการละลายของดีบุกในสารละลาย NaOH 0.1-1.0 M ที่พ่นด้วยออกซิเจนหรืออากาศด้วยวิธี rotating disc ใช้เวลา

ละลาย 6 ชั่วโมง พบว่าอัตราเร็วในการละลายของดีบุกลดลงเมื่อความเข้มข้นของ NaOH สูงขึ้น เนื่องจากอัตราการละลายขึ้นกับออกซิเจนที่ถูกป้อนไปที่ผิวที่เกิดปฏิกิริยา ซึ่งออกซิเจนแพร่ได้ช้าลงที่ความเข้มข้นของ NaOH ที่สูงขึ้น และได้ค่า activation energy ค่อนข้างต่ำ (8.3 KJ/mol) W.S. Jun และคณะ [9] ศึกษาพฤติกรรมการละลายของดีบุกจากโลหะผสมดีบุก-เหล็กในสารละลาย NaOH โดยใช้ rotating disc เช่นกัน อัตราการละลายของดีบุกจากโลหะผสมที่มี Sn 50% กับ FeSn₂ 50% ในสารละลาย NaOH สูงกว่าอัตราการละลายจากโลหะดีบุกบริสุทธิ์ เนื่องจากดีบุกใน FeSn₂ ทำตัวเป็นแอโนดจากการเกิดไอออนดีบุกเชิงซ้อน (HSnO₂⁻, SnO₃²⁻) ในสารละลาย NaOH มีผลให้ศักย์ของขั้วระหว่างดีบุกและเหล็กกลับกัน (reverse polarity) อัตราเร็วในการละลายของดีบุกจากดีบุกบริสุทธิ์ในสารละลาย NaOH ถูกควบคุมโดยกลไกการแพร่ของออกซิเจนผ่าน diffusion boundary layer แต่การละลายของดีบุกจากโลหะผสม Fe-Sn ถูกควบคุมโดยกลไกการแพร่ผสมกับปฏิกิริยาเคมี (mixed-control)

ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาการสกัดดีบุกจากฮาร์ดสแตดด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก โดยดีบุกและเหล็กในฮาร์ดสแตดทำปฏิกิริยากับสารละลายกรดไฮโดรคลอริกได้ตามสมการ



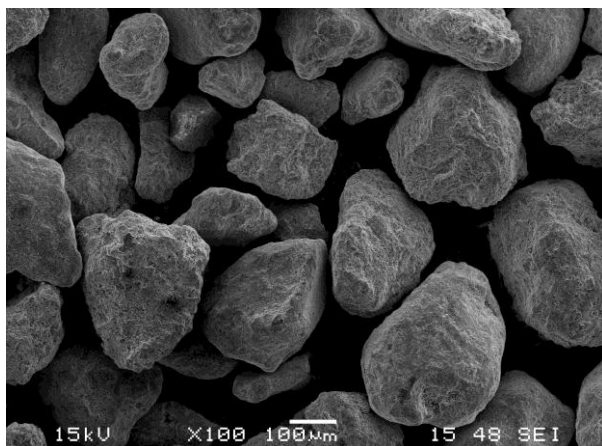
กรองสารละลายคลอไรด์ที่ได้ จากนั้นจึงแยกดีบุกจากสารละลายด้วยการปรับ pH ให้สูงขึ้นด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ จะได้ดีบุกไฮดรอกไซด์ตกตะกอนออกมาดังสมการ



II. การทดลอง

2.1 วัสดุ

ฮาร์ดสแตดที่ใช้มาจากโรงถลุงแร่ดีบุกของบริษัท ไทยแลนด์สเมลตติ้งแอนดีไฟนิง จำกัด จังหวัดภูเก็ต มีลักษณะและส่วนประกอบทางเคมีดังรูปที่ 1 และตารางที่ 1 ตามลำดับ นำไปคัสดขนาดด้วยตะแกรงให้ได้ตัวอย่างที่มีขนาด - 270 เมช (53 ไมโครเมตร) ซึ่งมีความละเอียดเพียงพอในการละลาย เก็บตัวอย่างทั้งหมดไว้ในเดซิเคเตอร์เพื่อใช้ในการทดลอง



