

ศึกษาเปรียบเทียบการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของธาตุบางชนิด
โดยวิธีคลอรีเนชันที่อุณหภูมิสูง

Comparative Studies of the Synthesis of Chloride Salts of some Elements
by High Temperature Chlorination Reaction

รุจิดา สุขใส

Rujida Suksai

วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมีศึกษา
มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

Master of Science Thesis In Chemical Studies
Prince of Songkla University

2541

๑

เลขที่	๑๐181.16 ๑๗๒ 2541 ๐.๒
Bib Key	141948

Thesis Title Comparative Studies of the Synthesis of Chloride Salts of some Elements
by High Temperature Chlorination Reaction

Author Miss.Rujida Suksai

Major Program Chemical Studies

Academic Year 1997

Abstract

It has been found that the products, titanium dioxide (TiO_2), from the chlorination reaction of crude extract of ilmenite ore in the temperature range 400 - 700 $^{\circ}\text{C}$ were contaminated by Fe, Sn, Nb, W, Zr, and Y. This study, therefore, emphasizes on the same reaction of these elements in details in order to find the optimum temperature where the main product will be least contaminated by these elements. Each oxide of these elements was mixed with activated carbon (oxide : carbon in 3 : 1 ratio) and allowed to react with chlorine gas at temperature : 350, 400, 500, 600, 700 $^{\circ}\text{C}$. The activated carbon acts as a reducing agent in this reaction. The results showed that Fe_2O_3 , SnO_2 , Nb_2O_5 , WO_3 reacted with chlorine gas at all temperature under investigation while ZrO_2 reacted only at high temperature 600 and 700 $^{\circ}\text{C}$. Titanium dioxide (TiO_2) was also studied under the same experiment set-up at temperature : 350, 400, 500, 600, 700, and 800 $^{\circ}\text{C}$. The yields from these TiO_2 reactions were : 3.67, 6.62, 5.05, 12.46, 5.04, and 12.11 % respectively. From these data it was concluded that the optimum temperature for this chlorination reaction should be 600 $^{\circ}\text{C}$ as judged from the percent yield and the amount of impurities. Furthermore, at this temperature (600 $^{\circ}\text{C}$) it is considered not too high to be accessible with the available equipment in our laboratory. After having established the optimum temperature at 600 $^{\circ}\text{C}$, the crude extract of ilmenite was then subjected to a test at this temperature. The yield from this reaction was 34.05 %. The product was yellowish white powder due to contamination by Fe, Sn, Nb, W, Zr, and Y.

The products were also analyzed quantitatively by EDXRF (Energy Dispersive X-Ray Fluorescence) spectrometry. The results obtained showed that the product from the reaction temperature 600 °C with crude extract from ilmenite contained Ti 32.83 % with Fe , Sn , Nb , W , Zr , Y as impurities whose concentrations are 0.16 , 1.90 , 3.83 , 5.02 , 0.37 , and 0.18 % , respectively. On the other hand , the products using pure TiO₂ as starting material at 350 , 400 , 500 , 600 , 700 , and 800 °C contain Ti 43.3 , 46.8 , 46.0 , 55.8 , 51.4 , and 46.1 % , respectively.

กิตติกรรมประกาศ

จากความสำเร็จของการศึกษาวิจัยครั้งนี้ ข้าพเจ้าขอขอบพระคุณผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สัมพันธ์ วงศ์นาวา ประธานกรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ซึ่งเป็นผู้ให้คำปรึกษา แนวคิด เกี่ยวกับการแก้ปัญหาต่างๆ ในการทำการศึกษาวิจัยครั้งนี้ พร้อมทั้งอำนวยความสะดวกระหว่าง การดำเนินการวิจัย ตลอดจนการตรวจแก้ไขต้นฉบับวิทยานิพนธ์เล่มนี้จนเสร็จสมบูรณ์เป็นเล่มดั่ง ปราบกฏนี้ ขอขอบคุณอาจารย์ผดุง บุญสิน ที่อนุเคราะห์ส่วนสกัดหยาบของแรมอัลเมไนต์เพื่อ การศึกษาวิจัยในครั้งนี้พร้อมให้คำแนะนำเกี่ยวกับกระบวนการทดลอง ขอขอบคุณ คุณวิเชียร ภายภาค ที่ให้ความช่วยเหลือเกี่ยวกับการเป่าแก้วตามแบบที่ต้องการ และสุดท้ายขอขอบคุณ ทุกคนในครอบครัวที่ให้กำลังใจเสมอมา ตลอดจนบุคคลอื่นอีกหลายๆ ท่านที่ไม่ได้กล่าวถึงในที่นี้ ล้วนแต่เป็นองค์ประกอบสำคัญที่ทำให้ข้าพเจ้าประสบความสำเร็จในการศึกษาค้นคว้าครั้งนี้

รุจิรา สุขใส

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ.....	(3)
Abstract.....	(4)
กิตติกรรมประกาศ.....	(6)
สารบัญ.....	(7)
รายการตาราง.....	(8)
รายการภาพประกอบ.....	(14)
บทที่	
1. บทนำ.....	1
บทนำตั้งเรื่อง.....	1
การตรวจเอกสาร.....	4
วัตถุประสงค์.....	38
2. วิธีการวิจัย.....	39
วัสดุ.....	39
อุปกรณ์.....	41
วิธีดำเนินการ.....	42
3. ผลและการอภิปรายผล.....	77
4. วิจารณ์และสรุป.....	183
บรรณานุกรม.....	189
ภาคผนวก ก.....	193
ภาคผนวก ข.....	202
ประวัติผู้เขียน.....	210

รายการตาราง

ตาราง	หน้า
1. แสดงผลผลิตแร่อิเลเมนต์ของไทยและมูลค่าระหว่างปีพ.ศ.2525 - 2530.....	2
2. แสดงผลการวิเคราะห์ (Bulk , Chemical Analysis) ของตัวอย่างแร่อิเลเมนต์ในประเทศไทย (จากตะกั่วป่า , พังงา และภูเก็ต).....	3
3. แสดงสมบัติทางกายภาพของ Ti บริสุทธิ์ทั่วไป.....	7
4. แสดงศักยภาพในการผลิต TiO_2 (10^3 ตัน/พื้นที่).....	15
5. แสดงสมบัติทางกายภาพบางประการของ Fe.....	16
6. แสดงสมบัติทางกายภาพบางประการของ Sn.....	19
7. แสดงสมบัติทางกายภาพบางประการของ Nb.....	23
8. แสดงสมบัติทางกายภาพบางประการของ W.....	26
9. แสดงสมบัติทางกายภาพบางประการของ Zr บริสุทธิ์ทั่วไป.....	32
10. แสดงสมบัติทางกายภาพบางประการของ Y บริสุทธิ์ทั่วไป.....	36
11. แสดงค่าAcquisition parameter ที่ใช้ในการวิเคราะห์เชิงคุณภาพ.....	50
12. แสดงส่วนผสมของแบริ่งและ TiO_2 ในการเตรียมเม็ดสารมาตรฐาน.....	52
13. แสดงส่วนผสมของแบริ่งและ Fe_2O_3 ในการเตรียมเม็ดสารมาตรฐาน.....	55
14. แสดงส่วนผสมของแบริ่งและ SnO_2 ในการเตรียมเม็ดสารมาตรฐาน.....	58
15. แสดงส่วนผสมของแบริ่ง และ Nb_2O_6 ในการเตรียมเม็ดสารมาตรฐาน.....	61
16. แสดงส่วนผสมของแบริ่งและ WO_3 ในการเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของ W.....	64
17. แสดงส่วนผสมของแบริ่ง และ ZrO_2 ในการเตรียมเม็ดสารมาตรฐาน.....	66
18. แสดงน้ำหนักแบริ่ง และ TiO_2 ในการเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของ Ti.....	71
19. แสดงน้ำหนักแบริ่ง TiO_2 และ Fe_2O_3 ในการเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของ Fe.....	72
20. ส่วนผสมของแบริ่ง TiO_2 และ Fe_2O_3 ที่ชั่งมาจำนวน 4.000 g และเจือจางด้วยแบริ่งอีก 16.000 g	72

รายการตาราง(ต่อ)

ตาราง	หน้า
21. แสดงน้ำหนักแห้ง TiO_2 , Nb_2O_5 และ WO_3 ในการเตรียมเม็ดสารมาตรฐาน ของ Nb และ W.....	73
22. แสดงน้ำหนักแห้ง TiO_2 และ MnO_2 ในการเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของ Mn.....	74
23. แสดงน้ำหนักแห้ง และ SnO_2 ในการเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของ Sn.....	75
24. แสดงน้ำหนักของส่วนผสมของ TiO_2 และผงคาร์บอนกัมมันต์.....	80
25. แสดงผลการสังเคราะห์ TiO_2 จากผง TiO_2 ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , 700 , และ 800 °C	82
26. แสดงความเข้มข้นของ Ti ในเม็ดสารมาตรฐาน.....	90
27. แสดงความเข้มข้นของ Ti และความเข้มของพีค Ti ในเม็ดสารมาตรฐานของ Ti.....	90
28. แสดงน้ำหนักแห้ง TiO_2 และเม็ดสารตัวอย่างของ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีคลอไรด์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , 700 , และ 800 °C	92
29. แสดงความเข้มข้นของ Ti ในผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , 700 , และ 800 °C	94
30. แสดงน้ำหนักของส่วนผสมของ Fe_2O_3 และผงคาร์บอนกัมมันต์.....	97
31. แสดงผลการสังเคราะห์ Fe_2O_3 จากผง Fe_2O_3 ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C	99
32. แสดงความเข้มข้นของ Fe ในเม็ดสารมาตรฐาน.....	106
33. แสดงความเข้มข้นของ Fe และความเข้มของพีค Fe ในเม็ดสารมาตรฐานของ Fe.....	107
34. แสดงน้ำหนักแห้ง Fe_2O_3 และเม็ดสารตัวอย่างของ Fe_2O_3 ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีคลอไรด์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C	108
35. แสดงความเข้มข้นของ Fe ในผลิตภัณฑ์ Fe_2O_3 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C	109

รายการตาราง(ต่อ)

ตาราง	หน้า
36. แสดงน้ำหนักของส่วนผสมของ SnO ₂ และผงคาร์บอนกัมมันต์.....	112
37. แสดงผลการสังเคราะห์ SnO ₂ จากผง SnO ₂ ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C	114
38. แสดงความเข้มเข้มชั้นของ Sn ในเม็ดสารมาตรฐาน.....	121
39. แสดงความเข้มชั้นของ Sn และความเข้มของพีค Sn ในเม็ดสารมาตรฐานของ Sn.....	121
40. แสดงน้ำหนักแห้ง SnO ₂ และเม็ดสารตัวอย่างของ SnO ₂ ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีคลอริเนชันที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C	123
41. แสดงความเข้มชั้นของ Sn ในผลิตภัณฑ์ SnO ₂ ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C	124
42. แสดงน้ำหนักของส่วนผสมของ Nb ₂ O ₆ และผงคาร์บอนกัมมันต์.....	127
43. แสดงผลการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ Nb จากผง Nb ₂ O ₆ ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C.....	129
44. แสดงความเข้มเข้มชั้นของ Nb ในเม็ดสารมาตรฐาน.....	136
45. แสดงความเข้มชั้นของ Nb และความเข้มของพีค Nb ในเม็ดสารมาตรฐานของ Nb.....	136
46. แสดงน้ำหนักแห้ง ผลิตภัณฑ์ของ Nb และเม็ดสารตัวอย่างของ Nb ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีคลอริเนชันที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C.....	138
47. แสดงความเข้มชั้นของ Nb ในผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C	139
48. แสดงน้ำหนักของส่วนผสมของ WO ₃ และผงคาร์บอนกัมมันต์.....	142
49. แสดงผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนที่เหลือ และผลิตภัณฑ์ของสารประกอบคลอไรด์ของ W ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C.....	144

รายการตาราง(ต่อ)

ตาราง	หน้า
50. แสดงความเข้มข้นของ W ในเม็ดสารมาตรฐาน.....	151
51. แสดงความเข้มข้นของ W และความเข้มของพีค W ในเม็ดสารมาตรฐานของ W.....	151
52. แสดงน้ำหนักแห้ง ผลิตภัณฑ์ของสารประกอบคลอไรด์ของ W และเม็ดสารตัวอย่างของ WO_3 ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีคลอริเนชันที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C.....	153
53. แสดงความเข้มข้นของ W ในผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C	154
54. แสดงน้ำหนักของส่วนผสมของ ZrO_2 และผงคาร์บอนกัมมันต์.....	157
55. แสดงผลการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ Zr จากผง ZrO_2 ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C	158
56. แสดงผลสรุปการสังเคราะห์สารประกอบ ZrO_2 จากผง ZrO_2 ที่อุณหภูมิ 350 , 400, 500, 600 และ 700 °C	159
57. แสดงความเข้มข้นของ Zr ในเม็ดสารมาตรฐาน.....	164
58. แสดงความเข้มข้นของ Zr และความเข้มของพีค Zrในเม็ดสารมาตรฐานของ Zr	164
59. แสดงน้ำหนักแห้ง ผลิตภัณฑ์ ZrO_2 และเม็ดสารตัวอย่างของ ZrO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีคลอริเนชันที่อุณหภูมิ 600 °C	165
60. แสดงความเข้มข้นของ Zr ในผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 และ 700 °C	166
61. แสดงน้ำหนักของส่วนผสมของ Y_2O_3 และผงคาร์บอนกัมมันต์.....	168
62. แสดงผลการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ Y จากผง Y_2O_3 ที่อุณหภูมิ 350, 400, 500, 600 และ 700 °C	169
63. แสดงน้ำหนักของส่วนผสมของส่วนสัปดาห์ของแวลูเมไนต์ และผงคาร์บอนกัมมันต์ เพื่อทำปฏิกิริยาคลอริเนชันที่อุณหภูมิ 600 °C.....	174

รายการตาราง(ต่อ)

ตาราง	หน้า
64. แสดงผลการสังเคราะห์ TiO_2 จากส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิไมไนต์ที่อุณหภูมิ $600\text{ }^{\circ}C$175	
65. แสดงความเข้มข้นของ Ti ในเม็ดสารมาตรฐานและความเข้มของพีค Ti ในเม็ดสารมาตรฐานของ Ti.....177	
66. แสดงความเข้มข้นของ Fe ในเม็ดสารมาตรฐานและความเข้มของพีค Fe ในเม็ดสารมาตรฐานของ Fe.....178	
67. แสดงความเข้มข้นของ Nb และ W ในเม็ดสารมาตรฐานของ Nb และW.....178	
68. แสดงความเข้มของพีค Nb และ W (Count) ในเม็ดสารมาตรฐานของ Nb และW.....179	
69. แสดงความเข้มข้นของ Mn ในเม็ดสารมาตรฐานและความเข้มของพีค Mn ในเม็ดสารมาตรฐานของ Mn.....179	
70. แสดงความเข้มข้นของ Sn ในเม็ดสารมาตรฐานและความเข้มของพีค Mnในเม็ดสารมาตรฐานของ Sn.....180	
71. แสดงความเข้มข้นของ Zr และ Y ในเม็ดสารมาตรฐานของ Zr และ Y.....180	
72. แสดงความเข้มของพีค Zr และ Y (Count) ในเม็ดสารมาตรฐานของ Zr และY.....181	
73. แสดงน้ำหนักแบ่ง ส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิไมไนต์ ผลิตภัณฑ์ TiO_2 และ เม็ดสารตัวอย่างของผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ ด้วยวิธีคลอไรเนชั่นที่อุณหภูมิ $600\text{ }^{\circ}C$181	
74. แสดงผลการวิเคราะห์หาปริมาณ Ti , Fe , Nb , W , Mn , Sn , Zr , และ Y ในผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิไมไนต์ ที่อุณหภูมิ $600\text{ }^{\circ}C$ และในส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิไมไนต์.....182	
75. แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณ Ti ในเม็ดสารตัวอย่าง TiO_2 ที่สังเคราะห์ได้จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $350\text{ }^{\circ}C$203	
76. แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณ Ti ในเม็ดสารตัวอย่าง TiO_2 ที่สังเคราะห์ได้จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $400\text{ }^{\circ}C$204	

รายการตาราง(ต่อ)

ตาราง	หน้า
77. แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณ Ti ในเมล็ดสารตัวอย่าง TiO_2 ที่สังเคราะห์ได้จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $500\text{ }^{\circ}C$	205
78. แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณ Ti ในเมล็ดสารตัวอย่าง TiO_2 ที่สังเคราะห์ได้จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $600\text{ }^{\circ}C$	206
79. แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณ Ti ในเมล็ดสารตัวอย่าง TiO_2 ที่สังเคราะห์ได้จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $700\text{ }^{\circ}C$	207
80. แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณ Ti ในเมล็ดสารตัวอย่าง TiO_2 ที่สังเคราะห์ได้จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $800\text{ }^{\circ}C$	208

รายการภาพประกอบ

ภาพประกอบ	หน้า
1. แสดงขั้นตอนการแยก TiO_2 จากแร่ทิตานไมต์โดยใช้กระบวนการซัลเฟต.....	10
2. แสดงขั้นตอนการแยก TiO_2 จากแร่ทิตานไมต์ด้วยกรด HF.....	12
3. แสดงขั้นตอนการแยก TiO_2 จากแร่ทิตานไมต์ด้วย $(NH_4)_2SO_4$	13
4. แสดงการแยก TiO_2 จากแร่ทิตานไมต์ โดยใช้กระบวนการฟลูออรีเดชัน.....	14
5. แสดงขั้นตอนการผลิต W และสารประกอบของ W จากแร่ Wolframite และ Scheelite.....	28
6. แสดงการจัดชุดผลิตภัณฑ์จากคลอรีนเพื่อใช้ในการทดลอง.....	48
7. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผง TiO_2 บริสุทธิ์ ด้วยเครื่อง EDXRF	78
8. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผงคาร์บอนกัมมันต์ด้วยเครื่อง EDXRF.....	78
9. แสดงกราฟแท่งสรุปผลการสังเคราะห์ TiO_2 จากผง TiO_2 ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , 700 , และ 800 °C	83
10. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ TiO_2 จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 350 °C	84
11. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ TiO_2 จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 400 °C	84
12. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ TiO_2 จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 500 °C	85
13. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ TiO_2 จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 600 °C	85
14. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ TiO_2 จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 700 °C	86
15. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ TiO_2 จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 800 °C	86
16. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 350 °C หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....	87

รายการภาพประกอบ (ต่อ)

ภาพประกอบ	หน้า
17. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 400°C หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....	87
18. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 500°C หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....	88
19. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 600°C หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....	88
20. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 700°C หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....	89
21. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 800°C หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....	89
22. แสดงกราฟมาตรฐานของ TI ที่ได้จากการคำนวณโดยใช้โปรแกรม EDXRF VERSION 1.35.....	91
23. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผง Fe_2O_3 บริสุทธิ์ด้วยเครื่อง EDXRF	95
24. แสดงกราฟแท่งสรุปผลการสังเคราะห์ Fe_2O_3 จากผง Fe_2O_3 ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700°C	100
25. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ Fe_2O_3 จากผง Fe_2O_3 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 350°C	101
26. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยา การสังเคราะห์ Fe_2O_3 จากผง Fe_2O_3 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 400°C	101
27. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยา การสังเคราะห์ Fe_2O_3 จากผง Fe_2O_3 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 500°C	102
28. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยา การสังเคราะห์ Fe_2O_3 จากผง Fe_2O_3 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 600°C	102

รายการภาพประกอบ (ต่อ)

ภาพประกอบ	หน้า
29. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยา การสังเคราะห์ Fe_2O_3 จากผง Fe_2O_3 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ $700\text{ }^{\circ}C$	103
30. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพผลิตภัณฑ์ Fe_2O_3 ที่สังเคราะห์จากผง Fe_2O_3 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $350\text{ }^{\circ}C$ หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ $110\text{ }^{\circ}C$ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง..	103
31. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพผลิตภัณฑ์ Fe_2O_3 ที่สังเคราะห์จากผง Fe_2O_3 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $400\text{ }^{\circ}C$ หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ $110\text{ }^{\circ}C$ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง...	104
32. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพผลิตภัณฑ์ Fe_2O_3 ที่สังเคราะห์จากผง Fe_2O_3 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $500\text{ }^{\circ}C$ หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ $110\text{ }^{\circ}C$ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง..	104
33. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพผลิตภัณฑ์ Fe_2O_3 ที่สังเคราะห์จากผง Fe_2O_3 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $600\text{ }^{\circ}C$ หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ $110\text{ }^{\circ}C$ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง..	105
34. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพผลิตภัณฑ์ Fe_2O_3 ที่สังเคราะห์จากผง Fe_2O_3 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $700\text{ }^{\circ}C$ หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ $110\text{ }^{\circ}C$ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง..	105
35. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผง SnO_2 บริสุทธิ์ด้วยเครื่อง EDXRF.....	110
36. แสดงกราฟแท่งสรุปการสังเคราะห์ SnO_2 จากผง SnO_2 ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ $700\text{ }^{\circ}C$	115
37. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ SnO_2 จากผง SnO_2 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ $350\text{ }^{\circ}C$	116
38. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ SnO_2 จากผง SnO_2 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ $400\text{ }^{\circ}C$	116
39. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ SnO_2 จากผง SnO_2 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ $500\text{ }^{\circ}C$	117
40. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ SnO_2 จากผง SnO_2 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ $600\text{ }^{\circ}C$	117

รายการภาพประกอบ (ต่อ)

ภาพประกอบ	หน้า
41. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ SnO ₂ จากผง SnO ₂ บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 700 °C	118
42. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพผลิตภัณฑ์ SnO ₂ ที่สังเคราะห์จากผง SnO ₂ บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 350 °C หลังผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....	118
43. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพผลิตภัณฑ์ SnO ₂ ที่สังเคราะห์จากผง SnO ₂ บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 400 °C หลังผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....	119
44. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพผลิตภัณฑ์ SnO ₂ ที่สังเคราะห์จากผง SnO ₂ บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 500 °C หลังผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....	119
45. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพผลิตภัณฑ์ SnO ₂ ที่สังเคราะห์จากผง SnO ₂ บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 600 °C หลังผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....	120
46. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพผลิตภัณฑ์ SnO ₂ ที่สังเคราะห์จากผง SnO ₂ บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 700 °C หลังผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....	120
47. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผง Nb ₂ O ₅ บริสุทธิ์ด้วยเครื่อง EDXRF ...	125
48. แสดงกราฟแท่งสรุปการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ Nb จากผง Nb ₂ O ₅ ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C	130
49. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ สารประกอบคลอไรด์ของ Nb จากผง Nb ₂ O ₅ บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 350 °C	131
50. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ สารประกอบคลอไรด์ของ Nb จากผง Nb ₂ O ₅ บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 400 °C	131
51. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ สารประกอบคลอไรด์ของ Nb จากผง Nb ₂ O ₅ บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 500 °C	132
52. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ สารประกอบคลอไรด์ของ Nb จากผง Nb ₂ O ₅ บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 600 °C	132

รายการภาพประกอบ (ต่อ)

ภาพประกอบ	หน้า
53. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ Nb จากผง Nb_2O_5 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ $700\text{ }^{\circ}C$	133
54. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผลิตภัณฑ์ของสารประกอบคลอไรด์ของ Nb ที่สังเคราะห์ได้จากผง Nb_2O_5 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $350\text{ }^{\circ}C$ หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ $110\text{ }^{\circ}C$ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....	133
55. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผลิตภัณฑ์ของสารประกอบคลอไรด์ของ Nb ที่สังเคราะห์ได้จากผง Nb_2O_5 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $400\text{ }^{\circ}C$ หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ $110\text{ }^{\circ}C$ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....	134
56. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผลิตภัณฑ์ของสารประกอบคลอไรด์ของ Nb ที่สังเคราะห์ได้จากผง Nb_2O_5 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $500\text{ }^{\circ}C$ หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ $110\text{ }^{\circ}C$ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....	134
57. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผลิตภัณฑ์ของสารประกอบคลอไรด์ของ Nb ที่สังเคราะห์ได้จากผง Nb_2O_5 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $600\text{ }^{\circ}C$ หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ $110\text{ }^{\circ}C$ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....	135
58. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผลิตภัณฑ์ของสารประกอบคลอไรด์ของ Nb ที่สังเคราะห์ได้จากผง Nb_2O_5 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $700\text{ }^{\circ}C$ หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ $110\text{ }^{\circ}C$ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....	135
59. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผง WO_3 บริสุทธิ์ด้วยเครื่อง EDXRF	140
60. แสดงกราฟแท่งสรุปการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ W จากผง WO_3 ที่อุณหภูมิ $350, 400, 500, 600,$ และ $700\text{ }^{\circ}C$	145
61. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ W จากผง WO_3 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ $350\text{ }^{\circ}C$	146
62. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ W จากผง WO_3 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ $400\text{ }^{\circ}C$	146

รายการภาพประกอบ (ต่อ)

ภาพประกอบ

หน้า

63. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ W จากผง WO_3 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ 147
64. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ W จากผง WO_3 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ 147
65. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ W จากผง WO_3 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ 148
66. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพผลิตภัณฑ์ของสารประกอบคลอไรด์ของ W ที่สังเคราะห์จากผง WO_3 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $350\text{ }^{\circ}\text{C}$ หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ $110\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....148
67. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพผลิตภัณฑ์ของสารประกอบคลอไรด์ของ W ที่สังเคราะห์จากผง WO_3 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ $110\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....149
68. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพผลิตภัณฑ์ของสารประกอบคลอไรด์ของ W ที่สังเคราะห์จากผง WO_3 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ $110\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....149
69. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพผลิตภัณฑ์ของสารประกอบคลอไรด์ของ W ที่สังเคราะห์จากผง WO_3 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ $110\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....150
70. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพผลิตภัณฑ์ของสารประกอบคลอไรด์ของ W ที่สังเคราะห์จากผง WO_3 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ $110\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....150
71. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผง ZrO_2 บริสุทธิ์ด้วยเครื่อง EDXRF155
72. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ ZrO_2 จากผง ZrO_2 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ $350\text{ }^{\circ}\text{C}$ 160

รายการภาพประกอบ (ต่อ)

ภาพประกอบ	หน้า
73. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ ZrO_2 จากผง ZrO_2 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 400 °C	160
74. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ ZrO_2 จากผง ZrO_2 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 500 °C	161
75. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ ZrO_2 จากผง ZrO_2 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 600 °C	161
76. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ ZrO_2 จากผง ZrO_2 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 700 °C	162
77. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผลิตภัณฑ์ ZrO_2 ที่สังเคราะห์จากผง ZrO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 600 °C หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....	162
78. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผลิตภัณฑ์ ZrO_2 ที่สังเคราะห์จากผง ZrO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 700 °C หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....	163
79. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผง Y_2O_3 บริสุทธิ์ด้วยเครื่อง EDXRF	167
80. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ Y_2O_3 จากผง Y_2O_3 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 350 °C	170
81. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ Y_2O_3 จากผง Y_2O_3 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 400 °C	171
82. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ Y_2O_3 จากผง Y_2O_3 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 500 °C	171
83. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ Y_2O_3 จากผง Y_2O_3 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 600 °C	172

รายการภาพประกอบ (ต่อ)

ภาพประกอบ	หน้า
84. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ Y_2O_3 จากผง Y_2O_3 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 700 °C	172
85. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนสกัดหยาบของแร่ของแร่ซิลิเกตก่อนนำมาทำการทดลอง.....	173
86. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ TiO_2 จากส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิเกต ที่อุณหภูมิ 600 °C	176
87. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีคลอริเนชันจากส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิเกตที่อุณหภูมิ 600 °C	176
88. แสดงองค์ประกอบของเครื่อง EDXRF ที่ใช้ในการวิเคราะห์ในงานวิจัยนี้.....	194
89. แสดงโครงสร้างของผลึกไทเทเนียมออกไซด์แบบอะนาเทส.....	195
90. แสดงโครงสร้างของผลึกไทเทเนียมออกไซด์แบบรูไทล์	196
91. ผลการวิเคราะห์โครงสร้างของผลึก TiO_2 โดยเครื่อง XRD.....	197
92. ผลการวิเคราะห์โครงสร้างของผลึก TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 °C โดยเครื่อง XRD.....	197
93. ผลการวิเคราะห์โครงสร้างของผลึก TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 400 °C โดยเครื่อง XRD.....	198
94. ผลการวิเคราะห์โครงสร้างของผลึก TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 500 °C โดยเครื่อง XRD.....	198
95. ผลการวิเคราะห์โครงสร้างของผลึก TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 °C โดยเครื่อง XRD.....	199
96. ผลการวิเคราะห์โครงสร้างของผลึก TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 700 °C โดยเครื่อง XRD.....	199
97. ผลการวิเคราะห์โครงสร้างของผลึก TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 800 °C โดยเครื่อง XRD.....	200

รายการภาพประกอบ (ต่อ)

ภาพประกอบ	หน้า
98. ผลการวิเคราะห์โครงสร้างของผลึก TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์จากส่วนสกัดหยาบของแร่ อิลเมไนต์ ที่อุณหภูมิ $600\text{ }^\circ\text{C}$ โดยเครื่อง XRD.....	200
99. แสดงขั้นตอนการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของธาตุบางชนิดโดยวิธีคลอริเนชันที่ อุณหภูมิสูง.....	201

บทที่ 1

บทนำ

บทนำต้นเรื่อง

แร่ิลเมนไนต์ (Ilmenite , FeOTiO_2 หรือ FeTiO_3) เป็นแร่ที่มีความสำคัญทางเศรษฐกิจ ใช้เป็นวัตถุดิบสำหรับการผลิตไทเทเนียม (Ti) แร่ิลเมนไนต์มีไทเทเนียมออกไซด์ (TiO_2) เป็นองค์ประกอบหลัก นอกจากนี้มีเหล็ก (Fe) ,ไนโอเบียม (Nb) ,ดีบุก (Sn) ,ทังสเตน (W) ,เซอร์โคเนียม (Zr) ,แมงกานีส (Mn) และอิตเทรียม (Y) เป็นสารเจือปนอยู่ในแร่ิลเมนไนต์ แร่ชนิดนี้จัดเป็นพวกแร่หนัก มักพบรวมอยู่กับแร่โคลัมไบต์ (Columbite) และแทนทาลไลท์ (Tantalite) แร่เหล่านี้ทั้งหมดจะปะปนกับแหล่งแร่ดีบุกซึ่งมีลักษณะสีดำมันวาว ผล็กแบน เป็นหกเหลี่ยม และมีสมบัติแม่เหล็ก มีมวลตามสูตรเคมีเป็น 151.75 ถ้าบริสุทธิ์จะมีเหล็ก (Fe) และไทเทเนียมออกไซด์ (TiO_2) เป็นองค์ประกอบ 36.8 และ 52.66% ตามลำดับ แต่แร่ิลเมนไนต์ที่พบทั่วไปในธรรมชาติอาจจะมีปริมาณ TiO_2 มากหรือน้อยกว่านี้ก็ได้ทั้งนี้ขึ้นกับแหล่งที่พบ

วัตถุดิบที่สำคัญในการผลิต TiO_2 ได้แก่ แร่ิลเมนไนต์และแร่รูไทล์ ซึ่งพบมากในประเทศออสเตรเลีย แคนาดา ฟินแลนด์ อาร์เจนตินา ศรีลังกา อียิปต์ บราซิล คองโก สเปน สาธารณรัฐแอฟริกาใต้ รัสเซีย นอร์เวย์ โปรตุเกส เป็นต้น แต่แร่รูไทล์จะมีมากที่สุดในประเทศออสเตรเลีย (Hample,C.A., 1968 : 732)

อุตสาหกรรมผลิต TiO_2 เกิดขึ้นครั้งแรกในประเทศสหรัฐอเมริกา ในปีค.ศ.1916 โดยบริษัทTitanium Pigment เกือบจะพร้อมกับการผลิต TiO_2 ในทวีปยุโรป ประเทศนอร์เวย์ ได้มีการพัฒนาวิธีการผลิตให้มีประสิทธิภาพ จนปีค.ศ.1920 การผลิตสามารถส่งออกจำหน่ายได้ประเทศสหรัฐอเมริกาใช้ TiO_2 มากกว่าครึ่งหนึ่งของปริมาณผลิตในอุตสาหกรรมเกี่ยวกับการผลิตสี (Davis,K.A., 1982 : 158)

กลุ่มประเทศในแถบเอเชียตะวันออกเฉียงใต้(อาเซียน)ที่มีโรงงานผลิตได้แก่มาเลเซีย มีกำลังผลิต TiO_2 ประมาณ 50,000 ตันต่อปี และสิงคโปร์มีกำลังผลิตประมาณ 45,000 ตันต่อปี

การผลิตแร่โอลิเมนไนต์ของประเทศไทย ในช่วงปีพ.ศ.2525-2530 ดังแสดงในตาราง 1

ตาราง 1 แสดงผลผลิตแร่โอลิเมนไนต์ของประเทศไทยและมูลค่าระหว่างปีพ.ศ.2525 - 2530

พ.ศ.	ผลผลิต(ตัน)	มูลค่า(ล้านบาท)
2525	18	0.04
2526	205	0.50
2527	148	0.36
2528	1,078	2.66
2529	13,489	15.20
2530	26,278	27.20

ที่มา : ข้อมูลจากกองเศรษฐกิจและเผยแพร่ กรมทรัพยากรธรณี กระทรวงอุตสาหกรรม

แร่วิทยา (Mineralogy) ของแร่โอลิเมนไนต์ในประเทศไทย

แร่โอลิเมนไนต์มีสูตรทางเคมีคือ $FeTiO_3$ ซึ่งในบางครั้งจะมี Mg และ/หรือ Mn เข้าไปแทนที่ Fe ในปริมาณจำกัด

แร่โอลิเมนไนต์ จัดอยู่ใน Haematite Group ซึ่งแบ่งย่อยเป็น Ilmenite Series อันประกอบด้วย

Ilmenite- $FeTiO_3$

Felkellite- $MgTiO_3$

Pyrophanite- $MnTiO_3$

เนื่องจาก Mg และ Mn สามารถเข้าแทนที่ Fe ได้ในลักษณะ Solid Solution อาจเขียนสูตรทั่วไปของแร่โอลิเมนไนต์เป็น $(Fe,Mg,Mn)TiO_3$ สำหรับแร่โอลิเมนไนต์มีสูตร $FeTiO_3$ ประกอบด้วย Fe 36.8% Ti 31.6% และ O 31.6% อัตราส่วนระหว่าง Fe และ Ti อาจเปลี่ยนแปลงไปได้มาก ธาตุแมกนีเซียม (Mg) และแมงกานีส (Mn) พบได้บ่อยแต่มีปริมาณน้อยมาก ส่วน Fe_2O_3 ปริมาณต่ำ แต่มีผลต่อคุณภาพของ TiO_2 นอกจากนี้ธาตุแทนทาลัม (Ta) และไนโอเบียม (Nb) อาจพบในแร่โอลิเมนไนต์

ผลการวิเคราะห์เคมีของแร่ซิลิเกตในประเทศไทย ดังตาราง 2

ตาราง 2 แสดงผลการวิเคราะห์ (Bulk , Chemical Analysis) ของตัวอย่างแร่ซิลิเกตในประเทศไทย (จากตะกั่วป่า, พังงา และภูเก็ต)

ตัวอย่าง ที่	ผลการวิเคราะห์ทางเคมี (%)						
	TiO ₂	Nb ₂ O ₆	FeO	MnO	P ₂ O ₆	As	Ta ₂ O ₆
1	54.56	1.06	26.55	3.31	0.02	ไม่มี	ไม่ได้วิเคราะห์
2	53.79	0.99	26.50	4.04	0.11	ไม่มี	ไม่ได้วิเคราะห์
3	52.18	1.22	26.58	3.01	0.02	ไม่มี	ไม่ได้วิเคราะห์
4	52.30	0.63	32.23	5.45	0.04	ไม่มี	ไม่ได้วิเคราะห์
5	51.38	0.98	27.55	4.18	0.10	ไม่มี	ไม่ได้วิเคราะห์
6	53.96	0.84	26.39	2.22	0.07	ไม่มี	ไม่ได้วิเคราะห์
7	52.26	0.93	24.61	4.30	-	0.02	ไม่ได้วิเคราะห์
8	52.51	0.96	32.70	4.95	0.17	0.01	ไม่ได้วิเคราะห์
9	55.00	0.46	27.11	4.43	0.06	0.02	ไม่ได้วิเคราะห์
10	54.72	0.58	29.28	3.61	0.06	0.02	ไม่ได้วิเคราะห์
11	57.43	0.76	16.83	3.09	ไม่ได้ วิเคราะห์	ไม่ได้ วิเคราะห์	0.40
12	55.98	0.88	21.22	4.00	ไม่ได้ วิเคราะห์	ไม่ได้ วิเคราะห์	0.50

หมายเหตุ : ตัวอย่างแร่ผ่านการแต่งในห้องปฏิบัติการด้วยเครื่อง Frantz Isodynamic Magnetic Separator ที่ 0.7 แอมแปร์

ที่มา : เอกสารการประชุม กรมทรัพยากรธรณี ครั้งที่ 4 , 13-14 สิงหาคม 2530

แร่ซิลิเกตถือเป็นวัตถุดิบที่สำคัญในอุตสาหกรรมการผลิต TiO₂ เพื่อทำเป็นเม็ดสี (Paint Pigment) กระดาษ พลาสติก เซรามิก เส้นใยในลอน หมึกพิมพ์ และเครื่องสำอาง เป็นต้น

คุณค่าของแร่อิไลเมนต์ขึ้นกับปริมาณของ TiO_2 ซึ่งมีวิธีการแยก TiO_2 ออกจากแร่อิไลเมนต์ได้หลายวิธีเช่น กระบวนการซัลเฟต กระบวนการคลอไรด์ และกระบวนการฟลูออไรด์ ในกระบวนการคลอริเนชันได้นำส่วนสกัดหยาบของแร่อิไลเมนต์ ซึ่งมีธาตุเหล็ก ธาตุเซอร์โคเนียม ธาตุไนโอเบียม และธาตุทังสแตน เป็นสารเจือปนร้อยละ 0.41 , 0.10 , 0.59 , และ 1.60 % โดยน้ำหนักเป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ด้วยวิธีคลอริเนชัน โดยผสมผงคาร์บอนกัมมันต์ (Activated Charcoal) เป็นสารรีดิวซ์ในอัตราส่วน 3 : 1 โดยน้ำหนัก ทำการสังเคราะห์ในช่วงอุณหภูมิ 400 , 500 และ 600 องศาเซลเซียส ปรากฏว่าได้ผลิตภัณฑ์ของ TiO_2 ร้อยละ 49.01 , 53.96 และ 57.84 ตามลำดับ และมีสารเจือปนคือ เหล็ก (Fe) , ไนโอเบียม (Nb) และทังสแตน (W) โดยปริมาณสารเจือปนจะเพิ่มมากขึ้นในผลิตภัณฑ์เมื่อใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์มากขึ้น (อับดุลนาเซอร์ ฮายีสาเหมาอะ, 2536 : 3)

ในงานวิจัยนี้จึงได้ศึกษาการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของธาตุไทเทเนียม (Ti) , เหล็ก (Fe) , ดีบุก (Sn) , ไนโอเบียม (Nb) , ทังสแตน (W) , เซอร์โคเนียม (Zr) , และอิตเทรียม (Y) ด้วยวิธีคลอริเนชัน คือการผ่านก๊าซคลอรีนไปยังสารตั้งต้น ในที่นี้คือ TiO_2 , Fe_2O_3 , SnO_2 , Nb_2O_5 , WO_3 , ZrO_2 , และ Y_2O_3 โดยใช้ผงคาร์บอนกัมมันต์เป็นสารรีดิวซ์ อุณหภูมิในการสังเคราะห์คือ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 องศาเซลเซียสและพบว่าที่อุณหภูมิ 600 °C เหมาะสมในการสังเคราะห์ TiO_2 จากส่วนสกัดหยาบของแร่อิไลเมนต์ด้วยวิธีคลอริเนชัน

การตรวจเอกสาร

1. ธาตุไทเทเนียม (Ti)

1.1 ประวัติการค้นพบ Ti

ในปี ค.ศ. 1790 William Gregor นักสอนศาสนาและนักเล่นแร่วิทยาสมัครเล่น เป็นผู้ค้นพบแร่สีดำซึ่งเขาเรียกว่า "Menacchanite" หลังจากนั้นในท้องถิ่นเรียกว่า "อิไลเมนต์"

ค.ศ. 1795 Martin Klaproth นักเคมีชาวออสเตรียสรุปว่าแร่ไทล์ของฮังการีเป็นออกไซด์ของธาตุใหม่ เขาเรียกธาตุว่า ไทเทเนียม (ซึ่งมาจากคำว่า Titan เป็นเทพนิยายกรีกแสดงถึงความแข็งแรง และกำลัง)

ค.ศ. 1797 Martin Klaproth ยืนยันการพบธาตุไทเทเนียมในแร่อิไลเมนต์

ค.ศ. 1826 Berzelius ผลิตตัวอย่างของธาตุไทเทเนียม

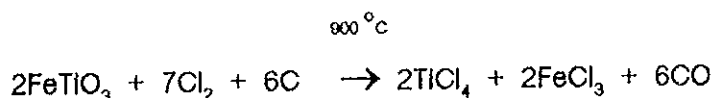
ค.ศ. 1887 พบว่าปฏิกิริยารีดักชันไทเทเนียม(IV) คลอไรด์กับโซเดียมได้ธาตุ Ti บริสุทธิ์ 95 % (ไทเทเนียม(IV) คลอไรด์ ผลิตโดย Dumas ในปี 1826 โดยกระบวนการคลอริเนชันของไทเทเนียม(IV) ออกไซด์)

ค.ศ. 1910 M.A. Hunter ที่ General Electric พบว่าปฏิกิริยารีดักชันของไทเทเนียม(IV) คลอไรด์กับโซเดียมได้ธาตุไทเทเนียมบริสุทธิ์ 99.5 % พบว่าผลิตภัณฑ์แข็ง และเปราะ

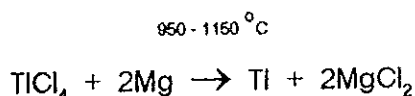
ค.ศ. 1913 บริษัทผลิตไทเทเนียมทำในรูปอุตสาหกรรม โดยผลิตได้ประมาณครั้งละ 2.25 kg

ค.ศ. 1925 เป็นครั้งแรกที่พบสารบริสุทธิ์ของ Ti เมื่อ A.E. Van Arkel และ J.H. De Boer ได้ทำปฏิกิริยาระหว่างไทเทเนียมกับไอโอดีนที่อุณหภูมิ 100 - 200 °C ในภาชนะแก้วเป็นสุญญากาศ (vacuated glass vessel) และหลังจากนั้นสลายตัวให้ไทเทเนียมไอโอดีน (TiI₄) เกิดบนหลอด ทั้งสแตนท์ที่อุณหภูมิประมาณ 1300 - 1500 °C ผลิตภัณฑ์ที่ได้ไม่เปราะ มีจุดหลอมเหลวสูง ประมาณ 1668 °C และความหนาแน่นต่ำเมื่อเทียบกับโลหะเบาชนิดอื่นๆ (4.51 และ 7.86 gcm⁻³ ตามลำดับ)

ค.ศ. 1931 Wilhelm Kroll ของ Luxembourg ผลิต Ti โดยวิธีการรีดิวซ์ TiCl₄ ด้วยแคลเซียมซึ่งเรียกวิธีการนี้ว่า Kroll Method และในปี ค.ศ. 1940 ใช้ธาตุแมกนีเซียม (Mg) และโซเดียม (Na) แต่ค่าใช้จ่ายในกระบวนการนี้ค่อนข้างสูง ในวงการอุตสาหกรรมวิธีการนี้นิยมใช้ โดยการนำแร่ซิลิเกตหรือลูโธลมาเผาโดยใช้สารรีดิวซ์คือ คาร์บอน และก๊าซคลอรีน (Greenwood, N.N. และ Earnshaw, A., 1968 : 1113) ดังแสดงในสมการต่อไปนี้



นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปกลั่นแยก TiCl₄ ออกจาก FeCl₃ และรีดิวซ์ด้วย Mg ในเตาเผาภายใต้บรรยากาศอาร์กอนดังแสดงในสมการ



MgCl₂ และ Mg ที่เหลือถูกแยกออกโดยใช้น้ำหรือกรดเจือจาง หรือใช้กระบวนการกลั่น

ค.ศ. 1948 บริษัท Du pont แยกโลหะไทเทเนียมได้ในปริมาณมาก (Jones, D.J., 1988 : 1135)

ไทเทเนียมเป็นธาตุที่มีมากเป็นอันดับ 9 ในเปลือกโลกมีไทเทเนียม อยู่ร้อยละ 0.63 %
ไทเทเนียมเป็นธาตุที่รู้จักกันตั้งแต่ปี ค.ศ. 1790

ไทเทเนียมอาจพบในแหล่งแร่รูไทล์ (Rutile : TiO_2) และแหล่งแร่อิลเมนไนต์ (FeTiO_3)

1.2 การนำ Ti บริสุทธิ์ไปใช้ประโยชน์

โลหะ Ti ถูกนำไปใช้ประโยชน์หลาย ๆ ด้าน เนื่องจาก Ti มีสมบัติเด่นคือจุดเดือดและจุดหลอมเหลวสูง ส่วนสมบัติอื่น ๆ ดังแสดงในตาราง 3

ตาราง 3 แสดงสมบัติทางกายภาพของ Ti บริสุทธิ์ทั่วไป

Atomic number	22
Atomic weight	47.90
Atomic volume, cc per gram-atom	10.60
Atomic radius in Angstrom units	1.54
Density at 20 °C, g/cc	4.507
Melting point, °C	1668
Boiling point, °C	3260
Linear coefficient of expansion, 20 to 300 °C, microinches per Inch per °C	8.2
Latent heat of fusion, kcal/mole	5
Latent heat vaporization, kcal/mole	112.5
Latent heat transformation, kcal/mole	1.05
Electrical conductivity, percent of copper	3.6
Superconductivity, K	below 1.73
Specific heat, cal/g/°C at 20 °C	0.13
Thermal conductivity, cal/cm/sec/°C	0.04
Surface tension at melting point, dynes per centimeter	1427
Crystal structure	Closed-packed
Below 882 °C	Hexagonal
Alpha form	Alpha form
Above 882 °C	Body-centered cubic
	Body-centered
	Beta form
Lattice constants	
Alpha	a=2.9504
	b=4.6833
Beta	c=3.3065
Work function, eV	4.17
Thermal neutron absorption cross section, barns	5.8
Modulus of elasticity, psi	15.5 × 10 ⁶
Tensile strength, ultimate 25 °C, psi	34,000
yield, 25 °C, psi	20,000
Elongation, 25 °C, %	54
Hardness, Vickers	80-100

ที่มา : Mark, H.F., Meketta, J.J. และ Othmer, D.F. , 1969 : 366.