รูปที่ 1

ลักษณะของฮาร์ดสแตดที่ใช้ในการทดลอง ถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด

ตารางที่ 1

ส่วนประกอบทางเคมีของ
ฮาร์ดเฮด

ส่วนประกอบ	H ₂ O	Sn	Fe	WO ₃	CaO	SiO ₂	S	As
ร้อยละโดยมวล	0.44	46.31	41.49	2.10	0.41	2.20	0.64	0.06

2.2 วิธีการทดลอง

การละลายฮาร์ดเฮดกระทำในฟลาสขนาด 500 มิลลิลิตร ให้ความร้อนและกวนสารละลายด้วย hot plate / magnetic stirrer โดยใช้สารละลายกรดไฮโดรคลอริก 100 มิลลิลิตร ในการทดลองแต่ละครั้ง เมื่อสารละลายร้อนถึงอุณหภูมิที่กำหนด จึงใส่ตัวอย่างฮาร์ดเฮดลงในฟลาสเพื่อเริ่มต้นการละลาย ใช้อัตราเร็วในการกวนคงที่ที่ 800 รอบต่อนาที ซึ่งสูงเพียงพอโดยที่ไม่มีผลกระทบต่ออัตราเร็วในการละลายฮาร์ดเฮด และรักษาอุณหภูมิของสารละลายไว้ให้อยู่ในช่วง ± 2 องศาเซลเซียสตลอดการทดลอง เมื่อทำปฏิกิริยาครบตามเวลาที่กำหนด จึงชักตัวอย่างสารละลาย 5 มิลลิลิตร เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณดีบุกและเหล็ก ด้วยเครื่อง Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometer

III. ผลการทดลองและวิเคราะห์ผล

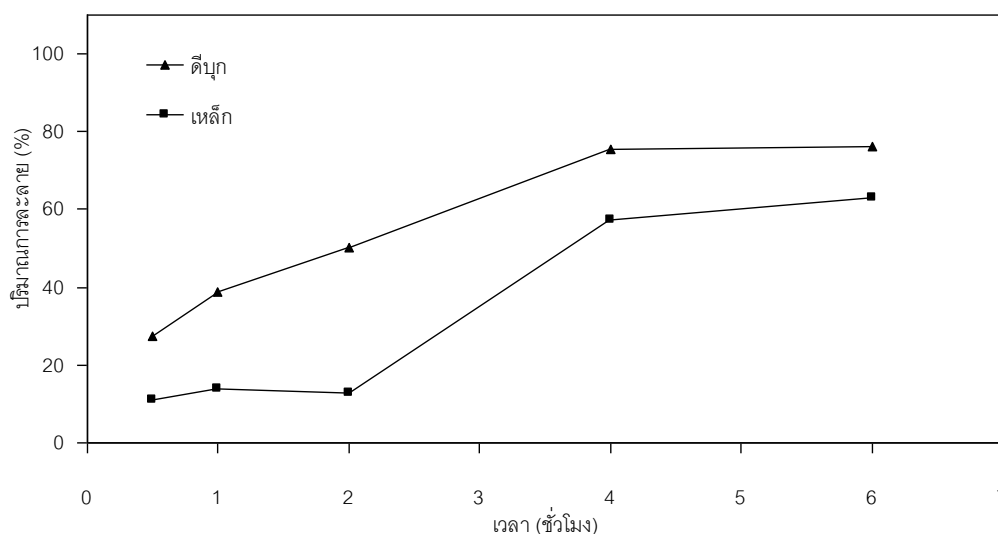
3.1 การละลายฮาร์ดเฮดด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก

3.1.1 ผลของเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา

ในการศึกษาผลของเวลาที่ใช้ละลายฮาร์ดเฮด ได้ใช้ฮาร์ดเฮด 5 กรัม ทำปฏิกิริยากับสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 1.0 โมลาร์ ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ปรากฏผลดังรูปที่ 2 พบว่าเมื่อใช้เวลาละลายมากขึ้นจะสามารถละลายดีบุกและเหล็กออกจากฮาร์ดเฮดได้มากขึ้น การใช้เวลาดังแต่ 4 ชั่วโมงขึ้นไปไม่มีผลให้ละลายดีบุกออกมาเพิ่มขึ้น โดยละลายดีบุกได้ 75.58-76.23 เปอร์เซ็นต์ เหล็กละลายออกจากฮาร์ดเฮดได้ต่ำกว่าดีบุก โดยเฉพาะในช่วง 2 ชั่วโมงแรก พบว่าเปอร์เซ็นต์การละลายที่ได้อยู่ในช่วง 10.89-12.92 เปอร์เซ็นต์ ในขณะที่การละลายในช่วง 4-6 ชั่วโมงคล้ายกับของดีบุก กล่าวคือ เปอร์เซ็นต์การละลายค่อนข้างคงที่แล้ว

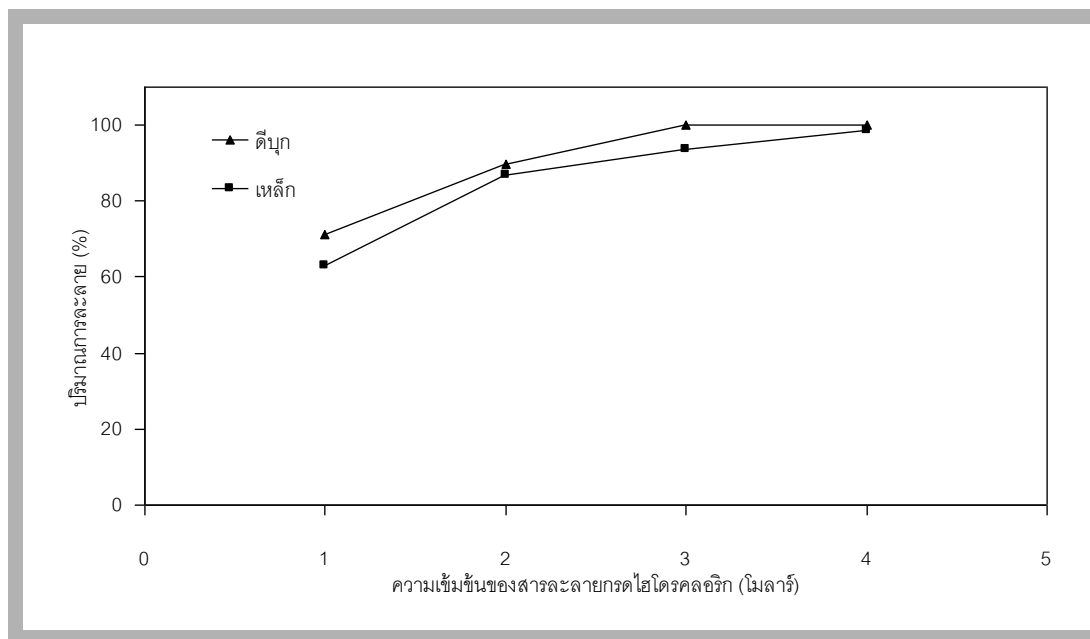
รูปที่ 2

ผลของเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาต่อเปอร์เซ็นต์การละลายสภาวะการละลาย: น้ำหนักฮาร์ดเฮด 5 กรัม ความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริก 1 โมลาร์ อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส



3.1.2 ผลของความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก

รูปที่ 3 แสดงผลของความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกต่อเปอร์เซ็นต์การละลาย จะเห็นว่าการเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายสามารถละลายทั้งดีบุกและเหล็กออกจากฮาร์ดสเดได้มากขึ้นในเวลา 6 ชั่วโมง ที่ความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริก 2 โมลาร์ ได้เปอร์เซ็นต์การละลายดีบุกและเหล็ก 89.61 และ 86.77 เปอร์เซ็นต์ตามลำดับ ที่ความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริก 3 โมลาร์ สามารถละลายดีบุกออกจากฮาร์ดสเเดได้หมด ในขณะที่เหล็กละลายได้ 93.76 เปอร์เซ็นต์ การเพิ่มความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริกเป็น 4 โมลาร์ที่สภาวะนี้จึงไม่มีผลต่อการละลายของดีบุกแล้ว แต่จะมีกรดเหลือพอที่จะละลายเหล็กได้มากขึ้นอีกเป็น 98.58 เปอร์เซ็นต์ เห็นได้ชัดเจนว่าหากใช้ปริมาณของกรดให้เพียงพอ จะสามารถละลายดีบุกและเหล็กออกจากฮาร์ดสเเดได้หมด โดยดีบุกจะละลายออกจากฮาร์ดสเเดหมดก่อนเหล็ก



รูปที่ 3

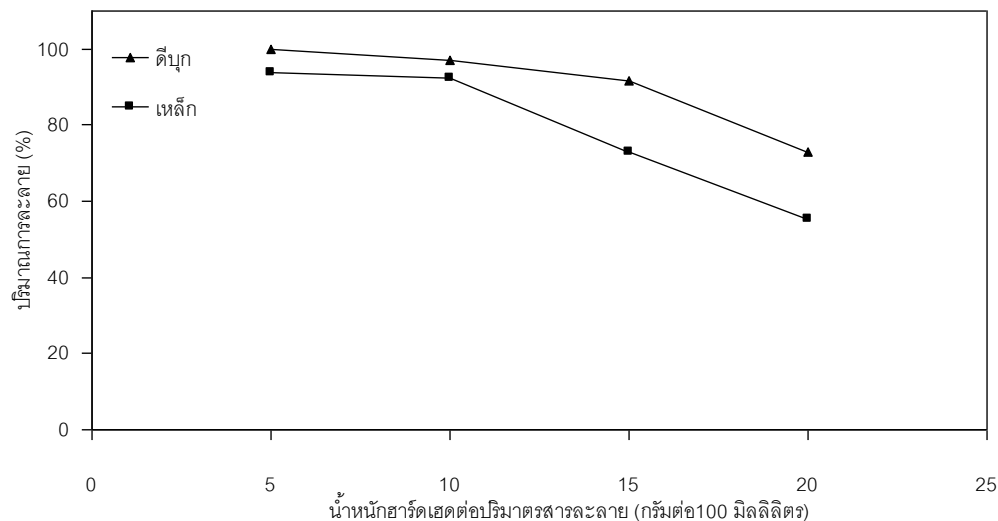
ผลของความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกต่อเปอร์เซ็นต์การละลาย สภาวะการละลาย: น้ำหนักฮาร์ดสเเด 5 กรัม ปริมาตรสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 100 มิลลิลิตร อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เวลา 6

3.1.3 ผลของน้ำหนักฮาร์ดสเเดต่อปริมาตรสารละลาย

ผลการทดลองเป็นไปตามรูปที่ 4 ซึ่งเห็นได้ชัดเจนว่าการใช้น้ำหนักฮาร์ดสเเดต่อปริมาตรสารละลายสูงขึ้นมีผลให้เปอร์เซ็นต์การละลายลดลง กล่าวคือที่น้ำหนักฮาร์ดสเเดต่อปริมาตรสารละลาย 5 กรัมต่อ 100 มิลลิลิตร สามารถละลายดีบุกออกมาได้หมดและละลายเหล็กได้ 93.76 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเพิ่มน้ำหนักฮาร์ดสเเดต่อปริมาตรสารละลาย เป็น 10 กรัมต่อ 100 มิลลิลิตร จะได้เปอร์เซ็นต์การละลายของดีบุกและเหล็กลดลงเล็กน้อยเป็น 96.96 และ 92.31 เปอร์เซ็นต์ตามลำดับ ที่ 20 กรัมต่อ 100 มิลลิลิตร เปอร์เซ็นต์การละลายของดีบุกและเหล็กลดลงค่อนข้างมากเหลือเพียง 72.94 และ 55.31 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ ปริมาณของกรดไฮโดรคลอริกที่ใช้ที่ 5 กรัมต่อ 100 มิลลิลิตร และที่ 10 กรัมต่อ 100 มิลลิลิตร นั้นมากเกินไป เมื่อคำนวณจากกรดที่ต้องใช้ตามปฏิกิริยาเคมีที่ (1) และ (2) แต่เมื่อเพิ่มน้ำหนักฮาร์ดสเเดขึ้นอีกเป็น 15 กรัมต่อ 100 มิลลิลิตร ปริมาณกรดที่ใช้จึงไม่เพียงพอที่จะละลายดีบุกและเหล็กออกมาจนหมด โดยเฉพาะที่ 20 กรัมต่อ 100 มิลลิลิตร ซึ่งทำให้เปอร์เซ็นต์การละลายของดีบุกและเหล็กลดลงค่อนข้างมาก