นอกจากสมบัติดังในตาราง Ti มีสมบัติทางเคมีที่น่าสนใจคือ สามารถทนการกัดกร่อนได้เป็นอย่างดี เช่น สามารถทนการกัดกร่อนได้ดีในภาวะบรรยากาศปกติ น้ำทะเล และด้านการกัดกร่อนของกรด HNO_3 กรด HCl ที่เย็น สารละลายเบสที่ร้อน แต่จะละลายในกรด H_2SO_4 เข้มข้น กรด HCl ที่ร้อน กรด HF และกรด H_3PO_4 ที่ร้อน Ti ทำปฏิกิริยาโดยตรงกับธาตุเฮไลเจน (X) เกิดเป็นสารประกอบเตตระเฮไลด์ (TiX_4)

การนำโลหะ Ti ไปใช้งานจะค่อนข้างจำเพาะเจาะจง ที่สำคัญพอสรุปได้ดังนี้ (Hampel, C.A., 1968 : 737 - 738)

1. ส่วนใหญ่ใช้เป็นโครงสร้างในการผลิตอาวุธและอุปกรณ์ทางทหาร เช่น ชิ้นส่วนเครื่องบิน เครื่องบินไอพ่น ชิ้นส่วนจรวดนำวิถีและยานอวกาศ
2. อุปกรณ์ใช้ในโรงงานผลิตภัณฑ์เคมี เช่น โรงงานผลิตคลอรีนโดยใช้เป็นองค์ประกอบของบีมตัวแลกเปลี่ยนความร้อน เป็นต้น
3. ใช้เตรียมสารประกอบของ Ti ส่วนความเป็นพิษของ Ti จัดอยู่ในขั้นต่ำ

1.3 สารประกอบคลอไรด์และออกไซด์ของ Ti และการใช้ประโยชน์

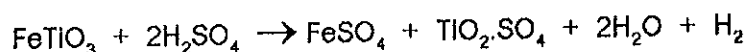
สารประกอบคลอไรด์ของ Ti คือ ไทเทเนียมเตตระคลอไรด์มีสูตรเคมีคือ TiCl_4 จัดเป็นสารที่มีพันธะโควาเลนต์ เป็นของเหลวใส มีจุดเดือดและจุดหลอมเหลวคือ 136.5 และ -24 °C ตามลำดับ ประโยชน์ของ TiCl_4 คือ นำไปเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่สำคัญอันหนึ่ง

สารประกอบออกไซด์ของ Ti คือ ไทเทเนียมไดออกไซด์ มีสูตรเคมีคือ TiO_2 เป็นผงสีขาว มีโครงสร้าง 3 แบบ (Davis, K.A. , 1982 : 158) คือ รูไทล์ (Rutile) อะนาทาส (Anatase) และ บรูไกต์ (Brookite) โครงสร้างทั้ง 3 แบบมีอะตอมของ Ti 3 อะตอม และแต่ละอะตอมมีอะตอมของออกซิเจนล้อมรอบ 6 อะตอม อะตอมของออกซิเจนที่ล้อมรอบอะตอม Ti จะมีการบิดเบือนไปจึงทำให้มีโครงสร้างที่แตกต่างกัน TiO_2 ไม่ละลายน้ำจึงใช้ทำสีขาว และมีดัชนีหักเห (Refractive Index) สูงคือ 2.7

กระบวนการในการเตรียม TiO_2 ในทางอุตสาหกรรม มี 3 กระบวนการที่สำคัญคือ

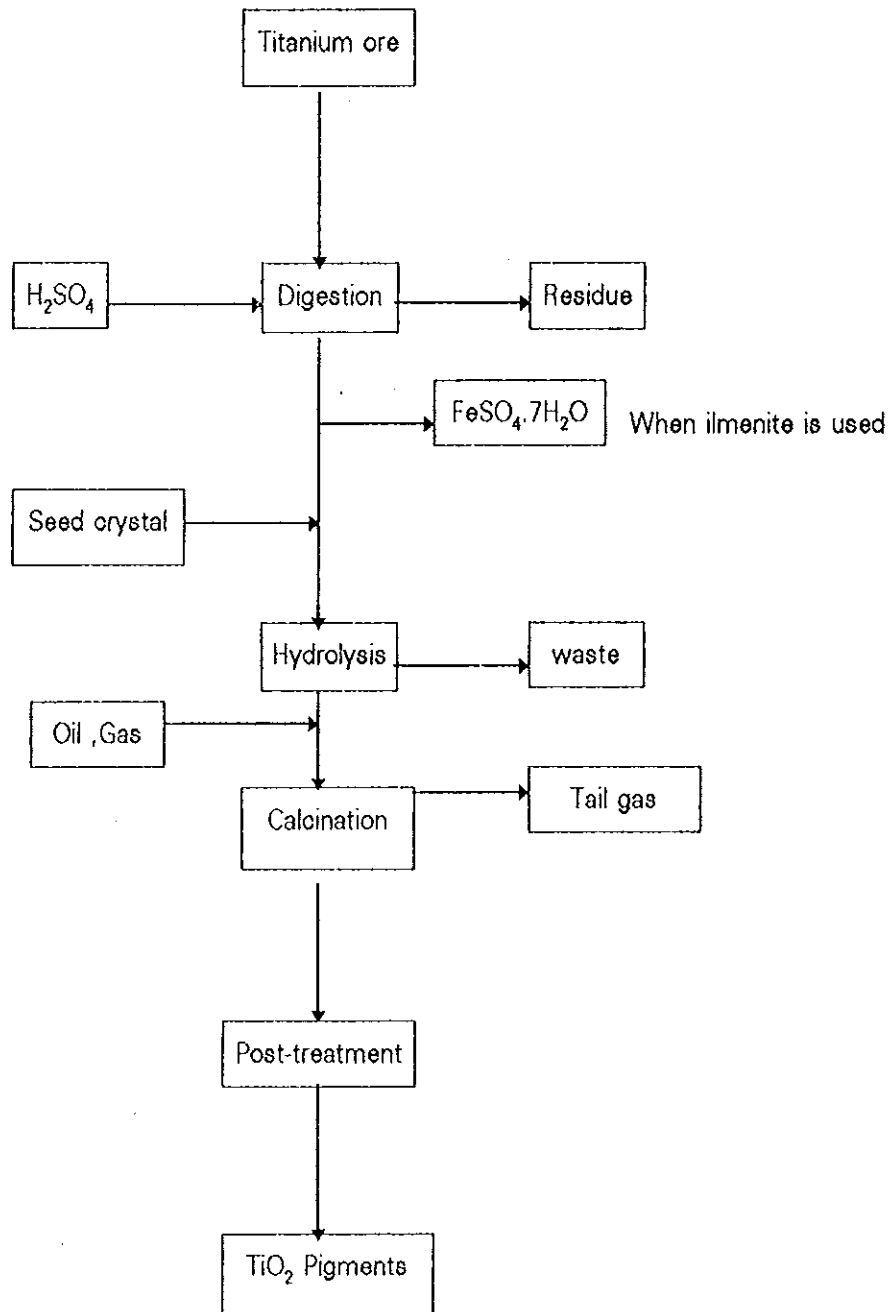
1. กระบวนการซัลเฟต (Sulphate Process) ซึ่งประกอบด้วยขั้นตอนย่อยคือ (Buchner, et al. , 1989 : 526)

- การย่อยแร่ซิลิเกตด้วยกรด H_2SO_4 ดังแสดงในสมการต่อไปนี้คือ



- การรีดิวซ์ Fe(III) เป็น Fe (II)
- การแยก $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
- การละลายของ TiOSO_4
- การล้างและการชะ
- การ Calcination

ขั้นตอนการทดลองดังแสดงในภาพประกอบ 1



ภาพประกอบ 1 แสดงขั้นตอนการแยก TiO₂ จากแร่ิลเมนไนต์โดยใช้กระบวนการซัลเฟต

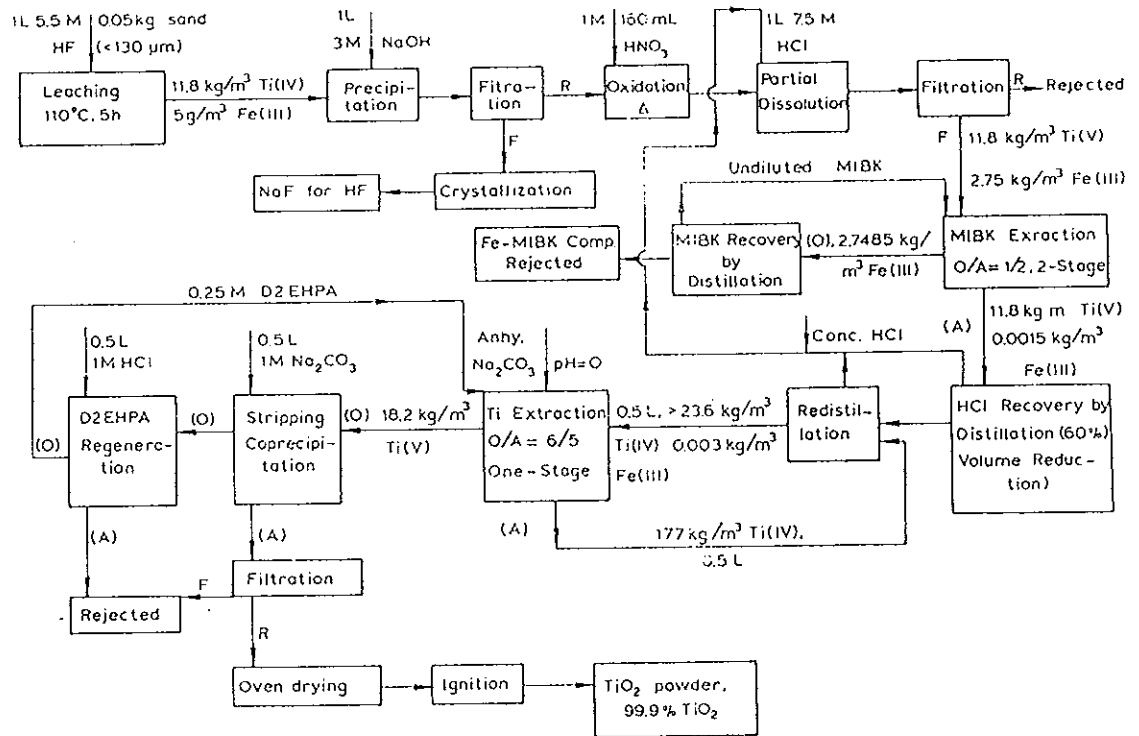
ที่มา : Buchner , et al. , 1989 : 526

ผลิตภัณฑ์ข้างเคียงของกระบวนการดังกล่าวคือ กรด H_2SO_4 เจือจาง ซึ่งสามารถนำกลับไปหมุนเวียนใช้ใหม่ได้ผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จะมีโครงสร้างแบบรูไทล์ (David.K.A., 1982 : 159)

ในกระบวนการซัลเฟต นอกจากใช้กรด H_2SO_4 เป็นตัวสกัด Fe สามารถใช้ตัวทำละลายอื่น ๆ ได้ เช่น HCl , HF , $(NH_4)_2SO_4$ หรือ HCl - Alcohols เพื่อเพิ่มคุณภาพของแร่ซิลิเกตได้

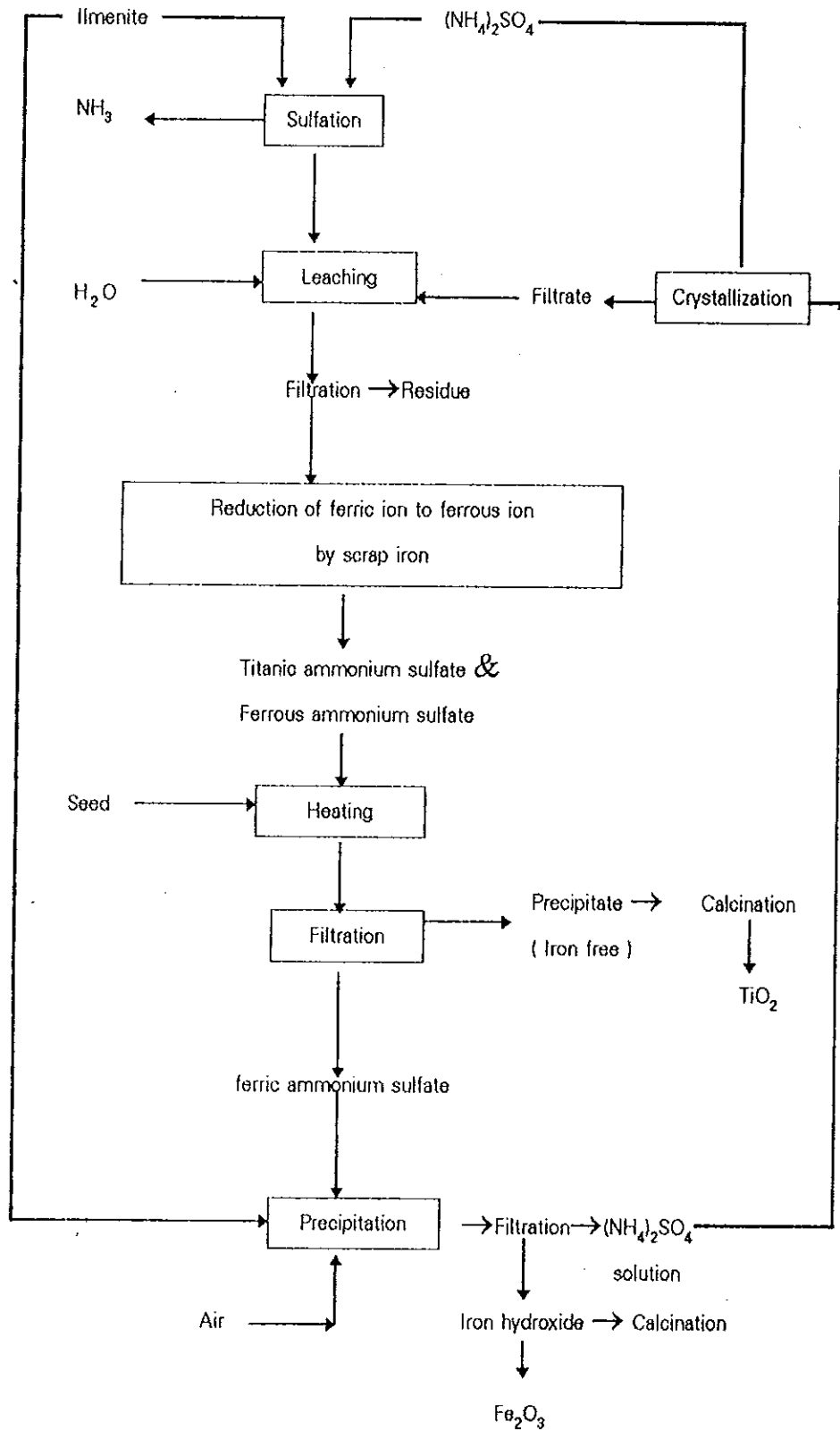
Girgin.I และTurker.L. (1986 : 61 - 64) ได้รายงานว่าจะผสมระหว่างกรด HCl กับแอลกอฮอล์ชนิดต่าง ๆ เช่น เมทานอล (CH_3OH) เอทานอล (C_2H_5OH) เอทิลีนไกลคอล พบว่ามีผลต่อการชะล้าง Fe ออกจากแร่ซิลิเกตได้ดีขึ้น และจุดเดือดของของผสมต่ำกว่าเดิม และต่อมา Girgin I. (1990 : 147- 149) รายงานว่า $HCl-CH_3OH$ สามารถชะล้าง Fe ออกจากแร่ซิลิเกตได้ดีที่สุด ส่วนผลของ Resorcinol และ Phenol ที่เติมลงไปเพื่อสกัด Fe ออกจากแร่ซิลิเกตพบว่า $HCl-CH_3OH-Resorcinol$ ชะล้าง Fe ได้ดีกว่า $HCl-CH_3OH-Phenol$ (Girgin.I., Turker.L. และ Dafader , N.C., 1992 : 119 - 126)

Biswas , R.K., Habib, M.A. และ Dafader, N.C. (1992 : 119 - 126) ได้รายงานผลการใช้กรด HF เพื่อแยก TiO_2 ออกจากแร่ซิลิเกตและนำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปเผาที่ $1000\text{ }^{\circ}C$ ขั้นตอนการทดลองดังแสดงในภาพประกอบ 2 ส่วนขั้นตอนของการใช้ $(NH_4)_2SO_4$ เป็นตัวทำละลายเพื่อสกัด Fe ออกจากแร่ซิลิเกต ดังแสดงในภาพประกอบ 3



ภาพประกอบ 2 แสดงขั้นตอนการแยก TiO_2 จากแร่อิลเมนไนต์ด้วยกรด HF

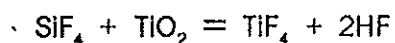
ที่มา : Blwas, R.K., Habib, M.A. และ Dafader, N.C., 1992 : 124



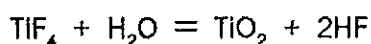
ภาพประกอบ 3 แสดงขั้นตอนการแยก TiO_2 จากแร่อิลเมนไนต์ด้วย $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$

ที่มา : Lee, C.T. และ Sohn, H.Y., 1989 : 1807

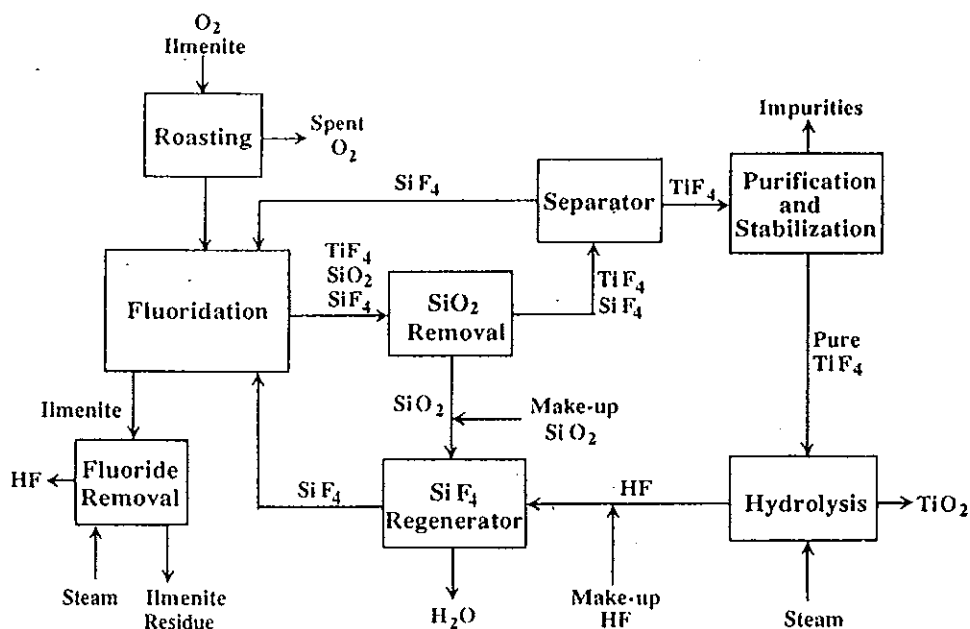
2. กระบวนการฟลูออไรด์ (Fluoride Process) เป็นกระบวนการสกัด TiO_2 จากแร่ Titaniferous โดยใช้ตัวทำละลายคือ SiF_4 ดังแสดงในสมการ



ผลิตภัณฑ์ TIF_4 จะมีสถานะเป็นไอที่อุณหภูมิห้อง และเมื่ออุณหภูมิลดต่ำลงจะควบแน่นเป็นของแข็ง นำไปละลายน้ำ จะได้ TiO_2 ดังแสดงในสมการ



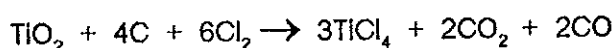
ผลิตภัณฑ์ TiO_2 มีโครงสร้างผลึกในรูปอะนาเทส ขั้นตอนการทดลองอย่างละเอียดดังแสดงในภาพประกอบ 4 (Teresa, K.P., et al , 1994 : 308-313)



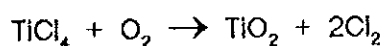
ภาพประกอบ 4 แสดงการแยก TiO_2 จากแร่อิลเมนไนต์ โดยใช้กระบวนการฟลูออไรด์เช่น

ที่มา : Teresa, K.P., et al., 1995 : 313

3. กระบวนการคลอไรด์ (Chloride Process) เป็นกระบวนการผลิต TiO_2 โดยใช้ก๊าซคลอรีน และของเสียของก๊าซคลอรีนสามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้ โดยไม่กระทบต่อสิ่งแวดล้อม (Yamada, S., 1976 : 14) ขั้นแรกนำแร่ไทเทเนียมหรือแร่ไทล์ไปผสมกับสารรีดิวซ์คือผงคาร์บอน และนำไปเผาที่อุณหภูมิสูง โดยผ่านก๊าซคลอรีนเข้าไปจะเกิดปฏิกิริยาดังแสดงในสมการต่อไปนี้



ผลิตภัณฑ์ที่เกิดจากปฏิกิริยาเป็นก๊าซ เมื่อเย็นลง TiCl_4 จะควบแน่นเป็นของเหลวและสามารถแยกออกจากสารเจือปนอื่น ๆ ได้ ในขั้นสุดท้าย TiCl_4 จะทำปฏิกิริยากับก๊าซออกซิเจนเกิดเป็น TiO_2 ซึ่งมีโครงสร้างแบบรูไทล์ (Davis, K.A., 1982 : 159) ปฏิกิริยาเคมีที่เกิดดังแสดงในสมการต่อไปนี้



จากกระบวนการผลิต TiO_2 ในทางด้านอุตสาหกรรมจะพบว่าในการผลิตนิยมใช้กระบวนการคลอไรด์เพิ่มขึ้นทุก ๆ ปี ดังแสดงในตาราง 4

ตาราง 4 แสดงศักยภาพในการผลิต TiO_2 (10^3 ตัน/พื้นที่)

ปี	กระบวนการซัลเฟต	กระบวนการคลอไรด์	รวม
1965	1254	135	1389
1970	1499	437	1936
1972	1632	441	2073
1974	1810	538	2348
1976	1922	657	2579
1978	1819	729	2548
1980	1757	964	2721
1985	1635	945	2580
1986	-	-	2887

ที่มา : Buchner , et al., 1989 : 523

2. ธาตุเหล็ก (Fe)

2.1 ประวัติการค้นพบ Fe

การค้นพบธาตุ Fe ได้ค้นพบมาเป็นระยะเวลาช้านาน เป็นโลหะที่มีมากเป็นอันดับ 2 และเป็นธาตุที่พบมากเป็นอันดับ 4 บนเปลือกโลกรองจากออกซิเจน ซิลิคอน และอะลูมิเนียม ธาตุ Fe เป็นองค์ประกอบของแร่หลายชนิด เช่น แร่ฮีมาไทต์ (Fe_2O_3) แร่ลิโมนาइट ($\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot \text{XH}_2\text{O}$) แร่แมกนีไทต์ (Fe_3O_4) แร่ซิลิไมท์ (FeTiO_3) เป็นต้น (Mark, H.F., Maketta, J.J. และ Othmer, D.F., 1969 : 305 - 306) นอกจากนี้พบว่าธาตุ Fe มีอยู่ในดวงอาทิตย์และดวงดาวต่าง ๆ

2.2 การผลิต Fe บริสุทธิ์และการนำไปใช้ประโยชน์

Fe เป็นโลหะสีเงินขาว เหนียว สามารถแผ่ได้ มีจุดเดือดและจุดหลอมเหลวสูง สมบัติบางประการของ Fe ดังแสดงในตาราง 5

ตาราง 5 แสดงสมบัติทางกายภาพบางประการของ Fe

Atomic number	26
Atomic weight	55.847
Isotopes, natural, and abundance	54(5.90%) 56(91.52%) 57(2.245%) 58(0.33%)
Electron configuration	$1s^2, 2s^2, 2p^6, 3s^2, 3p^6, 3d^6, 4s^2$
Atomic volume, 25 °C, cc per gram-atom	10.60
Density at 20 °C, g/cc	7.8733
Melting point, °C	1536.5 ± 1
Boiling point, °C	3000
Linear coefficient of expansion, 20 to 300 °C, microinches per inch per °C	8.2
Latent heat of fusion, cal/g	65.5
Latent heat vaporization, cal/g	1598
Heat of combustion (Fe to Fe_2O_3), cal/g	1582
Work function, eV	4.17
Thermal neutron absorption cross section, barns	2.62
Modulus of elasticity, psi	28.5×10^6
Tensile strength, psi	30,000
Elongation, 25 °C, %	54
Hardness, Vickers	60

ที่มา : Mark, H.F., Meketta, J.J. และ Othmer, D.F. , 1969 : 308.

การเตรียม Fe ในอุตสาหกรรมใช้วิธีการถลุง แต่การเตรียม Fe ให้บริสุทธิ์ อาจจะทำโดยการเผา FeC_2O_4 ในสุญญากาศจะได้ FeO แล้วจึงรีดิวซ์ FeO ด้วย H_2 จะได้ Fe ซึ่งเป็นโลหะมันเงาสีขาวและอ่อน

จากสมบัติที่เด่นหลายประการของ Fe จึงนิยมนำมาใช้ในอุตสาหกรรมเกือบทุกประเภท Fe ถลุงยังเป็นเหล็กไม่บริสุทธิ์เนื่องจากมีธาตุอื่นเจือปนอยู่เช่น ธาตุคาร์บอน (ทำให้เหล็กมีสมบัติแข็งแต่เปราะ) ธาตุซิลิคอน ธาตุฟอสฟอรัส และธาตุแมงกานีส ในการทำให้เหล็กบริสุทธิ์ คือ การลดปริมาณธาตุที่เจือปน และเมื่อต้องการนำไปใช้งานในลักษณะแตกต่างกันก็ผสมโลหะบางชนิดลงไป เช่น Mn, Cr, Ti จัดเป็นพวกโลหะผสม (Alloy)

2.3 สารประกอบคลอไรด์และออกไซด์ของ Fe และการใช้ประโยชน์

Fe เป็นธาตุที่มีเลขออกซิเดชัน 2 ค่า คือ +2 และ +3 ทำให้เกิดสารประกอบพวกเฟอร์รัส (Ferrous Compound) และสารประกอบพวกเฟอร์ริก (Ferric Compound) ตามลำดับ (Mark, H.F., Meketta, J.J. และ Othmer, D.F. , 1969 : 309)

ไอร์ออน (II) คลอไรด์ (Iron(II) chloride) มีสูตรเคมีคือ FeCl_2 เป็นผลึกรูปร่าง ромโบฮีดรัล (Rhombohedral) ไม่มีสี จุดเดือดและจุดหลอมเหลวคือ 1030 และ 672 °C ตามลำดับ ละลายน้ำได้ และละลายได้ในแอลกอฮอล์หรืออะซีโตน แต่ไม่ละลายในอีเทอร์ FeCl_2 เกิดจากการทำปฏิกิริยาระหว่างกรด HCl กับเหล็กที่ไม่มีออกซิเจน ถ้ามีการให้ความร้อนและมีอากาศ FeCl_2 จะกลายเป็น FeCl_3 และ Fe_2O_3

Boonsack, J. P. (1992 : 261) ได้รายงานผลเกี่ยวกับปฏิกิริยาระหว่างไอของ FeCl_2 กับ TiO_2 ซึ่งอยู่ในแร่ทิตานไมต์ (FeTiO_3) ผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็น TiCl_4 และ Fe อุณหภูมิที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา คือ 1523 - 1723 K ซึ่งแร่ทิตานไมต์ที่ใช้ในการทดลองจะอยู่ในรูปของผสมระหว่างแร่ทิตานไมต์กับผงคาร์บอน

ประโยชน์ของ FeCl_2 คือใช้ทำสีย้อมผ้า เป็นสารตั้งต้นในการผลิตยา หรือใช้ผลิต FeCl_3 (Mark, H.F., Meketta, J.J. และ Othmer, D.F. , 1969 : 36)

ไอร์ออน (III) คลอไรด์ มีสูตรเคมีคือ FeCl_3 เป็นผลึกรูปเฮกซะโกนอลสีแดง สามารถหลอมและระเหิดได้ที่อุณหภูมิ 300 °C จุดเดือดประมาณ 310 °C มีความสามารถในการละลายในน้ำ, แอลกอฮอล์, อะซีโตน, อีเทอร์ แต่ไม่ละลายในเอทิลอะซีเตท และสแทนนิคคลอไรด์ ละลายได้เล็กน้อยในคาร์บอนไดซัลไฟด์ FeCl_3 เกิดโดยการผ่านก๊าซคลอรีนผ่านเหล็กที่ถูกเผาจนร้อนแดง และการให้ความร้อนในการทำปฏิกิริยาของกรด HCl กับ Fe_2O_3 หรือแม้แต่การ

ออกซิไดซ์ FeCl_2 ด้วยก๊าซคลอรีนหรือกรด HNO_3 ประโยชน์ของ FeCl_3 เช่น ใช้ในการผลิตเม็ดสี เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการสังเคราะห์สารอินทรีย์ ใช้ในการบำบัดของเสียจากโรงงาน

ไอร์ออน (III) ออกไซด์ มีสูตรเคมีคือ Fe_2O_3 เป็นผลิตภัณฑ์ในขั้นสุดท้ายซึ่งได้มาจากแร่ ถูกให้ความร้อนประมาณ 1400°C โดยมีอากาศหรือออกซิเจน แต่ถ้าได้จากการให้ความร้อน $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ จะได้ผลิตภัณฑ์ที่มีความบริสุทธิ์สูง Fe_2O_3 จะมี 2 รูปคือ $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ มีสมบัติเป็น พาราแมกเนติก มีสีแดง นิยมใช้เป็นเม็ดสีในอุตสาหกรรม และ $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ มีสมบัติเป็น ไดอะแมกเนติกมีสีน้ำตาล ใช้มากในอุตสาหกรรมผลิตสี (Barry Barnett, E.D. และ Willson, C.L. , 1989 : 228) Fe_2O_3 จะสลายตัวที่อุณหภูมิประมาณ 1560°C ทำปฏิกิริยากับกรด HCl และกรด อื่นๆ ในการเตรียม Fe_2O_3 อาจใช้การออกซิไดซ์ FeS หรือใช้การเผา $\text{Fe}(\text{OH})_3$ หรือ FeSO_4 หรือ ใช้วิธีอิเล็กโทรไลซิส สารละลาย Na_2SO_4 โดยใช้แผ่นเหล็กเป็นขั้วแอโนด

นอกจากนี้ Fe_2O_3 สามารถได้จากกระบวนการซัลเฟตที่ใช้ในการแยก TiO_2 ออกจากแร่ อิลเมไนต์ โดยใช้สารละลาย $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็น $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (Lee, C.T. และ Sohn, H. Y., 1989 : 1802)

Fe_2O_3 ในรูปแบบที่มีน้ำ อาจจะเรียกว่า Iron (III) hydroxide ซึ่งจะเป็นของแข็งสีน้ำตาล แดง และเมื่อสูญเสียน้ำไปจะเป็น Fe_2O_3 ที่อุณหภูมิประมาณ 500°C $\text{Fe}(\text{OH})_3$ ไม่ละลายน้ำและ แอลกอฮอล์ แต่ทำปฏิกิริยากับกรด

Fe_2O_3 ใช้เป็นเม็ดสีสำหรับยาง สีทาบ้าน กระจก น้ำมันขัดเงา และเซรามิกส์ (Buchner, et al., 1989 : 523)

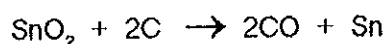
3. ดีบุก (Sn)

3.1 ประวัติการค้นพบ Sn

ดีบุกเป็นธาตุเก่าแก่ที่มนุษย์รู้จักมานาน ชื่อเป็นภาษาละตินว่า Stannum ซึ่งเป็นที่มาของ สัญลักษณ์คือ Sn ดีบุกเป็นธาตุที่พบมากในสินแร่แคสซิเทอไรต์ (Cassiterite ; SnO_2) เกิดรวมกัน อยู่ในหินแกรนิต ทราย และดินเหนียว Julius Caesar ได้บันทึกการค้นพบ Sn ในอังกฤษ และเป็นแหล่งผลิตสำคัญในทางยุโรป ในปัจจุบันพบว่าแหล่ง Sn ที่สำคัญอยู่ในประเทศมาเลเซีย (25%) โบลิเวีย (14%) อินโดนีเซีย (10%) ไทย (10%) และจีน (9%) (Greenwood, N.N. และ Earnshaw, A., 1968 : 428)

3.2 การผลิต Sn และการนำไปใช้

ในการแยก Sn ออกจากแร่แคสซิเทอไรต์ โดยการนำแร่มาล้างกำจัดดินเหนียวและทราย และนำไปบดและให้ความร้อนเพื่อไล่ออกไฮดรอกไซด์ของ As และ S จากนั้นนำไปถลุงโดยการใช้อ่างโค้ก ดังแสดงในสมการต่อไปนี้ (Greenwood , N.N. และ Earnshaw,A. ,1968 : 429)



Sn มี 2 รูปคือ α -Sn หรือดีบุกเทา มีโครงสร้างแบบเพชร มีความหนาแน่น 5.77 gcm^{-3} และ β -Sn จะเสถียรที่อุณหภูมิห้อง และมีรูปร่างแบบทรงเหลี่ยมสี่หน้า มีความหนาแน่น 7.26 gcm^{-3} (Mark, H.F., Meketta,J.J. และ Othmer, D.F. , 1969 : 273) สมบัติทางกายภาพของ Sn ดังแสดงในตาราง 6

ตาราง 6 แสดงสมบัติทางกายภาพบางประการของ Sn

Atomic number	50
Atomic weight	118.69 (± 3)
Number of naturally occurring isotopes	10
Electron configuration	[Kr]4d ¹⁰
Density at 20 °C,g/cc	α 5.769 β 7.265
Melting point, °C	232
Boiling point, °C	2623
Latent heat of fusion,kJmol ⁻¹	7.07
Latent heat vaporization,kJmol ⁻¹	296
Electrical resistivity (20 °C)/ohm cm	β 11x10 ⁻⁸

ที่มา : Greenwood , N.N. และ Earnshaw,A. ,1968 : 434

สมบัติทางเคมีของ Sn คือ Sn ทำปฏิกิริยากับเบสเข้มข้นที่ร้อนอย่างช้า ๆ และ Sn ทำปฏิกิริยาอย่างช้า ๆ กับกรด HCl , H₂SO₄ และกรด HNO₃ เจือจาง Sn ทำปฏิกิริยาอย่างรวดเร็วกับกรดเข้มข้น สำหรับกรด HCl Snจะทำปฏิกิริยาได้สารประกอบมีเลขออกซิเดชัน +2 ดังแสดงในสมการ (Pass , G. และ Sutcliffe , 1974 : 6-7)

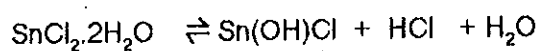


ในทางด้านอุตสาหกรรมได้มีการนำ Sn ไปใช้มากมายเช่น ใช้เคลือบโลหะอื่น ๆ และใช้ทำโลหะผสม เช่น ลวดบัดกรี เป็นโลหะผสมระหว่าง Sn และ Pb อาจมีการเติม Cd , Ga , In หรือ Bi เพื่อเพิ่มความสามารถในการหลอมละลาย ทองสัมฤทธิ์เป็นโลหะผสมระหว่าง Sn กับ Cu พิวเตอร์เป็นโลหะผสมระหว่าง Sn , Sb , และ Cu

ในประเทศไทยคาดว่ามีการใช้ดีบุก ในการผลิตแผ่นเหล็กเคลือบดีบุกมากกว่าร้อยละ 60 ของปริมาณการใช้ดีบุกภายในประเทศ อุตสาหกรรมผลิตแผ่นเหล็กเคลือบดีบุกเป็นอุตสาหกรรมที่ใช้โลหะดีบุกมากที่สุด (ชาคร จารุพิสิฐธร, พิชัย อรุณทรัพย์ และอัฐชัย พิริยะวัฒน์, 2538 : 59)

3.3 สารประกอบคลอไรด์และออกไซด์ของ Sn และการนำไปใช้ประโยชน์

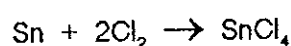
ทิน (II) คลอไรด์ มีสูตรเคมีคือ SnCl_2 มีจุดเดือดและจุดหลอมเหลวคือ 623 และ 246 °C ตามลำดับ สามารถเตรียมได้จากการละลายดีบุกในกรด HCl เข้มข้น แล้วทำให้เย็นจะได้ผลึกของไฮเดรตทิน (II) คลอไรด์ ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ซึ่งเรียกว่าเกล็ดดีบุก ไฮเดรตทิน (II) คลอไรด์จะสลายตัวเมื่อได้รับความร้อนดังแสดงในสมการต่อไปนี้



ปฏิกิริยานี้ถ้าทำในน้ำจะเกิดอย่างช้า ๆ และให้เบส Sn(OH)Cl ตกตะกอนออกมา แต่ถ้าเติมกรด HCl มากเกินไปจะได้กรด HSnCl_3 และ H_2SnCl_4 (Greenwood, N. N. และ Earnshaw, A. , 1968 : 442)

SnCl_2 เป็นตัวรีดิวซ์จึงสามารถเกิดปฏิกิริยารีดักชันได้มากมาย

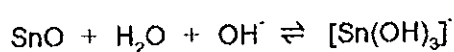
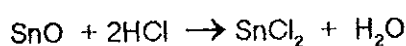
ทิน (IV) คลอไรด์ มีสูตรเคมีคือ SnCl_4 เป็นของเหลวใส มีจุดเดือดและจุดหลอมเหลวคือ 114 และ -33.3 °C ตามลำดับไม่มีสีเตรียมได้จากปฏิกิริยาระหว่างดีบุกกับคลอรีนดังแสดงในสมการต่อไปนี้



SnCl_4 ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในปฏิกิริยาแอลคิลเลชัน หรือปฏิกิริยาไซโคลเซชันอาจเรียกว่า Friedel-Crafts Catalyst

สารประกอบออกไซด์ของดีบุก คือ ทิน (II) ออกไซด์ และทิน (IV) ออกไซด์

ทิน (II) ออกไซด์ มีสูตรเคมีคือ SnO เป็นออกไซด์ที่มีสมบัติเป็นทั้งกรดและเบสคือทำปฏิกิริยากับกรดเจือจางได้เกลือของดีบุก (II) และทำปฏิกิริยากับเบสได้ไฮดรอกไซด์แทนเนต (II) [Hydroxostannates (II)] ดังแสดงในสมการต่อไปนี้



ทิน (IV) ออกไซด์ เป็นสารประกอบออกไซด์ที่เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติคือพบในแหล่งแร่ Cassiterite มีโครงสร้างแบบรูไทล์ จะไม่ละลายน้ำ แต่ละลายในกรดหรือเบส ถ้าละลายในสารประกอบไฮดรอกไซด์ จะได้สารประกอบสแทนเนตสูตรคือ $\text{M}_2\text{Sn}(\text{OH})_6$ (Honnick, W.D. และ Zuckerman, J.J., 1976 : 3034)

ประโยชน์ของ SnO_2 คือใช้ในอุตสาหกรรมเซรามิกส์ และใช้ผลิตเม็ดสี เช่น $\text{SnO}_2/\text{V}_2\text{O}_5$ ให้สีเหลือง $\text{SnO}_2/\text{Sb}_2\text{O}_5$ ให้สีน้ำเงินซีด และ $\text{SnO}_2/\text{Cr}_2\text{O}_3$ ให้สีชมพู

4. ธาตุไนโอเบียม (Nb)

4.1 ประวัติการค้นพบธาตุไนโอเบียม

Nb เป็นธาตุที่พบในแหล่งเดียวกับแทนทาลัม (Ta) และมีสมบัติทางเคมีคล้ายคลึงกันมาก และยากในกำรที่จะแยกธาตุทั้งสองออกจากกัน

ในปี ค.ศ. 1801 Charles Hatchett นักเคมีชาวอังกฤษได้วิเคราะห์ตัวอย่างแร่สีดำที่ส่งให้พิพิธภัณฑ์ของประเทศอังกฤษตั้งแต่ปี ค.ศ. 1753 เขาได้ค้นพบธาตุใหม่ซึ่งเขาตั้งชื่อว่า โคลัมเบียม เพื่อเป็นเกียรติแก่เมืองโคลัมเบียซึ่งเป็นแหล่งกำเนิดแร่

ปี ค.ศ. 1844 Rose ได้ประกาศการค้นพบแร่ใหม่ซึ่งเขาเรียกว่า ไนโอเบียม มาจากคำว่า Niobe (ซึ่งเป็นเทพเจ้าแห่งน้ำตา เป็นลูกสาวของไทแทนลัส)

ต่อมาในปี ค.ศ. 1949 ทาง IUPAC ได้ตั้งชื่อธาตุนี้ว่าไนโอเบียม แต่อย่างไรก็ตามทั้งชื่อไนโอเบียม และ โคลัมเบียมยังใช้อยู่ในปัจจุบัน

โลหะไนโอเบียมถูกเตรียมครั้งแรกโดย Blomstrand ในปีค.ศ. 1866 โดยเป็นการรีดิวซ์ไนโอเบียมคลอไรด์ด้วยไฮโดรเจน หลังจากนั้นไม่นานนัก Moissan เตรียมไนโอเบียมโดยกระบวนการรีดักชันสารประกอบออกไซด์ของไนโอเบียมด้วยคาร์บอนในเตาไฟฟ้า Goldschmidt ได้รีดิวซ์สารประกอบออกไซด์ของไนโอเบียมด้วยผงอะลูมิเนียม

ในปี ค.ศ. 1905 ได้มีผู้ให้ความสนใจต่อธาตุไนโอเบียมมาก เพื่อนำไปเป็นวัตถุดิบในทางอุตสาหกรรม Von Bolton เตรียมโลหะไนโอเบียมโดยใช้โซเดียมในกระบวนการรีดักชันของฟลูออโรไนโอเบต (Fluoniobate) และหลังจากนั้นก็ได้มีการพัฒนาสมบัติที่เด่นของไนโอเบียมมาใช้ด้านอุตสาหกรรม (Mark, H.F., Meketta, J.J. และ Othmer, D.F., 1969 : 273)

ธาตุไนโอเบียมพบว่ามีในเปลือกโลกมีอยู่ประมาณ 20 ppm และพบในแหล่งแร่ที่สำคัญคือแร่โคลัมไบต์ (Columbite) และแร่แทนทาลิต (Tantalite) ซึ่งมีสูตรทั่วไปเหมือนกันคือ $(\text{Fe,Mn})(\text{Nb,Ta})_2\text{O}_6$ แต่โดยปกติในธรรมชาติอาจมีธาตุอื่นร่วมด้วย เช่น เหล็ก แมงกานีส หรือ Rare-Elements (Greenwood, N.N. และ Earnshaw, A., 1968 : 1141) ในแร่โคลัมไบต์ อาจมีส่วนประกอบของไนโอเบียมและแทนทาลัมแตกต่างกันไป อาจมี Nb_2O_6 อยู่สูงถึง 77 % นอกจากนี้ อาจพบในแหล่งแร่ Aeschynite (51-45% Nb_2O_6) Chalolamprite (5.2 % Nb_2O_6) Wohlerite (14.41% Nb_2O_6) Pyrochlore (47-62 % Nb_2O_6) Euxenite (35% Nb_2O_6) แหล่งแร่เหล่านี้อยู่ในประเทศออสเตรเลีย สหรัฐอเมริกา และบราซิล (Barry Barnett, E.D. และ Wilson, C.L., 1989 : 182)

4.2 การผลิตไนโอเบียมบริสุทธิ์และการนำไปใช้

โลหะไนโอเบียม (Nb) เป็นโลหะสีขาว และเสถียรที่ความดันปกติและอุณหภูมิห้อง เป็นโลหะค่อนข้างอ่อนและเหนียว สามารถตีเป็นเส้น ๆ ได้ สมบัติทางกายภาพบางประการของ Nb ดังแสดงในตาราง 7

ตาราง 7 แสดงสมบัติทางกายภาพบางประการของ Nb

Atomic weight	92.91
Atomic number	41
Atomic volume, cc per gram-atom	10.83
Number of naturally occurring isotopes	1
Density at 20 °C, g/cc	8.57
Melting point, °C	2468 ±10
Boiling point, °C	4927
Electronic configuration	[Kr]4d ³ 5s ²
Metal radius (12-coordinate)/pm	146
Ionic radius (6-coordinate)/pm	64
	IV
	68
	III
	72
	II
	-
Latent heat of fusion, kcal/mole	26.8
Latent heat vaporization, kcal/mole	680.2
Work function, eV	4.01
Electrical resistivity (20 °C) /μ ohm cm	~12.5

ที่มา : Mark, H.F., Meketta, J.J. และ Othmer, D.F. , 1969 : 1141

สมบัติทางเคมีของ Nb คือสามารถทำปฏิกิริยากับโลหะที่อุณหภูมิสูง ๆ และสามารถต้านทานการกัดกร่อนได้ดีมากเนื่องจากเกิดออกไซด์มาเคลือบผิวของโลหะไว้โดยตอนแรกเป็นฟิล์มสีเหลือง แล้วเปลี่ยนไปเป็นฟิล์มสีน้ำเงิน และสุดท้ายเป็นฟิล์มสีน้ำเงินแกมน้ำตาล โลหะ Nb ทำปฏิกิริยาช้า ๆ กับกรด HF แต่ถ้าให้ความร้อนจะทำปฏิกิริยาได้เร็วขึ้น Nb ที่อุณหภูมิห้องจะไม่ละลายในกรดใด ๆ แต่ถ้าให้ความร้อนจะละลายได้ในกรด HCl กรด H₂SO₄ Nb เป็นธาตุที่มีเลขออกซิเดชันตั้งแต่ +5 ถึง -1 แต่เลขออกซิเดชันที่เสถียรคือ +5

ในการทำโลหะ Nb ให้บริสุทธิ์มีหลายวิธี เช่น ปฏิกิริยารีดักชันของสารประกอบออกไซด์ของไนโอเบียมด้วยคาร์บอนหรือคาร์ไบด์ โดยนำส่วนผสมระหว่างสารประกอบออกไซด์ของไนโอเบียมซึ่งผสมกับสารรีดิวซ์ (ผงคาร์บอน) ไปให้ความร้อนในหลอดสุญญากาศ ที่อุณหภูมิประมาณ 1600 - 1800 °C นอกจากนี้สามารถแยก Nb ออกจาก Ta โดยการนำของผสมซึ่งอยู่ในรูปสารประกอบเพนทอกไซด์ไปผสมกับอะลูมิเนียมเฮไลด์ ภายใต้อุณหภูมิสูง และความดันต่ำจะทำให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็น Nb บริสุทธิ์ หรืออาจใช้วิธีการตกผลึกลำดับส่วน (Fractional crystallization) หรือการสกัดด้วยตัวทำละลายซึ่งเป็นวิธีที่นิยมในปัจจุบัน (Mark, H.F., Meketta, J.J. และ Othmer, D.F. , 1969 : 447)

ได้มีผู้พยายามจะรีดิวซ์สารประกอบออกไซด์ของ Nb เป็นธาตุ Nb ด้วยก๊าซไฮโดรเจนแต่ไม่ประสบความสำเร็จ ผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็น Nb_2O_4 และ Nb_2O_3