รูปที่ 4

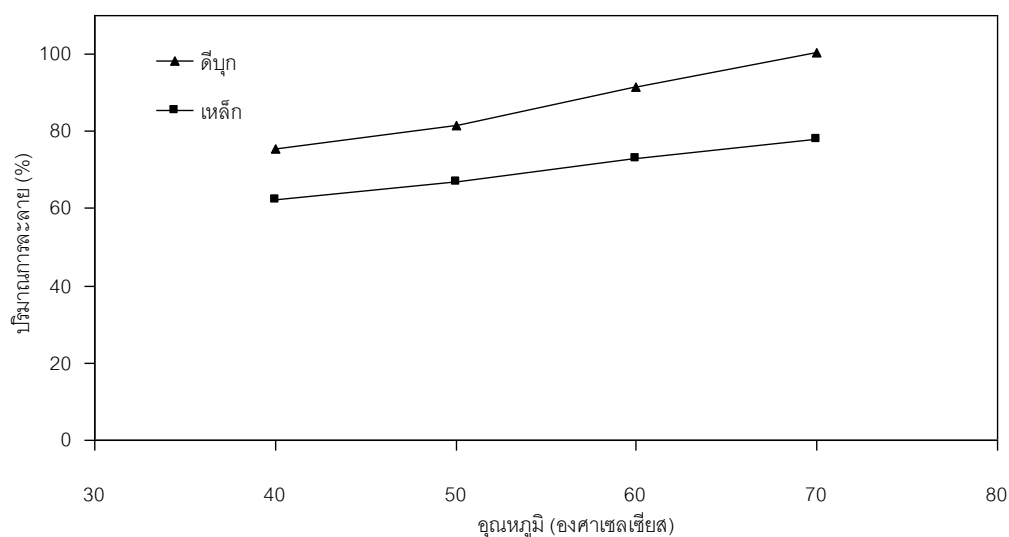
ผลของน้ำหนักฮาร์ดเฮดต่อปริมาตรสารละลายต่อเปอร์เซ็นต์การละลาย
สภาวะการละลาย: ความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริก 3 โมลาร์ อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เวลา 6 ชั่วโมง

**3.1.4 ผลของอุณหภูมิ**

รูปที่ 5 เป็นผลของอุณหภูมิของสารละลายต่อเปอร์เซ็นต์การละลายที่อุณหภูมิต่างๆ พบว่าการใช้อุณหภูมิที่สูงขึ้นทำให้ได้เปอร์เซ็นต์การละลายของดībuและเหล็กออกจากฮาร์ดเฮดเพิ่มขึ้น ที่ 40 องศาเซลเซียส ดībuและเหล็กละลายออกมาได้ 75.58 และ 62.26 เปอร์เซ็นต์ตามลำดับ เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น เปอร์เซ็นต์การละลายของดībuและเหล็กที่เพิ่มขึ้นมีแนวโน้มใกล้เคียงกัน การเพิ่มอุณหภูมิของสารละลายเป็น 70 องศาเซลเซียส สามารถละลายดībuออกจากฮาร์ดเฮดได้หมดในขณะที่ละลายเหล็กได้ 77.85 เปอร์เซ็นต์

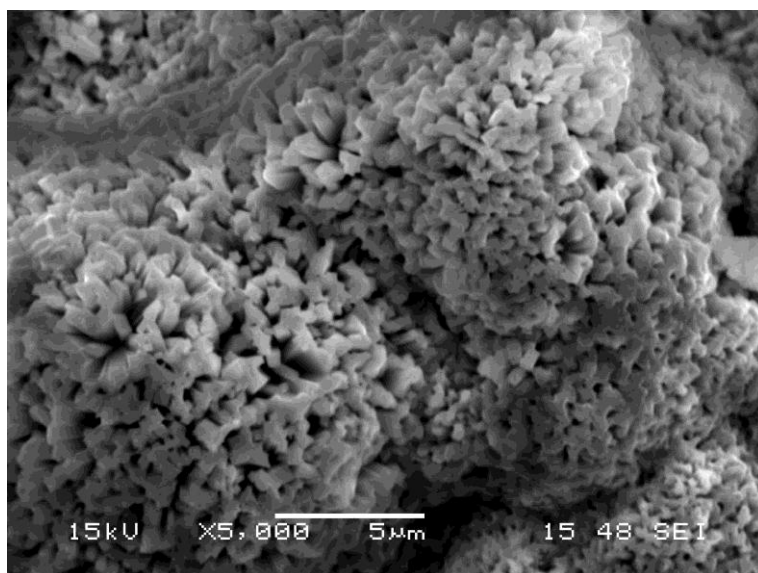
รูปที่ 5

ผลของอุณหภูมิต่อเปอร์เซ็นต์การละลาย
สภาวะการละลาย: น้ำหนักฮาร์ดเฮด 15 กรัม ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 3 โมลาร์ เวลา 6 ชั่วโมง



3.1.5 การตรวจสอบกากฮาร์ดเฮด

รูปที่ 6 เป็นภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดของกากฮาร์ดเฮดที่เหลือ แสดงให้เห็นความพรุนของผิวอนุภาคฮาร์ดเฮดที่เกิดจากการละลายด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก ความเข้มข้น 1 โมลาร์ อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ขนาดของฮาร์ดเฮด -270 เมช และเวลา 2 ชั่วโมง



รูปที่ 6

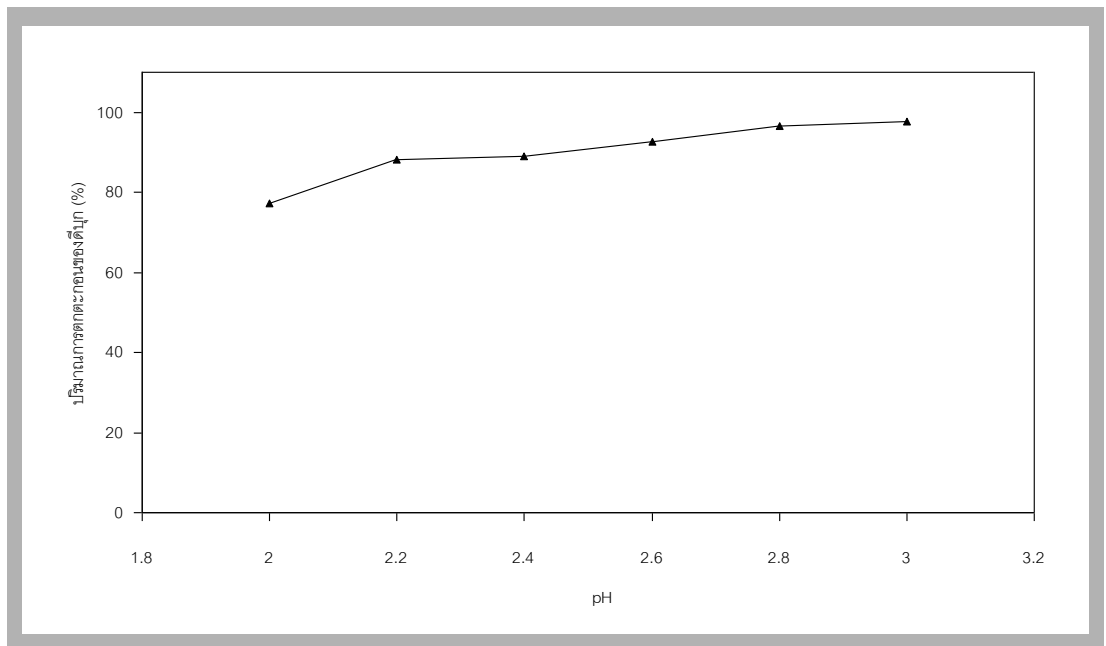
ลักษณะของฮาร์ดเฮดที่เหลือจากการละลายด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก (ปริมาณการละลาย ดีบุก 50 เปอร์เซ็นต์)