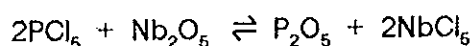
โลหะ Nb ที่ได้จากการสกัดจากแร่จะนำไปใช้ประโยชน์คือ ทำโลหะผสม อุปกรณ์สำหรับเครื่องบินและอุปกรณ์ทางการทหาร มีการนำ Nb ไปทำเซลล์เชื้อเพลิงเพื่อใช้ในบรรยากาศโบรมีน (Yau, T. L. และ Bird, K. W., 1992 : 68)

4.3 สารประกอบคลอไรด์และออกไซด์ของ Nb

สารประกอบคลอไรด์ของ Nb ได้แก่ $NbCl_2$, $NbCl_3$, $NbCl_4$, $NbCl_5$

ไนโอเบียม (V) คลอไรด์ มีสูตรเคมีคือ $NbCl_5$ เป็นผลึกสีเหลือง จุดหลอมเหลวและจุดเดือดคือ 212 และ 241 °C ละลายใน CCl_4 และ $CHCl_3$ เกิดจาก

- (1) การให้ความร้อนสารประกอบ Nb_2O_5 ด้วย CCl_4 ที่อุณหภูมิ 220 °C
- (2) การผ่านก๊าซคลอรีนไปทำปฏิกิริยาคลอรีเนชันกับของผสมระหว่าง Nb_2O_5 กับผงคาร์บอนที่อุณหภูมิสูง
- (3) การให้ความร้อนของผสมระหว่าง Nb_2O_5 กับ PCl_5 ที่อุณหภูมิ 120 °C ดังแสดงในสมการ



ไนโอเบียม (IV) คลอไรด์ มีสูตรเคมีคือ $NbCl_4$ เกิดจากการให้ความร้อนแก่ $NbCl_5$ ซึ่งมีไฮโดรเจนหรือโลหะ Nb เป็นผลึกสีน้ำตาลเสถียรในอากาศ ถ้าให้ความร้อนจะมีการแตกตัวกลับไปเป็น $NbCl_5$ และ $NbCl_3$ (Barry Barnett, E.D. และ Wilson, C.L., 1989 : 184)

ไนโอเบียม (III) คลอไรด์ มีสูตรเคมีคือ $NbCl_3$ เป็นผลึกสีดำ เกิดจากปฏิกิริยารีดักชัน $NbCl_5$ ด้วยก๊าซไฮโดรเจนที่อุณหภูมิประมาณ 500 °C และที่อุณหภูมิประมาณ 900 °C จะมีการแตกตัวไปเป็น Nb และ $NbCl_5$

ไนโอเบียม (II) คลอไรด์ มีสูตรเคมีคือ $NbCl_2$ เตรียมได้จากการผ่านไอของ $NbOCl_3$ ผ่านลวดแมกนีเซียมเป็นผลึกสีน้ำตาลแกมม่วง

นอกจากนี้อาจมีสารประกอบไนโอเบียม (V) ออกซิไดรคลอไรด์ มีสูตรเคมีคือ $NbOCl_3$ เกิดจากปฏิกิริยาคลอรีเนชันของ Nb_2O_5 กับผงคาร์บอน สารประกอบชนิดนี้จะเหยียดได้ยากกว่า $NbCl_5$ ลักษณะเป็นผลึกสีขาว จะระเหิดที่อุณหภูมิ 400 °C สามารถละลายน้ำได้

สารประกอบไนโอเบียม (V) ออกไซด์ มีสูตรเคมีคือ Nb_2O_5 เป็นผงสีขาว สามารถถูกรีดิวซ์ด้วยไฮโดรเจนที่อุณหภูมิ 2000 °C เมื่อได้รับความร้อนจะทำปฏิกิริยากับซิลเฟอร์มอนอคโลไรด์ทำให้เกิด $NbOCl_3$ และ $NbCl_5$ วิธีการเตรียมทำได้โดย (Mark, H.F., Meketta, J.J. และ Othmer, D.F., 1969 : 781)

- (1) ให้ความร้อนกับโลหะ Nb หรือ สารประกอบออกไซด์ของ Nb ที่มีออกซิเจนน้อย ในบรรยากาศที่มีออกซิเจน
- (2) นำกรดไนโอบิกไปเผา

5. ธาตุทังสเตน (W)

5.1 ประวัติการค้นพบธาตุ W

พบในแร่ที่เรียกว่า Wolframite พบครั้งแรกในปี ค.ศ. 1574 โดย Lazarus Ecker ต่อมาในปี ค.ศ. 1781 C.W. Scheele นักเคมีชาวสวีเดนได้แสดงให้เห็นว่า แร่ Scheelite, Wolframite ประกอบด้วยหินปูนและกรด และในปี ค.ศ. 1783 สองพี่น้องตระกูล De Elhuyar ได้แยกทังสเตนออกมาปนกับแมงกานีสและเหล็ก ในปี ค.ศ. 1909 W.D. Coolidge ได้พัฒนากระบวนการผลิตได้หลอดไฟฟ้าด้วยลวดทังสเตน และต่อมาผลิตเป็นทังสเตนคาร์ไบด์เพื่อใช้ประโยชน์ในการชุบเจาะ

ในเปลือกโลกพบว่ามีโลหะ W ประมาณ 5×10^{-5} % แหล่งแร่ที่พบ W ได้แก่ Ferberite ($80\% FeWO_4$) Wolframite ($20-80\% FeWO_4$) Hubnerite ($0-20\% FeWO_4$, $80-100\% MnWO_4$) Reinite ($FeWO_4$) Scheelite ($CaWO_4$) Tungstenite (WS_3) แหล่งแร่เหล่านี้อยู่ในประเทศเกาหลี สหรัฐอเมริกา มาเลเซีย อาร์เจนตินา ญี่ปุ่น สเปน เปรู โปรตุเกส และไทย

5.2 การผลิต W และการใช้ประโยชน์

โลหะ W เป็นโลหะสีขาวแกมเทา และมีจุดเดือดสูง สมบัติทางกายภาพของโลหะ W ดังแสดงในตาราง 8

ตาราง 8 แสดงสมบัติกายภาพบางประการของโลหะ W

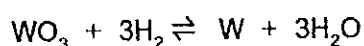
Atomic number	74
Atomic weight	183.85
Electron configuration	[Xe]6s ² 4f ¹⁴ 5s ⁴
Density at 20 °C, g/cc	19.3
Melting point, °C	3410
Boiling point, °C	5930
Lattice type	Body-centered cubic
Latent heat of fusion, calg ⁻¹	44
Latent heat vaporization, calg ⁻¹	1150
Electrical resistivity (20 °C)/microhm-cm	5.5

ที่มา : Mark, H.F., Meketta, J.J. และ Othmer, D.F. , 1969 : 765

สมบัติทางเคมีของโลหะ W มีความต้านทานต่อการกัดกร่อนได้สูง จึงใช้เป็นตัวเคลือบโลหะอื่นที่ว่องไว แต่สามารถเกิดปฏิกิริยาได้โดยจะละลายในกรด HF และ HNO₃ ที่ร้อนเท่านั้น และจะทำปฏิกิริยากับเบสหลอมเหลวก็ต่อเมื่อมีตัวออกซิไดซ์อาจใช้ KNO₃ หรือ KClO₃

การเตรียมโลหะ W มีหลายวิธีการได้แก่

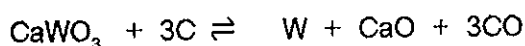
(1) ให้ความร้อนกับ WO₃ โดยใช้ไฮโดรเจนเป็นตัวรีดิวซ์ ดังแสดงในสมการ



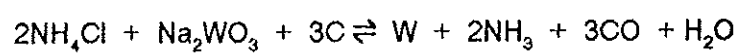
ปฏิกิริยานี้ใช้อุณหภูมิในช่วง 600 - 1000 °C ขั้นตอนคือ WO₃ (สีเหลือง) → W₂O₆ (สีน้ำเงินเข้ม) ที่อุณหภูมิ 500 °C → WO₂ (สีน้ำตาล) ที่อุณหภูมิ 650 °C → WO₂ + W (สีน้ำตาลดำ) ที่อุณหภูมิ 700 °C → W (สีเทาดำ) ที่อุณหภูมิ 700 °C → W (สีเทาเหล็ก) ที่อุณหภูมิ 900 °C (Mark, H.F., Meketta, J.J. และ Othmer, D.F. , 1969 : 765)

(2) การให้ความร้อนแก่ WO₃ โดยใช้สารรีดิวซ์คือ Na โดยทำการหลอม WO₃ บนผิวของ NaCl ผลิตภัณฑ์ที่ได้คือ WCl₆ แล้วรีดิวซ์ทั้งสแตนขณะหลอมด้วยโซเดียม

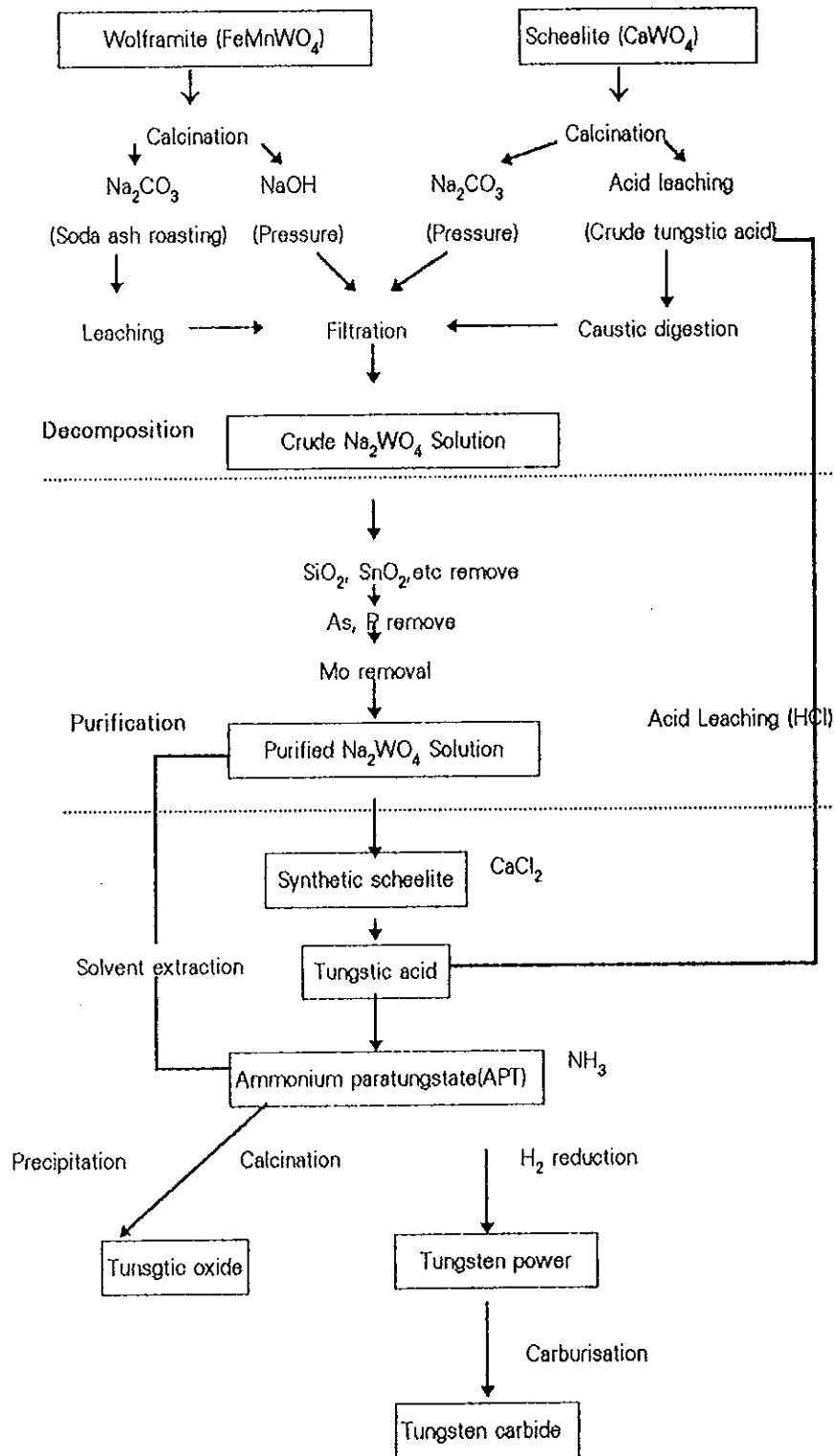
(3) นำแร่ Scheelite มาให้ความร้อนโดยสารรีดิวซ์คือ Ca, Zn, Sn หรือ C ซึ่งจะได้ W ดังแสดงในสมการต่อไปนี้



หรือนำของผสมระหว่าง NH_4Cl , Na_2WO_3 และผงคาร์บอนไปให้ความร้อน โดยใช้อุณหภูมิประมาณ 900°C จะได้ผลิตภัณฑ์เป็นโลหะ W ดังแสดงในสมการต่อไปนี้



วิธีการในการผลิตโลหะ W โดยใช้ความรู้ทางเคมีดังสรุปในภาพประกอบ 5



ภาพประกอบ 5 แสดงขั้นตอนการผลิต W และสารประกอบของ W จากแร่ Wolframite และ Scheelite

ที่มา : Hudson. M. J., 1982 : 439

การนำโลหะ W ให้ประโยชน์ได้แก่ ทำไส้หลอดไฟฟ้า ทำเครื่องมือชุดหรือเจาะใช้ทำเครื่องมือตัด

5.3 สารประกอบคลอไรด์และออกไซด์

สารประกอบคลอไรด์ของ W ได้แก่ WCl_2 , WCl_3 , WCl_4 , WCl_5 , WCl_6 , $WOCl_3$, $WOCl_4$, WO_2Cl_2

ทั้งสแตนไดคลอไรด์ มีสูตรเคมีคือ WCl_2 เป็นผงสีเทาละลายในน้ำได้เล็กน้อยแล้วเปลี่ยนเป็นสีน้ำตาล สามารถเตรียมได้โดยการให้ความร้อนแก่ซิงค์เตตระคลอไรด์ที่หลอมโดยมีก๊าซคาร์บอนมอนอกไซด์ หรืออาจเตรียมโดยการให้ความร้อนแก่ทั้งสแตนเฮกซะคลอไรด์ โดยมีสารรีดิวซ์คือไฮโดรเจน

ทั้งสแตนไตรคลอไรด์ มีสูตรเคมีคือ WCl_3 ซึ่งมักปรากฏอยู่รูปสารเชิงซ้อน

ทั้งสแตนเตตระคลอไรด์มีสูตรเคมีคือ WCl_4 จะมีสีน้ำตาลอ่อนเมื่อเจอกับความชื้น

ทั้งสแตนเพนทะคลอไรด์ มีสูตรเคมีคือ WCl_5 เป็นผลึกสีดำ สามารถละลายได้เล็กน้อยในคาร์บอนไดซัลไฟด์ และคาร์บอนเตตระคลอไรด์ สามารถเตรียมได้โดยให้ความร้อนจากตะเกียงแอลกอฮอล์กับเฮกซะคลอไรด์โดยใช้ระยะเวลาาน และทำในบรรยากาศไฮโดรเจน

ทั้งสแตนเฮกซะคลอไรด์ มีสูตรเคมีคือ WCl_6 เป็นผลึกสีน้ำเงินดำ มีจุดหลอมเหลวและจุดเดือดคือ 275 และ $346.7^{\circ}C$ สามารถเตรียมได้โดยตรงโดยใช้ปฏิกิริยาคลอริเนชันของโลหะทั้งสแตนที่อุณหภูมิประมาณ $600^{\circ}C$ และความดัน 1 บรรยากาศ โดยขั้นแรกจะเกิด Oxychloride (สีเหลือง) หลังจากนั้นเกิด Oxychloride (สีแดง) และสุดท้ายเป็น WCl_6 นอกจากนี้อาจเตรียมได้จาก ผ่านก๊าซคลอริเนชันบน Ferrotungsten ที่อุณหภูมิ $400 - 500^{\circ}C$ หลังจากนั้นสกัดคลอไรด์โดยใช้ CS_2

ทั้งสแตนออกซีไตรคลอไรด์มีสูตรเคมีคือ $WOCl_3$ เป็นผลึกสีเขียว ซึ่งเตรียมได้โดยปฏิกิริยาของ $WOCl_4$ โดยใช้สารรีดิวซ์คือ อะลูมิเนียม ที่อุณหภูมิ $100 - 140^{\circ}C$

ทั้งสแตนออกไดออกซีไดคลอไรด์ มีสูตรเคมีคือ WO_2Cl_2 เป็นผลึกสีเหลือง จุดหลอมเหลว $266^{\circ}C$ สามารถละลายได้ในน้ำเย็นและสารละลายเบส แต่จะสลายตัวในน้ำร้อน

ทั้งสแตนออกซีเตตระคลอไรด์ มีสูตรเคมีคือ $WOCl_4$ เป็นผลึกสีแดง จุดหลอมเหลวและจุดเดือดคือ 211 และ $327^{\circ}C$ สามารถละลายได้ใน CS_2 และ C_6H_6 และเมื่อละลายน้ำจะได้กรดทั้งสแตนิก ในการเตรียมทำได้โดยการให้ความร้อนของผสมระหว่าง WO_3 กับคาร์บอนโดยใช้ก๊าซ

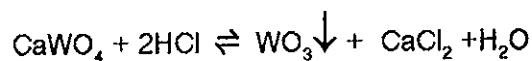
คาร์บอนไดออกไซด์แห้งไล่ความชื้นและอากาศ หลังจากนั้นผ่านก๊าซคลอรีนเข้า อีกวิธีใช้การผ่านไอของ SOCl_2 บน WO_3 หรือแร่ Wolframite หรือแร่ Scheelite ที่อุณหภูมิ 145°C หลังจากนั้นนำผลิตภัณฑ์ที่ได้มาไปกลั่นที่อุณหภูมิ $230 - 250^\circ\text{C}$ (Mark, H.F., Meketta, J.J. และ Othmer, D.F., 1969 : 347).

สารประกอบออกไซด์ของโลหะ W คือ WO_3 เป็นผงสีเหลือง ปริมาณออกซิเจนที่เปลี่ยนแปลงไป เพียงเล็กน้อยทำให้สีของสารประกอบเปลี่ยนแปลงไปมากมาย เช่น WO_3 มีสีเหลือง $\text{W}_{20}\text{O}_{68}$ มีสีม่วงอมน้ำเงิน WO_2 มีสีน้ำตาล WO_3 ไม่ละลายน้ำและกรด (ยกเว้นกรด HF) แต่จะเกิดปฏิกิริยารุนแรงกับเบส

วิธีการแยก WO_3 ออกจากแร่

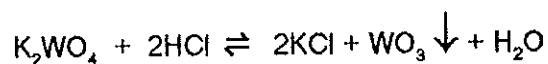
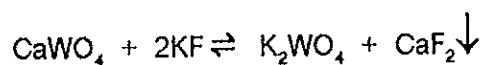
จากแร่ Scheelite สามารถแยกได้โดยวิธีต่อไปนี้คือ

(1) นำแร่มาผสมกับกรด HCl แล้วให้ความร้อน ดังแสดงในสมการคือ



หลังจากนั้นกรองและล้างตะกอน แล้วเติมสารละลายแอมโมเนียเพื่อละลาย แล้วตกตะกอน WO_3 อีกครั้งด้วยการเติมกรด

(2) นำสารละลาย KF เพื่อตกตะกอนสารบางชนิดจากแร่ หลังจากนั้นเติมกรดลงไปเพื่อตกตะกอนของ WO_3 ดังแสดงในสมการต่อไปนี้



จากแร่ Wolframite สามารถแยกได้โดยใช้วิธีการดังต่อไปนี้

(1) นำแร่ไปย่อยด้วยกรด HCl เข้มข้นโดยทำซ้ำหลายครั้ง และหลังจากนั้นนำไปเติมกรด HNO_3 เพื่อละลาย Fe และ Mn ออกมา ส่วนที่เหลือจะเป็นสีเหลืองเนื่องจากปราศจาก Fe และ Mn นำส่วนที่เหลือไปเขย่าโดยเติมสารละลายแอมโมเนียลงไป เพื่อละลาย WO_3 ออกมา แล้วตกตะกอน $(\text{NH}_4)_2\text{WO}_4$ นำสารดังกล่าวไปให้ความร้อนก็จะได้ WO_3 ออกมา

(2) นำแร่ไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 680°C แล้วผ่านก๊าซคลอรีนกับกรด HCl เข้าไปเพื่อกำจัด Sn หลังจากนั้นเพิ่มอุณหภูมิเป็น 900°C เพื่อแยก Fe , Mn และ WCl_x หลังจากนั้นกลั่นแยกน้ำออกมา WCl_x จะละลายออกมาแล้วตกตะกอน WO_3 ออกมา

6. ธาตุเซอร์โคเนียม (Zr)

6.1 ประวัติการค้นพบธาตุ Zr

Klaproth ได้แยกสารประกอบออกไซด์ของ Zr จากแร่เซอร์คอน Zircon; ZrSiO_4) ในปี ค.ศ. 1789 ต่อมาปี ค.ศ. 1824 J.J. Berzelius ชาวสวีเดน ได้เตรียม Zr โดยใช้โลหะ K ทำปฏิกิริยารีดักชันสารฟลูออไรด์ ในปี ค.ศ. 1925 A.E. Van Arkel และ J.H. De Boer ชาวเนเธอร์แลนด์ผลิตโลหะ Zr ได้ (Barry Barnett, E. D. และ Wilson, C. L., 1986 : 171)

ธาตุ Zr พบปริมาณปานกลางในแมกมา และหินที่เกิดจากแมกมา ในเปลือกโลกพบว่ามี Zr อยู่ประมาณ 0.02 % และพบในแร่เซอร์คอนและแร่เบดดีไลต์ (Baddeleyite ; ZrO_2) ซึ่งแร่ทั้งสองมักพบในแหล่งเดียวกัน เช่น ในประเทศออสเตรเลีย ประเทศสหรัฐอเมริกา ประเทศบราซิล (Greenwood, N. N. และ Earnshaw, A. ,1968 : 1112)

Zr สามารถสกัดได้จากลาวา โดยใช้กรด H_2SO_4 เข้มข้น ให้ความร้อน 180°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง หลังจากนั้นทำให้เจือจางด้วยน้ำ ส่วนหนึ่งเป็น Zr อยู่ในรูปสารละลายซิลเฟต และส่วนที่เหลืออีกส่วนซึ่งไม่ละลายคือ Silicate [$\text{Zr}(\text{SiO}_3)_2$] หลังจากนั้นเติม KF และกรด HCl ลงไปเพื่อตกตะกอนของโพแทสเซียมฟลูออโรเซอร์โคเนต (K_2ZrF_6) แล้วนำสารที่ได้ไปให้ความร้อน โดยอุณหภูมิสูง 1000°C ได้สาร ZrO_2 อีกส่วนที่เหลือคือ Silicate ถูกหลอมแล้วทำปฏิกิริยาเบสที่อุณหภูมิ 1000°C แล้วนำไปชะล้างสารที่ได้ด้วยน้ำ นำสารดังกล่าวไปทำปฏิกิริยากับกรด HCl โดยให้ความร้อน แล้วระเหยสารละลายจนได้ตะกอนของ $\text{ZrOCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

การแยกธาตุ Zr ออกจากแร่ชนิดต่าง ๆ โดยปกติใช้วิธีหลอมกับกรดโพแทสเซียมฟลูออริก (KF) และแยก K_2ZrF_6 ออกจากสารละลายที่หลอมโดยใช้ H_2O หรืออาจใช้วิธีการให้ความร้อนกับ NaHSO_4 หรือทำให้สารละลายกรดเข้มข้นขึ้น เพื่อแยก $4\text{ZrO}_2 \cdot 3\text{SO}_3$ ออกมาโดยใช้ H_2O (Barry Barnett, E. D. และ Wilson, C. L., 1986 : 171)

ธาตุ Zr และ ธาตุ Hf มีสมบัติคล้ายคลึงกัน ทำให้มีปัญหาในการแยกออกจากกัน แต่สามารถแยกออกได้ด้วยวิธีต่อไปนี้

- (1) วิธีการตกผลึกลำดับส่วน
- (2) วิธีการโครมาโทกราฟี
- (3) ใช้ปฏิกิริยาไพโรไลซิส โดยใช้ของผสมระหว่างสารประกอบเตตระคลอไรด์ของ Zr และ Hf ทำปฏิกิริยากับออกซิเจน สารประกอบ $ZrCl_4$ จะถูกแยกออกมาเป็น ZrO_2

6.2 การผลิต Zr และการใช้ประโยชน์

ธาตุ Zr เป็นโลหะที่ขาววาว อ่อนและสามารถตีแผ่เป็นเส้นได้ สมบัติทางกายภาพบางประการของธาตุ Zr ดังแสดงในตาราง 9

ตาราง 9 แสดงสมบัติทางกายภาพบางประการของ Zr บริสุทธิ์ทั่วไป

Atomic weight	91.22
Atomic number	40
Number of naturally occurring isotopes	5
Density at 25 °C, g/cc	6.51
Melting point, °C	1857
Boiling point, °C	4200
Electronic configuration	[Kr]4d ² 5s ²
Metal radius /pm	160
Ionic radius (6-coordinate)/pm	M(IV) 72
	M(III) -
	M(II) -
Latent heat of fusion, kcal/mole	19.2
Latent heat vaporization, kcal/mole	567.0
Electrical resistivity (20 °C) /μ ohm cm	40.0

ที่มา : Greenwood, N. N. และ Earnshaw, A. ,1968 : 1114

ธาตุ Zr มีน้ำหนักมากและมีจุดเดือดและจุดหลอมเหลวค่อนข้างสูง เป็นตัวนำไฟฟ้าและความร้อนที่ดี

สมบัติทางเคมีของธาตุ Zr คือด้านการกัดกร่อนได้ดีในอากาศที่อุณหภูมิห้อง เนื่องจากมีออกไซด์มาเคลือบเป็นฟิล์มที่ผิว สามารถทำปฏิกิริยาโดยตรงกับโลหะ ธาตุ Zr สามารถละลายได้ดีมากในกรด HCl, HNO₃ และไนเบส ในกรดที่มีธาตุ F จะละลายได้ไม่ดี (Yau, T. L. และ Bird, K. W. ,1995 : 43)

ในการเตรียมธาตุ Zr ในเชิงอุตสาหกรรมใช้วิธีการ Kroll เช่นเดียวกับ Ti แต่กระบวนการ Van Arkel-Deboer มีประโยชน์มากกว่าโดยการนำแร่ที่ธาตุ Zr มาให้ความร้อนภายในหลอดสุญญากาศ (Evacuated Vessel) โดยมีเกลือไดออกไซด์ แล้วให้ความร้อนจนกระทั่งอุณหภูมิประมาณ 200 °C จะได้ ZrI_4 เป็นไอออกมาหลังจากนั้นจะไปเกาะที่ลวดทังสเตน และเมื่อให้ความร้อนประมาณ 1300 °C จะเกิดธาตุ Zr เกาะที่ลวดทังสเตน (Greenwood, N. N. และ Earnshaw, A., 1968 : 1113)

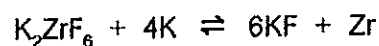
อาจจะสรุปวิธีการเตรียมธาตุ Zr ได้ 2 วิธีคือ

(1) ใช้วิธีการรีดักชันสารประกอบเฮไลด์ของ Zr กับโลหะหมู่ 1

(2) ใช้วิธีการรีดักชันสารประกอบออกไซด์ของ Zr กับโลหะอะลูมิเนียม แมกนีเซียม

แคลเซียมหรือคาร์บอน

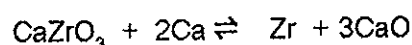
ตัวอย่างเช่น ปฏิกริยารีดักชันของสารประกอบเฮไลด์ของ Zr กับโลหะหมู่ 1 เป็นการนำสารประกอบ K_2ZrF_6 ซึ่งแห้งมาทำปฏิกิริยากับโพแทสเซียมโดยให้ความร้อนภายในหลอดโลหะ หลังจากนั้นชะล้างสารที่ได้ด้วยกรด HCl เจือจางและสุดท้ายชะล้างด้วยแอลกอฮอล์ ปฏิกริยาดังแสดงในสมการต่อไปนี้ (Greenwood, N. N. และ Earnshaw, A., 1968 : 1116)



ปฏิกริยารีดักชันสารประกอบ ZrO_2 ด้วยแคลเซียม คือนำของผสมระหว่างเซอร์โคเนียมไดออกไซด์กับแคลเซียมไปให้ความร้อนดังแสดงในสมการต่อไปนี้



นำ $CaZrO_3$ ที่ได้ไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 1050 °C ดังแสดงในสมการต่อไปนี้



นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปล้างด้วยน้ำ กรด HCl และสุดท้ายล้างด้วยอะซิโตน นำไปอบให้แห้งภายใต้สุญญากาศที่อุณหภูมิ 250 °C

อีกวิธีที่นำมาใช้เตรียมธาตุ Zr คือ ใช้ปฏิกิริยาคลอรินเนชัน โดยนำแร่มาผสมกับผงคาร์บอน หรือใช้ก๊าซคาร์บอนมอนอกไซด์กับก๊าซคลอรีนก็ได้

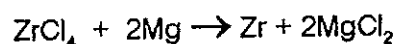
Landsberg, A. , Hoatson, C. L. และ Block F.E. (1972 :517-5122) ได้รายงานว่า ปฏิกิริยาคลอรินเนชันของของผสมระหว่าง ZrO_2-C กับก๊าซคลอรีนเกิดที่อุณหภูมิสูงกว่าของผสมระหว่าง ZrO_2-CO และก๊าซคลอรีน นอกจากนี้พบว่าถ้าใช้ปริมาณผงคาร์บอนมากเกินไป ผลผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็นก๊าซคาร์บอนมอนอกไซด์ แต่ถ้าไม่มีผงคาร์บอนจะได้ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ เป็นผลิตภัณฑ์ โดยปกติปฏิกิริยาคลอรินเนชันระหว่าง ZrO_2 กับก๊าซคลอรีนจะเกิดที่อุณหภูมิ ประมาณ $1000\text{ }^{\circ}C$ แต่เมื่อมีสารรีดิวซ์คือคาร์บอน อุณหภูมิที่ใช้ให้ความร้อนต่ำกว่า $200\text{ }^{\circ}C$

ประโยชน์ของธาตุ Zr คือ ทำเครื่องปฏิกรณ์นิวเคลียร์ ในอุตสาหกรรมด้านเคมีใช้ทำ อุปกรณ์ที่ต้องทนต่อการกัดกร่อนของสารเคมี ใช้ในกระบวนการสังเคราะห์สารเคมีเช่น กรดอะซิติก โดยมีสารตั้งต้นคือเมทานอล และก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ (Yau, T. L. และ Bird, K. W. ,1992 : 65)

6.3 สารประกอบคลอไรด์และออกไซด์ของธาตุ Zr

สารประกอบคลอไรด์ของธาตุ Zr ได้แก่ $ZrCl_4$, $ZrCl_3$

เซอร์โคเนียมเตตระคลอไรด์ มีสูตรเคมีคือ $ZrCl_4$ เป็นของแข็งไม่มีสี จุดหลอมเหลว $438\text{ }^{\circ}C$ (ภายใต้ความดัน 25 บรรยากาศ) สามารถระเหิดได้ที่อุณหภูมิ $331\text{ }^{\circ}C$ ไม่สามารถละลายในตัวทำละลายที่ไม่มีขั้ว แต่ละลายได้ดีในสารละลายของสารประกอบของโลหะหมู่ 1A นอกจากนี้ $ZrCl_4$ ทำปฏิกิริยากับน้ำค่อนข้างรุนแรง เมื่อเจออากาศจะกลายเป็นควัน สามารถเตรียมได้โดยปฏิกิริยาคลอรินเนชันของสารประกอบ ZrO_2 กับก๊าซคลอรีนและคาร์บอนหรือคาร์บอนมอนอกไซด์ได้ $ZrCl_4$ ซึ่งเป็นสารมัธยันตร์ (Intermediate) ในการผลิตโลหะ Zr ในกระบวนการ Kroll สารประกอบ $ZrCl_4$ จะทำปฏิกิริยากับโลหะแมกนีเซียมที่หลอมทำให้เกิดโลหะ Zr ดังสมการที่แสดงต่อไปนี้ (Blumenthal, W. B., 1962 : 605)



Jena, P. K., Brocchi, E. A. และ Villela, T.F. (1995 : 235-240) ได้รายงานว่าปฏิกิริยาคลอรินเนชันของสารประกอบ ZrO_2 กับ CCl_4 จะได้ $ZrCl_4$ โดยปฏิกิริยานี้เกิดที่อุณหภูมิประมาณ $650 - 825\text{ K}$ และสามารถนำไปใช้ในเชิงอุตสาหกรรมได้ นอกจากนี้สามารถใช้ $ZrCl_4$ เป็นตัวเร่ง

ปฏิกิริยาในปฏิกิริยา Friedel-Craft ทำให้ร้อยละของผลิตภัณฑ์เพิ่ม และใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์สารอินทรีย์หลายชนิด

เซอร์โคเนียมไตรคลอไรด์ มีสูตรเคมีคือ $ZrCl_3$ เป็นสารที่ได้จากปฏิกิริยาการให้ความร้อน $ZrCl_4$ โดยมีอะลูมิเนียมเป็นสารรีดิวซ์

สารประกอบออกไซด์ของธาตุ Zr คือ ZrO_2 เกิดจากปฏิกิริยาไพโรไลซิสของสารประกอบไฮดรอกไซด์หรือไนเตรทของ Zr เป็นสารประกอบที่อยู่ตัวที่อุณหภูมิห้องจะมีรูปร่างแบบ Baddeleyite และที่อุณหภูมิสูงเกิน $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ จะมีรูปร่างแบบ Tetragonal และถ้าอุณหภูมิสูงกว่า $2300\text{ }^{\circ}\text{C}$ จะมีรูปร่างแบบ Fluorite สารประกอบ ZrO_2 เป็นสารที่มีจุดเดือดและจุดหลอมเหลวสูงคือ 5100 และ $1900\text{ }^{\circ}\text{C}$ ตามลำดับ ประโยชน์ของสารประกอบ ZrO_2 คือการทำเตาเผา สารอิเล็กทรอนิกส์ และตัวสะท้อนนิวตรอนในเตาปฏิกรณ์นิวเคลียร์

7. ธาตุอิตเทรียม (Y)

7.1 ประวัติการค้นพบธาตุ Y

เป็นธาตุในตระกูล Rare Earth Element มักพบปะปนกับธาตุในอนุกรมแลนทาไนด์ โดยปนกับกลุ่มธาตุหนักในอนุกรมแลนทาไนด์ เรียกว่า "กลุ่มอิตเทรียม" พบในแร่ซีโนไทม์ (Xenotime) และแร่แกโดลิไนต์ (Gadolinite) ในปี ค.ศ. 1794 นักเคมีชาวฟินแลนด์ชื่อ J. Gadolin ได้พบหินตามไหล่เขาที่เมือง Ytterby ใกล้เมือง Stockholm เขาได้แยกสารประกอบออกไซด์ชนิดใหม่ ซึ่งในปี ค.ศ. 1797 A.G.Ekeberg ได้ตั้งชื่อว่าอิตเทรียม (Yttria) ต่อมาพบว่าในหินดังกล่าวมีสารประกอบออกไซด์หลายชนิด เรื่องราวของอิตเทรียมยังคงลึกลับมากมาย ในปีค.ศ. 1843 C.G.Mosander ได้แยกสารประกอบออกไซด์ของอิตเทรียมออกจากสารชนิดอื่น สารนี้ตั้งชื่อว่าอิตเทรียม ส่วนสารชนิดอื่นๆ คือ เทอร์เบียม และเออร์เบียม (Greenwood, N. N. และ Earnshaw, A., 1968 : 1102)

7.2 การผลิตธาตุ Y และการนำไปใช้ประโยชน์

ธาตุ Y ในเปลือกโลกพบประมาณ 31 ppm ซึ่งถือว่าน้อยมากและเป็นการยากที่จะแยกออกมาเป็นธาตุบริสุทธิ์ ธาตุ Y พบในแหล่งแร่ต่อไปนี้คือ Gadolinite Xenotime Euxenite Polycrase และ Samarskite การเตรียมอิตเทรียมจะผ่านกระบวนการทางเคมีหลายขั้นตอนจนได้สารประกอบออกไซด์คือ Y_2O_3 จากนั้นเปลี่ยนเป็นสารประกอบเฮไลด์และรีดิวซ์ด้วยโลหะ ผลสุดท้ายก็จะได้อิทธิพล Y

ธาตุ Y เป็นโลหะค่อนข้างเบาสีเทาเข้มสามารถตีแผ่เป็นเส้นได้ สมบัติทางกายภาพของ
ธาตุ Y ดังแสดงในตาราง 10

ตาราง 10 แสดงสมบัติทางกายภาพบางประการของ Y บริสุทธิ์ทั่วไป

Atomic weight	88.90
Atomic number	39
Number of naturally occurring isotopes	1
Density at 20°C, g/cc	4.5
Melting point, °C	1530
Boiling point, °C	3264
Electronic configuration	[Kr]4d ¹ 5s ²
Metal radius(12-coordinate) /pm	180
Ionic radius (6-coordinate)/pm	90
Latent heat of fusion, kJ/mole	11.5
Latent heat vaporization, kJ/mole	367.0
Electrical resistivity (20 °C) /μ ohm cm	57-70

ที่มา : Greenwood, N. N. และ Earnshaw, A. ,1968 : 1105

สมบัติทางเคมีของธาตุอิตเทรียม (Y) คือเป็นเบส สามารถทำปฏิกิริยาโดยตรงกับ
ออกซิเจนและธาตุหมู่ฮาโลเจนที่อุณหภูมิห้อง สามารถละลายได้ในกรดเจือจาง

การเตรียมธาตุ Y สามารถทำได้โดย

- (1) นำแร่อิตเทรียมมาทำปฏิกิริยากับไอของโพแทสเซียม
- (2) นำโพแทสเซียมอิตเทรียมฟลูออไรด์มาทำปฏิกิริยากับโพแทสเซียม
- (3) ให้ความร้อนกับอิตเทรียมคลอไรด์โดยใช้สารรีดิวซ์คือ โพแทสเซียม โดยทำปฏิกิริยาใน

ควาซีเบิล

โลหะ Y ที่ได้จากขบวนการเหล่านี้เป็นผงสีเทา ออกซิไดส์ได้ง่ายในอากาศ และเปลี่ยนไป
เป็นออกไซด์เมื่อทำปฏิกิริยากับน้ำโดยมีความร้อนเข้ามาเกี่ยวข้อง

ประโยชน์ของธาตุ Y ได้แก่ไอโซโทปรังสีของธาตุ Y สามารถนำมารักษาเกี่ยวกับโรคระบบ
ประสาท

7.3 สารประกอบคลอไรด์และออกไซด์ของธาตุ Y

สารประกอบคลอไรด์ของธาตุอิตเทรียมสูตรเคมีคือ YCl_3 จะอยู่ในรูป $YCl_3 \cdot 6H_2O$ เกิดจากการตกผลึกเมื่อนำสารประกอบออกไซด์ของ Y ไปละลายในกรด HCl สามารถทำให้ปราศจากน้ำได้โดย

- (1) นำ $YCl_3 \cdot 6H_2O$ ไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ $180^\circ C$
- (2) ให้ความร้อนของผสมระหว่าง $YCl_3 \cdot 6H_2O$ กับสารละลาย NH_4Cl
- (3) ให้ความร้อนกับของผสมระหว่างสารประกอบออกไซด์ของอิตเทรียม (Y) กับคาร์บอนไดออกไซด์และก๊าซคลอรีน

สารประกอบออกไซด์ของ Y มีสูตรเคมีคือ Y_2O_3 เป็นผงสีขาวเกิดจากการเผาสารประกอบออกซาลेट ไนเตรทหรือไฮดรอกไซด์ ที่อุณหภูมิ $900 - 1000^\circ C$ จะมีสีแดงเข้ม

ในการวิจัยครั้งนี้ได้ใช้ปฏิกิริยาคลอรีนชั้นสังเคราะห์สารประกอบของธาตุ Ti , Fe , Sn , Nb , W , Zr , และ Y จากส่วนผสมของสารประกอบออกไซด์ของธาตุเหล่านี้กับผงคาร์บอนกัมมันต์ในช่วงอุณหภูมิ $350 , 400 , 500 , 600 ,$ และ $700^\circ C$ เพื่อศึกษาช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสมเพื่อนำมาสังเคราะห์ TiO_2 จากส่วนผสมของแร่โอลิเมนด้วยวิธีคลอรีนชั้นเพื่อให้มีสารเจือปนที่น้อยที่สุด และมีปริมาณผลิตภัณฑ์ของ TiO_2 มาก ขั้นตอนการทดลองแบ่งเป็น 2 ตอนใหญ่ ๆ ดังนี้

1. การสังเคราะห์สารประกอบของธาตุที่ต้องการศึกษาคือ Ti , Fe , Sn , Nb , W , Zr , และ Y โดยนำสารประกอบออกไซด์ของธาตุเหล่านี้ผสมกับสารรีดิวซ์เพื่อทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีนที่อุณหภูมิ $350 , 400 , 500 , 600 ,$ และ $700^\circ C$ เพื่อหาอุณหภูมิที่เหมาะสมในแยกธาตุเหล่านี้ออกมา และนำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปวิเคราะห์เชิงคุณภาพและปริมาณด้วยเครื่อง EDXRF (Energy Dispersive X-ray Fluorescence)

2. การสังเคราะห์ TiO_2 จากส่วนผสมของแร่โอลิเมนเพื่อให้ผลิตภัณฑ์ที่มีความบริสุทธิ์มากขึ้นและปริมาณเหมาะสม โดยใช้ช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสม และนำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปวิเคราะห์เชิงคุณภาพและปริมาณด้วยเครื่อง EDXRF

วัตถุประสงค์

1. ศึกษาการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของธาตุ Ti , Fe , Sn , Nb , W , Zr , และ Y ด้วยวิธีคลอริเนชัน ในช่วงอุณหภูมิ 350 - 700 °C
2. นำผลจากการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของธาตุเหล่านี้ มาประยุกต์ใช้ในการสังเคราะห์ TiO_2 จากส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิเกตเพื่อให้ได้ปริมาณมากและมีความบริสุทธิ์สูง

บทที่ 2

วิธีการวิจัย

1. วัสดุ วัสดุที่ใช้สำหรับการทดลองนี้มีดังต่อไปนี้

1.1 ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2 , AR, E.Merck) ใช้เป็นสารตั้งต้นในการทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน เพื่อศึกษาปริมาณผลิตภัณฑ์ (TiO_2) ที่เกิดจากกระบวนการคลอรีนชั้นที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , 700 , และ 800 °C และใช้ทำส่วนผสมของเม็ดสารมาตรฐานเพื่อศึกษาเชิงปริมาณด้วยเครื่องEDXRF โดยผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมงก่อนนำมาใช้ในการทดลอง

1.2 เฟอร์รัส (II) ออกไซด์ (Fe_2O_3 , AG, E.Merck) ใช้เป็นสารตั้งต้นในการทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน เพื่อศึกษาปริมาณผลิตภัณฑ์ (Fe_2O_3) เกิดจากกระบวนการคลอรีนชั้นที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C และใช้ทำส่วนผสมของเม็ดสารมาตรฐานเพื่อศึกษาเชิงปริมาณด้วยเครื่องEDXRF โดยผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมงก่อนนำมาใช้ในการทดลอง

1.3 ทังสเตน (VI) ออกไซด์ (WO_3 , AG, Fluka Chemie) ใช้เป็นสารตั้งต้นในการทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน เพื่อศึกษาปริมาณผลิตภัณฑ์ (WO_3) เกิดจากกระบวนการคลอรีนชั้นที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C และใช้ทำส่วนผสมของเม็ดสารมาตรฐานเพื่อศึกษาเชิงปริมาณด้วยเครื่องEDXRF โดยผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมงก่อนนำมาใช้ในการทดลอง

1.4 ทินไดออกไซด์ (SnO_2 , AG, Fluka Chemie) ใช้เป็นสารตั้งต้นในการทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน เพื่อศึกษาปริมาณผลิตภัณฑ์ (SnO_2) เกิดจากกระบวนการคลอรีนชั้นที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C และใช้ทำส่วนผสมของเม็ดสารมาตรฐานเพื่อศึกษาเชิงปริมาณด้วยเครื่อง EDXRF โดยผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมงก่อนนำมาใช้ในการทดลอง

1.5 ไนโอเบียม (V) ออกไซด์ (Nb_2O_5 , AG, Fluka Chemie) ใช้เป็นสารตั้งต้นในการทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน เพื่อศึกษาปริมาณผลิตภัณฑ์ (Nb_2O_5) เกิดจากกระบวนการคลอรีนชั้นที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C และใช้ทำส่วนผสมของเม็ดสารมาตรฐาน เพื่อ

ศึกษาเชิงปริมาณด้วยเครื่อง EDXRF โดยผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมงก่อนนำมาใช้ในการทดลอง

1.6 เซอร์โคเนียม(IV) ออกไซด์ (ZrO_2 , AG, Fluka Chemie) ใช้เป็นสารตั้งต้นในการทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีนที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C เพื่อศึกษาปริมาณผลิตภัณฑ์ (ZrO_2) ที่เกิดจากกระบวนการคลอรีนชัน และใช้ทำส่วนผสมของเม็ดสารมาตรฐานเพื่อวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDXRF โดยผ่านการอบที่ 110 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมงก่อนนำมาในการทดลอง

1.7 อิตเทรียม (V) ออกไซด์ (Y_2O_3 , AG, Fluka Chemie) ใช้เป็นสารตั้งต้นในการทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน เพื่อศึกษาปริมาณผลิตภัณฑ์ (Y_2O_3) เกิดจากกระบวนการคลอรีนชันที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C โดยใช้ทำส่วนผสมของเม็ดสารมาตรฐานเพื่อศึกษาเชิงปริมาณด้วยเครื่อง EDXRF โดยผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมงก่อนนำมาใช้ในการทดลอง

1.8 แมงกานีสไดออกไซด์ (MnO_2 , LR, Ajax Chemicals) ใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมก๊าซคลอรีน โดยทำปฏิกิริยากับกรดเกลือเข้มข้น 36.5-38 %

1.9 กรดเกลือเข้มข้น 36.5-38 % (HCl, AR, Carlo ERBA) ใช้เตรียมก๊าซคลอรีน โดยทำปฏิกิริยากับ MnO_2

1.10 โซเดียมไฮดรอกไซด์ ($NaOH$, AR, Eka Nobel) ใช้เตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 1.0 และ 0.0001 M เพื่อกำจัดก๊าซคลอรีนที่เหลือจากปฏิกิริยา

1.11 ผงคาร์บอนกัมมันต์ (Activated Charcoal, AG, Fluka Chemie) ใช้เป็นสารตัวขจัดกระบวนการคลอรีนชัน ผสมกับสารประกอบออกไซด์ของ Ti, Fe, W, Sn, Nb, Zr, Y และส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิเกต ในอัตราส่วน 3 : 1 โดยน้ำหนักและผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมงก่อนนำมาใช้ในการทดลอง

1.12 ส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิเกต เป็นผงสีเหลืองอ่อนปนดำเล็กน้อย ซึ่งได้สกัดมาจากแร่ซิลิเกตที่ผ่านการคัดเกรดแล้ว ใช้กรดไฮดรอกลอร์อิกเข้มข้นในการสกัดตัวอย่างแร่ซิลิเกตได้จากสำนักงานทรัพยากรธรณีเขต 1 จังหวัดสงขลา ได้ผ่านการบดให้ละเอียดสามารถผ่านตะแกรงลวดขนาด 60 Mesh และผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมงก่อนนำมาทดลอง

1.13 ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2 , Medical extra pure, E. merck) ใช้เปลี่ยนเฟอร์รัส(II) คลอไรด์ เป็นเฟอร์ริก(III) ออกไซด์ ร่วมกับสารละลายแอมโมเนีย

1.14 สารละลายแอมโมเนีย 35 % (NH_3 , GR, BDHchemicals) ใช้เปลี่ยนเฟอรัส(II) คลอไรด์ เป็นเฟอริก (III) ออกไซด์ ร่วมกับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์

1.15 กรดซัลฟิวริกเข้มข้น 95-97 % (H_2SO_4 , AR, E.Merck) เพื่อกำจัดน้ำออกจากก๊าซ คลอรีนเพื่อทำให้ได้ก๊าซคลอรีนที่แห้งก่อนทำปฏิกิริยา

1.16 แป้งข้าวโพดตราโมซิโน (บริสุทธิ์ 100% ,cpc/Aji ประเทศไทย) ใช้ทำสารยึดเหนี่ยว (Binding agent) โดยเติมลงในสารตัวอย่างและสารมาตรฐานเพื่อทำให้เม็ดสารเกาะตัวได้ดีเมื่ออัดเม็ด ทำให้เม็ดสารมีความแข็งแรงพอและไม่แตกหักง่ายระหว่างการทำวิเคราะห์ ก่อนนำมาใช้ ต้องนำมาอบที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

2. อุปกรณ์ อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง มีดังต่อไปนี้

2.1 เครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์แบบกระจายพลังงาน (Spectrace 5000, Spectrace Instrument, Inc.) ใช้วิเคราะห์ธาตุที่เป็นสารเจือปนในสารตั้งต้นและสารผลิตภัณฑ์ที่เกิดจากปฏิกิริยาในเชิงคุณภาพและเชิงปริมาณ มีหัววัดประเภทสารกึ่งตัวนำ Si(Li) ซึ่งรักษาความเย็นด้วยไนโตรเจนเหลวที่อุณหภูมิ -196 °C ตลอดเวลา และควบคุมการทำงานด้วยไมโครคอมพิวเตอร์ โปรแกรม EDXRF VERSION 1.35

2.2 เตาเผาแบบท่อ (Linberg Type 167 , Solabasic) ใช้ในการเผาสารตั้งต้น เพื่อทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีนที่อุณหภูมิต่าง ๆ ที่กำหนด บริเวณให้ความร้อนจะทำเป็นรางยาวสำหรับวางแก้วควอร์ตซ์ เส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 2.5 เซนติเมตร (cm) สามารถให้ความร้อนได้สูงสุดประมาณ 1200 °C บริเวณให้ความร้อนยาวประมาณ 30 cm.

2.3 ตู้อบแบบลดความดัน (Model 5831 , National Application Company) ใช้อบสารก่อนนำไปชั่งอย่างละเอียดเพื่อใช้ในการทดลอง

2.4 เครื่องชั่งอย่างละเอียด (Mettler AE 200 , Mettler Toledo A.G.) ใช้ชั่งสารอย่างละเอียดหลังจากผ่านการอบ ซึ่งอ่านค่าได้ละเอียดถึง 0.0001 กรัม

2.5 เครื่องชั่งสาร (OHAUS , Marca Req) ใช้ชั่งสารอย่างละเอียดถึง 0.01 กรัมก่อนนำไปอบ

2.6 เครื่องเขย่าสารแบบออร์บิตอล (Orbital Shaker, Adgle Kuhner , AG, Schweiz) ใช้เขย่าสารให้เป็นสารเนื้อเดียว (Homogeneous Mixture) ความเร็วในการเขย่าสามารถปรับได้สูงสุด 500 รอบ/นาที แต่ความเร็วที่เหมาะสมที่ใช้ในการทดลองนี้คือ 320 รอบ/นาที

2.7 เบ้าอัดเม็ด (1.25" DIE SPECAC , Kent Englang) ใช้อัดสารผสมให้เป็นเม็ดกลมแบบ (Pellet) ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 31 มม.

2.8 หลอดแก้วควออร์ตซ์ (Quartz Tubing) ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 18 มิลลิเมตร และยาว 56 ซม. จำนวน 1 หลอด ใช้บรรจุสารตัวอย่างในขณะที่ทำปฏิกิริยาคลอรินเนชัน ในเตาเผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ ที่กำหนด

2.9 นาฬิกาจับเวลา (Quartz) ใช้จับเวลาการเกิดปฏิกิริยาในการทดลองแต่ละครั้ง

2.10 ตู้อบเครื่องแก้ว (Griffin, Griffin & George Ltd.) ใช้อบเครื่องแก้วก่อนนำไปใช้ในการทดลองทุกครั้ง

2.11 Heating Mantle ขนาด 2000 mL ใช้อุ่นส่วนผสมของกรด HCl และ MnO_2 ในการเตรียมก๊าซคลอรีน

2.12 Hot Plate ใช้สำหรับให้ความร้อนผลิตภัณฑ์จากปฏิกิริยาคลอรินเนชันเพื่อไล่น้ำ

2.13 หลอดนำก๊าซชนิดพลาสติกใส ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 8 มม. ใช้ต่อระหว่างขวดกักลมและขวดDruchsel แต่ละขวดเพื่อให้ก๊าซคลอรีนผ่านไปยังเตาเผาแบบท่อ

2.14 เครื่องกวนสารละลายแบบใช้แม่เหล็ก (Magnetic stirrer)

2.15 เครื่องอัดระบบไฮดรอลิก (Ring Press00-25, Research and Industrial Instruments Co.) ใช้อัดสารผสมในเบ้าอัด แรงอัดสูงสุดประมาณ 25 ตัน/ต่อตารางนิ้ว แต่ในการทดลองนี้ใช้แรงอัด 8 ตันต่อตารางนิ้ว

2.16 อุปกรณ์ประจำห้องปฏิบัติการทั่วไป เช่น ขวดรูปชมพู่ ปีกเกอร์ กรวยแยกชนิดมีข้อต่อแท่งแก้วคน กระบอกตวง และจุกคออร์ก เป็นต้น

3. วิธีการดำเนินการ

สามารถแบ่งการดำเนินการทดลองออกเป็น 9 หัวข้อใหญ่ ๆ ดังนี้

3.1 กระบวนการผลิตก๊าซคลอรีนสำหรับการทดลอง

3.2 การสังเคราะห์ TiO_2 จากผง TiO_2 บริสุทธิ์

3.3 การสังเคราะห์ Fe_2O_3 จากผง Fe_2O_3 บริสุทธิ์

3.4 การสังเคราะห์ SnO_2 จากผง SnO_2 บริสุทธิ์

3.5 การสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ Nb จากผง Nb_2O_5 บริสุทธิ์

3.6 การสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ W จากผง WO_3 บริสุทธิ์

3.7 การสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ Zr จากผง ZrO_2 บริสุทธิ์

3.8 การสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ Y จากผง Y_2O_3 บริสุทธิ์

3.9 การสังเคราะห์ TiO_2 จากส่วนผสมของแร่ซิลิเกตที่อุณหภูมิ $600^\circ C$

ขั้นตอนรายละเอียดในการดำเนินการทดลองมีดังต่อไปนี้

3.1 กระบวนการผลิตก๊าซคลอรีนสำหรับการทดลอง

3.2 การสังเคราะห์ TiO_2 จากผง TiO_2 บริสุทธิ์

3.2.1 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของ TiO_2 บริสุทธิ์และผงคาร์บอนกัมมันต์ ด้วยเครื่อง EDXRF ก่อนนำมาทดลอง

3.2.2 การเตรียมสารตั้งต้นของผง TiO_2 บริสุทธิ์และผงคาร์บอนกัมมันต์เพื่อทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน

3.2.3 การสังเคราะห์ TiO_2 จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600, 700 , และ 800 °C

3.2.4 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือและผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , 700 , และ 800 °C

3.2.5 การเตรียมตัวอย่างแบบหนาที่สุด (Infinitely Thick Sample) เพื่อวิเคราะห์เชิงปริมาณของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , 700 และ 800 °C

3.2.5.1 การเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของ Ti เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณ Ti ในผลิตภัณฑ์ TiO_2

3.2.5.2 การเตรียมเม็ดสารตัวอย่างของ TiO_2 ที่ได้จากสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , 700 , และ 800 °C

3.2.6 การวิเคราะห์เชิงปริมาณหา Ti ในผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จากสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , 700 , และ 800 °C

3.3 การสังเคราะห์ Fe_2O_3 จากผง Fe_2O_3 บริสุทธิ์

3.3.1 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของ Fe_2O_3 บริสุทธิ์ และผงคาร์บอนกัมมันต์ ด้วยเครื่อง EDXRF ก่อนนำมาทดลอง

3.3.2 การเตรียมสารตั้งต้นของผง Fe_2O_3 บริสุทธิ์ และผงคาร์บอนกัมมันต์เพื่อทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน

3.3.3 การสังเคราะห์ Fe_2O_3 จากผง Fe_2O_3 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 350, 400, 500, 600 และ 700 °C

3.3.4 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือ และผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

3.3.5 การเตรียมตัวอย่างแบบหนาที่สุด เพื่อวิเคราะห์เชิงปริมาณของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

3.3.5.1 การเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของ Fe เพื่อใช้วิเคราะห์หาปริมาณ Fe ในผลิตภัณฑ์ Fe_2O_3

3.3.5.2 การเตรียมเม็ดสารตัวอย่างของ Fe_2O_3 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

3.3.6 การวิเคราะห์เชิงปริมาณหา Fe ในผลิตภัณฑ์ Fe_2O_3 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

3.4 การสังเคราะห์ SnO_2 จากผง SnO_2 บริสุทธิ์

3.4.1 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของ SnO_2 บริสุทธิ์และผงคาร์บอนกัมมันต์ ด้วยเครื่อง EDXRF ก่อนนำมาทดลอง

3.4.2 การเตรียมสารตั้งต้นของผง SnO_2 บริสุทธิ์และผงคาร์บอนกัมมันต์เพื่อทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน

3.4.3 การสังเคราะห์ SnO_2 จากผง SnO_2 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

3.4.4 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือและผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

3.4.5 การเตรียมตัวอย่างแบบหนาที่สุด เพื่อวิเคราะห์เชิงปริมาณของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

3.4.5.1 การเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของ Sn เพื่อใช้วิเคราะห์หาปริมาณ Sn ในผลิตภัณฑ์ SnO_2

3.4.5.2 การเตรียมเม็ดสารตัวอย่างของ SnO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

3.4.6 การวิเคราะห์หาปริมาณ Sn ในผลิตภัณฑ์ SnO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

3.5 การสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ Nb จากผง Nb_2O_5 บริสุทธิ์

3.5.1 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของ Nb_2O_5 บริสุทธิ์และผงคาร์บอนกัมมันต์ ด้วยเครื่อง EDXRF ก่อนนำมาทดลอง

3.5.2 การเตรียมสารตั้งต้นของผง Nb_2O_5 บริสุทธิ์ และผงคาร์บอนกัมมันต์เพื่อทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน

3.5.3 การสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ Nb จากผง Nb_2O_5 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

3.5.4 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือ และผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

3.5.5 การเตรียมตัวอย่างแบบหนาที่สุด เพื่อวิเคราะห์เชิงปริมาณของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

3.5.5.1 การเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของ Nb เพื่อใช้วิเคราะห์หาปริมาณ Nb ในผลิตภัณฑ์ Nb_2O_5

3.5.5.2 การเตรียมเม็ดสารตัวอย่างของ Nb_2O_5 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

3.5.6 การวิเคราะห์เชิงปริมาณหา Nb ในผลิตภัณฑ์ของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

3.6 การสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ W จากผง WO_3 บริสุทธิ์

3.6.1 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของ WO_3 บริสุทธิ์และผงคาร์บอนกัมมันต์ ด้วยเครื่อง EDXRF ก่อนนำมาทดลอง

3.6.2 การเตรียมสารตั้งต้นของผง WO_3 บริสุทธิ์และผงคาร์บอนกัมมันต์เพื่อทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน

3.6.3 การสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ W จากผง WO_3 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

3.6.4 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือและผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

3.6.5 การเตรียมตัวอย่างแบบหนาที่สุด เพื่อวิเคราะห์เชิงปริมาณของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

3.6.5.1 การเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของ W เพื่อใช้วิเคราะห์หาปริมาณ W ในผลิตภัณฑ์ WO_3

3.6.5.2 การเตรียมเม็ดสารตัวอย่างของ WO_3 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

3.6.6 การวิเคราะห์เชิงปริมาณหา W ในผลิตภัณฑ์ที่การจากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

3.7 การสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ Zr จากผง ZrO_2 บริสุทธิ์

3.7.1 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผง ZrO_2 บริสุทธิ์และผงคาร์บอนกัมมันต์ ด้วยเครื่อง EDXRF ก่อนนำมาทดลอง

3.7.2 การเตรียมสารตั้งต้นของผง ZrO_2 บริสุทธิ์และผงคาร์บอนกัมมันต์เพื่อทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน

3.7.3 การสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ Zr จากผง ZrO_2 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

3.7.4 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือและผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

3.7.5 การเตรียมตัวอย่างแบบหนาที่สุด เพื่อวิเคราะห์เชิงปริมาณของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

3.7.5.1 การเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของ Zr เพื่อใช้วิเคราะห์หาปริมาณ Zr ในผลิตภัณฑ์ ZrO_2

3.7.5.2 การเตรียมเม็ดสารตัวอย่างของ ZrO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

3.7.6 การวิเคราะห์เชิงปริมาณหา Zr ในผลิตภัณฑ์ ZrO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

3.8 การสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ Y จากผง Y_2O_3 บริสุทธิ์

3.8.1 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผง Y_2O_3 บริสุทธิ์และผงคาร์บอนกัมมันต์ ด้วยเครื่อง EDXRF ก่อนนำมาทดลอง

3.8.2 การเตรียมสารตั้งต้นของผง Y_2O_3 บริสุทธิ์และผงคาร์บอนกัมมันต์เพื่อทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน

3.8.3 การสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ Y จากผง Y_2O_3 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

3.8.4 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือและผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

3.9 การสังเคราะห์ TiO_2 จากส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิเกตที่อุณหภูมิ 600 °C

3.9.1 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิเกตและผงคาร์บอนกัมมันต์ ด้วยเครื่อง EDXRF ก่อนนำมาทดลอง

3.9.2 การเตรียมสารตั้งต้นของส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิเกตและผงคาร์บอน กัมมันต์ เพื่อทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน

3.9.3 การสังเคราะห์ TiO_2 จากส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิเกตที่อุณหภูมิ 600 °C

3.9.4 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือและผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 °C

3.9.5 การเตรียมตัวอย่างแบบหนาที่สุด เพื่อวิเคราะห์เชิงปริมาณของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 °C

3.9.5.1 การเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของ Ti , Fe , W , Nb , Zr , Sn , Mn , และ Y เพื่อใช้วิเคราะห์เชิงปริมาณ

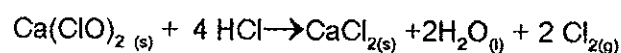
3.9.5.2 การเตรียมเม็ดสารตัวอย่างของส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิเกต และผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 °C

3.9.6 การวิเคราะห์เชิงปริมาณหา Ti , Fe , W , Nb , Zr , Sn , Mn , และ Y ในผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 °C

3.1 กระบวนการผลิตก๊าซคลอรีนสำหรับการทดลอง

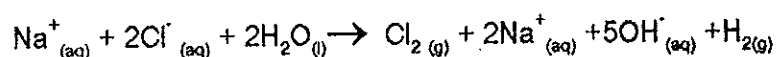
วิธีการผลิตก๊าซคลอรีนมีหลายวิธี ที่สำคัญได้แก่

(1) ให้กรดเกลือ (HCl) ทำปฏิกิริยากับ $Ca(ClO)_2$ ดังปฏิกิริยาต่อไปนี้



- (2) การออกซิไดซ์กรดเกลือ (HCl) โดยใช้ NO_2 เป็นตัวเร่ง
- (3) การแยกกรดเกลือ(HCl) ด้วยไฟฟ้า
- (4) การใช้ NaCl หรือ KCl ที่เหลวด้วยไฟฟ้า
- (5) การแยก NaCl ด้วยไฟฟ้าจะได้ก๊าซ Cl_2 และ NaOH เป็นผลิตภัณฑ์ร่วมดังปฏิกิริยาต่อไปนี้

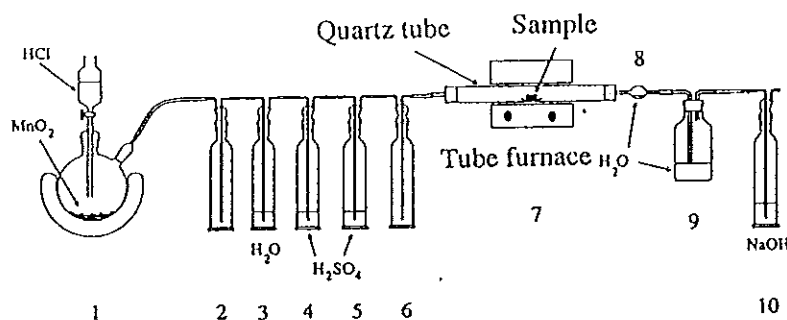
ไปนี้



- (6) ใช้ SOCl_2
- (7) ใช้ CCl_4
- (8) การออกซิไดส์กรดเกลือ(HCl) ด้วย MnO_2 ดังปฏิกิริยาต่อไปนี้



ในการเตรียมก๊าซคลอรีนเพื่อทดลองครั้งนี้ ได้ใช้ MnO_2 ทำปฏิกิริยากับกรด HCl เข้มข้น 36.5-38.0 % ที่อุณหภูมิ 60°C ซึ่งระหว่างการทดลองต้องระมัดระวังไม่ให้อากาศคลอรีนรั่วไหลออกนอกระบบ เพราะจะก่อให้เกิดอันตรายต่อสุขภาพของผู้ทดลองและบุคคลรอบข้าง เพื่อความปลอดภัยจึงได้จัดชุดอุปกรณ์ดังภาพประกอบ 6



ภาพประกอบ 6 แสดงการจัดชุดผลิตก๊าซคลอรีนเพื่อใช้ในการทดลอง

จากภาพประกอบการจัดชุดอุปกรณ์ผลิตก๊าซคลอรีน มีส่วนประกอบดังนี้คือ

- อุปกรณ์หมายเลข 1

กรวยแยก (Separatory Funnel) ขนาด 250 mL มีหัวข้อต่อ 24/29 สวมต่อกับขวดกั้นกลมชนิด 2 คอ ขนาด 500 mL โดยมี Heating mantle รองรับ ซึ่ง MnO_2 จำนวน 40.00 กรัม เติมลงในขวดกั้นกลมและตวงกรดเกลือเข้มข้น 36.5-38.0% จำนวน 100 มล.บรรจุในกรวยแยก เมื่ออุ่น MnO_2 ให้อุณหภูมิ 60 °C เปิด Stop cork เพื่อหยุดกรดบน MnO_2 จะเกิดก๊าซคลอรีน ดังปฏิกิริยาต่อไปนี้



อัตราการเกิดฟองก๊าซคลอรีนจะขึ้นกับอัตราการหยุดกรดเกลือ ถ้าหยุดกรดเกลือให้มีจำนวนหยุดมากก็จะเกิดก๊าซคลอรีนมากด้วย ในการทดลองนี้จะหยุดกรดเกลือช้า ๆ เพื่อให้อัตราการเกิดฟองก๊าซคลอรีนในช่วง 3-4 ฟองต่อวินาที โดยการนับจำนวนฟองก๊าซคลอรีนที่เกิดขึ้นที่ขวด Druschel ที่บรรจุกรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) ชนิดสุดท้ายก่อนทำปฏิกิริยากับสารตั้งต้นในเตาเผา

- อุปกรณ์หมายเลข 2

ขวด Druschel เปล่าขนาด 250 mL ช่วยตรวจจับสารเจือปนที่อาจติดมากับก๊าซคลอรีน เนื่องจากเกิดการเกิดปฏิกิริยาไม่สมบูรณ์ เช่น MnCl_3 , MnCl_2 , H_2O , และกรด HCl (Partington, J.R., 1965 : 201-202)

- อุปกรณ์หมายเลข 3

ขวด Druschel ขนาด 250 mL ใส่น้ำกลั่น 100 mL เพื่อชะล้างสารเจือปนที่อาจติดมากับก๊าซคลอรีน โดยเฉพาะกรด HCl (Partington, J.R., 1965 : 201)

- อุปกรณ์หมายเลข 4 และ 5

ขวด Druschel ขนาด 250 mL บรรจุกรด H_2SO_4 เข้มข้น 95-97 % ขนาดละ 50 mL ให้ก๊าซคลอรีนที่ผ่านกรด H_2SO_4 2 ครั้งเพื่อกำจัดน้ำจากก๊าซคลอรีน ทำให้ได้ก๊าซคลอรีนปราศจากความชื้นก่อนเข้าทำปฏิกิริยาในเตา (Pass, G. and Sutcliffe, H., 1974 : 33-34)

- อุปกรณ์หมายเลข 6

ใช้ขวด Druschel เปล่าเพื่อกำจัดกรด H_2SO_4 ที่อาจติดมากับก๊าซคลอรีน

- อุปกรณ์หมายเลข 7

เตาเผาและหลอดแก้วควอร์ตซ์สำหรับเผาสารตัวอย่างที่อุณหภูมิสูง สารตัวอย่างที่จะทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีนจะถูกวางในตำแหน่งกึ่งกลางความยาวของหลอดแก้วใช้จุกคอร์กปิดปลายทั้งสองข้างของแก้วควอร์ตซ์ ปรับอุณหภูมิเตาเผาตามที่ต้องการ เมื่อได้อุณหภูมิที่ต้องการนำจุกคอร์กในปลายด้านที่ 1 ออก แล้วต่อท่อพลาสติกจากขวด Druchsel หมายเลข 6 เพื่อปล่อยก๊าซคลอรีนให้ทำปฏิกิริยากับสารตั้งต้น (Walton, H.F., 1948 : 107)

- อุปกรณ์หมายเลข 8 และ 9

เป็นส่วนเก็บผลิตภัณฑ์ที่เกิดจากปฏิกิริยา

- อุปกรณ์หมายเลข 10

ขวดDruchsel ขนาด 250 mL บรรจุสารละลาย NaOH 1 M เพื่อกำจัดก๊าซคลอรีนที่เหลือมากเกินไปออกจากปฏิกิริยา

3.2 การสังเคราะห์ TiO_2 บริสุทธิ์และผงคาร์บอนกัมมันต์

3.2.1 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของ TiO_2 บริสุทธิ์ และผงคาร์บอนกัมมันต์ก่อนนำมาทำการทดลองด้วยเครื่อง EDXRF

การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของ TiO_2 บริสุทธิ์และผงคาร์บอนกัมมันต์ก่อนการทดลองโดยใช้เครื่อง EDXRF ซึ่งใช้ โปรแกรมสำเร็จรูป EDXRF VERSION 1.35 ตั้งค่า Acquisition parameter ดังตาราง 11

ตาราง 11 แสดงค่า Acquisition parameter ที่ใช้ในการวิเคราะห์เชิงคุณภาพ

ค่า Acquisition parameter	ผง TiO_2 บริสุทธิ์	ผงคาร์บอนกัมมันต์
TUBE VOLTAGE(KV)	20	25
TUBE CURRENT(mA)	0.01	0.02
FILTER USED	NO FILTER	NO FILTER
LIVE TIME(SEC)	50	50
ATMOSPHERE	AIR	AIR

พิมพ์ภาพสเปกตรัมดังกล่าวออกมา

3.2.2 การเตรียมตัวอย่างของผง TiO_2 บริสุทธิ์ เพื่อทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน

มีวิธีการเตรียมดังนี้คือ

1. ชั่งผง TiO_2 บริสุทธิ์ และผงคาร์บอนกัมมันต์ซึ่งผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง มาผสมกันในอัตราส่วน 3:1 โดยน้ำหนัก นำใส่ในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 mL พร้อมใส่เม็ดเซลา 2 เม็ด ปิดปากขวดรูปชมพู่ด้วยแผ่นพาราฟิน

2. นำขวดรูปชมพู่ดังกล่าวไปแช่ด้วยเครื่องเซลาสารแบบออร์บิตอล โดยใช้ความเร็วในการเซลา 320 รอบ/นาทีเป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อให้เป็นสารเนื้อเดียว

3. นำของผสมดังกล่าวมาชั่งเป็นห่อ ๆ ละ 2.000 กรัม โดยชั่งอย่างละเอียดเพื่อเตรียมทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีนที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , 700 , และ 800°C

3.2.3 การสังเคราะห์ TiO_2 จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , 700 , และ 800°C

บรรจุส่วนผสมของผง TiO_2 บริสุทธิ์และผงคาร์บอนกัมมันต์ (ในอัตราส่วนผง TiO_2 บริสุทธิ์ : ผงคาร์บอนกัมมันต์ 3:1 โดยน้ำหนัก) ในบริเวณกึ่งกลางหลอดแก้วควออร์ตซ์ที่วางในเตาเผาแบบห่อ โดยปิดปลายแก้วควออร์ตซ์ทั้งสองข้างด้วยจุกคอรัค ปรับอุณหภูมิเตาเผาตามต้องการ เมื่อได้อุณหภูมิที่กำหนดให้ผ่านก๊าซคลอรีนเข้าสู่แก้วควออร์ตซ์ในอัตรา 3-4 ฟอง/วินาที เริ่มจับเวลาในการเกิดปฏิกิริยาตั้งแต่เริ่มปรากฏควันสีขาวในปลายแก้วควออร์ตซ์ด้านที่ 2 จนกระทั่งไม่มีควันสีขาวออกมา ปล่อยให้เตาเผาเย็นจนกระทั่งถึงอุณหภูมิห้องแล้วถ่ายส่วนที่เหลือออกจากแก้วควออร์ตซ์ นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ (TiO_2) ไปอุ่นที่อุณหภูมิประมาณ 110°C เมื่อแห้งดีแล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ชั่งน้ำหนักผลิตภัณฑ์ได้ในขั้นสุดท้ายอย่างละเอียด ทำการทดลองซ้ำ 3 ครั้งในแต่ละอุณหภูมิ

3.2.4 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือและผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , 700 , และ 800°C

นำส่วนผสมที่เหลือและผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์มาอุณหภูมิละ 1 ตัว มาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDXRF โดยตั้งค่า Acquisition Parameter ดังนี้

TUBE VOLTAGE ; 20 KV

TUBE CURRENT ; 0.01 mA

LIVE TIME ; 30 sec

MAX ENERGY ; 20 keV

FILTER USED ; No filter

PRESENT COUNT; 0 K

ATMOSPHERE ; Air

นำส่วนผสมที่เหลือและผลิตภัณฑ์ใส่ลงในช่องวางเม็ดสารในเครื่อง EDXRF วิเคราะห์โดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูป EDXRF VERSION 1.35 และพิมพ์สเปกตรัมแสดงผลการวิเคราะห์

3.2.5 การเตรียมตัวอย่างแบบหนาที่สุด เพื่อวิเคราะห์เชิงปริมาณของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , 700 , และ 800 °C

3.2.5.1 การเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของ TI เพื่อใช้วิเคราะห์หาปริมาณ TI ในผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์ได้

ชั่งแป้งและผง TiO_2 ด้วยเครื่องชั่งละเอียดตามระบุในตาราง 12 ใส่ขวดรูปชมพู่ขนาด 250 mL เต็มเม็ดเขย่า 2 เม็ดลงในขวดรูปชมพู่เพื่อช่วยคนเนื้อสารให้ผสมกันอย่างสม่ำเสมอ นำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่าใช้ความเร็ว 320 รอบ/นาทีเป็นเวลา 20 ชั่วโมง

ตาราง 12 แสดงส่วนผสมของแป้งและ TiO_2 ในการเตรียมเม็ดสารมาตรฐาน

ขวดที่	น้ำหนักแป้ง(กรัม)	น้ำหนัก TiO_2 (กรัม)	น้ำหนักรวม(กรัม)
1	5.2576	0.2668	5.5244
2	5.1059	0.4714	5.5773
3	5.0747	0.6799	5.7546
4	5.0892	0.8215	5.9107
5	5.1560	0.8924	6.0484

ซึ่งส่วนผสมที่ผ่านการเขย่ามาชวดละประมาณ 4.000 กรัม นำไปอัดให้เป็นแผ่นกลมด้วยเบ้าอัดขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 1.25 นิ้ว และอัดด้วยเครื่องไฮดรอลิกใช้แรงอัด 8 ตัน/ตารางนิ้ว นำเม็ดสารมาตรฐานไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDXRF ตั้งค่า Acquisition Parameter ไว้ดังนี้

TUBE VOLTAGE ; 20 KV

TUBE CURRENT ; 0.01 mA

LIVE TIME ; 30 sec

MAX ENERGY ; 20 keV

FILTER USED ; No filter

PRESENT COUNT; 0 K

ATMOSPHERE ; Air

กำหนดช่วงการอ่านพื้นที่ใต้พีคสำหรับ TI เป็น 4.260 - 4.760 keV เม็ดสารที่เตรียมขึ้นแต่ละเม็ดจะทำการวิเคราะห์ 4 จุด โดยแต่ละจุดจะหมุนไปจากเดิม 90 องศา เตรียมข้อมูลเพื่อทำ Spectrum Processing และ Analysis Technique โดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูป EDXRF VERSION 1.35 เพื่อสร้างกราฟมาตรฐานสำหรับแสดงความเข้มข้นของ TI กับความเข้มข้นของพีค TI เพื่อใช้คำนวณความเข้มข้นของ TI ในเม็ดสารตัวอย่างต่อไป

3.2.5.2 การเตรียมเม็ดสารตัวอย่างของ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , 700 , และ 800 °C

ชั่งน้ำอย่างละเอียดใส่ขวดรูปชมพู่ขนาด 250 mL จำนวน 24 ใบๆ ละ 5.000 กรัม เติมน้ำ TiO_2 ที่เป็นผลิตภัณฑ์จากการสังเคราะห์จำนวน 24 ตัวอย่าง เติมน้ำแก้วช่วยเซาะใบละ 2 เม็ดนำไปใส่ในเครื่องเซาะ เซาะด้วยความเร็ว 320 รอบ/นาที เป็นเวลา 20 ชั่วโมง ซึ่งตัวอย่างที่ผ่านการเซาะมาชวดละ 4.000 กรัม จัดเป็นแผ่นกลมโดยวิธีการเดียวกับหัวข้อ 3.2.5.1 เก็บเม็ดตัวอย่างไว้ในกล่องพลาสติกเพื่อเตรียมการวิเคราะห์ต่อไป

3.2.6 การวิเคราะห์หาปริมาณ TI ในผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , 700 , และ 800 °C

นำเม็ดสารตัวอย่างที่เตรียมได้ในหัวข้อ 3.2.5.2 วางในช่องสำหรับวางเม็ดสารของเครื่อง EDXRF ตั้งค่า Acquisition Parameter สำหรับการวิเคราะห์เช่นเดียวกับเม็ดสารมาตรฐานของ TI โดยวิเคราะห์เพียง 3 ตำแหน่งต่อหนึ่งเม็ดโดยแต่ละตำแหน่งห่างจากจุดเดิม 90 องศา ทำการวิเคราะห์ข้อมูลเชิงปริมาณโดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูป EDXRF VERSION 1.35 ทำ Spectrum Processing และ Analysis Technique จากนั้นข้อมูลต่างๆ จะถูกคำนวณด้วยระบบคอมพิวเตอร์ ผลการคำนวณหาปริมาณ TI จะมีหน่วยเป็น %

3.3 การสังเคราะห์ Fe_2O_3 จากผง Fe_2O_3 บริสุทธิ์

3.3.1 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของ Fe_2O_3 บริสุทธิ์ ด้วยเครื่อง EDXRF ก่อนนำมาทดลอง

นำผง Fe_2O_3 บริสุทธิ์ ไปวิเคราะห์เชิงคุณภาพด้วยเครื่อง EDXRF โดยตั้งค่า Acquisition Parameter ดังต่อไปนี้

TUBE VOLTAGE ; 15 KV

TUBE CURRENT ; 0.01 mA

LIVE TIME ; 30 sec

MAX ENERGY ; 10 keV

FILTER USED ; No filter

PRESENT COUNT ; 0 K

ATMOSPHERE ; Air

พิมพ์ภาพสเปกตรัมดังกล่าวออกมา

3.3.2 การเตรียมสารตั้งต้นของผง Fe_2O_3 บริสุทธิ์ และผงคาร์บอนกัมมันต์เพื่อทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน

1. ชั่งผง Fe_2O_3 บริสุทธิ์ มาผสมกับผงคาร์บอนกัมมันต์ซึ่งผ่านการอบที่ 110°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง นำมาผสมกันในอัตราส่วน 3:1 โดยน้ำหนัก นำมาใส่ขวดรูปชมพู่ขนาด 250 mL พร้อมใส่เม็ดเซปาล่า 2 เม็ด ปิดปากขวดด้วยแผ่นพาราฟิน

2. นำขวดดังกล่าวไปเซปาล่าด้วยเครื่องเซปาล่าแบบออโรบิตอล โดยเซปาล่าด้วยความเร็ว 320 รอบ/นาที เป็นเวลา 11 ชั่วโมง

3. นำของผสมดังกล่าวมาซึ่งเป็นห่อ ๆ ละประมาณ 2.000 กรัม โดยซึ่งอย่างละเอียดพร้อมบันทึกน้ำหนักเพื่อเตรียมทำปฏิกิริยาคลอรีนขึ้น

3.3.3 การสังเคราะห์ Fe_2O_3 จากผง Fe_2O_3 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700°C

บรรจุส่วนผสมของ Fe_2O_3 บริสุทธิ์ และผงคาร์บอนกัมมันต์ในหลอดแก้วควออร์ตซ์ นำหลอดแก้วดังกล่าวไปวางในเตาเผาแบบท่อ โดยปิดปลายแก้วควออร์ตซ์ทั้งสองข้างด้วยจุกคอรัค ปรับอุณหภูมิเตาเผาตามต้องการ เมื่อได้อุณหภูมิที่กำหนดให้ผ่านก๊าซคลอรีนเข้าสู่แก้วควออร์ตซ์ในอัตรา 3-4 ฟอง/วินาที เริ่มจับเวลาในการเกิดปฏิกิริยาตั้งแต่มิโหวาวๆ ลอยมาตกบริเวณปลายแก้วควออร์ตซ์ด้านที่ 2 จนกระทั่งไม่มีโหวาวๆ ออกมารอให้เตาเผาเย็นจนกระทั่งถึงอุณหภูมิห้องแล้ว ถ่ายส่วนที่เหลือออกจากแก้วควออร์ตซ์ นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปเติมสารละลายแอมโมเนีย เพื่อให้เกิดตะกอน Fe_2O_3 นำไปอบที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ชั่งน้ำหนักผลิตภัณฑ์ได้ในขั้นสุดท้ายอย่างละเอียด ทำการทดลองซ้ำ 4 ครั้งในแต่ละอุณหภูมิ

3.3.4 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือ และผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700°C

นำส่วนที่เหลือ และผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์มาอุณหภูมิละ 1 ตัวอย่าง มาวิเคราะห์โดยตั้งค่า Acquisition Parameter ไว้ดังนี้

TUBE VOLTAGE ; 20 KV
 TUBE CURRENT ; 0.01 mA
 LIVE TIME ; 30 sec
 MAX ENERGY ; 20 keV
 FILTER USED ; No filter
 PRESENT COUNT; 0 K
 ATMOSPHERE ; Air

ใช้วิธีการเช่นเดียวกับหัวข้อ 3.2.4 สำหรับการวิเคราะห์เชิงคุณภาพ

3.3.5 การเตรียมตัวอย่างแบบหนาที่สุดเพื่อวิเคราะห์เชิงปริมาณของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

3.3.5.1 การเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของ Fe เพื่อใช้วิเคราะห์หาปริมาณ Fe ในผลิตภัณฑ์ Fe₂O₃

ใช้วิธีการเช่นเดียวกับหัวข้อ 3.2.5.1 ในการเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของ Fe

ตาราง 13 แสดงส่วนผลตมของแป้งและ Fe₂O₃ ในการเตรียมเม็ดสารมาตรฐาน

ขวดที่	น้ำหนักแป้ง(กรัม)	น้ำหนัก Fe ₂ O ₃ (กรัม)	น้ำหนักรวม(กรัม)
1	5.0663	0.1266	5.1929
2	4.9806	0.2275	5.2081
3	5.0307	0.5066	5.5373
4	5.0602	0.6713	5.7315
5	5.0447	0.9512	5.9959
6	5.0317	1.2594	6.2911
7	5.0368	1.6297	6.6665

ซึ่งส่วนผลตมที่ผ่านการเขย่ามาชวดละ 4.000 กรัมเพื่อเตรียมไปอัดเป็นแผ่นกลมด้วยเบ้าอัดและวิธีการเช่นเดียวกับหัวข้อ 3.2.5.1 นำเม็ดสารมาตรฐานไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDXRF โดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูป EDXRF VERSION 1.35 ตั้งค่า Acquisition Parameter ไว้ดังนี้

TUBE VOLTAGE ; 15 KV
 TUBE CURRENT ; 0.01 mA

LIVE TIME ; 10 sec
 MAX ENERGY ; 10 keV
 FILTER USED ; No filter
 PRESENT COUNT ; 0 K
 ATMOSPHERE ; Air

3.3.5.2 การเตรียมเม็ดสารตัวอย่างของ Fe_2O_3 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700°C

ใช้วิธีการเตรียมเม็ดสารตัวอย่างด้วยวิธีการเดียวกับหัวข้อ 3.2.5.1

3.3.6 การวิเคราะห์หาปริมาณ Fe ในผลิตภัณฑ์ Fe_2O_3 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700°C

นำเม็ดสารที่เตรียมได้ในหัวข้อ 3.3.5.2 นำวางในช่องวางเม็ดสารของเครื่อง EDXRF โดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูป EDXRF VERSION 1.35 ตั้งค่า Acquisition Parameter ดังหัวข้อ 3.2.5.1 โดยวิเคราะห์เพียง 3 ตำแหน่งต่อหนึ่งเม็ดโดยแต่ละตำแหน่งห่างจากจุดเดิม 90 องศา ทำการวิเคราะห์ข้อมูลเชิงปริมาณโดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูป EDXRF VERSION 1.35 ทำ Spectrum Processing และ Analysis Technique จากนั้นข้อมูลต่างๆ จะถูกคำนวณด้วยระบบคอมพิวเตอร์ ผลการคำนวณหาปริมาณ Fe จะมีหน่วยเป็น %

3.4 การสังเคราะห์ SnO_2 จากผง SnO_2 บริสุทธิ์

3.4.1 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของ SnO_2 บริสุทธิ์ด้วยเครื่อง EDXRF ก่อนนำมาทดลอง

นำผง SnO_2 บริสุทธิ์ ไปวิเคราะห์เชิงคุณภาพด้วยเครื่อง EDXRF โดยตั้งค่า Acquisition Parameter ดังต่อไปนี้

TUBE VOLTAGE ; 30 KV
 TUBE CURRENT ; 0.01 mA
 LIVE TIME ; 10 sec
 MAX ENERGY ; 30 keV
 FILTER USED ; No filter
 PRESENT COUNT ; 0 K
 ATMOSPHERE ; Air

พิมพ์ภาพแสดงสเปกตรัมออกมา

3.4.2 การเตรียมสารตั้งต้นของผง SnO_2 บริสุทธิ์และผงคาร์บอนกัมมันต์เพื่อทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน

1. ชั่งผง SnO₂ และผงคาร์บอนกัมมันต์ซึ่งผ่านการอบที่ 110°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง มาผสมกันในอัตราส่วน 3:1 โดยน้ำหนัก นำมาใส่ขวดรูปชมพู่ขนาด 250 mL พร้อมใส่เม็ดเซย่า 2 เม็ด ปิดปากขวดด้วยแผ่นพาราฟิน

2. นำขวดดังกล่าวไปเซย่าด้วยเครื่องเซย่าแบบออร์บิตอลด้วยความเร็ว 320 รอบ/นาที่ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

3. นำของผสมที่ผ่านการเซย่ามาชั่งอย่างละเอียดเป็นห่อๆ ละประมาณ 2.000 กรัม

3.4.3 การสังเคราะห์ SnO₂ จากผง SnO₂ บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700°C

บรรจุส่วนผสมของ SnO₂ บริสุทธิ์ และผงคาร์บอนกัมมันต์ในหลอดแก้วควออร์ตซ์ นำหลอดแก้วดังกล่าวไปวางในเตาเผาแบบท่อ โดยปิดปลายแก้วควออร์ตซ์ทั้งสองข้างด้วยจุกคอร์ก ปรับอุณหภูมิเตาเผาตามต้องการ เมื่อได้อุณหภูมิที่กำหนดให้ผ่านก๊าซคลอรีนเข้าสู่แก้วควออร์ตซ์ ส่วนด้านปลายแก้วควออร์ตซ์ด้านที่ 2 ต่อกับอุปกรณ์จับผลิตภัณฑ์ ควบคุมให้ก๊าซคลอรีนไหลในอัตรา 3-4 ฟอง/วินาที เริ่มจับเวลาในการเกิดปฏิกิริยาตั้งแต่วินาทีที่เริ่มมีควันสีขาวออกมาจากปลายแก้วควออร์ตซ์ด้านที่ 2 จนกระทั่งไม่มีควันสีขาวออกมา ปล่อยให้เตาเผาเย็นจนกระทั่งถึงอุณหภูมิห้องแล้ว ถ่ายส่วนที่เหลือออกจากแก้วควออร์ตซ์ นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ชั่งน้ำหนักผลิตภัณฑ์ที่ได้ในขั้นสุดท้ายอย่างละเอียดพร้อมบันทึกข้อมูล

3.4.4 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือ และผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700°C

นำส่วนที่เหลือจากปฏิกิริยา และผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์มาอุณหภูมิละ 1 ตัวอย่าง มาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDXRF โดยตั้งค่า Acquisition Parameter ไว้ดังนี้

TUBE VOLTAGE ; 40 KV
TUBE CURRENT ; 0.01 mA
LIVE TIME ; 10 sec
MAX ENERGY ; 40 keV
FILTER USED ; No filter
PRESENT COUNT; 0 K
ATMOSPHERE ; Air

กำหนดพื้นที่การอ่านได้ที่ของ Sn เป็น 24.600 - 25.700 keV

3.4.5 การเตรียมตัวอย่างแบบหนาที่สุด เพื่อวิเคราะห์เชิงปริมาณของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

3.4.5.1 การเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของ Sn เพื่อใช้วิเคราะห์หาปริมาณ Sn ในผลิตภัณฑ์ SnO₂

ใช้วิธีการเช่นเดียวกับหัวข้อ 3.2.5.1

ตาราง 14 แสดงส่วนผสมของแป้งและ SnO₂ ในการเตรียมเม็ดสารมาตรฐาน

ขวดที่	น้ำหนักแป้ง(กรัม)	น้ำหนัก SnO ₂ (กรัม)	น้ำหนักรวม(กรัม)
1	5.1700	0.2048	5.3748
2	5.0787	0.4062	5.4849
3	4.9080	0.6228	5.5308
4	4.9514	0.7069	5.6583
5	5.0775	1.0324	6.1099
6	5.0184	1.2570	6.2754

ซึ่งส่วนผสมดังกล่าวซึ่งผ่านการเขย่ามาขวดละ 4.000 กรัม นำไปอัดเป็นแผ่นกลมด้วยวิธีการเดียวกับหัวข้อ 3.2.5.1 นำเม็ดสารมาตรฐานไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDXRF โดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูป EDXRF VERSION 1.35 ตั้งค่า Acquisition Parameter ไว้ดังนี้

TUBE VOLTAGE ; 40 KV
 TUBE CURRENT ; 0.01 mA
 LIVE TIME ; 10 sec
 MAX ENERGY ; 40 keV
 FILTER USED ; 05 RH
 PRESENT COUNT; 0 K
 ATMOSPHERE ; Air

กำหนดพื้นที่การอ่านได้พีคสำหรับ Sn เป็น 14.526 - 14.999 keV เม็ดสารที่เตรียมขึ้นจะทำการวิเคราะห์ 3 จุดต่อหนึ่งเม็ด โดยแต่ละจุดห่างจากเดิม 90 องศา เตรียมข้อมูลทำการวิเคราะห์เชิงปริมาณโดยทำ Spectrum Processing และ Analysis Technique เพื่อสร้างกราฟมาตรฐานสำหรับหาปริมาณ Sn ในผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้

3.4.5.2 การเตรียมเม็ดสารตัวอย่างของ SnO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

ใช้วิธีการเช่นเดียวกับหัวข้อ 3.2.5.2

3.4.6 การวิเคราะห์หาปริมาณ Sn ในผลิตภัณฑ์ SnO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

นำเม็ดสารที่เตรียมได้ในหัวข้อ 3.3.5.2 วางในช่องวางเม็ดสารของเครื่อง EDXRF โดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูป EDXRF VERSION 1.35 ตั้งค่า Acquisition Parameter ดังข้อ 3.4.5.1 โดยวิเคราะห์เพียง 3 ตำแหน่งต่อหนึ่งเม็ดโดยแต่ละตำแหน่งห่างจากจุดเดิม 90 องศาทำการวิเคราะห์ข้อมูลเชิงปริมาณโดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูป EDXRF VERSION 1.35 ทำ Spectrum Processing และ Analysis Technique จากนั้นข้อมูลต่างๆ จะถูกคำนวณด้วยระบบคอมพิวเตอร์ ผลการคำนวณหาปริมาณ Sn จะมีหน่วยเป็น%

3.5 การสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของไนโอเบียมจากผงไนโอเบียมบริสุทธิ์

3.5.1 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผง Nb_2O_5 ด้วยเครื่อง EDXRF ก่อนนำมาทดลอง

นำผง Nb_2O_5 บริสุทธิ์ไปวิเคราะห์เชิงคุณภาพด้วยเครื่อง EDXRF โดยตั้งค่า Acquisition Parameter ดังต่อไปนี้

TUBE VOLTAGE ; 25 KV

TUBE CURRENT ; 0.01 mA

LIVE TIME ; 20 sec

MAX ENERGY ; 20 keV

FILTER USED ; NO FILTER

PRESENT COUNT; 0 K

ATMOSPHERE ; Air

3.5.2 การเตรียมตัวอย่างของผง Nb_2O_5 บริสุทธิ์ เพื่อทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน

1. ผง Nb_2O_5 และผงคาร์บอนกัมมันต์ซึ่งผ่านการอบที่ 110 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง มาผสมกันในอัตราส่วน 3:1 โดยน้ำหนัก นำมาใส่ขวดรูปชมพู่ขนาด 250 mL พร้อมใส่เม็ดเซยา 2 เม็ด ปิดปากขวดด้วยแผ่นพาราฟิน

2. นำขวดดังกล่าวไปเซยาด้วยเครื่องเซยาแบบออร์บิตอลด้วยความเร็ว 320 รอบ/ นาที เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

3. นำของผสมที่ผ่านการเซยามาชั่งอย่างละเอียดเป็นห้องๆ ละ 2.000 กรัม

3.4.3 การสังเคราะห์จากผง Nb_2O_5 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700°C

บรรจุส่วนผสมของ Nb_2O_5 บริสุทธิ์ และผงคาร์บอนกัมมันต์ในหลอดแก้วควอartz นำหลอดแก้วดังกล่าวไปวางในเตาเผาแบบท่อ โดยปิดปลายแก้วควอartz ทั้งสองข้างด้วยจุกคอร์ก ปรับอุณหภูมิเตาเผาตามต้องการ เมื่อได้อุณหภูมิที่กำหนดให้ผ่านก๊าซคลอรีนเข้าสู่แก้วควอartz ส่วนด้านปลายแก้วควอartz ด้านที่ 2 ต่อกับอุปกรณ์จับผลิตภัณฑ์ ควบคุมให้ก๊าซคลอรีนไหลในอัตรา 3-4 ฟอง/วินาที เริ่มจับเวลาในการเกิดปฏิกิริยาตั้งแต่มีควันสีขาวออกมาจากปลายแก้วควอartz ด้านที่ 2 จนกระทั่งไม่มีควันสีขาวออกมา รอให้เตาเผาเย็นจนกระทั่งถึงอุณหภูมิห้องแล้ว ถ่ายส่วนที่เหลือออกจากแก้วควอartz นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ซึ่งน้ำหนักผลิตภัณฑ์ได้ในขั้นสุดท้ายอย่างละเอียดพร้อมบันทึกข้อมูล

3.4.4 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือ และผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700°C

นำส่วนที่เหลือ และผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์มาอุณหภูมิละ 1 ตัวอย่าง มาวิเคราะห์ด้วยเครื่องEDXRF โดยตั้งค่าAcquisition Parameter ไว้ดังนี้

TUBE VOLTAGE ; 25 KV
 TUBE CURRENT ; 0.01 mA
 LIVE TIME ; 30 sec
 MAX ENERGY ; 20 keV
 FILTER USED ; No filter
 PRESENT COUNT; 0 K
 ATMOSPHERE ; Air

กำหนดพื้นที่การอ่านได้พีคของ Nb เป็น 16.140 - 16.980 keV

3.5 การเตรียมตัวอย่างแบบหนาที่สุด เพื่อวิเคราะห์เชิงปริมาณของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350, 400, 500, 600 และ 700 °C

3.5.5.1 การเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของ Nb เพื่อใช้วิเคราะห์หาปริมาณ Nb ในผลิตภัณฑ์ของสารประกอบของ Nb ที่สังเคราะห์ได้

ใช้วิธีการเช่นเดียวกับหัวข้อ 3.2.5.1

ตาราง 15 แสดงส่วนผสมของแป้ง และ Nb_2O_5 ในการเตรียมเม็ดสารมาตรฐาน

ขวดที่	น้ำหนักแป้ง(กรัม)	น้ำหนัก Nb_2O_5 (กรัม)	น้ำหนักรวม(กรัม)
1	5.0488	0.0171	5.0659
2	5.0661	0.1530	5.2191
3	5.0346	0.2965	5.3311
4	4.8068	0.5994	5.4062
5	5.0089	0.6743	5.6832
6	5.0146	0.9359	5.9505

ซึ่งส่วนผสมดังกล่าวซึ่งผ่านการชั่งมาชวดละ 4.000 กรัม นำไปอัดเป็นแผ่นกลมด้วยวิธีการเดียวกับหัวข้อ 3.2.5.1 นำเม็ดสารมาตรฐานไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDXRF โดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูป EDXRF VERSION 1.35 ตั้งค่า Acquisition Parameter ไว้ดังนี้

TUBE VOLTAGE ; 20 KV

TUBE CURRENT ; 0.01 mA

LIVE TIME ; 40 sec

MAX ENERGY ; 20 keV

FILTER USED ; No filter

PRESENT COUNT; 0 K

ATMOSPHERE ; Air

กำหนดพื้นที่การอ่านได้ที่คสำหรับ Nb เป็น 16.140 - 16.980 keV เม็ดสารที่เตรียมขึ้นจะทำการวิเคราะห์ 3 จุดต่อหนึ่งเม็ด โดยแต่ละจุดห่างจากเดิม 90 องศา เตรียมข้อมูลทำการวิเคราะห์เชิงปริมาณโดยทำ Spectrum Processing และ Analysis Technique เพื่อสร้างกราฟมาตรฐานสำหรับหาปริมาณ Nb ในผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้

3.5.5.2 การเตรียมเม็ดสารตัวอย่างของผลิตภัณฑ์ของ Nb ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700°C

ใช้วิธีการเช่นเดียวกับหัวข้อ 3.2.5.2

3.5.6 การวิเคราะห์หาปริมาณ Nb ในผลิตภัณฑ์สารประกอบของ Nb ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700°C

นำเม็ดสารที่เตรียมได้ในหัวข้อ 3.3.5.2 วางในช่องวางเม็ดสารของเครื่อง EDXRF โดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูป EDXRF VERSION 1.35 ตั้งค่า Acquisition Parameter ดังข้อ 3.5.5.1

โดยวิเคราะห์เพียง 3 ตำแหน่งต่อหนึ่งเม็ดโดยแต่ละตำแหน่งห่างจากจุดเดิม 90 องศาทำการวิเคราะห์ข้อมูลเชิงปริมาณโดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูป EDXRF VERSION 1.35 ทำ Spectrum Processing และ Analysis Technique จากนั้นข้อมูลต่างๆ จะถูกคำนวณด้วยระบบคอมพิวเตอร์ ผลการคำนวณหาปริมาณ Nb จะมีหน่วยเป็น %

3.6 การสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของทั้งสเดนจากผง WO_3 บริสุทธิ์

3.6.1 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผง WO_3 และผงคาร์บอนกัมมันต์ ด้วยเครื่อง EDXRF ก่อนนำมาทดลอง

นำผง WO_3 บริสุทธิ์ไปวิเคราะห์เชิงคุณภาพด้วยเครื่อง EDXRF โดยตั้งค่า Acquisition Parameter ดังต่อไปนี้

TUBE VOLTAGE ; 25 KV
TUBE CURRENT ; 0.01 mA
LIVE TIME ; 30 sec
MAX ENERGY ; 20 keV
FILTER USED ; No filter
PRESENT COUNT; 0 K
ATMOSPHERE ; Air

3.6.2 การเตรียมตัวอย่างของ ผง WO_3 บริสุทธิ์ เพื่อทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน

1. ชั่งผง WO_3 และผงคาร์บอนกัมมันต์ซึ่งผ่านการอบที่ 110°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง มาผสมกันในอัตราส่วน 3:1 โดยน้ำหนัก นำมาใส่ขวดรูปชมพู่ขนาด 250 mL พร้อมใส่เม็ดเซยา 2 เม็ด ปิดปากขวดด้วยแผ่นพาราฟิน

2. นำขวดดังกล่าวไปเซยาด้วยเครื่องเซยาแบบออร์บิตอลด้วยความเร็ว 320 รอบ/นาทีเป็นเวลา 1 ชั่วโมง

3. นำของผสมที่ผ่านการเซยามาชั่งอย่างละเอียดเป็นห่อๆ ละประมาณ 2.000 กรัม

3.6.3 การสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์จากผง WO_3 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700°C

บรรจุส่วนผสมของ WO_3 บริสุทธิ์และผงคาร์บอนกัมมันต์ในหลอดแก้วควออร์ตซ์ นำหลอดแก้วดังกล่าวไปวางในเตาเผาแบบท่อ โดยเปิดปลายแก้วควออร์ตซ์ทั้งสองข้างด้วยจุกคอร์ก ปรับอุณหภูมิเตาเผาตามต้องการ เมื่อได้อุณหภูมิที่กำหนดให้ผ่านก๊าซคลอรีนเข้าสู่แก้วควออร์ตซ์

ส่วนด้านปลายแก้วควออร์ตซ์ด้านที่ 2 ต่อกับอุปกรณ์จับผลิตภัณฑ์ ความคมให้ก๊าซคลอรีนไหลในอัตรา 3-4 ฟอง/วินาที เริ่มจับเวลาในการเกิดปฏิกิริยาตั้งแต่มิไอเป็นเกล็ดควาวออกมาจากปลายแก้วควออร์ตซ์ด้านที่ 2 จนกระทั่งไม่มีไอออกมา รอให้เตาเผาเย็นจนกระทั่งถึงอุณหภูมิห้องแล้วถ่ายส่วนที่เหลือออกจากแก้วควออร์ตซ์ นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ซึ่งน้ำหนักผลิตภัณฑ์ที่ได้ในขั้นสุดท้ายอย่างละเอียดพร้อมบันทึกข้อมูล

3.6.4 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือและผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

นำส่วนที่เหลือ และผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์มาอุณหภูมิละ 1 ตัวอย่าง มาวิเคราะห์ด้วยเครื่องEDXRF โดยตั้งค่าAcquisition Parameter ไว้ดังนี้

TUBE VOLTAGE ; 25 KV
 TUBE CURRENT ; 0.01 mA
 LIVE TIME ; 30 sec
 MAX ENERGY ; 20 keV
 FILTER USED ; No filter
 PRESENT COUNT; 0 K
 ATMOSPHERE ; Air

กำหนดพื้นที่การอ่านได้พีคของ W เป็น 8.100 - 8.680 keV

3.6.5 การเตรียมตัวอย่างแบบหนาที่สุด เพื่อวิเคราะห์เชิงปริมาณของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

3.6.5.1 การเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของ W เพื่อใช้วิเคราะห์หาปริมาณ W และในผลิตภัณฑ์ของสารประกอบ W ที่สังเคราะห์ได้

ใช้วิธีการเช่นเดียวกับหัวข้อ 3.2.5.1

ตาราง 16 แสดงส่วนผสมของแป้งและ WO_3 ในการเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของ W

ขวดที่	น้ำหนักแป้ง(กรัม)	น้ำหนัก WO_3 (กรัม)	น้ำหนักรวม(กรัม)
1	4.8762	0.1386	5.0148
2	5.2006	0.3302	5.5308
3	5.0713	0.7290	5.8003
4	4.7692	0.9291	5.6983
5	5.0229	1.3225	6.3454
6	5.0336	1.7112	6.7448

ซึ่งส่วนผสมดังกล่าวซึ่งผ่านการเขย่ามาขวดละประมาณ 4.000 กรัม นำไปอัดเป็นแผ่นกลมด้วยวิธีการเดียวกับหัวข้อ 3.2.5.1 นำเม็ดสารมาตรฐาน W ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDXRF โดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูป EDXRF VERSION 1.35 ตั้งค่าAcquisition Parameter ดังต่อไปนี้

TUBE VOLTAGE (KV) : 25
 TUBE CURRENT (mA) : 0.01
 FILTER USED : NO FILTER
 LIVE TIME(SEC) : 40
 ATMOSPHERE : AIR

พิมพ์ภาพสเปกตรัมดังกล่าวออกมา กำหนดพื้นที่การอ่านได้พีคสำหรับ W เป็น 8.100 - 8.680 keV เม็ดสารที่เตรียมขึ้นจะทำการวิเคราะห์ 3 จุดต่อหนึ่งเม็ด โดยแต่ละจุดห่างจากเดิม 90 องศา เตรียมข้อมูลทำการวิเคราะห์เชิงปริมาณโดยทำ Spectrum Processing และAnalysis Technique เพื่อสร้างกราฟมาตรฐานสำหรับหาปริมาณ W ในผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้

3.6.5.2 การเตรียมเม็ดสารตัวอย่างของ WO_3 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700°C

ใช้วิธีการเช่นเดียวกับหัวข้อ 3.2.5.2

3.6.6 การวิเคราะห์หาปริมาณ W ในผลิตภัณฑ์ WO_3 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

นำเม็ดสารที่เตรียมได้ในหัวข้อ 3.6.5.2 วางในช่องวางเม็ดสารของเครื่อง EDXRF โดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูป EDXRF VERSION 1.35 ตั้งค่า Acquisition Parameter ดังหัวข้อ 3.6.5.1 โดยวิเคราะห์เพียง 3 ตำแหน่งต่อหนึ่งเม็ดโดยแต่ละตำแหน่งห่างจากจุดเดิม 90 องศา ทำการวิเคราะห์ข้อมูลเชิงปริมาณโดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูป EDXRF VERSION 1.35 ทำ Spectrum Processing และ Analysis Technique จากนั้นข้อมูลต่างๆ จะถูกคำนวณด้วยระบบคอมพิวเตอร์ ผลการคำนวณหาปริมาณ W จะมีหน่วยเป็น %

3.7 การสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของเซอร์โคเนียมจากผง ZrO_2 บริสุทธิ์

3.7.1 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผง ZrO_2 ด้วยเครื่อง EDXRF ก่อนนำมาทดลอง

นำผง ZrO_2 บริสุทธิ์ด้วยเครื่อง EDXRF ไปวิเคราะห์เชิงคุณภาพด้วยเครื่อง EDXRF โดยตั้งค่า Acquisition Parameter ดังนี้คือ

TUBE VOLTAGE ; 20 KV
TUBE CURRENT ; 0.01 mA
LIVE TIME ; 30 sec
MAX ENERGY ; 20 keV
FILTER USED ; No filter
PRESENT COUNT; 0 K

3.7.2 การเตรียมตัวอย่างของผง ZrO_2 บริสุทธิ์ เพื่อทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน

1. ชั่งผง ZrO_2 และผงคาร์บอนกัมมันต์ซึ่งผ่านการอบที่ 110 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง มาผสมกันในอัตราส่วน 3:1 โดยน้ำหนัก นำมาใส่ขวดรูปชมพู่ขนาด 250 mL พร้อมใส่เม็ดเซยา 2 เม็ด ปิดปากขวดด้วยแผ่นพาราฟิน

2. นำขวดดังกล่าวไปเซยาด้วยเครื่องเซยาแบบออร์บิตอลด้วยความเร็ว 320 รอบ/นาที่เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

3. นำของผสมที่ผ่านการเซยามาชั่งอย่างละเอียดเป็นห่อๆ ละ 2.000 กรัม

3.7.3 การสังเคราะห์จากผง ZrO_2 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

บรรจุส่วนผสมของ ZrO_2 บริสุทธิ์และผงคาร์บอนกัมมันต์ในหลอดแก้วควอร์ตซ์ นำหลอดแก้วดังกล่าวไปวางในเตาเผาแบบท่อ โดยปิดปลายแก้วควอร์ตซ์ทั้งสองข้างด้วยจุกคอร์ก

ปรับอุณหภูมิเตาเผาตามต้องการ เมื่อได้อุณหภูมิที่กำหนดให้ผ่านก๊าซคลอรีนเข้าสู่แก้วควอartz ส่วนด้านปลายแก้วควอartz ด้านที่ 2 ต่อกับอุปกรณ์จับผลิตภัณฑ์ ควบคุมให้ก๊าซคลอรีนไหลในอัตรา 3-4 ฟอง/วินาที เริ่มจับเวลาในการเกิดปฏิกิริยาตั้งแต่มีควันสีขาวออกมาจากปลายแก้วควอartz ด้านที่ 2 จนกระทั่งไม่มีควันออกมา รอให้เตาเผาเย็นจนกระทั่งถึงอุณหภูมิห้องแล้วถ่าย ส่วนที่เหลือออกจากแก้วควอartz นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ซึ่งน้ำหนักผลิตภัณฑ์ที่ได้ในขั้นสุดท้ายอย่างละเอียดพร้อมบันทึกข้อมูล

3.7.4 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือ และผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

นำส่วนผสมที่เหลือ และผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์มาอุณหภูมิละ 1 ตัวอย่างมาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDXRF โดยตั้งค่า Acquisition Parameter เช่นเดียวกับหัวข้อ 3.7.1 กำหนดพื้นที่การอ่านได้พีคของ Zr เป็น 15.320 - 16.140 keV

3.7.5 การเตรียมตัวอย่างแบบหนาที่สุด เพื่อวิเคราะห์เชิงปริมาณของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 และ 700 °C

3.7.5.1 การเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของ Zr เพื่อใช้วิเคราะห์หาปริมาณ Zr ในผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้

ใช้วิธีการเช่นเดียวกับหัวข้อ 3.2.5.1

ตาราง 17 แสดงส่วนผสมของแป้ง และ ZrO₂ ในการเตรียมเม็ดสารมาตรฐาน

ชนิดที่	น้ำหนักแป้ง(กรัม)	น้ำหนัก ZrO ₂ (กรัม)	น้ำหนักรวม(กรัม)
1	4.7094	0.2380	4.9474
2	5.1376	0.4130	5.5506
3	5.0091	0.6345	5.6436
4	5.1105	0.8223	5.9328

ซึ่งส่วนผสมดังกล่าวซึ่งผ่านการเขย่ามาขนาดละประมาณ 4.000 กรัมนำไปอัดเป็นแผ่นกลมด้วยวิธีการเดียวกับหัวข้อ 3.2.5.1 นำเม็ดสารมาตรฐานของ Zr ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDXRF โดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูป EDXRF VERSION 1.35 ตั้งค่า Acquisition Parameter ไว้ดังต่อไปนี้

TUBE VOLTAGE ; 20 KV
 TUBE CURRENT ; 0.01 mA
 LIVE TIME ; 20 sec
 MAX ENERGY ; 20 keV
 FILTER USED ; No filter
 PRESENT COUNT; 0 K

กำหนดพื้นที่การอ่านได้พีคสำหรับ Zr เป็น 15.320 - 16.140 keV เม็ดสารที่เตรียมขึ้นจะทำการวิเคราะห์ 3 จุดต่อหนึ่งเม็ด โดยแต่ละจุดห่างจากเดิม 90 องศา เตรียมข้อมูลทำการวิเคราะห์เชิงปริมาณโดยทำ Spectrum Processing และ Analysis Technique เพื่อสร้างกราฟมาตรฐานสำหรับหาปริมาณ Zr และในผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้

3.7.5.2 การเตรียมเม็ดสารตัวอย่างของ ZrO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 และ 700°C

ใช้วิธีการเช่นเดียวกับหัวข้อ 3.2.5.2

3.7.6 การวิเคราะห์หาปริมาณ Zr ในผลิตภัณฑ์ ZrO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 และ 700°C

นำเม็ดสารที่เตรียมได้ในหัวข้อ 3.7.5.2 วางในช่องวางเม็ดสารของเครื่อง EDXRF โดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูป EDXRF VERSION 1.35 ตั้งค่า Acquisition Parameter ดังหัวข้อ 3.7.5.1 โดยวิเคราะห์เพียง 3 ตำแหน่งต่อหนึ่งเม็ดโดยแต่ละตำแหน่งห่างจากจุดเดิม 90 องศา ทำการวิเคราะห์ข้อมูลเชิงปริมาณโดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูป EDXRF VERSION 1.35 ทำ Spectrum Processing และ Analysis Technique จากนั้นข้อมูลต่างๆ จะถูกคำนวณด้วยระบบคอมพิวเตอร์ ผลการคำนวณหาปริมาณ Zr จะมีหน่วยเป็น %

3.8 การสังเคราะห์สารประกอบของอิตเทรียม (Y) จากผง Y_2O_3 บริสุทธิ์

3.8.1 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผง Y_2O_3 บริสุทธิ์ ด้วยเครื่อง EDXRF ก่อนนำมาทำการทดลอง

นำผง Y_2O_3 บริสุทธิ์ ด้วยเครื่อง EDXRF ก่อนนำมาทำการทดลอง โดยใช้ค่า Acquisition Parameter ดังนี้

TUBE VOLTAGE ; 20 KV
 TUBE CURRENT ; 0.01 mA
 LIVE TIME ; 30 sec
 MAX ENERGY ; 20 keV

FILTER USED ; No filter

PRESENT COUNT; 0 K

3.8.2 การเตรียมสารตัวอย่างของผง Y_2O_3 บริสุทธิ์ เพื่อทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน มีวิธีการดังนี้คือ

1. ชั่งผง Y_2O_3 และผงคาร์บอนกัมมันต์ซึ่งผ่านการอบที่ $110^\circ C$ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง มาผสมกันในอัตราส่วน 3:1 โดยน้ำหนัก นำมาใส่ขวดรูปชมพู่ขนาด 250 mL พร้อมใส่เม็ดเซยา 2 เม็ด ปิดปากขวดด้วยแผ่นพาราฟิน

2. นำขวดดังกล่าวไปเซยาด้วยเครื่องเซยาแบบออร์บิตอล ด้วยความเร็ว 320 รอบ/นาที่ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

3. นำของผสมที่ผ่านการเซยามาชั่งอย่างละเอียดเป็นห่อๆ ละประมาณ 2.000 กรัม

3.8.3 การสังเคราะห์สารประกอบของ Y จากผง Y_2O_3 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิปฏิกิริยา 350 , 400 , 500 , 600 , และ $700^\circ C$

บรรจุส่วนผสมของ Y_2O_3 บริสุทธิ์และผงคาร์บอนกัมมันต์ในหลอดแก้วควออร์ทซ์นำหลอดแก้วดังกล่าวไปวางในเตาเผาแบบท่อ โดยปิดปลายแก้วควออร์ทซ์ทั้งสองข้างด้วยจุกคอร์ก ปรับอุณหภูมิเตาเผาตามต้องการ เมื่อได้อุณหภูมิที่กำหนดให้ผ่านก๊าซคลอรีนเข้าสู่แก้วควออร์ทซ์ ส่วนด้านปลายแก้วควออร์ทซ์ด้านที่ 2 ต่อกับอุปกรณ์จับผลิตภัณฑ์ ควบคุมให้ก๊าซคลอรีนไหลในอัตรา 3-4 ฟอง/วินาที เริ่มจับเวลาในการเกิดปฏิกิริยาตั้งแต่เริ่มเกิดปฏิกิริยาจนกระทั่งไม่มีผลิตภัณฑ์เกิดออกมาอีก ปล่อยให้เตาเย็นจนกระทั่งถึงอุณหภูมิห้องแล้วถ่ายส่วนที่เหลือออกจากแก้วควออร์ทซ์ นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ $110^\circ C$ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ซึ่งน้ำหนักผลิตภัณฑ์ที่ได้ในขั้นสุดท้ายอย่างละเอียดพร้อมบันทึกข้อมูล

3.8.4 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือ และผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ $700^\circ C$

นำส่วนที่เหลือที่เหลือจากการสังเคราะห์มาอุณหภูมิละ 1 ตัวอย่าง มาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDXRF โดยตั้งค่า Acquisition Parameter ดังต่อไปนี้

TUBE VOLTAGE ; 20 KV

TUBE CURRENT ; 0.01 mA

LIVE TIME ; 30 sec

MAX ENERGY ; 20 keV

FILTER USED ; No filter

PRESENT COUNT; 0 K

โดยนำส่วนที่เหลือจากปฏิกิริยาใส่ถุงพลาสติกวางในช่องวางเม็ดสารในเครื่อง EDXRF ทำการวิเคราะห์เชิงคุณภาพ โดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูป EDXRF VERSION 1.35 และ พิมพ์ภาพสเปกตรัมออกมา กำหนดพื้นที่การอ่านได้พีคของ Y เป็น 14.520 - 15.320 keV

3.9 การสังเคราะห์ TiO_2 จากส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิเกตที่อุณหภูมิ 600°C

3.9.1 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิเกต และผงคาร์บอนกัมมันต์ ด้วยเครื่อง EDXRF ก่อนนำมาทดลอง

นำส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิเกตมาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDXRF ก่อนนำมาทดลอง โดยใช้ค่า Acquisition Parameter ดังนี้คือ

TUBE VOLTAGE ; 40 KV
TUBE CURRENT ; 0.01 mA
LIVE TIME ; 10 sec
MAX ENERGY ; 40 keV
FILTER USED ; No filter
PRESENT COUNT; 0 K

พิมพ์ภาพสเปกตรัมออกมา

3.9.2 การเตรียมสารตั้งต้นของส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิเกตและผงคาร์บอนกัมมันต์ เพื่อทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน

1. ชั่งผงส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิเกต และผงคาร์บอนกัมมันต์ซึ่งผ่านการอบที่ 110°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมงมาผสมกันในอัตราส่วน 3:1โดยน้ำหนัก นำมาใส่ขวดรูปชมพูนขนาด 250 mL พร้อมใส่เม็ดเซยา 2 เม็ดปิดปากขวดด้วยแผ่นพาราฟิน

2. นำขวดดังกล่าวไปเซยาด้วยเครื่องเซยาแบบออร์บิตอล ด้วยความเร็ว 320 รอบ/นาที่เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

3. นำของผสมที่ผ่านการเซยามาชั่งอย่างละเอียดเป็นหลๆ ละประมาณ 2.000 กรัม

3.9.3 การสังเคราะห์ TiO_2 จากส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิเกตที่อุณหภูมิ 600°C

บรรจุส่วนผสมของส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิเกตบริสุทธิ์ และผงคาร์บอนกัมมันต์ ในหลอดแก้วควอร์ตซ์ นำหลอดแก้วดังกล่าวไปวางในเตาเผาแบบท่อ โดยเปิดปลายแก้วควอร์ตซ์ทั้งสองข้างด้วยจุกคอร์ก ปรับอุณหภูมิเตาเผาตามต้องการ เมื่อได้อุณหภูมิที่กำหนดให้ผ่านก๊าซคลอรีนเข้าสู่แก้วควอร์ตซ์ส่วนด้านปลายแก้วควอร์ตซ์ด้านที่ 2 ต่อกับอุปกรณ์จับผลิตภัณฑ์ ควบคุมให้ก๊าซคลอรีนไหลในอัตรา 3-4 ฟอง/วินาที เริ่มจับเวลาในการเกิดปฏิกิริยาดังนั้นมีควินส์ชา

ออกมาจากปลายแก้วควอartz ด้านที่ 2 จนกระทั่งไม่มีควันออกมา รอให้เตาเผาเย็นจนกระทั่งถึงอุณหภูมิห้องแล้วถ่ายสวามที่เหลือออกจากแก้วควอartz นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ซึ่งน้ำหนักผลิตภัณฑ์ที่ได้ในขั้นสุดท้ายอย่างละเอียดพร้อมบับทิกซ์มวล

3.9.4 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของสวามผสมที่เหลือและผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 °C

นำสวามที่เหลือที่เหลือจากการสังเคราะห์และผลิตภัณฑ์อย่างละ 1 ตัวอย่าง มาวิเคราะห์ด้วยเครื่องEDXRF โดยตั้งค่าAcquisition Parameter ดังต่อไปนี้

TUBE VOLTAGE ; 20 KV
TUBE CURRENT ; 0.01 mA
LIVE TIME ; 30 sec
MAX ENERGY ; 20 keV
FILTER USED ; No filter
PRESENT COUNT; 0 K

โดยนำสวามที่เหลือจากปฏิกิริยาใส่ถุงพลาสติกวางในช่องวางเม็ดสารในเครื่อง EDXRF ทำการวิเคราะห์เชิงคุณภาพ โดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูป EDXRF VERSION 1.35 และพิมพ์ภาพสเปกตรัมออก

3.9.5 การเตรียมตัวอย่างแบบหนาที่สุด(Infinitely Thick Sample) เพื่อวิเคราะห์เชิงปริมาณของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600°C

3.9.5.1 การเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของ Ti, Fe , Nb , W , Mn , Sn, Zr และ Y เพื่อใช้วิเคราะห์เชิงปริมาณ

ในการเตรียมเม็ดสารมาตรฐาน ใช้วิธีการเช่นเดียวกับหัวข้อ 3.2.5.1 โดยแบ่งออกเป็น 5 ชุด ส่วนเม็ดสารมาตรฐานของ Y และ Zr ใช้เม็ดสารมาตรฐานที่เตรียมไว้ในห้องปฏิบัติการ การเตรียมเม็ดสารมาตรฐานแบ่งออกเป็น 5 ชุด ดังนี้คือ

- (1). การเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของ Ti
 - (2). การเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของ Fe
 - (3). การเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของ Nb และ W
 - (4). การเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของ Mn
 - (5). การเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของ Sn
- รายละเอียดดังแสดงในตารางต่อไปนี้

ตาราง 18 แสดงน้ำหนักแห้ง และ TiO_2 ในการเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของ Ti

ขวดที่	น้ำหนักแห้ง(กรัม)	น้ำหนัก TiO_2 (กรัม)	น้ำหนักรวม(กรัม)
1	5.0253	0.0122	5.0375
2	5.0062	0.0519	5.0581
3	5.0272	0.1590	5.1862
4	5.2576	0.2668	5.5244
5	5.2270	0.3503	5.5773
6	5.1059	0.4714	5.5773

ซึ่งส่วนผสมดังกล่าวซึ่งผ่านการเขย่ามาขวดละ 4.000 กรัม นำไปอัดเป็นแผ่นกลมด้วยวิธีการเดียวกับหัวข้อ 3.2.5.1 นำเม็ดสารมาตรฐานของ Ti ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDXRF โดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูป EDXRF VERSION 1.35 ตั้งค่า Acquisition Parameter ดังต่อไปนี้

TUBE VOLTAGE ; 20 KV
 TUBE CURRENT ; 0.01 mA
 LIVE TIME ; 30 sec
 MAX ENERGY ; 20 keV
 FILTER USED ; No filter
 PRESENT COUNT; 0 K

กำหนดช่วงการอ่านพื้นที่ใต้พีค Ti เป็น 4.260 - 4.760 keV เม็ดสารที่เตรียมขึ้นทำการวิเคราะห์ 3 จุด โดยแต่ละจุดห่างจากเดิม 90 องศา เพื่อเตรียมข้อมูลทำ Spectrum Processing และ Analysis Technique เพื่อสร้างกราฟมาตรฐานระหว่างความเข้มข้น Ti และความเข้มของพีค Ti เพื่อใช้คำนวณหา Ti ในเม็ดสารตัวอย่างต่อไป

ตาราง 19 แสดงน้ำหนักแบ่ง TiO_2 และ Fe_2O_3 ในการเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของ Fe

ชนิดที่	น้ำหนัก(กรัม)			น้ำหนักรวม (กรัม)
	แบ่ง	TiO_2	Fe_2O_3	
1	10.2841	1.0352	-	11.3193
2	10.1039	1.0355	0.0339	11.1733
3	10.4272	1.0119	0.0669	11.5060
4	10.7345	1.0045	0.1208	11.8598
5	10.7160	1.0534	0.1413	11.9107

ซึ่งส่วนผสมที่ผ่านการเขย่ามาชวดละประมาณ 4.000 g นำไปเจือจางด้วย
น้ำลงไปอีกประมาณ 16.00 กรัม (ยกเว้นชนิดที่ 1 ที่ซึ่งน้ำหนักแล้วไปอัดเม็ดได้เลย) ดังแสดงใน
ตาราง 20 นำชวดเหล่านี้ไปเขย่าด้วยความเร็ว 320 รอบ/นาที เป็นเวลาไม่น้อยกว่า 4 ชั่วโมง

ตาราง 20 ส่วนผสมของแบ่ง TiO_2 และ Fe_2O_3 ที่ซึ่งมาจำนวน 4.000 g และเจือจางด้วยน้ำอีก
16.000 g

ชนิดที่	น้ำหนักส่วนผสม(g)	น้ำหนักแบ่งที่เติม(g)	น้ำหนักรวม (g)
1	4.0365	-	4.0365
2	4.0133	16.0360	20.0493
3	4.0121	16.0051	20.0172
4	4.0329	16.0224	20.0553
5	4.0138	16.0308	20.0446

ซึ่งส่วนผสมดังกล่าวซึ่งผ่านการเขย่ามาชวดละ 4.000 กรัม นำไปอัดเป็น
แผ่นกลมด้วยวิธีการเดียวกับหัวข้อ 3.2.5.1 นำเม็ดสารมาตรฐานของ Mn ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง
EDXRF โดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูป EDXRF VERSION 1.35 ตั้งค่า Acquisition Parameter ดังต่อไป
นี้

TUBE VOLTAGE ; 20 KV
 TUBE CURRENT ; 0.01 mA
 LIVE TIME ; 30 sec
 MAX ENERGY ; 20 keV
 FILTER USED ; No filter
 PRESENT COUNT; 0 K

กำหนดช่วงการอ่านพื้นที่ได้พีค Fe เป็น 6.060 - 6.680 keV เม็ดสารที่เตรียมขึ้นทำการวิเคราะห์ 3 จุด โดยแต่ละจุดห่างจากเดิม 90 องศา เพื่อเตรียมข้อมูลทำ Spectrum Processing และ Analysis Technique เพื่อสร้างกราฟมาตรฐานระหว่างความเข้มข้น Fe และความเข้มของพีค Fe เพื่อให้คำนวณหา Fe ในเม็ดสารตัวอย่างต่อไป

ตาราง 21 แสดงน้ำหนักแบ่ง TiO_2 , Nb_2O_5 และ WO_3 ในการเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของ Nb และ W

ขวดที่	น้ำหนัก(กรัม)				น้ำหนักรวม (กรัม)
	แบ่ง	TiO_2	Nb_2O_5	WO_3	
1	4.0141	0.1001	0.0107	0.0138	4.1387
2	4.0239	0.1008	0.0202	0.0204	4.1653
3	4.0582	0.1009	0.0304	0.0305	4.2200
4	4.0518	0.1048	0.0401	0.0410	4.2377
5	4.0671	0.1006	0.0504	0.0510	4.2691

ซึ่งส่วนผสมดังกล่าวซึ่งผ่านการเขย่ามาขวดละ 4.000 กรัม นำไปอัดเป็นแผ่นกลมด้วยวิธีการเดียวกับหัวข้อ 3.2.5.1 นำเม็ดสารมาตรฐานของMnไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDXRF โดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูป EDXRF VERSION 1.35 ตั้งค่าAcquisition Parameter ดังต่อไปนี้

TUBE VOLTAGE ; 25 KV
 TUBE CURRENT ; 0.01 mA
 LIVE TIME ; 50 sec
 MAX ENERGY ; 20 keV
 FILTER USED ; No filter
 PRESENT COUNT; 0 K

กำหนดช่วงการอ่านพื้นที่ใต้พีค Nb เป็น 16.140 - 16.980 keV และ W เป็น 8.100 - 8.680 keV เม็ดสารที่เตรียมขึ้นทำการวิเคราะห์ 3 จุด โดยแต่ละจุดห่างจากเดิม 90 องศา เพื่อเตรียมข้อมูลทำ Spectrum Processing และ Analysis Technique เพื่อสร้างกราฟมาตรฐานระหว่างความเข้มข้น Nb และความเข้มของพีค Nb และระหว่างความเข้มข้นของ W กับความเข้มของพีค W เพื่อใช้คำนวณหา W , Nb ในเม็ดสารตัวอย่างต่อไป

ตาราง 22 แสดงน้ำหนักแบ่ง TiO_2 และ MnO_2 ในการเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของ Mn

ขวดที่	น้ำหนัก(กรัม)			น้ำหนักรวม (กรัม)
	แบ่ง	TiO_2	MnO_2	
1	4.0166	0.1163	0.0105	4.1434
2	4.0220	0.1044	0.0204	4.1468
3	4.0211	0.1084	0.0301	4.1596
4	4.0313	0.1003	0.0406	4.1722
5	4.0703	0.1274	0.0508	4.2485

ซึ่งส่วนผสมดังกล่าวซึ่งผ่านการเขย่ามาชวดละ 4.000 กรัม นำไปอัดเป็นแผ่นกลมด้วยวิธีการเดียวกับหัวข้อ 3.2.5.1 นำเม็ดสารมาตรฐานของ Mn ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDXRF โดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูป EDXRF VERSION 1.35 ตั้งค่า Acquisition Parameter ดังต่อไปนี้

TUBE VOLTAGE ; 15 KV
 TUBE CURRENT ; 0.01 mA
 LIVE TIME ; 50 sec
 MAX ENERGY ; 10 keV
 FILTER USED ; No filter
 PRESENT COUNT; 0 K

กำหนดช่วงการอ่านพื้นที่ใต้พีค Mn เป็น 5.620 - 6.160 keV เม็ดสารที่เตรียมขึ้นทำการวิเคราะห์ 3 จุด โดยแต่ละจุดห่างจากเดิม 90 องศา เพื่อเตรียมข้อมูลทำ Spectrum Processing และ Analysis Technique เพื่อสร้างกราฟมาตรฐานระหว่างความเข้มข้น Mn และความเข้มของพีค Mn เพื่อใช้คำนวณหา Mn ในเม็ดสารตัวอย่างต่อไป

ตาราง 23 แสดงน้ำหนักแห้ง และ SnO₂ ในการเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของ Sn

ขวดที่	น้ำหนักแห้ง(กรัม)	น้ำหนัก SnO ₂ (กรัม)	น้ำหนักรวม(กรัม)
1	5.1264	0.0066	5.133
2	5.1341	0.0128	5.1469
3	5.1331	0.0516	5.1847
4	5.2267	0.0989	5.3256
5	5.0267	0.1566	5.1833

ซึ่งส่วนผสมดังกล่าวซึ่งผ่านการเขย่ามาขนาด 4.000 กรัม นำไปอัดเป็นแผ่นกลมด้วยวิธีการเดียวกับหัวข้อ 3.2.5.1 นำเม็ดสารมาตรฐานของ Sn ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDXRF โดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูป EDXRF VERSION 1.35 ตั้งค่า Acquisition Parameter ดังต่อไปนี้

TUBE VOLTAGE ; 40 KV
 TUBE CURRENT ; 0.01 mA
 LIVE TIME ; 10 sec
 MAX ENERGY ; 40 keV
 FILTER USED ; .5RH
 PRESENT COUNT; 0 K

กำหนดช่วงการอ่านพื้นที่ที่พีค Sn เป็น 24.600 - 25.700 keV เม็ดสารที่เตรียมขึ้นทำการวิเคราะห์ 3 จุด โดยแต่ละจุดห่างจากเดิม 90 องศา เพื่อเตรียมข้อมูลทำ Spectrum Processing และ Analysis Technique เพื่อสร้างกราฟมาตรฐานระหว่างความเข้มข้น Sn และความเข้มของพีค Sn เพื่อใช้คำนวณหา Sn ในเม็ดสารตัวอย่างต่อไป

3.9.5.2 การเตรียมเม็ดสารตัวอย่างของส่วนสกัดหยาบของแอสบีสต์ และผลิตภัณฑ์ TiO₂ ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 °C

ใช้วิธีการเช่นเดียวกับหัวข้อ 3.2.5.2

3.9.6 การวิเคราะห์เชิงปริมาณหา Ti, Fe, Nb, W, Mn, Sn, Zr และ Y ในผลิตภัณฑ์ TiO₂ ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 °C

นำเม็ดสารที่เตรียมได้ในหัวข้อ 3.9.5.2 วางในช่องวางเม็ดสารของเครื่อง EDXRF โดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูป EDXRF VERSION 1.35 ตั้งค่า Acquisition Parameter ดังหัวข้อ

3.6.5.1 โดยวิเคราะห์เพียง 3 ตำแหน่งต่อหนึ่งเม็ดโดยแต่ละตำแหน่งห่างจากจุดเดิม 90 องศา ทำการวิเคราะห์ข้อมูลเชิงปริมาณโดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูป EDXRF VERSION 1.35 ทำ Spectrum Processing และ Analysis Technique จากนั้นข้อมูลต่างๆ จะถูกคำนวณด้วยระบบคอมพิวเตอร์ ผลการคำนวณหาปริมาณของ Ti, Fe, Nb, W, Mn, Sn, Zr และ Y ในผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ จะมีหน่วยเป็น %

บทที่ 3

ผลและการอภิปรายผล

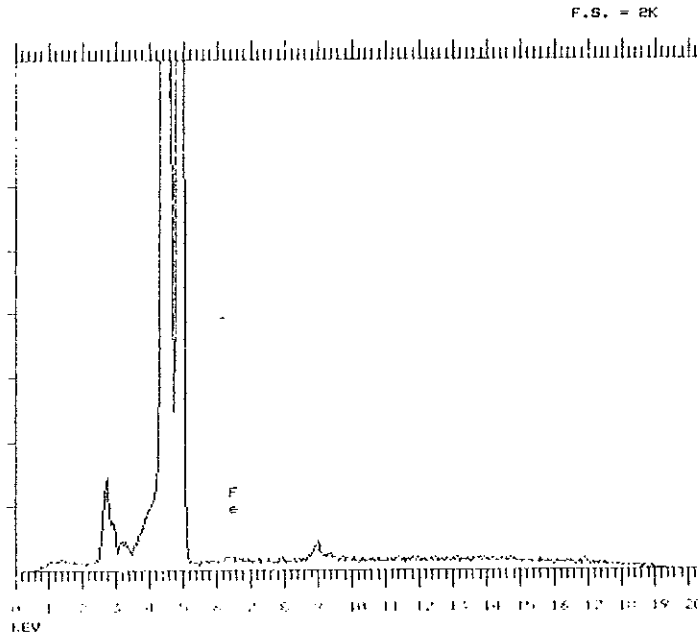
1. ผลการสังเคราะห์ TiO_2 จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , 700 และ 800 °C

1.1 ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผง TiO_2 บริสุทธิ์ และผงคาร์บอนกัมมันต์ ด้วยเครื่อง EDXRF ก่อนนำมาใช้ในการทดลอง

ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผง TiO_2 บริสุทธิ์ และผงคาร์บอนกัมมันต์ ดังแสดงในภาพประกอบ 7 และ 8 ตามลำดับ

TUBE VOLTAGE : 20 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 mA
 ATMOSPHERE : AIR

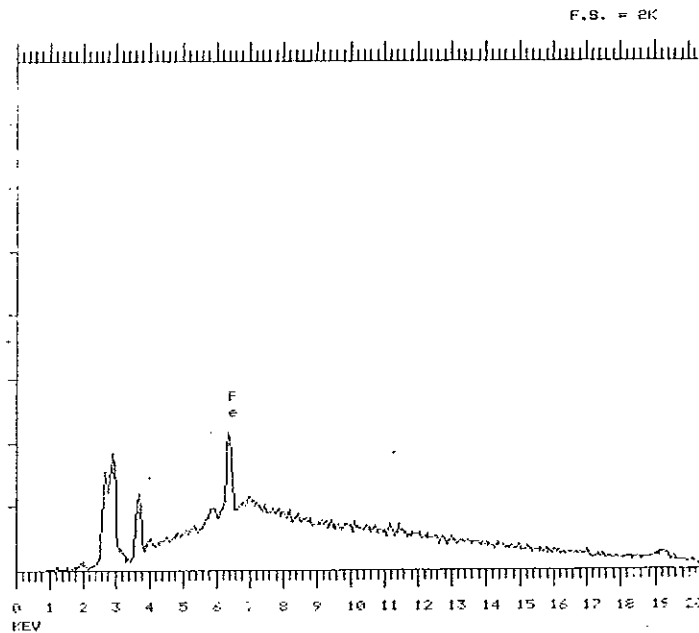
FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 50 SEC



ภาพประกอบ 7 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผง TiO₂ บริสุทธิ์ด้วยเครื่อง EDXRF

TUBE VOLTAGE : 25 KV
 TUBE CURRENT : 0.02 mA
 ATMOSPHERE : AIR

FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 50 SEC



ภาพประกอบ 8 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผงคาร์บอนกัมมันต์ด้วยเครื่อง EDXRF

จากภาพประกอบ 7 และ 8 พบว่าผง TiO_2 บริสุทธิ์ซึ่งเป็นสีขาวเนื้อละเอียด มีธาตุเจือปนที่สามารถวิเคราะห์ได้คือ Fe ส่วนผงคาร์บอนกัมมันต์ซึ่งมีดำเนื้อละเอียด มีธาตุเจือปนคือ Ca , Mn และ Fe

1.2 ผลการเตรียมสารตัวอย่างของ TiO_2 บริสุทธิ์เพื่อทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน

ในการทำปฏิกิริยาคลอรีนนั้น สารตั้งต้นจำเป็นต้องเตรียมให้อยู่ในรูปของผลมเนื้อเดียวที่พร้อมจะทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีนได้อย่างสมบูรณ์ ซึ่งต้องผสมสารรีดิวซ์ ในที่นี้ใช้ผงคาร์บอนกัมมันต์เพื่อดึงออกซิเจนออกจาก TiO_2 ในขณะที่ถูกเผาให้ร้อนแดง (อ้างโดย Kroll,W., 101 , 1939) สำหรับส่วนผลระหว่าง TiO_2 กับผงคาร์บอน จะได้ของผลมสีดำ ดังตารางต่อไปนี้

ตาราง 24 แสดงน้ำหนักของส่วนผสมของ TiO_2 และผงคาร์บอนกัมมันต์

ลำดับ ที่	น้ำหนัก ส่วนผสม (g)	องค์ประกอบในการผสม	
		น้ำหนัก TiO_2 (g)	น้ำหนักผงคาร์บอนกัมมันต์ (g)
1	2.0487	1.5365	0.5122
2	2.0634	1.5476	0.5158
3	2.0150	1.5112	0.5038
4	2.0244	1.5183	0.5061
5	2.0270	1.5202	0.5068
6	2.0560	1.5420	0.5140
7	2.0118	1.5088	0.5030
8	2.0262	1.5196	0.5066
9	2.0520	1.5390	0.5130
10	2.0417	1.5313	0.5104
11	2.0067	1.5120	0.5040
12	2.0157	1.5118	0.5039
13	2.0879	1.5659	0.5220
14	2.0560	1.5420	0.5140
15	2.0745	1.5559	0.5186
16	2.0263	1.5197	0.5066
17	2.0733	1.5550	0.5183
18	2.0138	1.5104	0.5034
19	2.0608	1.5456	0.5152
20	2.1161	1.5871	0.5290
21	2.0289	1.5217	0.5072
22	2.0702	1.5526	0.5176
23	2.0267	1.5200	0.5067
24	2.0350	1.5262	0.5088