3.2 การตกตะกอนดีบุกจากสารละลาย

เนื่องจากการละลายฮาร์ดเฮดด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก จะได้สารละลายดีบุกคลอไรด์และเหล็กคลอไรด์ผสมกัน เพื่อแยกดีบุกและเหล็กออกจากกัน จึงได้เลือกใช้วิธีการตกตะกอนเป็นไฮดรอกไซด์โดยการปรับ pH ของสารละลาย ในการทดลองตกตะกอนดีบุกจากสารละลาย ได้เตรียมตัวอย่างสารละลายตั้งต้นโดยการละลายฮาร์ดเฮดด้วยกรดไฮโดรคลอริก จากผลวิเคราะห์สารละลายตั้งต้นที่ได้พบว่าปริมาณดีบุกและเหล็กในสารละลาย 5.95 และ 4.99 กรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตรตามลำดับ นำสารละลายนี้มาครั้งละ 100 มิลลิลิตร ปรับ pH ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ ที่อุณหภูมิห้อง ใช้อัตราเร็วในการกวน 400 รอบต่อนาที โดยปรับ pH สุดท้ายให้อยู่ในช่วง 2.0 ถึง 3.0 หลังการปรับ pH ของสารละลาย จะได้อนุภาคของแข็งตกตะกอนออกมา วัดปริมาตรและวิเคราะห์หาดีบุกและเหล็กในสารละลายสุดท้ายที่ได้ คำนวณเปอร์เซ็นต์ดีบุกและเหล็กที่ตกตะกอนที่ pH ต่างๆ ผลการตกตะกอนปรากฏดังรูปที่ 7 ซึ่งชี้ให้เห็นว่าในช่วง pH ที่ใช้ เมื่อ pH ของสารละลายสูงขึ้น การตกตะกอนของดีบุกจะมากขึ้น ในขณะที่เหล็กยังคงอยู่ในสารละลาย เนื่องจาก pH ยังไม่สูงพอที่จะตกตะกอนเหล็ก [10] ที่ pH 3.0 สามารถตกตะกอนดีบุกออกมาได้ 97.68 เปอร์เซ็นต์ จากการวิเคราะห์ตะกอนดีบุกไฮดรอกไซด์ที่ได้พบว่ามีเหล็กและมลทินอื่นปนต่ำ และมีเนื้อดีบุกอยู่ร้อยละ 64.20-71.20