จากตาราง

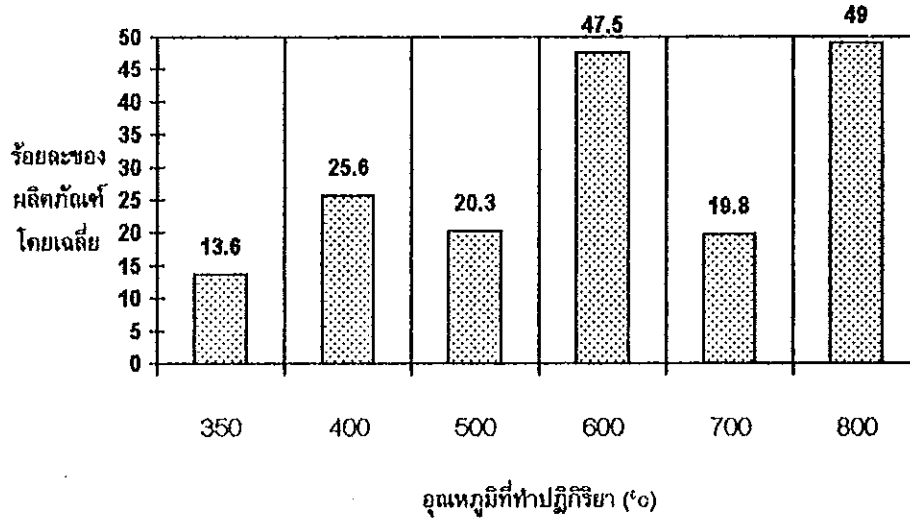
ส่วนผสมลำดับที่ 1 - 4 ใช้ทำปฏิกิริยากับคลอไรด์ที่อุณหภูมิ 350 °C
ส่วนผสมลำดับที่ 5 - 8 ใช้ทำปฏิกิริยากับคลอไรด์ที่อุณหภูมิ 400 °C
ส่วนผสมลำดับที่ 9 - 12 ใช้ทำปฏิกิริยากับคลอไรด์ที่อุณหภูมิ 500 °C
ส่วนผสมลำดับที่ 13- 16 ใช้ทำปฏิกิริยากับคลอไรด์ที่อุณหภูมิ 600 °C
ส่วนผสมลำดับที่ 17- 20 ใช้ทำปฏิกิริยากับคลอไรด์ที่อุณหภูมิ 700 °C
ส่วนผสมลำดับที่ 21- 24 ใช้ทำปฏิกิริยากับคลอไรด์ที่อุณหภูมิ 800 °C

1.3 ผลการสังเคราะห์ TiO_2 จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , 700 , และ 800 °C

ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์เป็นผงสีขาวแกมเหลืองซึ่งแตกต่างจากผง TiO_2 บริสุทธิ์ที่ใช้เป็นสารตั้งต้นและผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิจะไม่แตกต่างทางด้านคุณภาพ แต่แตกต่างทางด้านปริมาณ ส่วนสารตั้งต้นที่เหลือจะมีสีเทาแกมขาว ดังแสดงผลในตาราง 25 และภาพประกอบ 9 ตามลำดับ

ตาราง 25 แสดงผลการสังเคราะห์ TiO_2 จากผง TiO_2 ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , 700 , และ 800 °C

อุณหภูมิที่ทำ ปฏิกิริยา (°C)	ลำดับ ที่	น้ำหนักส่วนผสม		น้ำหนัก ผลิตภัณฑ์หลัง ผ่านการอบ(g)	เวลาที่ใช้ในการ เกิดปฏิกิริยา (min)	ร้อยละของ ผลิตภัณฑ์ (%)
		สารตั้ง ต้น(g)	สารที่ เหลือ(g)			
350	1	2.0487	1.5596	0.1469	44	9.5
	2	2.0634	1.6812	0.1452	46	9.4
	3	2.0150	1.4046	0.2951	47	19.5
	4	2.0244	1.4296	0.2465	49	16.2
400	5	2.0270	1.0091	0.1538	45	10.1
	6	2.0560	0.9203	0.5414	66	35.1
	7	2.0118	1.3003	0.2370	74	15.7
	8	2.0262	0.3404	0.6326	54	41.6
500	9	2.0520	1.0016	0.4898	27	31.8
	10	2.0417	1.2666	0.2242	35	14.6
	11	2.0160	1.0215	0.3047	30	20.2
	12	2.0157	1.3682	0.2191	36	14.5
600	13	2.0879	1.0695	0.4905	60	31.3
	14	2.0560	0.1870	0.8262	60	53.6
	15	2.0745	0.1104	0.9289	55	59.7
	16	2.0263	0.2169	0.6904	61	45.4
700	17	2.0733	0.5161	0.4239	50	27.3
	18	2.0138	1.0670	0.2526	47	16.7
	19	2.0608	1.0338	0.3641	55	23.6
	20	2.1161	1.2741	0.1816	60	11.4
800	21	2.0289	0.6725	0.6725	34	44.2
	22	2.0702	0.7235	0.7235	33	46.6
	23	2.0267	0.7802	0.8349	29	54.9
	24	2.0351	0.4868	0.7665	30	50.2



ภาพประกอบ 9 แสดงกราฟแท่งสรุปผลการสังเคราะห์ TiO_2 จากผง TiO_2 ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , 700 , และ 800 °C

จากภาพประกอบ 9 จะเห็นว่าผลิตภัณฑ์ TiO_2 ขึ้นสุดท้ายที่อุณหภูมิ 800 °C ได้ผลิตภัณฑ์เป็นร้อยละโดยเฉลี่ย 49.0 เทียบกับ TiO_2 บริสุทธิ์ตั้งต้น ซึ่งมากกว่าการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C โดยผลิตภัณฑ์เป็นร้อยละโดยเฉลี่ย 13.6 , 25.6 , 20.3 , 47.5 , และ 19.8 ตามลำดับ

1.4 ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือ และผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , 700 , และ 800 °C

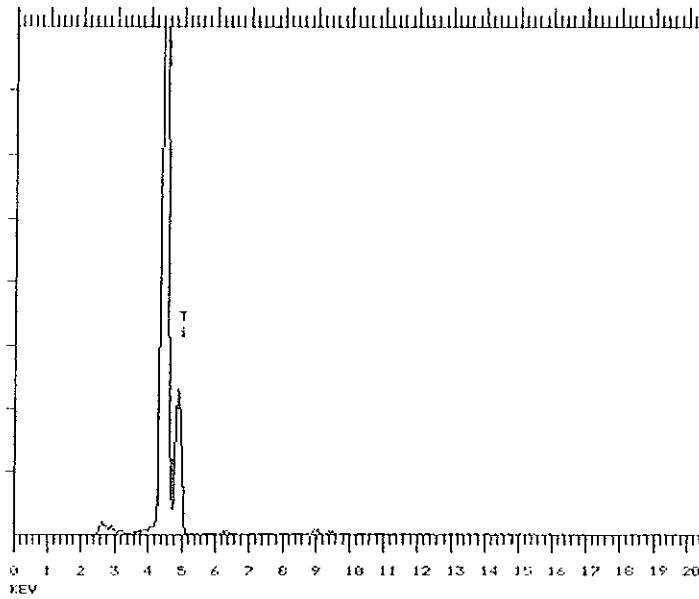
ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือและผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , 700 , และ 800 °C ดังแสดงในภาพประกอบตามลำดับดังนี้

1. ภาพประกอบ 10 - 15 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์ส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ TiO_2 จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , 700 , และ 800 °C
2. ภาพประกอบ 16 - 21 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , 700 , และ 800 °C หลังจากผ่านกระบวนการอบที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

TUBE VOLTAGE : 20 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 mA
 ATMOSPHERE : AIR

FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 10 SEC

F.S. = 2K

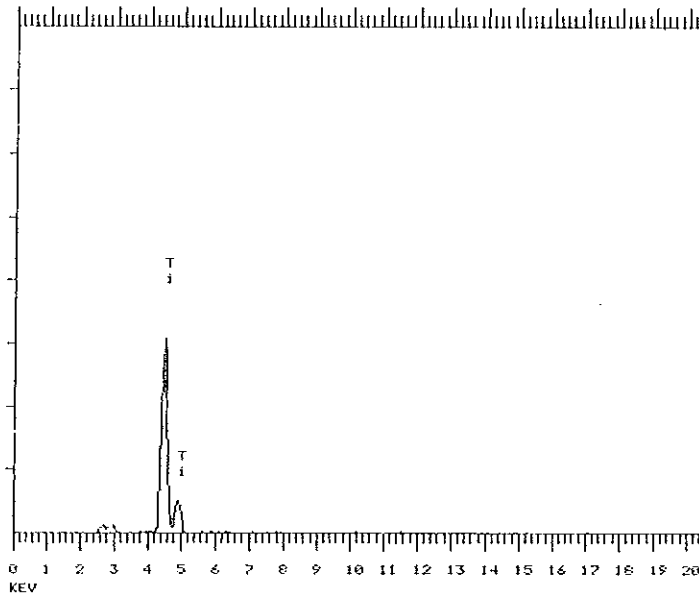


ภาพประกอบ 10 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ TiO_2 จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $350^\circ C$

TUBE VOLTAGE : 20 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 mA
 ATMOSPHERE : AIR

FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 10 SEC

F.S. = 2K

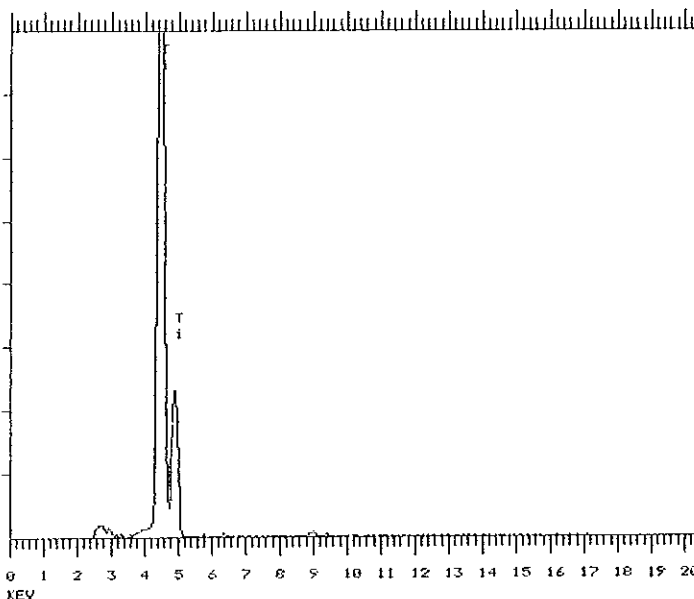


ภาพประกอบ 11 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ TiO_2 จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $400^\circ C$

TUBE VOLTAGE : 20 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 mA
 ATMOSPHERE : AIR

FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 10 SEC

F.S. = 2K

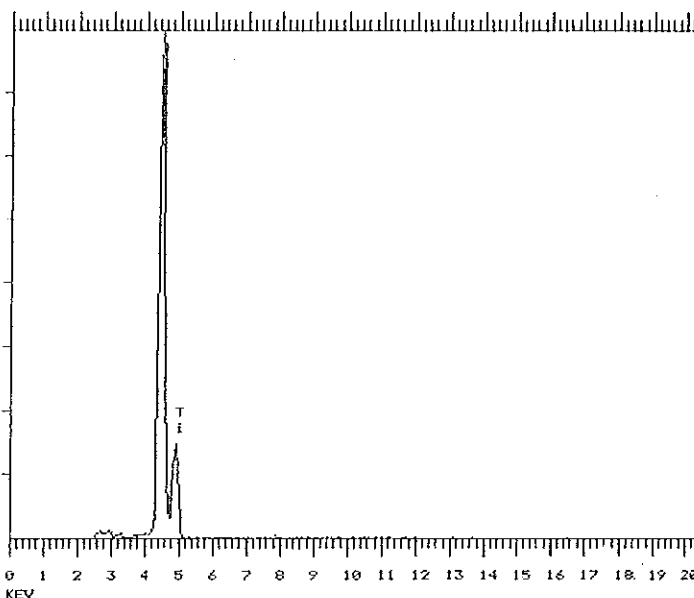


ภาพประกอบ 12 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ TiO_2 จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 500°C

TUBE VOLTAGE : 20 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 mA
 ATMOSPHERE : AIR

FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 10 SEC

F.S. = 2K

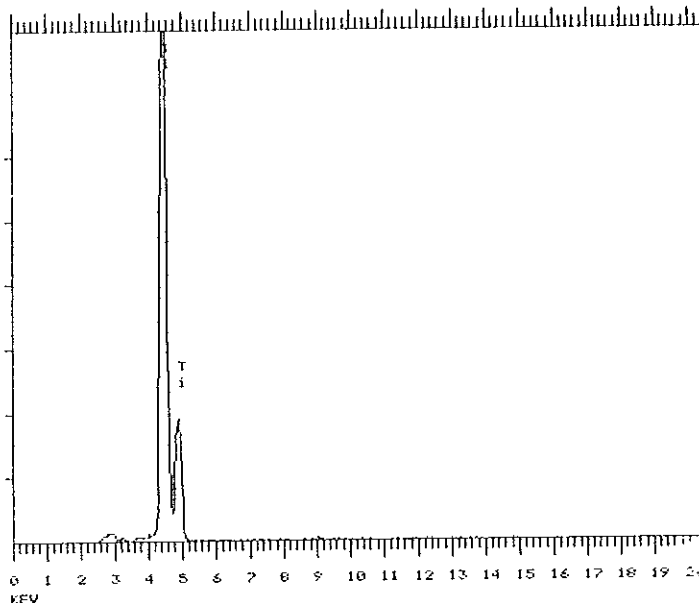


ภาพประกอบ 13 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ TiO_2 จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 600°C

TUBE VOLTAGE : 20 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 mA
 ATMOSPHERE : AIR

FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 10 SEC

F.S. = 2K



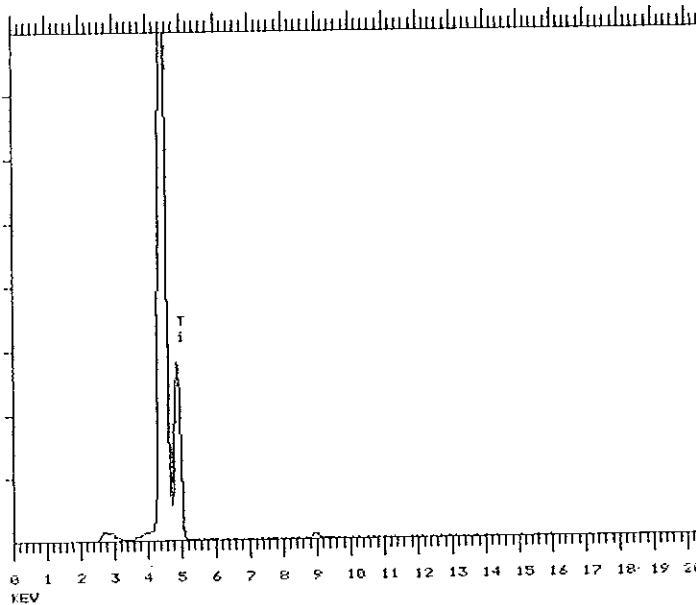
ภาพประกอบ 14 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์

TiO₂ จากผง TiO₂ บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 700 °C

TUBE VOLTAGE : 20 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 mA
 ATMOSPHERE : AIR

FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 10 SEC

F.S. = 2K

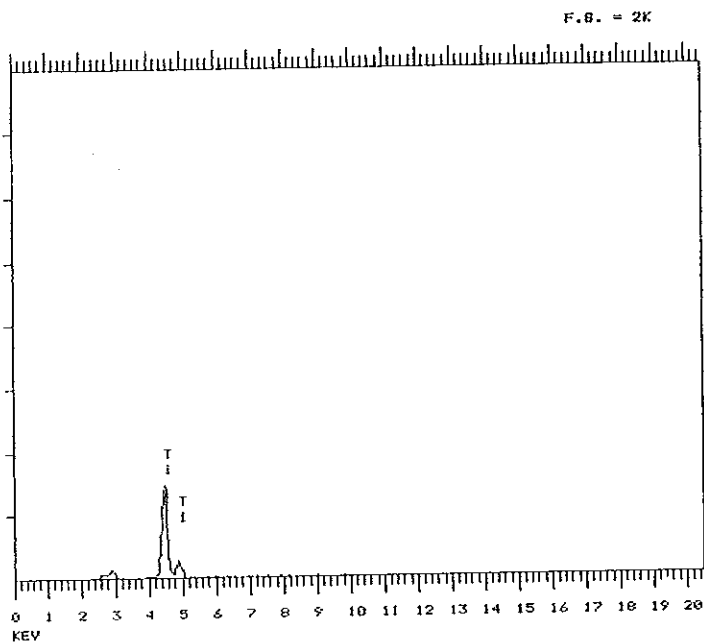


ภาพประกอบ 15 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์

TiO₂ จากผง TiO₂ บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 800 °C

TUBE VOLTAGE : 20 KV
TUBE CURRENT : 0.01 mA
ATMOSPHERE : AIR

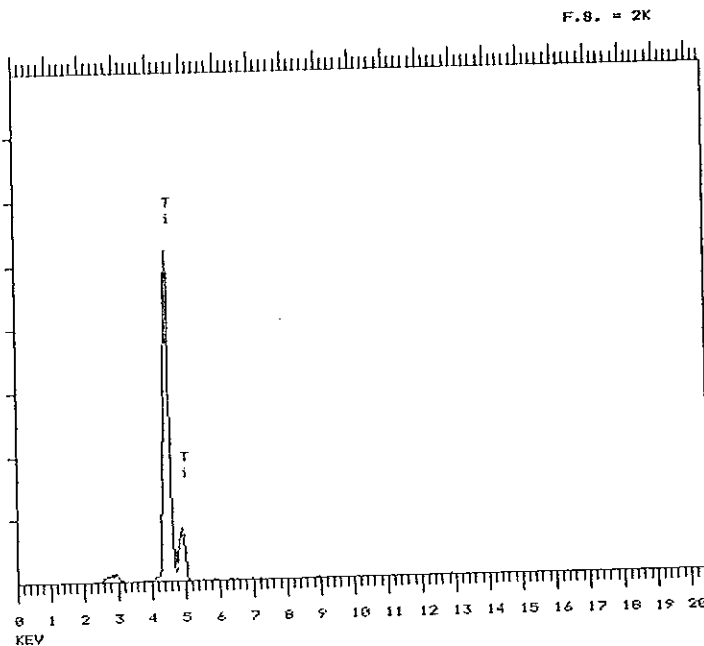
FILTER USED : NO FILTER
LIVETIME : 10 SEC



ภาพประกอบ 16 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 350°C หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

TUBE VOLTAGE : 20 KV
TUBE CURRENT : 0.01 mA
ATMOSPHERE : AIR

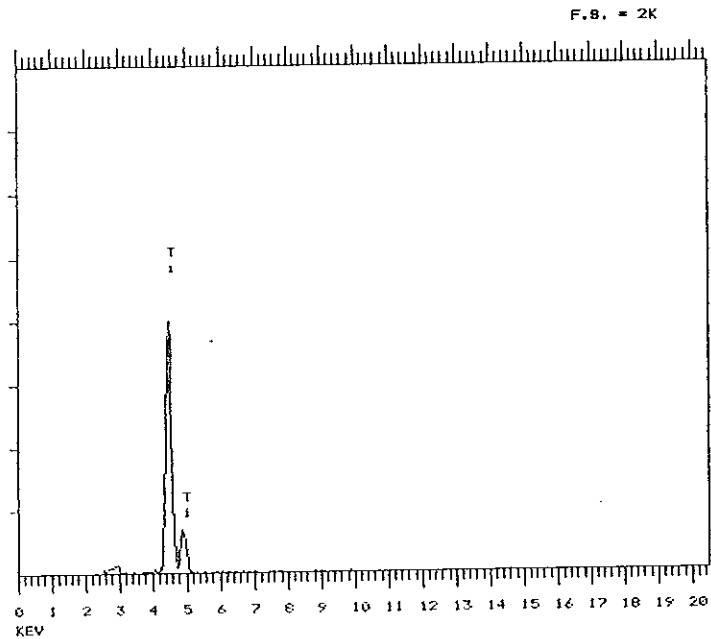
FILTER USED : NO FILTER
LIVETIME : 10 SEC



ภาพประกอบ 17 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 400°C หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

TUBE VOLTAGE : 20 KV
TUBE CURRENT : 0.01 mA
ATMOSPHERE : AIR

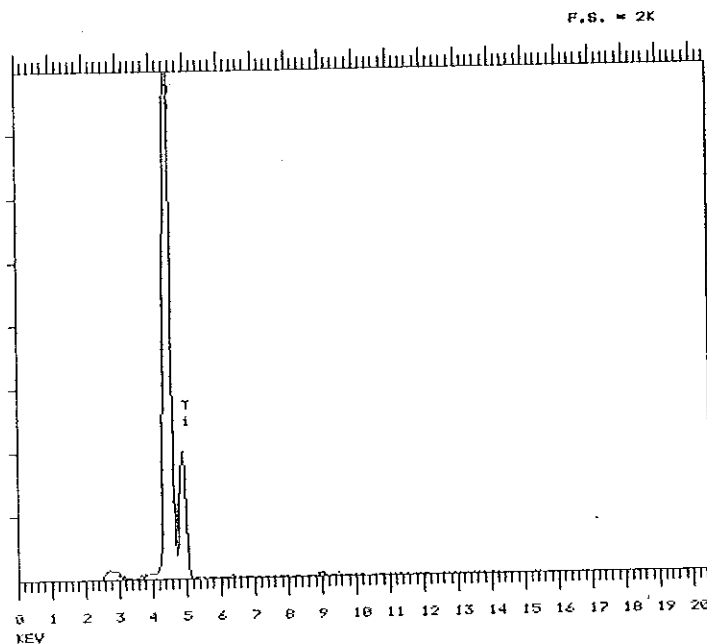
FILTER USED : NO FILTER
LIVETIME : 10 SEC



ภาพประกอบ 18 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 500°C หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

TUBE VOLTAGE : 20 KV
TUBE CURRENT : 0.01 mA
ATMOSPHERE : AIR

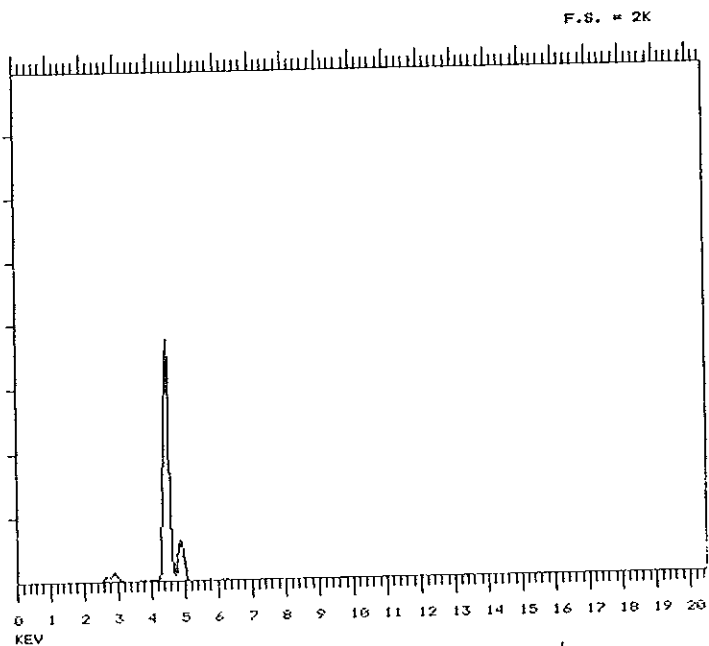
FILTER USED : NO FILTER
LIVETIME : 10 SEC



ภาพประกอบ 19 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 600°C หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

TUBE VOLTAGE : 20 KV
TUBE CURRENT : 0.01 mA
ATMOSPHERE : AIR

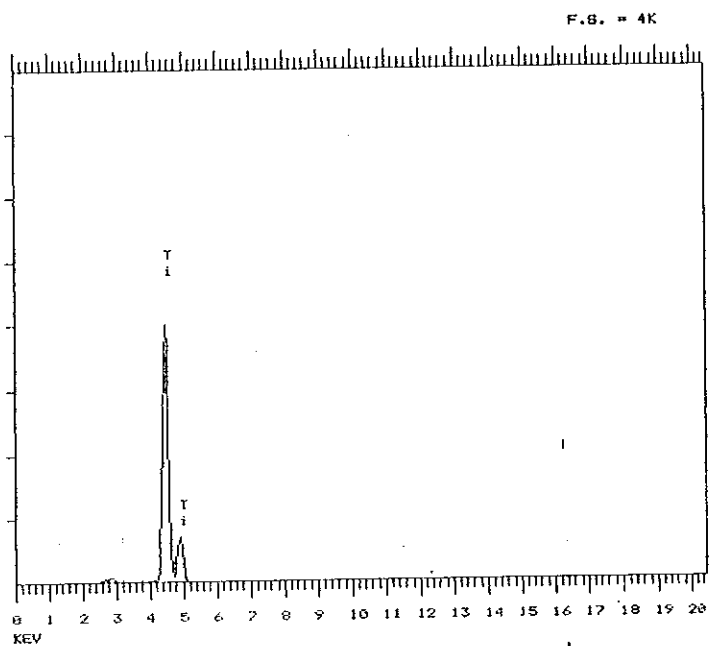
FILTER USED : NO FILTER
LIVETIME : 10 SEC



ภาพประกอบ 20 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 700°C หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

TUBE VOLTAGE : 20 KV
TUBE CURRENT : 0.01 mA
ATMOSPHERE : AIR

FILTER USED : NO FILTER
LIVETIME : 10 SEC



ภาพประกอบ 21 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 800°C หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

จากภาพประกอบดังกล่าวพบว่าที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , 700 , และ 800 °C พบธาตุที่เจือปนในสารตั้งต้นที่เหลือเหมือนกัน คือ Fe และ Cl ส่วนผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์มีเพียง Fe เท่านั้นเป็นสารเจือปนเพียงเล็กน้อย

1.5 ผลการเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของ Ti เพื่อใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณ Ti ในผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , 700 , และ 800 °C

เม็ดสารมาตรฐานของ Ti ที่เตรียมได้มีความแข็งแรงพอ ไม่แตกง่ายให้ความสะดวกในการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDXRF ผลการทดลองดังแสดงในตาราง 26 และ 27 ตามลำดับ

ตาราง 26 แสดงความเข้มข้นของ Ti ในเม็ดสารมาตรฐาน

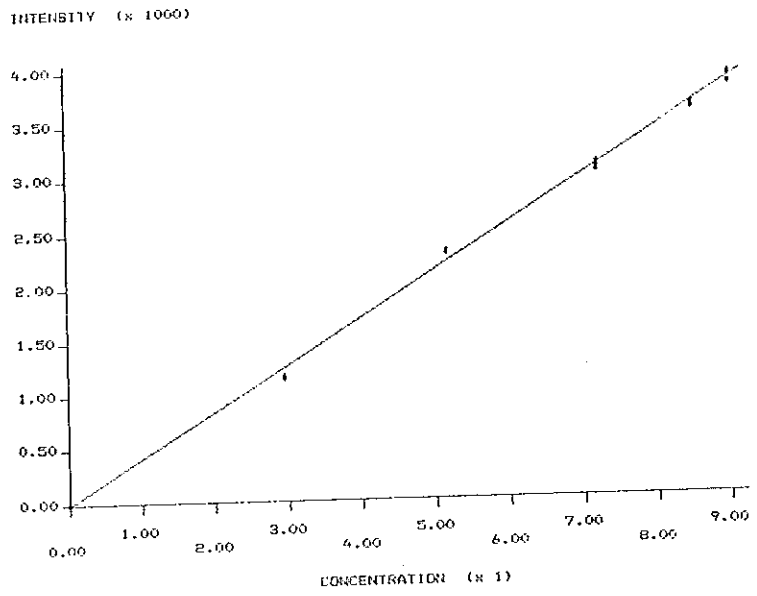
เม็ดสารมาตรฐาน	ความเข้มข้นของ Ti (%)
Starch	0
STD Ti1	2.898
STD Ti2	5.071
STD Ti3	7.089
STD Ti4	8.339
STD Ti5	8.853

ตาราง 27 แสดงความเข้มข้นของ Ti และความเข้มของพีค Ti ในเม็ดสารมาตรฐานของ Ti

เม็ดสารมาตรฐาน	ความเข้มข้นของ Ti (%)	ความเข้มของพีค Ti (Count) ที่จุด 3 จุดห่างกัน 90 องศา		
		1	2	3
Starch	0	-1.3333	2.0000	-0.8388
STD Ti1	2.898	931.970	937.950	940.360
STD Ti2	5.071	1572.36	1566.81	1570.38
STD Ti3	7.089	1885.18	1904.10	1912.23
STD Ti4	8.339	2106.29	2094.30	2102.24
STD Ti5	8.853	2192.35	2166.57	2196.51

PROCEDURE : STD TIO2
 FILTER USED : NO FILTER
 ATMOSPHERE : AIR
 COUNT RATE RANGE : MED
 ANALYSIS METHOD : CONC. CORR.
 TUBE VOLTAGE : 20 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 MA
 LIVETIME : 30 SEC
 PRESET COUNT : 0 K
 TIME : 2:03 pm
 DATE : 10/9/95

INTENSITY FILE NO. : 100
 STANDARD FILE NO. : 100
 INTENSITY VS CONCENTRATION
 ELEMENT : TI



ภาพประกอบ 22 แสดงกราฟมาตรฐานของ Ti ที่ได้จากการคำนวณโดยใช้โปรแกรม EDXRF VERSION 1.35

1.6 ผลการเตรียมเม็ดสารตัวอย่างของ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , 700 , และ 800 °C

สารตัวอย่าง TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ได้เตรียมให้อยู่ในรูปแบบผงกลมประเภทหนาที่สุด และใช้แบ่งข้าวโพดบริสุทธิ์ 100 % เป็นสารยึดเหนี่ยวโดยการผสมลงไปในสารตัวอย่าง ทำให้เม็ดสารไม่แตกร้าว ผิวเรียบ และสะดวกต่อการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDXRF ผลการเตรียมเม็ดสารตัวอย่างของ TiO_2 ดังแสดงในตารางต่อไปนี้

ตาราง 28 แสดงน้ำหนักแบ่ง TiO_2 และเม็ดสารตัวอย่างของ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธี
คลอไรเนชั่นที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , 700 , และ 800 °C

อุณหภูมิที่ทำ ปฏิกิริยา (°C)	ครั้งที่	น้ำหนัก แบ่ง(g)	น้ำหนัก TiO_2 (g)	น้ำหนัก รวม (g)	น้ำหนัก เม็ดสาร (g)	ความเข้มข้นของ TiO_2 ในเม็ดสาร (%)
350	1	5.0846	0.1435	5.2281	4.0781	2.74
	2	5.0870	0.1205	5.2075	4.0380	2.31
	3	5.0806	0.2951	5.3757	4.0632	5.49
	4	5.0827	0.2198	5.3025	4.0692	4.14
400	1	5.0209	0.1147	5.1356	4.0880	2.23
	2	5.0230	0.5509	5.5739	4.0356	9.88
	3	5.0151	0.2320	5.2471	4.0733	4.42
	4	5.0350	0.5558	5.5908	4.0621	9.94
500	1	5.0208	0.4103	5.4311	4.0328	7.55
	2	5.0720	0.2240	5.2960	4.0480	4.23
	3	5.0548	0.2405	5.2953	4.0257	4.54
	4	5.0658	0.2055	5.2713	4.0328	3.90
600	1	5.0507	0.4835	5.5342	4.0770	8.74
	2	5.0548	0.8304	5.8852	4.0551	14.13
	3	5.0658	0.9145	5.9803	4.0611	15.40
	4	5.0208	0.6584	5.6792	4.0235	11.56
700	1	5.0745	0.2425	5.3170	4.0454	4.56
	2	5.0571	0.3308	5.3879	4.0668	6.14
	3	5.0890	0.1776	5.2666	4.0182	3.37
	4	5.0625	0.3290	5.3915	4.0584	6.10
800	1	5.0647	0.5592	5.6239	4.0662	9.94
	2	5.0383	0.6335	5.6718	4.0556	11.17
	3	5.0372	0.8161	5.8533	4.0248	13.94
	4	5.0334	0.7796	5.813	4.0399	13.41

1.7 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณ Ti ในผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , 700 , และ 800 °C
ผลการวิเคราะห์ดังตารางต่อไปนี้

ตาราง 29 แสดงความเข้มข้นของ Ti ในผลิตภัณฑ์ TiO₂ ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ
350 , 400 , 500 , 600 , 700 , และ 800°C

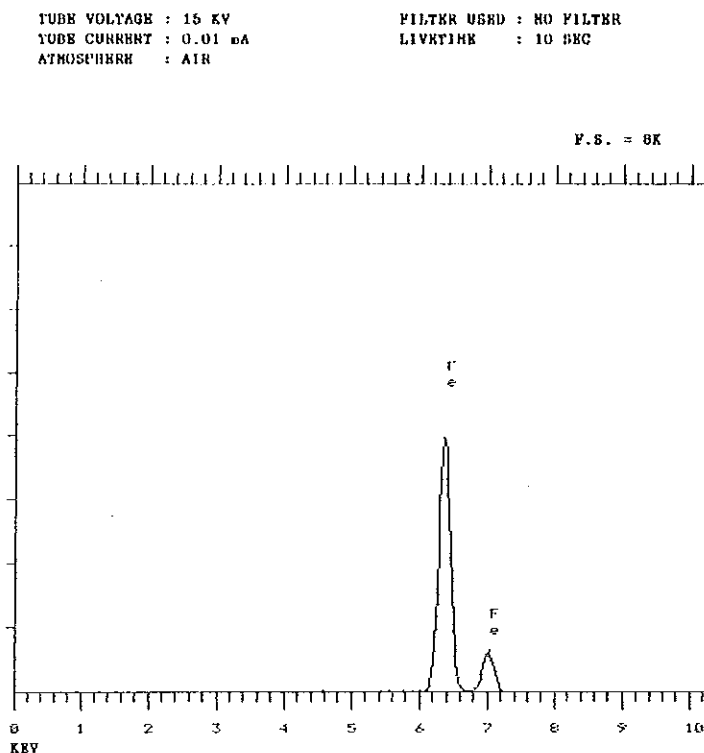
ชื่อผลิตภัณฑ์	น้ำหนักผลิตภัณฑ์ TiO ₂ (g)	ร้อยละของผลิตภัณฑ์ โดยน้ำหนัก(%)	ความเข้มข้นของ Ti (%)
PT-351	0.1435	2.74	45.6
PT-352	0.1205	2.31	50.2
PT-353	0.2951	5.49	35.0
PT-354	0.2198	4.14	42.5
$\bar{X} \pm SD$,	0.1947±0.079	3.67±1.44	43.3±6.4
PT-402	0.1147	2.23	43.9
PT-413	0.5509	9.88	46.1
PT-415	0.2320	4.42	48.0
PT-416	0.5558	9.94	49.3
$\bar{X} \pm SD$,	0.3634±0.224	6.62±3.90	46.8±2.4
PT-501	0.4103	7.55	32.8
PT-511	0.2240	4.23	42.3
PT-512	0.2405	4.54	49.8
PT-515	0.2055	3.90	59.2
$\bar{X} \pm SD$	0.2701±0.094	5.05±1.68	46.0±11.2
PT-601	0.4835	8.74	62.0
PT-602	0.8304	14.13	50.6
PT-603	0.9145	15.40	63.9
PT-604	0.6584	11.56	46.8
$\bar{X} \pm SD$	0.7217±0.191	12.46±2.95	55.8±8.40
PT-702	0.2425	4.56	47.0
PT-703	0.3308	6.14	55.2
PT-704	0.1776	3.37	52.6
PT-705	0.3290	6.10	50.8
$\bar{X} \pm SD$	0.270±0.074	5.04±1.34	51.4±3.4
PT-801	0.5592	9.94	43.2
PT-802	0.6335	11.17	48.7
PT-803	0.8161	13.94	45.8
PT-804	0.7796	13.41	46.8
$\bar{X} \pm SD$	0.6971±0.121	12.11±1.88	46.1±2.3

จากตาราง 29 จะเห็นว่าปริมาณ Ti ใน TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีคลอริเนชั่นที่ อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , 700 , และ 800 °C จำนวน 4 ครั้ง ได้ค่าเฉลี่ยเป็น 43.3 , 46.8 , 46.0 , 55.8 , 51.4 , และ 46.1 % ตามลำดับ

2. ผลการสังเคราะห์ Fe_2O_3 จากผง Fe_2O_3 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

2.1 ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผง Fe_2O_3 บริสุทธิ์ ด้วยเครื่อง EDXRF ก่อนนำมาใช้ในการทดลอง

ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผง Fe_2O_3 บริสุทธิ์แสดงในภาพประกอบ 23



ภาพประกอบ 23 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผง Fe_2O_3 บริสุทธิ์ด้วยเครื่อง EDXRF

จากภาพประกอบ 23 พบว่าในผง Fe_2O_3 บริสุทธิ์ไม่มีธาตุอื่นเจือปน แต่ในสารรีดิวซ์คือผงคาร์บอนกัมมันต์มีธาตุที่เป็นสารเจือปนคือ Ca, Mn และ Fe ซึ่งถ้ามีปริมาณมากก็จะเป็นปัญหาในการสังเคราะห์ Fe_2O_3 แต่ในที่นี้ถือว่าธาตุเหล่านี้มีปริมาณน้อยมาก

2.2 ผลการเตรียมสารตัวอย่างของ Fe_2O_3 บริสุทธิ์เพื่อทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน

ในการทำปฏิกิริยาคลอรีนชั้น สารตั้งต้นจำเป็นต้องเตรียมให้อยู่ในรูปของผลมเนื้อเดียวที่พร้อมจะทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีนได้อย่างสมบูรณ์ ซึ่งต้องผสมสารรีดิวซ์ ในที่นี้ใช้ผงคาร์บอนกัมมันต์เพื่อตรึงออกซิเจนออกจาก Fe_2O_3 ในขณะที่ถูกเผาให้ร้อนแดงตลอดทั่วควอร์ซต์ สำหรับส่วนผสมระหว่าง Fe_2O_3 กับผงคาร์บอน จะได้ของผสมสีดำ ดังตารางต่อไปนี้

ตาราง 30 แสดงน้ำหนักของส่วนผสมของ Fe_2O_3 และผงคาร์บอนกัมมันต์

ลำดับ ที่	น้ำหนัก ส่วนผสม (g)	องค์ประกอบในการผสม	
		น้ำหนัก Fe_2O_3 (g)	น้ำหนักผงคาร์บอนกัมมันต์ (g)
1	2.0058	1.5044	0.5014
2	2.0513	1.5385	0.5128
3	2.0158	1.5118	0.5040
4	2.0410	1.5308	0.5102
5	2.0550	1.5412	0.5138
6	2.0062	1.5046	0.5016
7	2.0831	1.5623	0.5208
8	2.0306	1.5230	0.5076
9	2.0665	1.5499	0.5166
10	2.0447	1.5335	0.5112
11	2.0684	1.5513	0.5171
12	2.0046	1.5303	0.5101
13	2.0161	1.5121	0.5040
14	2.0481	1.5428	0.5129
15	2.0548	1.5411	0.5137
16	2.0099	1.5074	0.5025
17	2.0999	1.5749	0.5250
18	2.0310	1.5232	0.5078
19	2.0482	1.5361	0.5121
20	2.0444	1.5333	0.5111

จากตาราง

ส่วนผสมลำดับที่ 1 - 4 ใช้ทำปฏิกิริยากับคลอรีนที่อุณหภูมิ 350 °C

ส่วนผสมลำดับที่ 5 - 8 ใช้ทำปฏิกิริยากับคลอรีนที่อุณหภูมิ 400 °C

ส่วนผสมลำดับที่ 9 - 12 ใช้ทำปฏิกิริยากับคลอรีนที่อุณหภูมิ 500 °C

ส่วนผสมลำดับที่ 13- 16 ใช้ทำปฏิกิริยากับคลอรีนที่อุณหภูมิ 600 °C

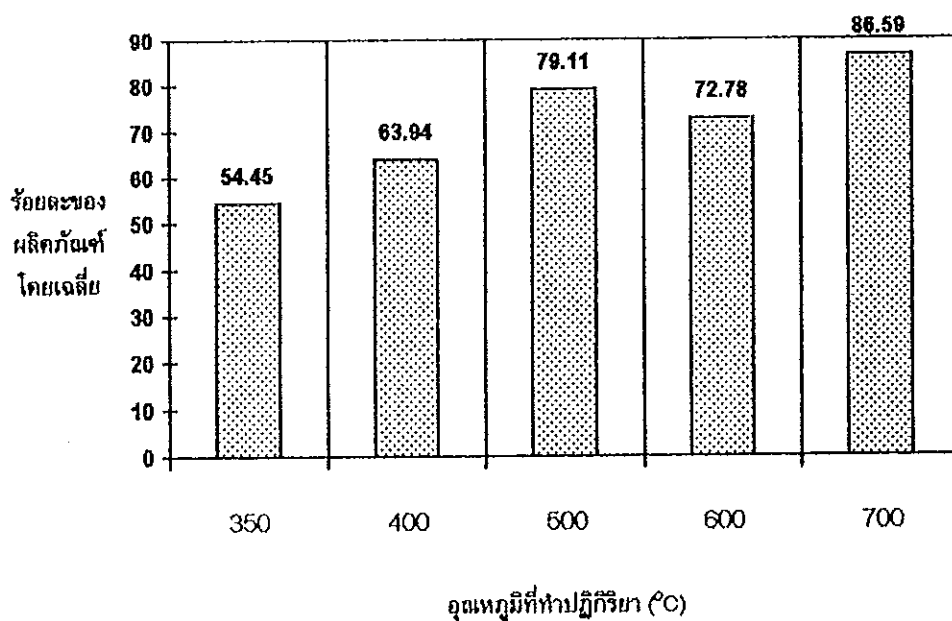
ส่วนผสมลำดับที่ 17- 20 ใช้ทำปฏิกิริยากับคลอรีนที่อุณหภูมิ 700 °C

2.3 ผลการสังเคราะห์ Fe_2O_3 จากผง Fe_2O_3 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700°C

ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์เป็นผงสีน้ำตาลแดงเข้มกว่าผง Fe_2O_3 บริสุทธิ์ที่ใช้เป็นสารตั้งต้น และผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิจะไม่แตกต่างทางด้านคุณภาพ แต่แตกต่างทางด้านปริมาณ ส่วนสารตั้งต้นที่เหลือจะมีสีเทาแกมดำ ดังแสดงผลในตาราง 31 และภาพประกอบ 24 ตามลำดับ

ตาราง 31 แสดงผลการสังเคราะห์ Fe_2O_3 จากผง Fe_2O_3 ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

อุณหภูมิที่ทำ ปฏิกิริยา(°C)	ลำดับ ที่	น้ำหนักส่วนผสม		น้ำหนัก ผลิตภัณฑ์หลัง ผ่านการอบ(g)	เวลาที่ใช้ในการ เกิดปฏิกิริยา (min)	ร้อยละของ ผลิตภัณฑ์ (%)
		สารตั้ง ต้น(g)	สารที่ เหลือ(g)			
350	1	2.0058	0.5012	0.8922	15	59.30
	2	2.0513	0.6462	0.8684	14	56.44
	3	2.0158	0.6991	0.8532	10	56.44
	4	2.0410	0.9697	0.6984	14	45.62
400	5	2.0550	0.7080	0.9570	16	62.09
	6	2.0062	0.6229	1.1247	27	74.75
	7	2.0831	0.8154	0.8944	23	52.19
	8	2.0306	0.4897	1.0166	14	66.75
500	9	2.0665	0.2481	1.3304	13	85.84
	10	2.0447	0.7704	1.1887	12	77.52
	11	2.0684	0.5007	1.1649	20	75.09
	12	2.0046	0.3992	1.1937	17	78.00
600	13	2.0161	0.3268	0.8371	11	55.36
	14	2.0481	0.1683	1.4804	10	95.96
	15	2.0548	0.4661	0.9961	10	64.64
	16	2.0099	0.2412	1.1329	16	75.16
700	17	2.0999	0.0469	1.3830	10	87.82
	18	2.0310	0.1385	1.3329	13	87.51
	19	2.0482	0.2093	1.1343	14	73.84
	20	2.0444	0.1569	1.4901	14	97.18



ภาพประกอบ 24 แสดงกราฟแท่งสรุปการสังเคราะห์ Fe_2O_3 จากผง Fe_2O_3 ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

จากภาพประกอบ 24 จะเห็นว่า ผลิตภัณฑ์ Fe_2O_3 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C ได้ผลิตภัณฑ์เป็นร้อยละโดยเฉลี่ย 54.45 , 63.94 , 79.11 , 72.78 , และ 86.59 ตามลำดับ และผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็นผงสีน้ำตาลแดง

2.4 ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือ และผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

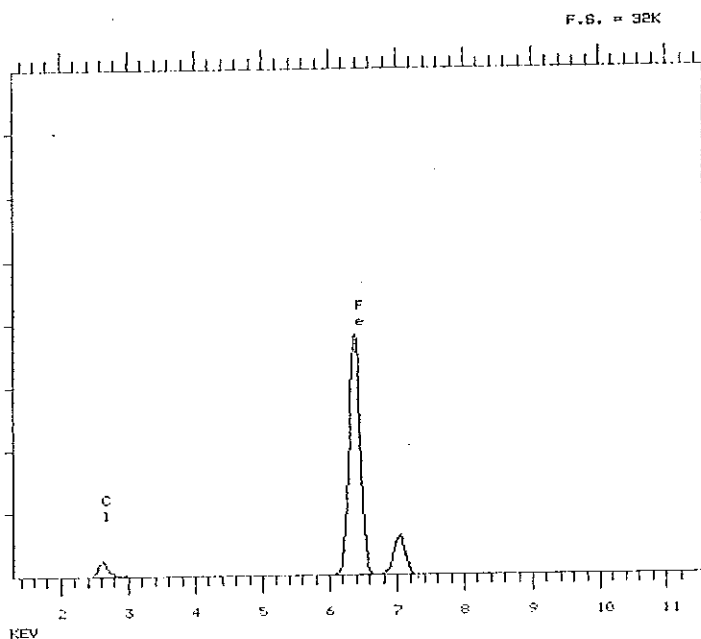
ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือและผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C ดังแสดงในภาพประกอบตามลำดับดังนี้

1. ภาพประกอบ 25 - 29 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์ส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ Fe_2O_3 จากผง Fe_2O_3 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

2. ภาพประกอบ 28 - 32 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ Fe_2O_3 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

TUBE VOLTAGE : 20 KV
TUBE CURRENT : 0.01 mA
ATMOSPHERE : AIR

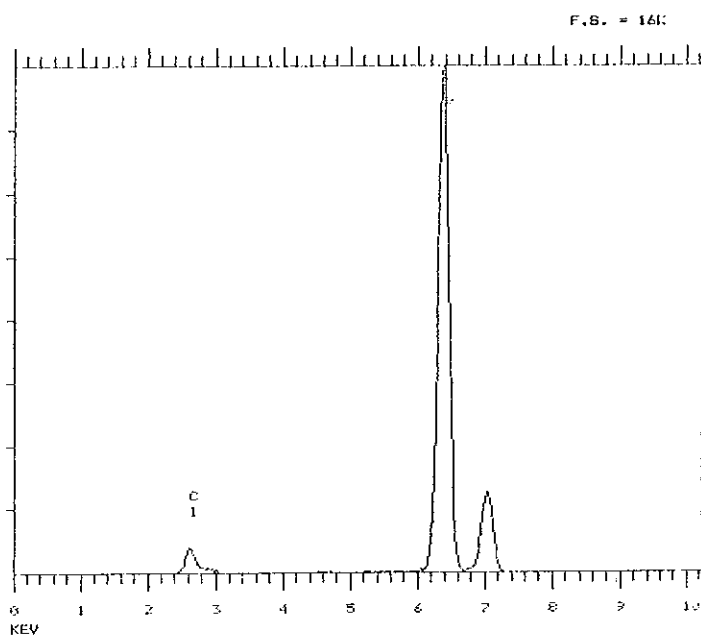
FILTER USED : NO FILTER
LIVETIME : 30 SEC



ภาพประกอบ 25 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยา การสังเคราะห์ Fe_2O_3 จากผง Fe_2O_3 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 350°C

TUBE VOLTAGE : 20 KV
TUBE CURRENT : 0.01 mA
ATMOSPHERE : AIR

FILTER USED : NO FILTER
LIVETIME : 30 SEC

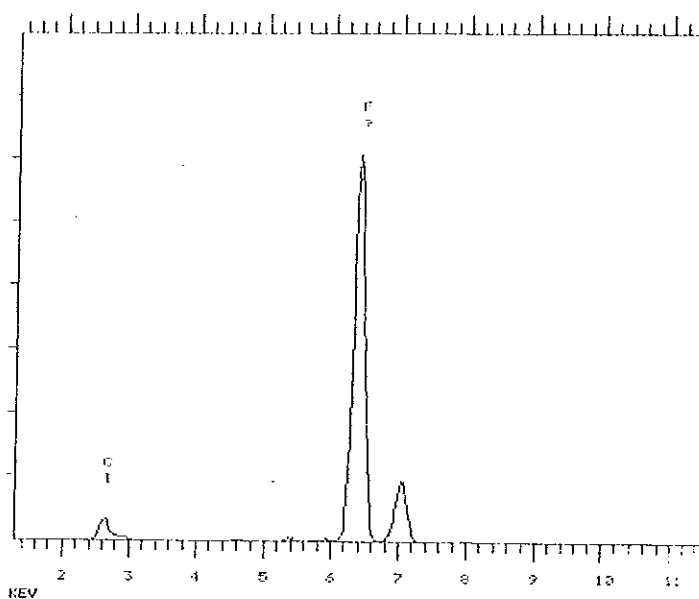


ภาพประกอบ 26 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากการสังเคราะห์ Fe_2O_3 จาก ผง Fe_2O_3 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 400°C

TUBE VOLTAGE : 20 KV
TUBE CURRENT : 0.01 mA
ATMOSPHERE : AIR

FILTER USED : NO FILTER
LIVETIME : 30 SEC

F.S. = 16K

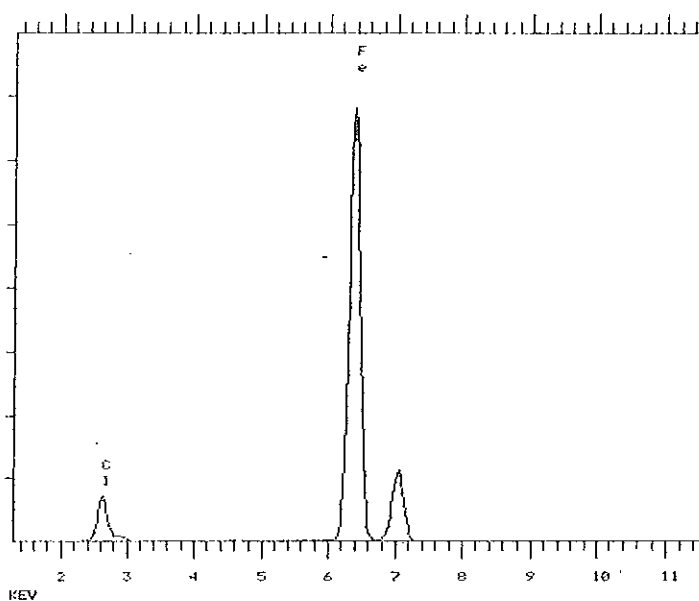


ภาพประกอบ 27 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ Fe_2O_3 จากผง Fe_2O_3 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 500°C

TUBE VOLTAGE : 20 KV
TUBE CURRENT : 0.01 mA
ATMOSPHERE : AIR

FILTER USED : NO FILTER
LIVETIME : 30 SEC

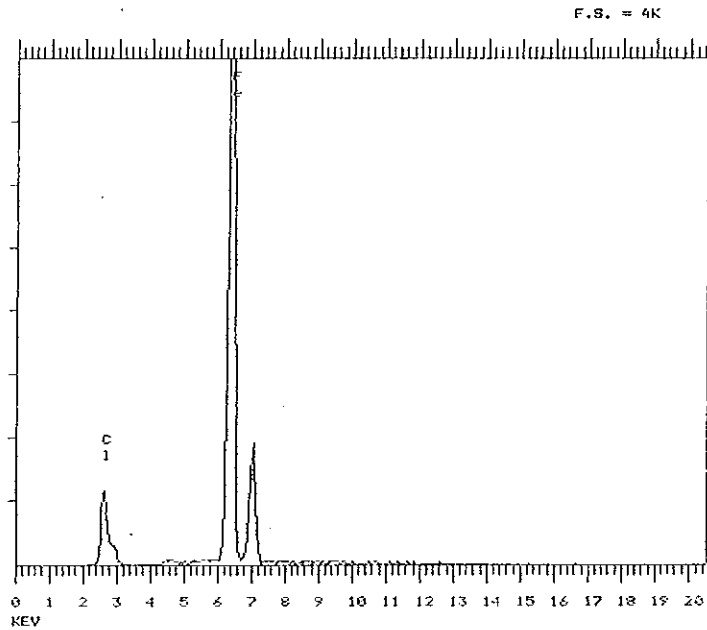
F.S. = 16K



ภาพประกอบ 28 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ Fe_2O_3 จากผง Fe_2O_3 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 600°C

TUBE VOLTAGE : 20 KV
TUBE CURRENT : 0.01 mA
ATMOSPHERE : AIR

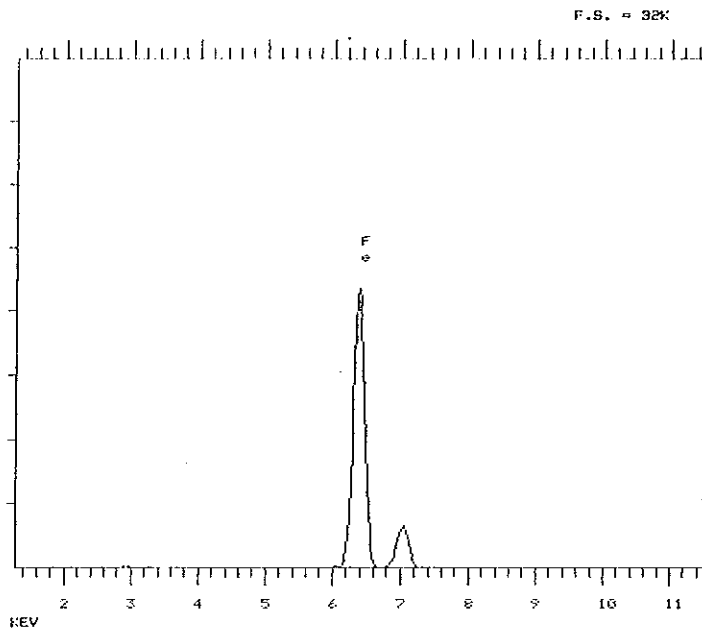
FILTER USED : NO FILTER
LIVETIME : 30 SEC



ภาพประกอบ 29 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ Fe_2O_3 จากผง Fe_2O_3 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ $700^\circ C$

TUBE VOLTAGE : 20 KV
TUBE CURRENT : 0.01 mA
ATMOSPHERE : AIR

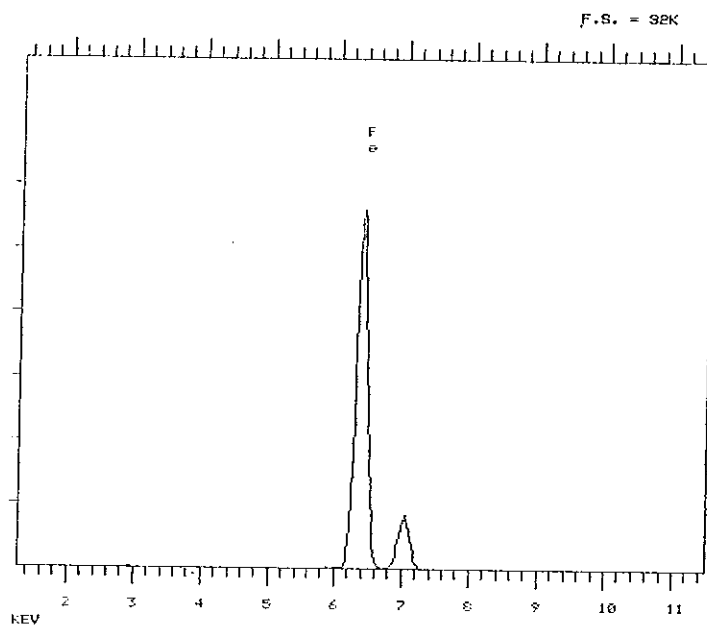
FILTER USED : NO FILTER
LIVETIME : 30 SEC



ภาพประกอบ 30 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพผลิตภัณฑ์ Fe_2O_3 ที่สังเคราะห์จากผง Fe_2O_3 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $350^\circ C$ หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ $110^\circ C$ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

TUBE VOLTAGE : 20 KV
TUBE CURRENT : 0.01 mA
ATMOSPHERE : AIR

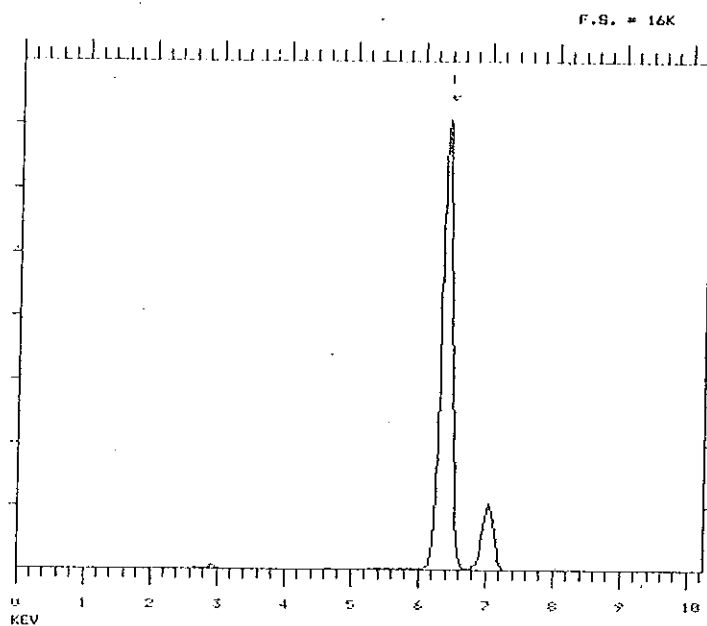
FILTER USED : NO FILTER
LIVETIME : 30 SEC



ภาพประกอบ 31 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพผลิตภัณฑ์ Fe_2O_3 ที่สังเคราะห์จากผง Fe_2O_3 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 400°C หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

TUBE VOLTAGE : 20 KV
TUBE CURRENT : 0.01 mA
ATMOSPHERE : AIR

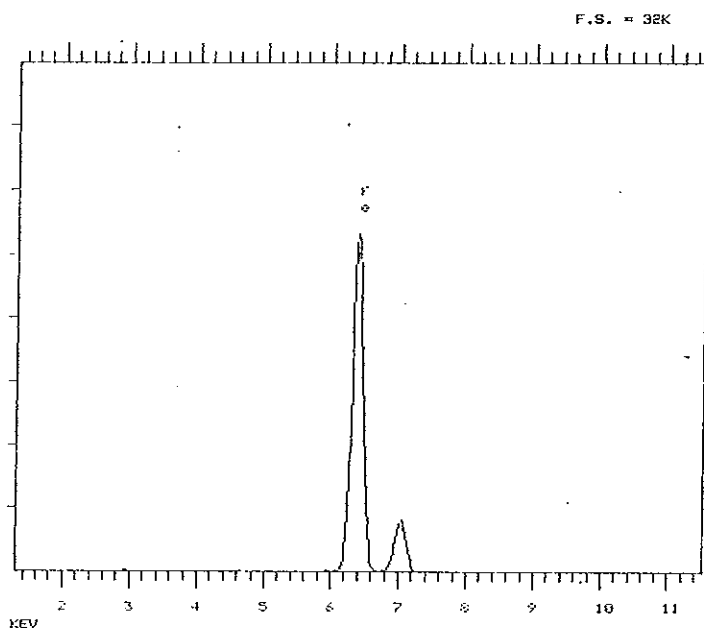
FILTER USED : NiO FILTER
LIVETIME : 30 SEC



ภาพประกอบ 32 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพผลิตภัณฑ์ Fe_2O_3 ที่สังเคราะห์จากผง Fe_2O_3 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 500°C หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

TUBE VOLTAGE : 20 KV
TUBE CURRENT : 0.01 mA
ATMOSPHERE : AIR

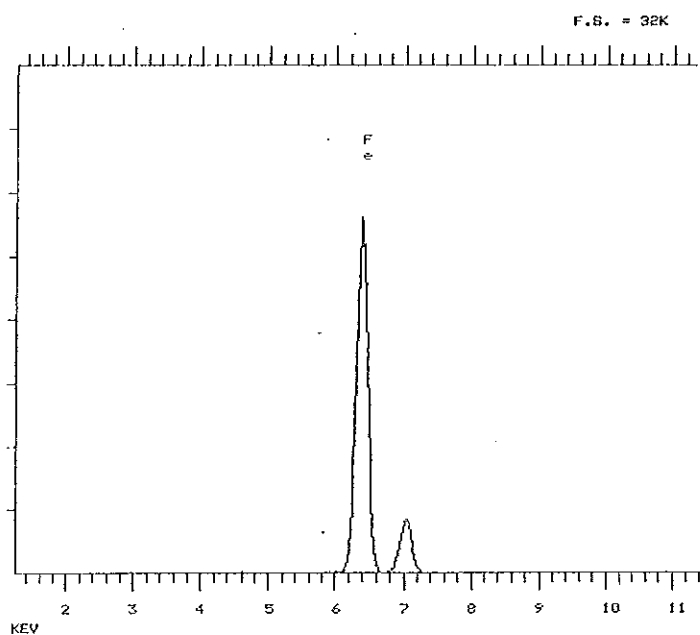
FILTER USED : NO FILTER
LIVETIME : 30 SEC



ภาพประกอบ 33 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพผลิตภัณฑ์ Fe_2O_3 ที่สังเคราะห์จากผง Fe_2O_3 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 600°C หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

TUBE VOLTAGE : 20 KV
TUBE CURRENT : 0.01 mA
ATMOSPHERE : AIR

FILTER USED : NO FILTER
LIVETIME : 30 SEC



ภาพประกอบ 34 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพผลิตภัณฑ์ Fe_2O_3 ที่สังเคราะห์จากผง Fe_2O_3 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 700°C หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

จากภาพประกอบดังกล่าว จะเห็นว่าที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C พบธาตุที่เจือปนในสารตั้งต้นที่เหลือน้อยลงเรื่อยๆ กัน คือ Cl ส่วนผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ไม่มีสารเจือปน

2.5 ผลการเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของ Fe เพื่อใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณ Fe ในผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

เม็ดสารมาตรฐานของ Fe ที่เตรียมได้มีความแข็งแรงพอ ไม่แตกหักให้ความสะดวกในการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDXRF ผลการทดลองดังแสดงในตาราง 32 และ 33

ตาราง 32 แสดงความเข้มข้นของ Fe ในเม็ดสารมาตรฐาน

เม็ดสารมาตรฐาน	ความเข้มข้นของ Fe (%)
Starch	0
STD Fe1	1.704
STD Fe2	3.053
STD Fe3	6.395
STD Fe4	8.187
STD Fe5	11.089
STD Fe6	13.993
STD Fe7	17.088

ตาราง 33 แสดงความเข้มข้นของ Fe และความเข้มของพีค Fe ในเม็ดสารมาตรฐานของ Fe

เม็ดสารมาตรฐาน	ความเข้มข้นของ Fe (%)	ความเข้มของพีค Fe (Count) ที่จุด 3 จุดห่างกัน 90 องศา		
		1	2	3
Starch	0	5.400	1.800	2.700
STD Fe1	1.704	1020.3	1009.7	1016.3
STD Fe2	3.053	1600.2	1602.7	1631.3
STD Fe3	6.395	2380.0	2356.9	2369.3
STD Fe4	8.187	2733.1	2740.8	2745.0
STD Fe5	11.089	3192.9	3197.4	3201.1
STD Fe6	13.993	3536.6	3556.7	3542.4
STD Fe7	17.088	3824.4	3851.9	3813.6

ผลจากการเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของธาตุ Fe จะได้กราฟเส้นตรง ซึ่งมีลักษณะเหมือนภาพประกอบ 23

2.6 ผลการเตรียมเม็ดสารตัวอย่างของ Fe_2O_3 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

สารตัวอย่าง Fe_2O_3 ที่ได้จากการสังเคราะห์ได้เตรียมให้อยู่ในรูปแผ่นกลมประเทพหนาที่สุด และใช้แป้งข้าวโพดบริสุทธิ์ 100 % เป็นสารยึดเหนี่ยวโดยการผสมลงไปในสารตัวอย่าง ทำให้เม็ดสารไม่แตกร้าว ผิวเฉียบ และสะดวกต่อการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDXRF ผลการเตรียมเม็ดสารตัวอย่างของ Fe_2O_3 ดังแสดงในตารางต่อไปนี้

ตาราง 34 แสดงน้ำหนักแห้ง Fe_2O_3 และเม็ดสารตัวอย่างของ Fe_2O_3 ที่ได้จากการสังเคราะห์ ด้วยวิธีคลอริเนชันที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

อุณหภูมิ ที่ทำปฏิกิริยา (°C)	ครั้งที่	น้ำหนัก แห้ง(g)	น้ำหนัก Fe_2O_3 (g)	น้ำหนัก รวม (g)	น้ำหนัก เม็ดสาร (g)	ความเข้มข้น ของ Fe_2O_3 ใน เม็ดสาร (%)
350	1	5.0612	0.8922	5.9534	4.0360	14.99
	2	5.0384	0.8684	5.9068	4.0716	14.70
	3	5.0404	0.8532	5.8936	4.0542	14.48
	4	5.0436	0.6984	5.7420	4.0232	12.16
400	1	5.0648	0.9570	6.0218	4.0875	15.89
	2	5.1004	1.1247	6.2251	4.0313	18.67
	3	5.0970	0.8944	5.9914	4.0818	14.93
	4	5.0101	1.0166	6.0267	4.0848	16.87
500	1	5.0765	1.3304	6.4069	4.0818	20.76
	2	5.1012	1.1887	6.2899	4.0192	18.90
	3	5.0106	1.1649	6.1755	4.0454	18.86
	4	5.0752	1.1937	6.2689	4.0192	19.04
600	1	5.0957	0.8371	5.9328	4.0501	14.11
	2	5.0670	1.1343	6.2013	4.0546	22.70
	3	5.0110	0.9961	6.0071	4.0609	16.58
	4	5.0219	1.1329	6.1548	4.0111	18.41
700	1	5.0542	1.3830	6.4372	4.0156	21.48
	2	5.0771	1.3329	6.4100	4.0546	20.79
	3	5.0670	1.1343	6.2013	4.0531	22.70
	4	5.1180	1.4901	6.6081	4.0445	22.55

2.7 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณ Fe ในผลิตภัณฑ์ Fe_2O_3 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350, 400, 500, 600, และ 700 °C

ผลการวิเคราะห์ดังตารางต่อไปนี้

ตาราง 35 แสดงความเข้มข้นของ Fe ในผลิตภัณฑ์ Fe_2O_3 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350, 400, 500, 600, และ 700 °C

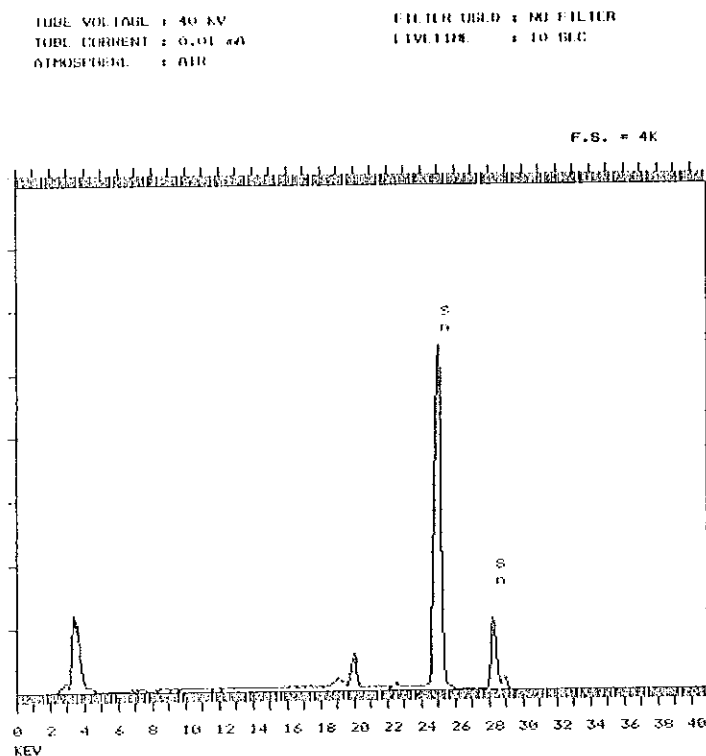
ชื่อผลิตภัณฑ์	น้ำหนักผลิตภัณฑ์ $Fe_2O_3(g)$	ร้อยละของผลิตภัณฑ์โดย น้ำหนัก(%)	ความเข้มข้นของ Fe (%)
PF-351	0.8922	59.30	56.64
PF-352	0.8684	56.44	52.46
PF-353	0.8532	56.44	48.76
PF-354	0.6984	45.62	54.34
$\bar{X} \pm s.d.$	0.8281 ± 0.088	54.46 ± 6.04	53.05 ± 3.33
PF-401	0.9570	74.75	45.32
PF-402	1.1247	52.19	57.22
PF-403	0.8944	66.75	47.75
PF-404	1.0166	85.84	45.60
$\bar{X} \pm s.d.$	0.9982 ± 0.098	63.94 ± 9.42	48.97 ± 5.60
PF-501	1.3304	85.84	52.28
PF-502	1.1887	77.52	56.98
PF-503	1.1649	75.09	45.39
PF-504	1.1937	78.00	44.96
$\bar{X} \pm s.d.$	1.2194 ± 0.076	79.11 ± 4.66	49.90 ± 5.79
PF-602	0.8371	55.36	45.79
PF-603	1.4804	95.96	54.97
PF-604	0.9961	64.64	59.49
PF-605	1.1329	75.16	55.70
$\bar{X} \pm s.d.$	1.1116 ± 0.2740	72.78 ± 17.44	53.99 ± 6.81
PF-701	1.3830	87.82	35.55
PF-703	1.3329	87.51	47.55
PF-704	1.1343	73.84	54.97
PF-705	1.4901	97.18	74.56
$\bar{X} \pm s.d.$	1.3826 ± 0.1490	86.59 ± 9.61	58.24 ± 11.50

จากตาราง 35 จะเห็นว่าปริมาณ Fe ใน Fe_2O_3 ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีคลอริเนชัน ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C จำนวน 4 ครั้ง ได้ค่าเฉลี่ยเป็น 53.05 , 48.97 , 49.90 , 53.99 , และ 58.24 % ตามลำดับ

3. ผลการสังเคราะห์ SnO_2 จากผง SnO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

3.1 ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผง SnO_2 บริสุทธิ์ ด้วยเครื่อง EDXRF ก่อนนำมาใช้ในการทดลอง

ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผง SnO_2 บริสุทธิ์แสดงในภาพประกอบ 35



ภาพประกอบ 35 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผง SnO_2 บริสุทธิ์ด้วยเครื่อง EDXRF

จากภาพประกอบ 35 พบว่าในผง SnO_2 บริสุทธิ์ไม่มีธาตุอื่นเจือปน แต่ในสารรีดิวซ์คือผงคาร์บอนกัมมันต์มีธาตุที่เป็นสารเจือปนคือ Ca, Mn และ Fe ซึ่งถ้ามีปริมาณมากก็จะเป็นปัญหาในการสังเคราะห์ SnO_2 แต่ในที่นี้ถือว่าธาตุเหล่านี้มีปริมาณน้อยมาก

3.2 ผลการเตรียมสารตัวอย่างของ SnO_2 บริสุทธิ์เพื่อทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน

ในการทำปฏิกิริยาคลอรีนชัน สารตั้งต้นจำเป็นต้องเตรียมให้อยู่ในรูปของผลมเนื้อเดียวที่พร้อมจะทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีนได้อย่างสมบูรณ์ ซึ่งต้องผสมสารรีดิวซ์ ในที่นี้ใช้ผงคาร์บอนกัมมันต์เพื่อตรึงออกซิเจนออกจาก SnO_2 ในขณะที่ถูกเผาให้ร้อนแดงตลอดทั่วคอร์ซต์ สำหรับส่วนผลมระหว่าง SnO_2 กับผงคาร์บอน จะได้ของผลมสีดำ ดังตารางต่อไปนี้

ตาราง 36 แสดงน้ำหนักของส่วนผสมของ SnO₂ และผงคาร์บอนกัมมันต์

ลำดับ ที่	น้ำหนัก ส่วนผสม (g)	องค์ประกอบในการผสม	
		น้ำหนัก SnO ₂ (g)	น้ำหนักผงคาร์บอนกัมมันต์ (g)
1	2.0259	1.5194	0.5065
2	2.0134	1.5100	0.5034
3	2.0055	1.5041	0.5014
4	2.0185	1.5139	0.5046
5	2.0325	1.5244	0.5081
6	2.0157	1.5118	0.5039
7	2.0262	1.5196	0.5066
8	2.0051	1.5038	0.5013
9	2.0304	1.5228	0.5076
10	2.0155	1.5116	0.5039
11	2.0099	1.5074	0.5025
12	2.0077	1.5058	0.5019
13	2.0227	1.5170	0.5057
14	2.0283	1.5213	0.5070
15	2.0192	1.5144	0.5048
16	2.0524	1.5393	0.5131
17	2.0077	1.5058	0.5019
18	2.0341	1.5256	0.5085
19	2.0032	1.5024	0.5008
20	2.0086	1.5064	0.5022

จากตาราง

ส่วนผสมลำดับที่ 1 - 4 ใช้ทำปฏิกิริยากับคลอรีนที่อุณหภูมิ 350 °C

ส่วนผสมลำดับที่ 5 - 8 ใช้ทำปฏิกิริยากับคลอรีนที่อุณหภูมิ 400 °C

ส่วนผสมลำดับที่ 9 - 12 ใช้ทำปฏิกิริยากับคลอรีนที่อุณหภูมิ 500 °C

ส่วนผสมลำดับที่ 13- 16 ใช้ทำปฏิกิริยากับคลอรีนที่อุณหภูมิ 600 °C

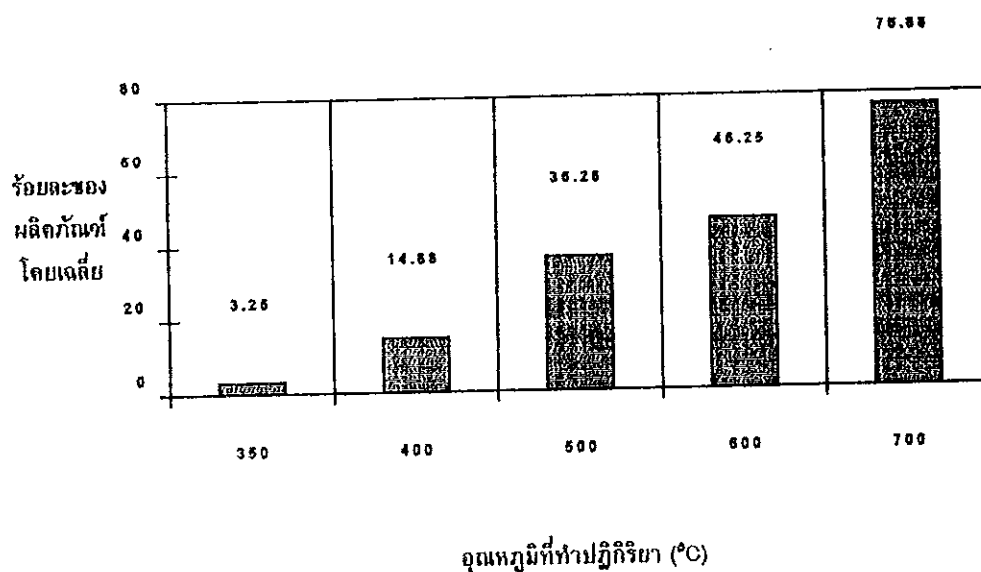
ส่วนผสมลำดับที่ 17- 20 ใช้ทำปฏิกิริยากับคลอรีนที่อุณหภูมิ 700 °C

3.3 ผลการสังเคราะห์ SnO₂ จากผง SnO₂ ปริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700°C

ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์เป็นผงสีขาวแกมเหลือง ไม่ขาวเหมือนผง SnO₂ ที่เป็นสารตั้งต้น ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิต่างกันจะไม่แตกต่างกันทางด้านคุณภาพ แต่แตกต่างกันด้านปริมาณ ส่วนสารตั้งต้นที่เหลือจะมีสีเทาแกมดำ ดังแสดงผลในตาราง 37 และภาพประกอบ 36 ตามลำดับ

ตาราง 37 แสดงผลการสังเคราะห์ SnO₂ จากผง SnO₂ ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

อุณหภูมิ ที่ทำ ปฏิกิริยา (°C)	ลำดับ ที่	น้ำหนักส่วนผสม		น้ำหนัก ผลิตภัณฑ์หลัง การอบ (g)	เวลาที่ใช้ใน การเกิด ปฏิกิริยา (min)	ร้อยละของ ผลิตภัณฑ์ (%)
		สารตั้ง ต้น(g)	สารที่ เหลือ(g)			
350	1	2.0259	1.7296	0.0228	18	1.50
	2	2.0134	1.8877	0.0488	15	3.23
	3	2.0055	1.8819	0.0885	13	5.88
	4	2.0185	1.8705	0.0368	11	2.43
400	5	2.0325	1.5093	0.2596	11	17.03
	6	2.0157	1.3197	0.1759	16	11.64
	7	2.0262	0.9428	0.0766	16	5.04
	8	2.0051	1.3864	0.3882	16	25.81
500	9	2.0304	0.6463	0.3947	20	25.92
	10	2.0155	0.5573	0.6505	23	43.03
	11	2.0099	0.6087	0.4563	24	30.27
	12	2.0077	0.5042	0.6898	19	45.81
600	13	2.0227	0.2613	0.4038	16	26.62
	14	2.0283	0.4655	0.7313	18	47.51
	15	2.0192	0.2339	0.9163	19	60.50
	16	2.0524	0.2598	0.7755	16	50.38
700	17	2.0077	0.1109	1.1780	17	78.23
	18	2.0341	0.1235	1.2247	19	80.28
	19	2.0032	0.0756	1.1793	18	78.49
	20	2.0086	0.0690	1.0624	19	70.52



ภาพประกอบ 36 แสดงกราฟแท่งสรุปการสังเคราะห์ SnO_2 จากผง SnO_2 ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

จากภาพประกอบ 36 จะเห็นว่า ผลิตภัณฑ์ SnO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C ได้ผลิตภัณฑ์เป็นร้อยละโดยเฉลี่ย 3.26 , 14.88 , 36.26 , 46.25 , และ 76.88 ตามลำดับ และผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็นผงสีขาวแกมเหลือง

3.4 ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือ และผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

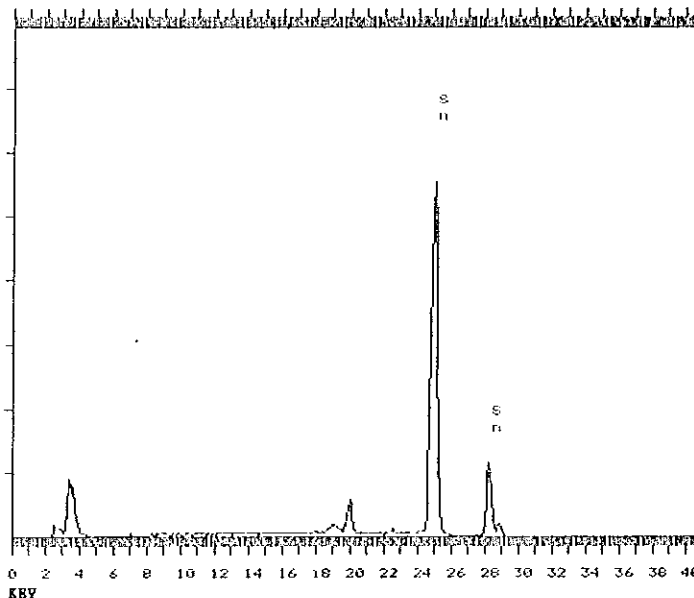
ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือ และผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350, 400, 500, 600 และ 700 °C ดังแสดงในภาพประกอบตามลำดับดังนี้

1. ภาพประกอบ 37 - 41 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์ส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ SnO_2 จากผง SnO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C
2. ภาพประกอบ 42 - 46 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ SnO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350, 400, 500, 600 และ 700 °C หลังจากผ่านกรอบที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

TUBE VOLTAGE : 40 KV
TUBE CURRENT : 0.01 mA
ATMOSPHERE : AIR

FILTER USED : NO FILTER
LIVETIME : 10 SEC

P.S. = 4K

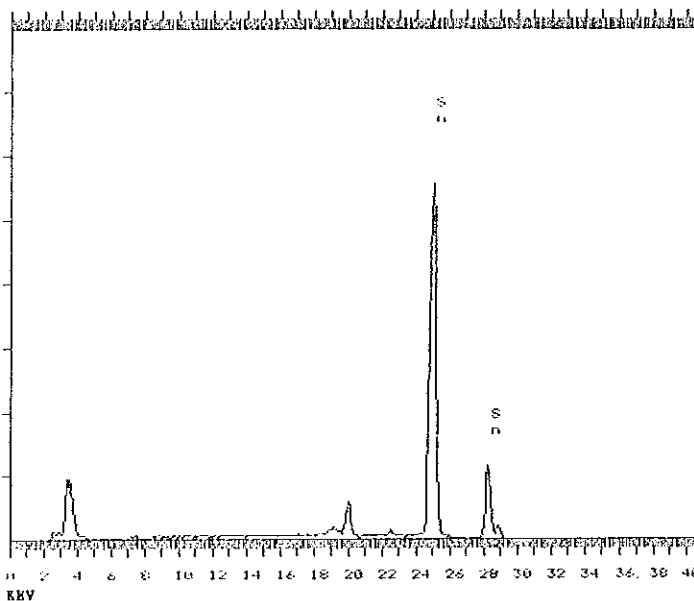


ภาพประกอบ 37 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ SnO_2 จากผง SnO_2 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 350°C

TUBE VOLTAGE : 40 KV
TUBE CURRENT : 0.01 mA
ATMOSPHERE : AIR

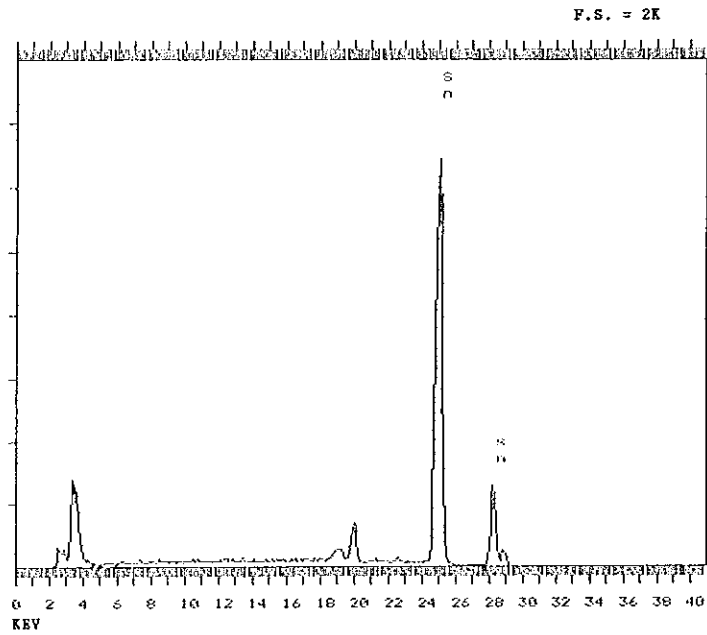
FILTER USED : NO FILTER
LIVETIME : 10 SEC

P.S. = 4K



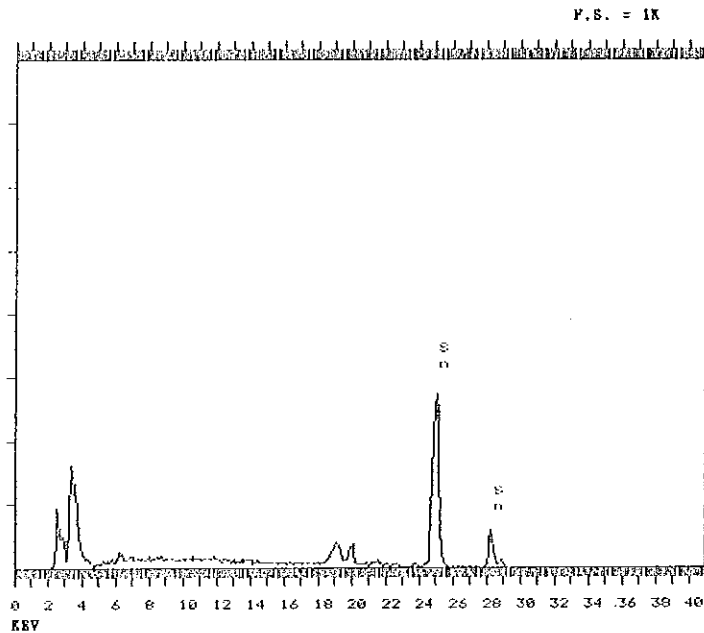
ภาพประกอบ 38 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ SnO_2 จากผง SnO_2 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 400°C

TUBE VOLTAGE : 40 KV FILTER USED : NO FILTER
 TUBE CURRENT : 0.01 mA LIVETIME : 10 SEC
 ATMOSPHERE : AIR



ภาพประกอบ 39 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ SnO₂ จากผง SnO₂ บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 500 °C

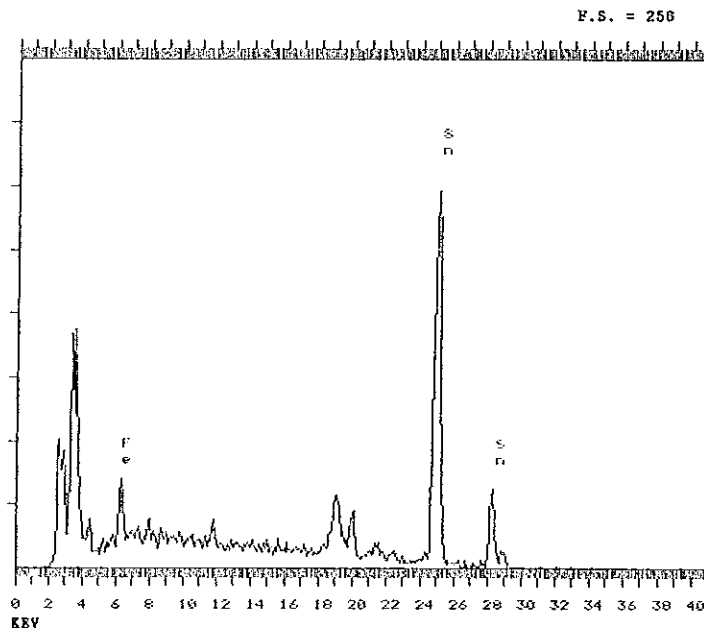
TUBE VOLTAGE : 40 KV FILTER USED : NO FILTER
 TUBE CURRENT : 0.01 mA LIVETIME : 10 SEC
 ATMOSPHERE : AIR



ภาพประกอบ 40 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ SnO₂ จากผง SnO₂ บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 600 °C

TUBE VOLTAGE : 40 KV
TUBE CURRENT : 0.01 mA
ATMOSPHERE : AIR

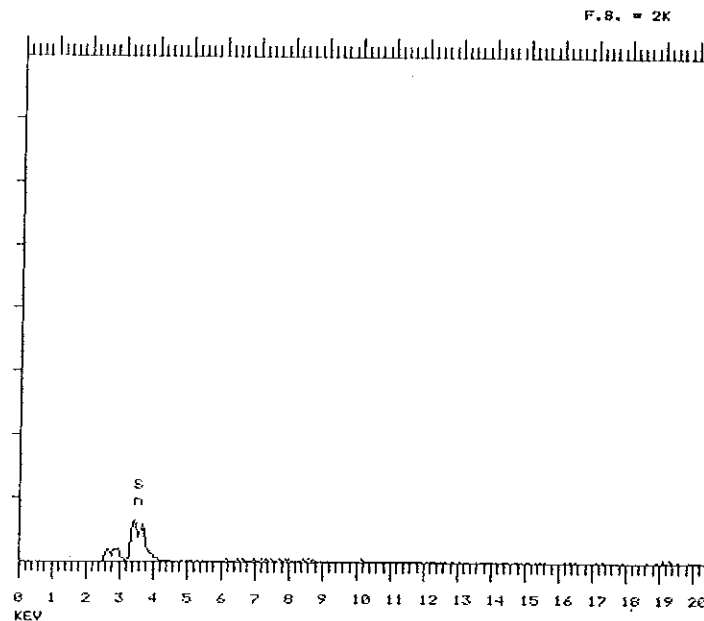
FILTER USED : NO FILTER
LIVETIME : 10 SEC



ภาพประกอบ 41 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ SnO₂ จากผง SnO₂ บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 700 °C

TUBE VOLTAGE : 30 KV
TUBE CURRENT : 0.01 mA
ATMOSPHERE : AIR

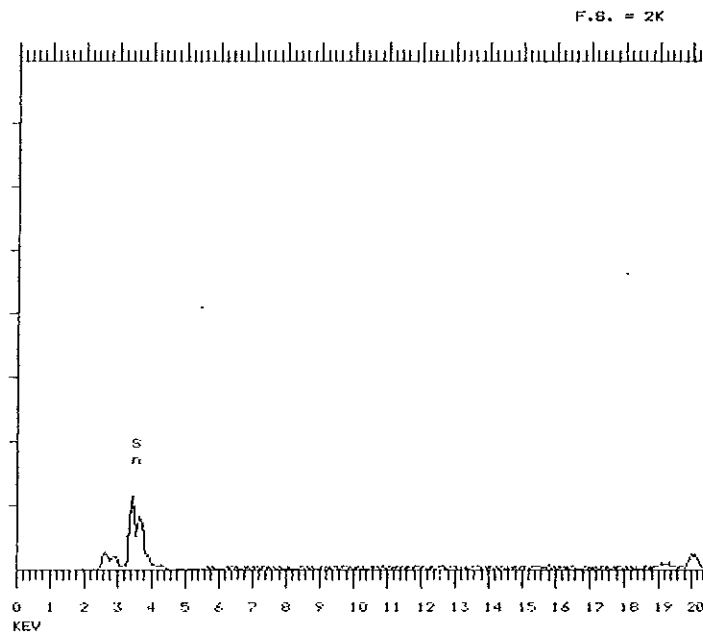
FILTER USED : NO FILTER
LIVETIME : 10 SEC



ภาพประกอบ 42 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพผลิตภัณฑ์ SnO₂ ที่สังเคราะห์จากผง SnO₂ ที่อุณหภูมิ 350 °C หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

TUBE VOLTAGE : 30 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 μ A
 ATMOSPHERE : AIR

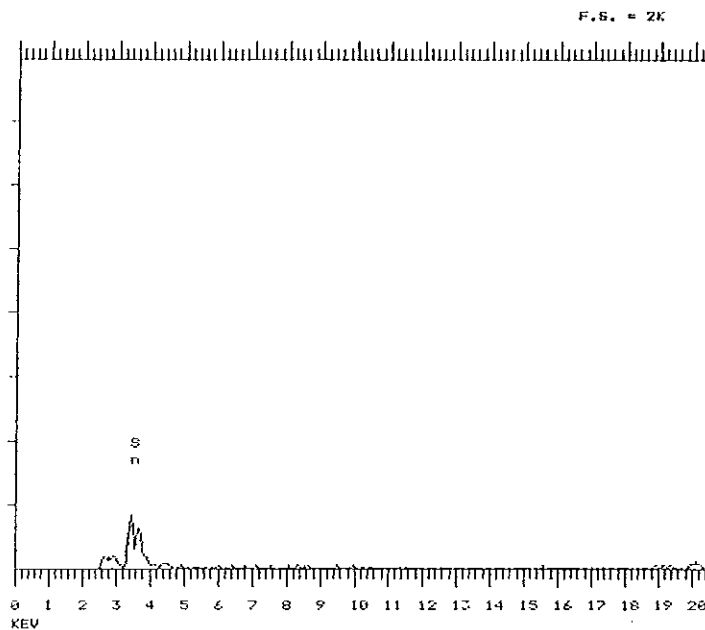
FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 10 SEC



ภาพประกอบ 43 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพผลิตภัณฑ์ SnO₂ ที่สังเคราะห์จากผง SnO₂ ที่อุณหภูมิ 400 °C หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

TUBE VOLTAGE : 30 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 μ A
 ATMOSPHERE : AIR

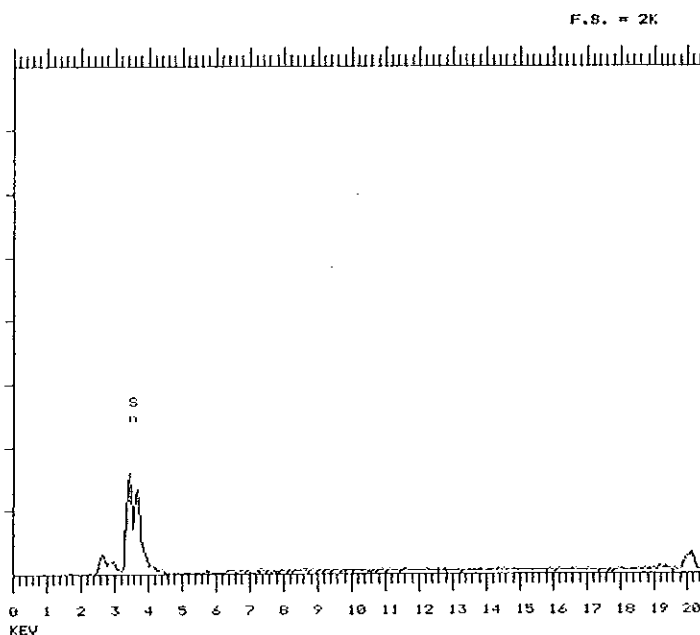
FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 10 SEC



ภาพประกอบ 44 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพผลิตภัณฑ์ SnO₂ ที่สังเคราะห์จากผง SnO₂ ที่อุณหภูมิ 500 °C หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