รูปที่ 7

ผลของ pH ต่อเปอร์เซ็นต์
การตกตะกอนของดินบุกใน
สารละลาย



IV. สรุปผลการทดลอง

ฮาร์ดเฮตเป็นโลหะผสมดีบุก-เหล็กที่เกิดจากกรรมวิธีถลุงแร่ดีบุก การสกัดดีบุกออกจากฮาร์ดเฮต ทำให้ไม่ต้องหมุนเวียนฮาร์ดเฮตกลับเข้าสู่วงจรถลุงใหม่ งานวิจัยนี้ได้ละลายฮาร์ดเฮตที่มีดีบุก 46.31 % และเหล็ก 41.49% ขนาดอนุภาค -270 เมช ด้วยกรดไฮโดรคลอริก โดยศึกษาปัจจัยต่างๆ ได้แก่ ความเข้มข้นของกรด น้ำหนักฮาร์ดเฮตต่อปริมาตรสารละลายกรดไฮโดรคลอริก อุณหภูมิ และเวลาที่ใช้ในการละลาย พบว่าสารละลายกรดไฮโดรคลอริกสามารถละลายของดีบุกและเหล็กออกจากฮาร์ดเฮตได้ง่าย เมื่อใช้สารละลายกรดไฮโดรคลอริก 3.0 โมลาร์ น้ำหนักฮาร์ดเฮตต่อปริมาตรสารละลาย 15 กรัมต่อ 100 มิลลิลิตร อุณหภูมิ 70 °C สามารถละลายดีบุกออกมาได้หมดและละลายเหล็กได้ 77.85% ในเวลา 6 ชั่วโมง ในขั้นตอนการตกตะกอนดีบุกจากสารละลายคลอไรด์ที่ได้โดยวิธีปรับ pH ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ พบว่าสามารถตกตะกอนดีบุกได้ 97.68% ในรูปของดีบุกไฮดรอกไซด์ ในขณะที่เหล็กไม่ตกตะกอน ผลวิเคราะห์ทางเคมีของตะกอนดีบุกชี้ว่าดีบุกไฮดรอกไซด์ที่ได้มีความบริสุทธิ์สูงเนื่องจากมีมลทินเหล็กและมลทินอื่นปนอยู่ต่ำ

กิตติกรรมประกาศ

ผู้เขียนขอขอบคุณภาคีวิชาชีพวิศวกรรมโลหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย และบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ได้สนับสนุนค่าใช้จ่ายในการทำวิจัย ขอขอบคุณบริษัท ไทยแลนด์สเมลดึง แอนด์รีไฟนิง จำกัด สำหรับตัวอย่างฮาร์ดเฮตพร้อมผลวิเคราะห์ทางเคมีรวมทั้งช่วยเหลือในการวิเคราะห์ตัวอย่างตะกอนดีบุกที่ได้จากการทดลอง

บรรณานุกรม

- [1] P. A. Wright, *Extractive Metallurgy of Tin*, New York: American Elsevier, 1966.
- [2] P. A. Wright, *Extractive Metallurgy of Tin*, 2nd ed. New York: Elsevier Scientific Publishing Co., 1982.
- [3] M. A. Barakat, "Recovery of lead, tin and indium from alloy wire scrap," *Hydrometallurgy*, vol. 49, no. 1-2, pp. 63-73, 1998.
- [4] M. A. Rabah, "Combined hydro-pyrometallurgical method for the recovery of high lead/tin/bronze alloy from industrial scrap," *Hydrometallurgy*, vol. 47, no. 2-3, pp. 281-295, 1998.
- [5] K. Scott, X. Chen, J. W. Atkinson, M. Todd, and R. D. Armstrong, "Electrochemical recycling of tin, lead and copper from stripping solution in the manufacture of circuit boards," *Resource, Conservation and Recycling*, vol. 20, no. 1, pp. 43-55, 1997.
- [6] M. A. Barakat, "Recovery of metal values from zinc solder dross," *Waste Management*, vol. 19, no. 7-8, pp. 503-507, 1999.
- [7] L. S. Y. Lee and F. Lawson, "The leaching rate of tin metal in oxygenated sodium hydroxide solutions," *Hydrometallurgy*, vol. 23, no. 1, pp. 23-35, 1989.
- [8] T. Kekesi, T. I. Torok, and G. Kabelik, "Extraction of tin from scrap by chemical and electrochemical methods in alkaline media," *Hydrometallurgy*, vol. 55, no. 2, pp. 213-222, 2000.
- [9] W. S. Jun, P. S. Yun, and E. C. Lee, "Leaching behavior of tin from Sn-Fe alloys in sodium hydroxide solutions," *Hydrometallurgy*, vol. 73, no. 1-2, pp. 71-80, 2004.
- [10] M. Pourbaix, "Atlas of Electrochemical Equilibria in Aqueous Solutions," In *National Association of Corrosion Engineers*, 2nd ed. Houston: pp. 307-321. 1974.