TUBE VOLTAGE : 30 KV
TUBE CURRENT : 0.01 mA
ATMOSPHERE : AIR

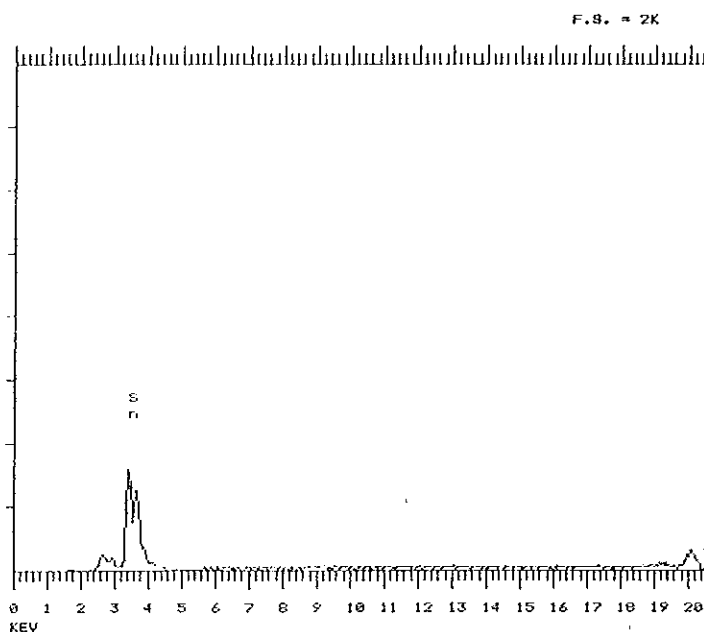
FILTER USED : NO FILTER
LIVETIME : 10 SEC



ภาพประกอบ 45 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพผลิตภัณฑ์ SnO_2 ที่สังเคราะห์จากผง SnO_2 ที่อุณหภูมิ 600°C หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

TUBE VOLTAGE : 30 KV
TUBE CURRENT : 0.01 mA
ATMOSPHERE : AIR

FILTER USED : NO FILTER
LIVETIME : 10 SEC



ภาพประกอบ 46 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพผลิตภัณฑ์ SnO_2 ที่สังเคราะห์จากผง SnO_2 ที่อุณหภูมิ 700°C หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

จากภาพประกอบดังกล่าว จะพบว่าที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C พบธาตุที่เจือปนในสารตั้งต้นที่เหลือเหมือนกัน คือ Cl ส่วนผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ไม่มีสารเจือปน

3.5 ผลการเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของ Sn เพื่อใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณ Sn ในผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

เม็ดสารมาตรฐานของ Sn ที่เตรียมได้มีความแข็งแรงพอ ไม่แตกร้าวให้ความสะดวกในการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDXRF ผลการทดลองดังแสดงในตาราง 38 และ 39 ตามลำดับ

ตาราง 38 แสดงความเข้มข้นของ Sn ในเม็ดสารมาตรฐาน

เม็ดสารมาตรฐาน	ความเข้มข้นของ Sn (%)
Starch	0
STD Sn1	3.00
STD Sn2	5.84
STD Sn3	8.87
STD Sn4	9.84
STD Sn5	13.31
STD Sn6	15.78

ตาราง 39 แสดงความเข้มข้นของ Sn และความเข้มของพีค Sn ในเม็ดสารมาตรฐานของ Sn

เม็ดสารมาตรฐาน	ความเข้มข้นของ Sn (%)	ความเข้มของพีค Sn (Count) ที่จุด 3 จุดห่างกัน 90 องศา		
		1	2	3
Starch	0	0.700	1.000	4.600
STD Sn1	3.00	629.3	623.9	629.2
STD Sn2	5.84	882.100	877.800	885.900
STD Sn3	8.87	976.500	972.500	977.7
STD Sn4	9.84	1003.60	1001.2	1002.5
STD Sn5	13.31	1072.80	1080.8	1078.4
STD Sn6	15.78	1115.00	1115.0	1104.9

ผลจากการเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของธาตุ Sn จะได้กราฟเส้นตรง ซึ่งมีลักษณะเหมือนภาพประกอบ 23

3.6 ผลการเตรียมเม็ดสารตัวอย่างของ SnO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

สารตัวอย่าง SnO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ได้เตรียมให้อยู่ในรูปแผ่นกลมประเภทหนาที่สุด และใช้แบ่งข่าวโพดบริสุทธิ์ 100 % เป็นสารยึดเหนี่ยวโดยการผสมลงไปนในสารตัวอย่าง ทำให้เม็ดสารไม่แตกร้าว ผิวเรียบ และสะดวกต่อการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDXRF ผลการเตรียมเม็ดสารตัวอย่างของ SnO_2 ดังแสดงในตารางต่อไปนี้

ตาราง 40 แสดงน้ำหนักแป้ง SnO₂ และเม็ดยอดตัวอย่างของ SnO₂ ที่ได้จากการสังเคราะห์ ด้วยวิธีคลอไรด์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

อุณหภูมิที่ทำ ปฏิกิริยา (°C)	ครั้งที่	น้ำหนัก แป้ง(g)	น้ำหนัก SnO ₂ (g)	น้ำหนัก รวม (g)	น้ำหนัก เม็ดยอด (g)	ความเข้มข้นของ ของSnO ₂ ในเม็ดยอด สาร (%)
350	1	5.0063	0.0228	5.0291	4.0472	0.45
	2	5.0430	0.0488	5.0918	4.0459	0.96
	3	5.0446	0.0885	5.1331	4.0413	1.72
	4	5.0420	0.0368	5.0788	4.0277	0.72
400	1	5.0587	0.2596	5.3183	4.0258	4.88
	2	5.0272	0.1759	5.2031	4.0437	3.38
	3	5.0982	0.0766	5.1748	4.0234	1.48
	4	5.0368	0.3882	5.4250	4.0412	7.16
500	1	5.0196	0.3947	5.4143	4.0818	7.29
	2	5.0432	0.6505	5.6937	4.0192	11.42
	3	5.0368	0.4563	5.4931	4.0454	8.31
	4	5.0507	0.6898	5.7405	4.0192	12.00
600	1	5.0662	0.4038	5.4700	4.0069	7.38
	2	5.0496	0.7313	5.7809	4.0336	12.65
	3	5.0234	0.9163	5.9397	4.0327	15.43
	4	5.0280	0.7755	5.8035	4.0226	13.36
700	1	5.0636	1.1780	6.2416	4.0327	7.38
	2	5.0654	1.2247	6.2901	4.0527	12.65
	3	5.0754	1.1793	6.2547	4.0147	15.43
	4	5.0517	1.0624	6.1141	4.0309	13.36

3.7 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณ Sn ในผลิตภัณฑ์ SnO₂ ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

ผลการวิเคราะห์ดังตารางต่อไปนี้

ตาราง 41 แสดงความเข้มข้นของ Sn ในผลิตภัณฑ์ SnO₂ ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

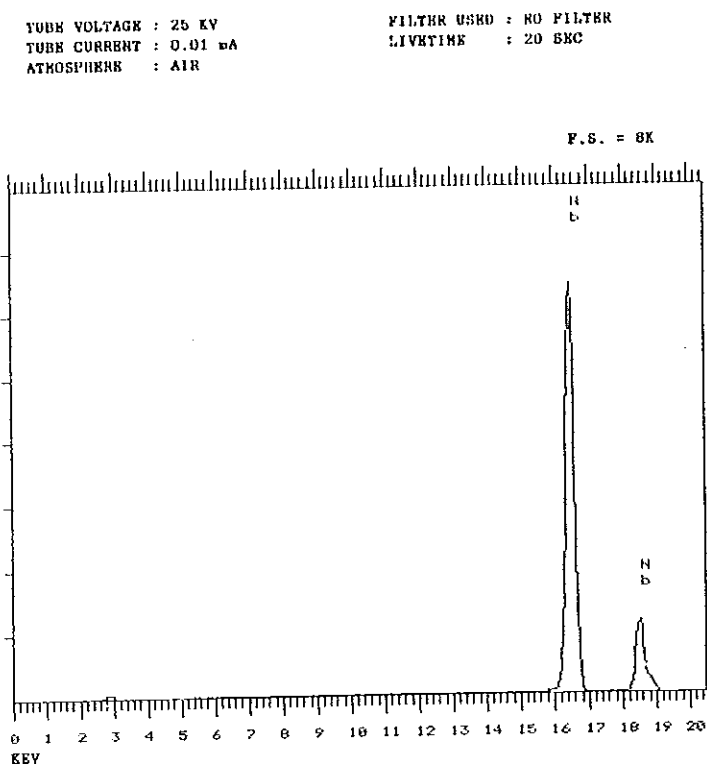
ชื่อผลิตภัณฑ์	น้ำหนักผลิตภัณฑ์ SnO ₂ (g)	ร้อยละของผลิตภัณฑ์โดย น้ำหนัก(%)	ความเข้มข้นของ Sn (%)
PS-351	0.0228	1.50	33.33
PS-352	0.0488	3.23	38.85
PS-353	0.0885	5.88	42.44
PS-354	0.0368	2.43	39.03
$\bar{X} \pm SD.$	0.0492 \pm 1.1282	3.26 \pm 1.88	38.41 \pm 3.77
PS-401	0.2596	17.03	49.82
PS-402	0.1759	11.64	42.72
PS-403	0.0766	5.04	42.57
PS-404	0.3882	25.81	55.68
$\bar{X} \pm SD.$	0.2251 \pm 1.1320	14.88 \pm 8.78	47.70 \pm 6.30
PS-501	0.3947	25.92	57.74
PS-502	0.6505	43.03	84.26
PS-503	0.4563	30.27	64.38
PS-504	0.6898	45.81	79.22
$\bar{X} \pm SD.$	0.5478 \pm 0.1444	36.26 \pm 9.66	71.40 \pm 12.41
PS-601	0.4038	26.62	70.00
PS-602	0.7313	47.51	71.30
PS-603	0.9163	60.50	59.07
PS-604	0.7755	50.38	79.28
$\bar{X} \pm SD.$	0.7067 \pm 0.2168	46.25 \pm 14.22	69.91 \pm 8.31
PS-701	1.1780	78.23	68.47
PS-702	1.2247	80.28	94.68
PS-703	1.1793	78.49	66.15
PS-704	1.0624	70.52	60.72
$\bar{X} \pm SD.$	1.1611 \pm 0.0693	76.88 \pm 4.34	72.50 \pm 15.14

จากตาราง 41 จะเห็นว่าปริมาณ Sn ใน SnO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีคลอริเนชัน ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700°C จำนวน 4 ครั้ง ได้ค่าเฉลี่ยเป็น 38.41 , 47.70 , 71.40 , 69.91 , และ 72.50 % ตามลำดับ

4. ผลการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ Nb จากผง Nb_2O_5 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

4.1 ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผง Nb_2O_5 บริสุทธิ์ ด้วยเครื่อง EDXRF ก่อนนำมาใช้ในการทดลอง

ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผง Nb_2O_5 บริสุทธิ์แสดงในภาพประกอบ 47



ภาพประกอบ 47 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผง Nb_2O_5 บริสุทธิ์ด้วยเครื่อง EDXRF

จากภาพประกอบ 47 พบว่าในผง Nb_2O_5 บริสุทธิ์ไม่มีธาตุอื่นเจือปน แต่ในสารรีดิวซ์คือ ผงคาร์บอนกัมมันต์มีธาตุที่เป็นสารเจือปนคือ Ca , Mn และ Fe ซึ่งถ้ามีปริมาณมากก็จะเป็น ปัญหาในการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ Nb แต่ในที่นี้ธาตุเหล่านี้มีปริมาณน้อยมาก

4.2 ผลการเตรียมสารตัวอย่างของ Nb_2O_5 บริสุทธิ์เพื่อทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน

ในการทำปฏิกิริยาคลอรีนชัน สารตั้งต้นจำเป็นต้องเตรียมให้อยู่ในรูปของผสมเนื้อเดียวที่พร้อมจะทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีนได้อย่างสมบูรณ์ ซึ่งต้องผสมสารรีดิวซ์ ในที่นี้ใช้ผงคาร์บอนกัมมันต์เพื่อดึงออกซิเจนออกจาก Nb_2O_5 ในขณะที่ถูกเผาให้ร้อนแดงหลอดแก้วควอร์ตซ์ สำหรับ ส่วนผสมระหว่าง Nb_2O_5 กับผงคาร์บอน จะได้ของผสมสีดำ ดังตารางต่อไปนี้

ตาราง 42 แสดงน้ำหนักของส่วนผสมของ Nb_2O_5 และผงคาร์บอนกัมมันต์

ลำดับ ที่	น้ำหนักส่วนผสม (g)	องค์ประกอบในการผสม	
		น้ำหนัก Nb_2O_5 (g)	น้ำหนักผงคาร์บอนกัมมันต์ (g)
1	2.0121	1.5091	0.5030
2	2.0230	1.5172	0.5058
3	2.0253	1.5190	0.5063
4	2.0280	1.5210	0.5070
5	2.0076	1.5057	0.5019
6	2.0069	1.5052	0.5017
7	2.0069	1.5052	0.5017
8	2.0039	1.5029	0.5010
9	2.0012	1.5009	0.5003
10	2.0280	1.5210	0.5070
11	2.1591	1.6198	0.5398
12	2.0063	1.5047	0.5016
13	2.0172	1.5129	0.5043
14	2.0118	1.5088	0.5030
15	2.0159	1.5119	0.5040
16	2.0104	1.5078	0.5026
17	2.0197	1.5148	0.5049
18	2.0164	1.5123	0.5041
19	2.0152	1.5114	0.5038
20	2.0187	1.5140	0.5047

จากตาราง

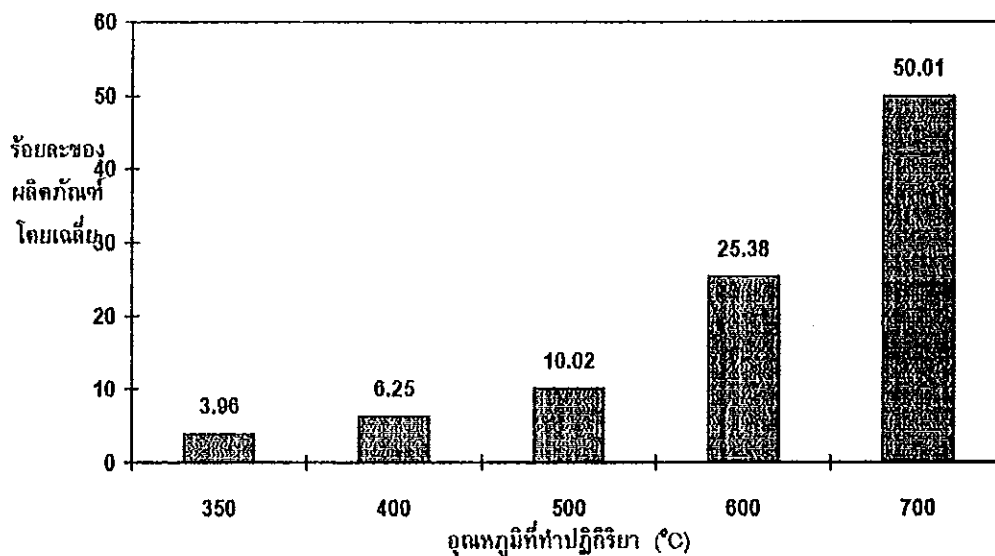
ส่วนผสมลำดับที่ 1 - 4 ใช้ทำปฏิกิริยากับคลอรีนที่อุณหภูมิ 350 °C
 ส่วนผสมลำดับที่ 5 - 8 ใช้ทำปฏิกิริยากับคลอรีนที่อุณหภูมิ 400 °C
 ส่วนผสมลำดับที่ 9 - 12 ใช้ทำปฏิกิริยากับคลอรีนที่อุณหภูมิ 500 °C
 ส่วนผสมลำดับที่ 13- 16 ใช้ทำปฏิกิริยากับคลอรีนที่อุณหภูมิ 600 °C
 ส่วนผสมลำดับที่ 17- 20 ใช้ทำปฏิกิริยากับคลอรีนที่อุณหภูมิ 700 °C

4.3 ผลการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ Nb จากผง Nb_2O_5 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์เป็นผงสีขาวแกมเหลือง ไม่ขาวเหมือนผง Nb_2O_5 ที่เป็นสารตั้งต้น ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิจะไม่แตกต่างทางด้านคุณภาพ แต่แตกต่างทางด้านปริมาณ ส่วนสารตั้งต้นที่เหลือจะมีสีเทาแกมดำ ดังแสดงผลในตาราง 43 และภาพประกอบ 48 ตามลำดับ

ตาราง 43 แสดงผลการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ Nb จากผง Nb_2O_5 ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

อุณหภูมิ ที่ทำ ปฏิกิริยา (°C)	ลำดับ ที่	น้ำหนักส่วนผสม		น้ำหนัก ผลิตภัณฑ์หลัง ผ่านภาชนะ(g)	เวลาที่ใช้ใน การเกิด ปฏิกิริยา (min)	ร้อยละของ ผลิตภัณฑ์ (%)
		สาร ตั้งต้น(g)	สารที่ เหลือ(g)			
350	1	2.0121	1.7987	0.0841	8	5.57
	2	2.0230	1.8622	0.0330	13	2.18
	3	2.0253	1.7821	0.0699	11	4.60
	4	2.0280	1.8439	0.0528	9	3.47
400	5	2.0076	1.6539	0.0960	10	6.38
	6	2.0069	1.7383	0.1009	12	6.70
	7	2.0069	1.6616	0.0927	9	6.16
	8	2.0039	1.6946	0.0866	9	5.76
500	9	2.0012	1.6314	0.1254	7	8.35
	10	2.0280	1.5928	0.1461	5	9.60
	11	2.1591	1.8383	0.1901	9	11.74
	12	2.0063	1.4985	0.1560	6	10.37
600	13	2.0172	0.9777	0.4884	30	32.28
	14	2.0118	1.1385	0.4475	32	29.66
	15	2.0159	1.2656	0.2780	31	18.39
	16	2.0104	1.3414	0.3197	32	21.20
700	17	2.0197	1.1366	0.6892	9	45.50
	18	2.0164	0.9612	0.8243	15	54.51
	19	2.0152	1.2558	0.4849	12	32.08
	20	2.0187	0.7180	1.0290	18	67.96



ภาพประกอบ 48 แสดงกราฟแท่งสรุปการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ Nb จากผง Nb_2O_5 ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

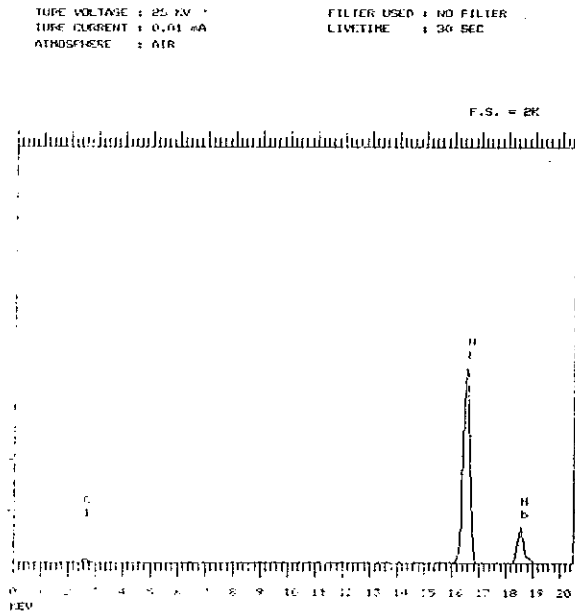
จากภาพประกอบ 48 จะเห็นว่า ผลิตภัณฑ์สารประกอบของ Nb ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C ได้ผลิตภัณฑ์เป็นร้อยละโดยเฉลี่ย 3.96 , 6.25 , 10.02 , 25.38 , และ 50.01 ตามลำดับ และผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็นผงสีขาวแกมเหลือง

4.4 ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือ และผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

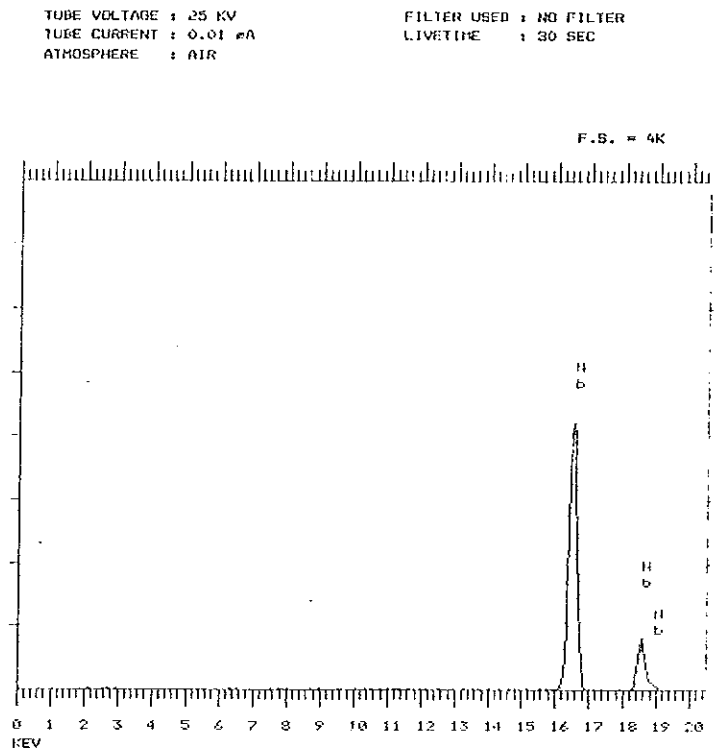
ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือและผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C ดังแสดงในภาพประกอบตามลำดับดังนี้

1. ภาพประกอบ 49 - 53 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์ส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ Nb จากผง Nb_2O_5 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

2. ภาพประกอบ 54 - 58 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ของสารประกอบคลอไรด์ของ Nb ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง



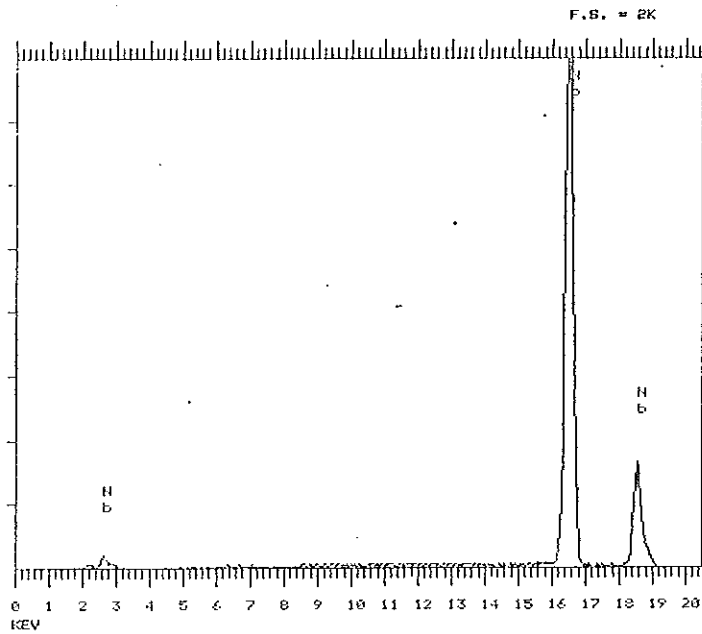
ภาพประกอบ 49 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ Nb จากผง Nb_2O_5 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ $350^\circ C$



ภาพประกอบ 50 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ Nb จากผง Nb_2O_5 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ $400^\circ C$

TUBE VOLTAGE : 25 KV
TUBE CURRENT : 0.01 mA
ATMOSPHERE : AIR

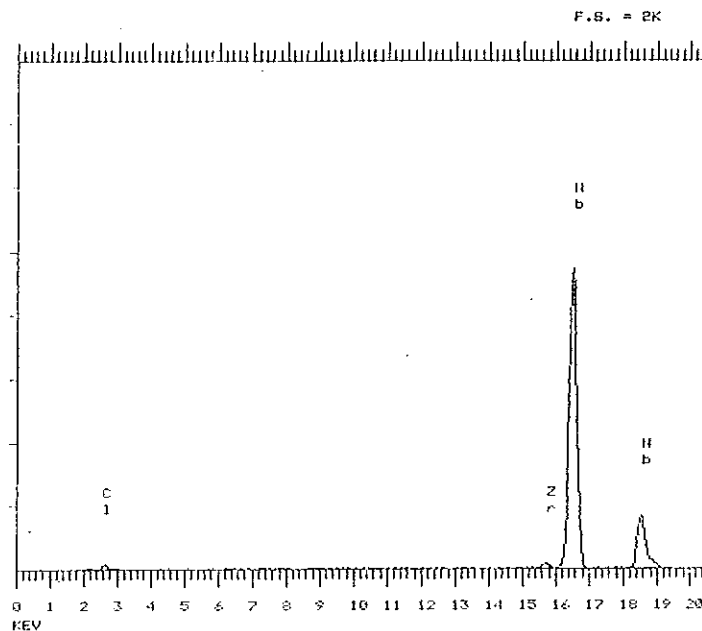
FILTER USED : NO FILTER
LIVETIME : 30 SEC



ภาพประกอบ 51 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ Nb จากผง Nb_2O_5 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ $500^\circ C$

TUBE VOLTAGE : 25 KV
TUBE CURRENT : 0.01 mA
ATMOSPHERE : AIR

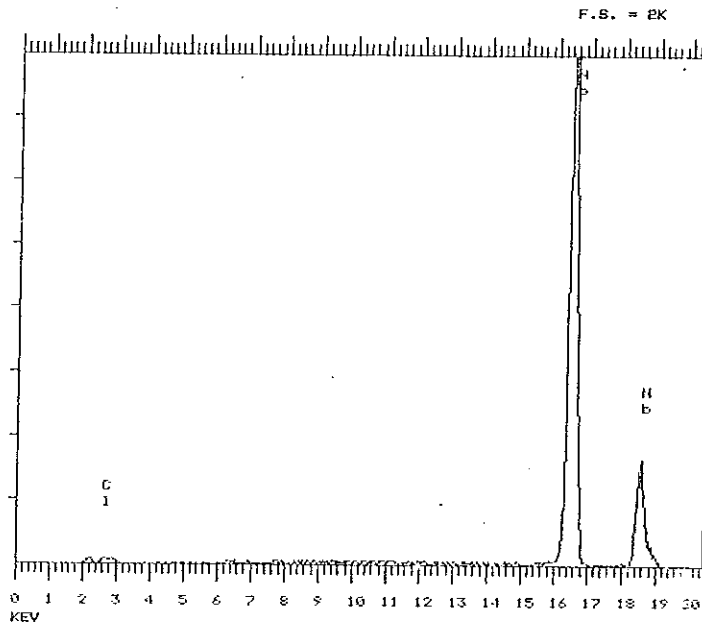
FILTER USED : NO FILTER
LIVETIME : 30 SEC



ภาพประกอบ 52 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ Nb จากผง Nb_2O_5 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ $600^\circ C$

TUBE VOLTAGE : 25 KV
TUBE CURRENT : 0.01 mA
ATMOSPHERE : AIR

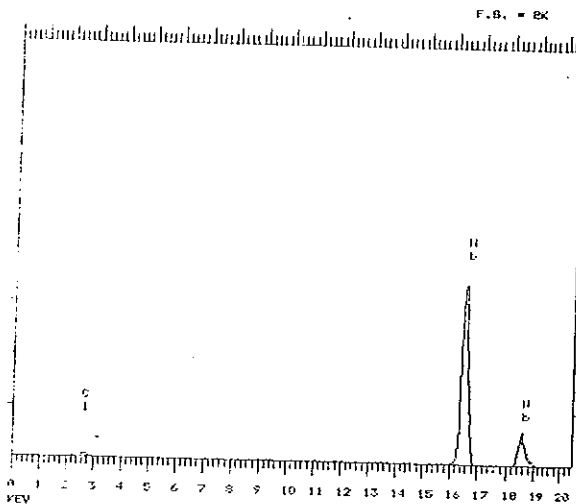
FILTER USED : NO FILTER
LIVETIME : 30 SEC



ภาพประกอบ 53 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ Nb จากผง Nb_2O_5 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ $700^\circ C$

TUBE VOLTAGE : 25 KV
TUBE CURRENT : 0.01 mA
ATMOSPHERE : AIR

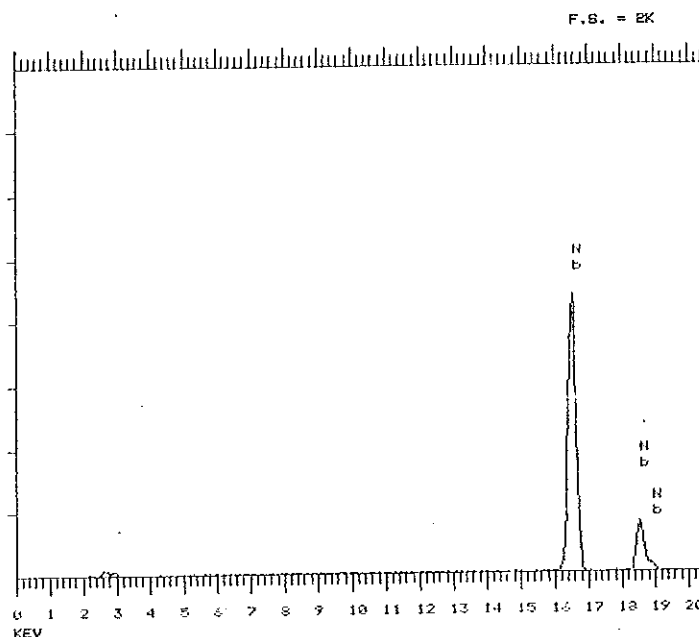
FILTER USED : NO FILTER
LIVETIME : 30 SEC



ภาพประกอบ 54 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผลิตภัณฑ์ของสารประกอบคลอไรด์ของ Nb ที่สังเคราะห์ได้จากผง Nb_2O_5 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $350^\circ C$ หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ $110^\circ C$ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

TUBE VOLTAGE : 25 KV
TUBE CURRENT : 0.01 mA
ATMOSPHERE : AIR

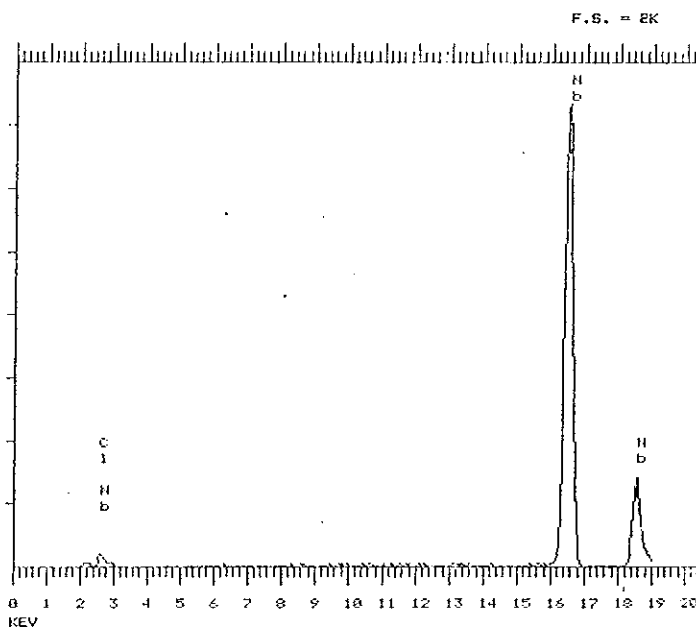
FILTER USED : NO FILTER
LIVETIME : 30 SEC



ภาพประกอบ 55 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผลิตภัณฑ์ของสารประกอบคลอไรด์ของ Nb ที่สังเคราะห์ได้จากผง Nb_2O_6 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $400^\circ C$ หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ $110^\circ C$ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

TUBE VOLTAGE : 25 KV
TUBE CURRENT : 0.01 mA
ATMOSPHERE : AIR

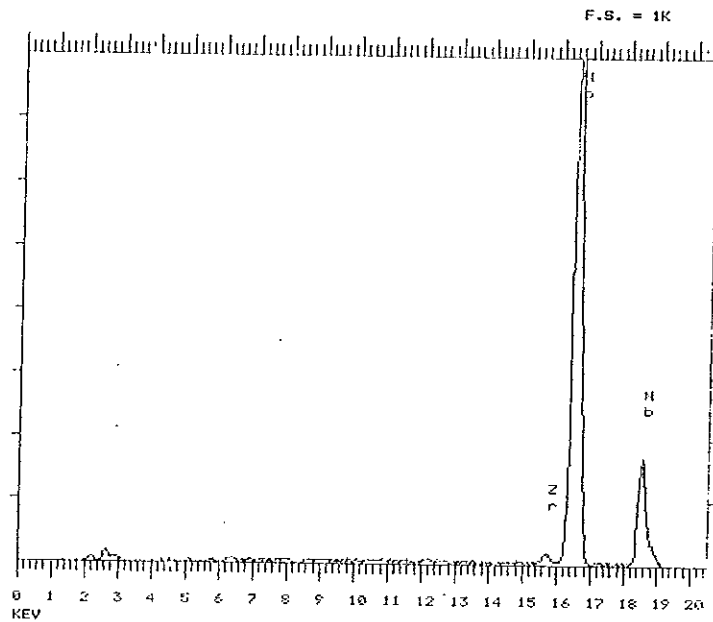
FILTER USED : NO FILTER
LIVETIME : 30 SEC



ภาพประกอบ 56 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผลิตภัณฑ์ของสารประกอบคลอไรด์ของ Nb ที่สังเคราะห์ได้จากผง Nb_2O_6 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $500^\circ C$ หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ $110^\circ C$ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

TUBE VOLTAGE : 25 KV
TUBE CURRENT : 0.01 mA
ATMOSPHERE : AIR

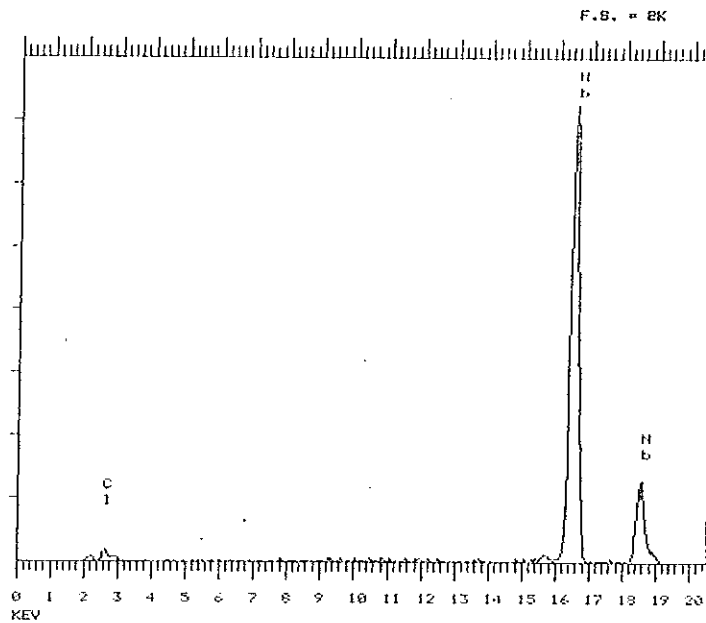
FILTER USED : NO FILTER
LIVETIME : 30 SEC



ภาพประกอบ 57 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผลิตภัณฑ์ของสารประกอบคลอไรด์ของ Nb ที่สังเคราะห์ได้จากผง Nb_2O_5 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $600^\circ C$ หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ $110^\circ C$ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

TUBE VOLTAGE : 25 KV
TUBE CURRENT : 0.01 mA
ATMOSPHERE : AIR

FILTER USED : NO FILTER
LIVETIME : 30 SEC



ภาพประกอบ 58 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผลิตภัณฑ์ของสารประกอบคลอไรด์ของ Nb ที่สังเคราะห์ได้จากผง Nb_2O_5 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $700^\circ C$ หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ $110^\circ C$ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

จากภาพประกอบดังกล่าว จะเห็นว่าที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C พบธาตุที่เจือปนในสารตั้งต้นที่เหลือเหมือนกัน คือ Cl ส่วนผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ไม่มีสารเจือปน

4.5 ผลการเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของ Nb เพื่อใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณ Nb ในผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

เม็ดสารมาตรฐานของ Nb ที่เตรียมได้มีความแข็งแรงพอ ไม่แตกร้าวให้ความสะดวกในการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDXRF ผลการทดลองดังแสดงในตาราง 44 และ 45 ตามลำดับ

ตาราง 44 แสดงความเข้มข้นของ Nb ในเม็ดสารมาตรฐาน

เม็ดสารมาตรฐาน	ความเข้มข้นของ Nb (%)
Starch	0
STD Nb1	3.00
STD Nb2	5.84
STD Nb3	8.87
STD Nb4	9.84
STD Nb5	13.31
STD Nb6	15.78

ตาราง 45 แสดงความเข้มข้นของ Nb และความเข้มของพีค Nb ในเม็ดสารมาตรฐานของ Nb

เม็ดสารมาตรฐาน	ความเข้มข้นของ Nb (%)	ความเข้มของพีค Nb (Count) ที่จุด 3 จุดห่างกัน 90 องศา		
		1	2	3
Starch	0	6.5250	-1.0750	3.1500
STD Nb1	3.00	20.800	22.800	19.700
STD Nb2	5.84	128.225	125.850	132.350
STD Nb3	8.87	187.050	193.250	187.750
STD Nb4	9.84	233.775	231.800	235.721
STD Nb5	13.31	242.025	242.825	244.100
STD Nb6	15.78	261.750	264.925	264.175

จากตาราง 44 และ 45 จะได้ภาพมาตรฐานของ Nb ซึ่งเป็นเส้นตรงมีลักษณะเช่นเดียวกับภาพประกอบ 23

4.6 ผลการเตรียมเม็ดสารตัวอย่างของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

สารตัวอย่างของสารประกอบคลอไรด์ของ Nb ที่ได้จากการสังเคราะห์ได้เตรียมให้อยู่ในรูปแผ่นกลมประเภทหนาที่สุด และใช้แป้งข้าวโพดบริสุทธิ์ 100 % เป็นสารยึดเหนี่ยวโดยการผสมลงไปนในสารตัวอย่าง ทำให้เม็ดสารไม่แตกร้าว ผิวเรียบ และสะดวกต่อการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDXRF ผลการเตรียมเม็ดสารตัวอย่างของสารประกอบคลอไรด์ของ Nb ดังแสดงในตารางต่อไปนี้

ตาราง 46 แสดงน้ำหนักแบ่ง ผลติภัณฑ์ของ Nb และเม็ดสารตัวอย่างของ Nb ที่ได้จากการ
สังเคราะห์ด้วยวิธีคลอริเนชันที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

อุณหภูมิที่ ทำปฏิกิริยา (°C)	ครั้งที่	น้ำหนัก แบ่ง(g)	น้ำหนักของ ผลิตภัณฑ์ของ Nb(g)	น้ำหนัก รวม (g)	น้ำหนัก เม็ดสาร (g)	ความเข้มข้น ของNbในเม็ด สาร (%)
350	1	5.1446	0.0841	5.2287	4.0364	1.61
	2	5.1256	0.0330	5.1586	4.0662	0.64
	3	5.1579	0.0699	5.2278	4.0468	1.34
	4	5.0088	0.0528	5.0616	4.0392	1.04
400	1	5.1429	0.0960	5.2389	4.0417	1.83
	2	5.1244	0.1009	5.2253	4.0606	1.93
	3	5.1539	0.0927	5.2466	4.0404	1.77
	4	5.1060	0.0866	5.1926	4.0558	1.67
500	1	5.1016	0.1254	5.2270	4.0845	2.40
	2	5.0980	0.1461	5.2441	4.0331	2.78
	3	5.0852	0.1901	5.2753	4.0390	3.60
	4	5.1258	0.1560	5.2818	4.0153	2.95
600	1	5.0722	0.4884	5.5606	4.0406	8.78
	2	5.0376	0.4476	5.4852	4.0755	8.16
	3	5.0816	0.2780	5.3596	4.0408	6.88
	4	5.0422	0.3197	5.3619	4.0800	5.96
700	1	5.0159	0.6892	5.7051	4.0693	12.08
	2	5.1138	0.8243	5.9381	4.0883	13.88
	3	5.1524	0.4848	5.6372	4.0498	8.60
	4	5.1450	1.0290	6.1740	4.0428	16.67

4.7 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณ Nb ในผลิตภัณฑ์ของสารประกอบคลอไรด์ของ Nb ที่ได้จาก การสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

ผลการวิเคราะห์ดังตารางต่อไปนี้

ตาราง 47 แสดงความเข้มข้นของ Nb ในผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

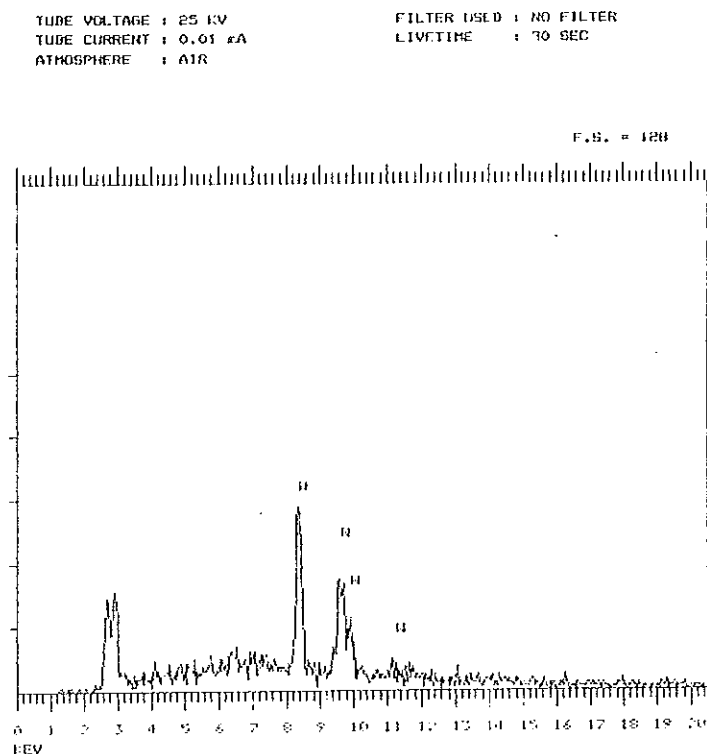
ชื่อเม็ดสาร	น้ำหนัก ผลิตภัณฑ์ (g)	ร้อยละของผลิตภัณฑ์ โดยน้ำหนัก(%)	ความเข้มข้นของ Nb (%)
PNb-351	0.0841	5.57	61.80
PNb-352	0.0330	2.18	69.84
PNb-353	0.0699	4.60	61.42
PNb-354	0.0528	3.47	57.50
$\bar{X} \pm SD$	0.0600 \pm 0.0228	3.96 \pm 1.46	62.64 \pm 5.10
PNb-401	0.0960	6.38	58.74
PNb-402	0.1009	6.70	61.19
PNb-403	0.0927	6.16	57.57
PNb-404	0.0866	5.76	65.03
$\bar{X} \pm SD$	0.0940 \pm 0.0060	6.25 \pm 1.40	60.63 \pm 3.30
PNb-501	0.1254	8.35	63.5
PNb-502	0.1461	9.60	60.94
PNb-503	0.1901	11.74	55.94
PNb-504	0.1560	10.37	61.59
$\bar{X} \pm SD$	0.1544 \pm 0.027	10.02 \pm 1.42	60.49 \pm 3.22
PNb-601	0.4884	32.28	53.52
PNb-602	0.4476	29.66	54.58
PNb-603	0.2780	18.39	41.44
PNb-604	0.3197	21.20	57.16
$\bar{X} \pm SD$	0.3934 \pm 0.1005	25.39 \pm 6.64	51.69 \pm 6.99
PNb-701	0.6892	45.50	50.58
PNb-702	0.8243	54.51	43.13
PNb-703	0.4848	32.08	47.57
PNb-704	1.0290	67.96	42.76
$\bar{X} \pm SD$	0.7568 \pm 0.2289	50.01 \pm 15.10	46.01 \pm 3.76

จากตาราง 47 จะเห็นว่าปริมาณ Nb ในผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีคลอไรด์ในชั้นที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C จำนวน 4 ครั้ง ได้ค่าเฉลี่ยเป็น 62.64 , 60.63 , 60.49 , 51.68 , และ 46.01 % ตามลำดับ

5. ผลการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ W จากผง WO_3 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

5.1 ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผง WO_3 บริสุทธิ์ ด้วยเครื่อง EDXRF ก่อนนำมาใช้ในการทดลอง

ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผง WO_3 บริสุทธิ์แสดงในภาพประกอบ 59



ภาพประกอบ 59 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผง WO_3 บริสุทธิ์ด้วยเครื่อง EDXRF

จากภาพประกอบ 59 พบว่าในผง WO_3 บริสุทธิ์ไม่มีธาตุอื่นเจือปน แต่ในสารรีดิวซ์คือผงคาร์บอนกัมมันต์มีธาตุที่เป็นสารเจือปนคือ Ca , Mn , และ Fe ซึ่งถ้ามีปริมาณมากก็จะเป็นปัญหาในการสังเคราะห์ WO_3 แต่ในที่นี้ถือว่าธาตุเหล่านี้มีปริมาณน้อยมาก

5.2 ผลการเตรียมสารตัวอย่างของ WO_3 บริสุทธิ์เพื่อทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน

ในการทำปฏิกิริยากลอรีนชั้น สารตั้งต้นจำเป็นต้องเตรียมให้อยู่ในรูปของผลมเนื้อเดียวที่พร้อมจะทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีนได้อย่างสมบูรณ์ ซึ่งต้องผสมสารรีดิวซ์ ในที่นี้ใช้ผงคาร์บอนกัมมันต์เพื่อดึงออกซิเจนออกจาก WO_3 ในขณะที่ถูกเผาให้ร้อนแดงตลอดแก้วควอร์ตซ์ สำหรับส่วนผสมระหว่าง WO_3 กับผงคาร์บอน จะได้ของผสมสีดำ ดังตารางต่อไปนี้

ตาราง 48 แสดงน้ำหนักของส่วนผสมของ WO_3 และผงคาร์บอนกัมมันต์

ลำดับ ที่	น้ำหนักส่วน ผสม (g)	องค์ประกอบในการผสม	
		น้ำหนัก WO_3 (g)	น้ำหนักผงคาร์บอนกัมมันต์ (g)
1	2.0481	1.5361	0.5120
2	2.0640	1.5480	0.5160
3	2.0170	1.5128	0.5042
4	2.0382	1.5286	0.5096
5	2.0322	1.5241	0.5081
6	2.0377	1.5283	0.5094
7	2.0502	1.5376	0.5126
8	2.0371	1.5278	0.5093
9	2.0174	1.5131	0.5043
10	2.0602	1.5452	0.5150
11	2.0449	1.5337	0.5112
12	2.0230	1.5172	0.5058
13	2.0265	1.5199	0.5066
14	2.0645	1.5484	0.5161
15	2.0218	1.5164	0.5054
16	2.056	1.5280	0.5280
17	2.0539	1.5404	0.5135
18	2.0228	1.5177	0.5051
19	2.0160	1.5120	0.5040
20	2.0164	1.5123	0.5041

จากตาราง

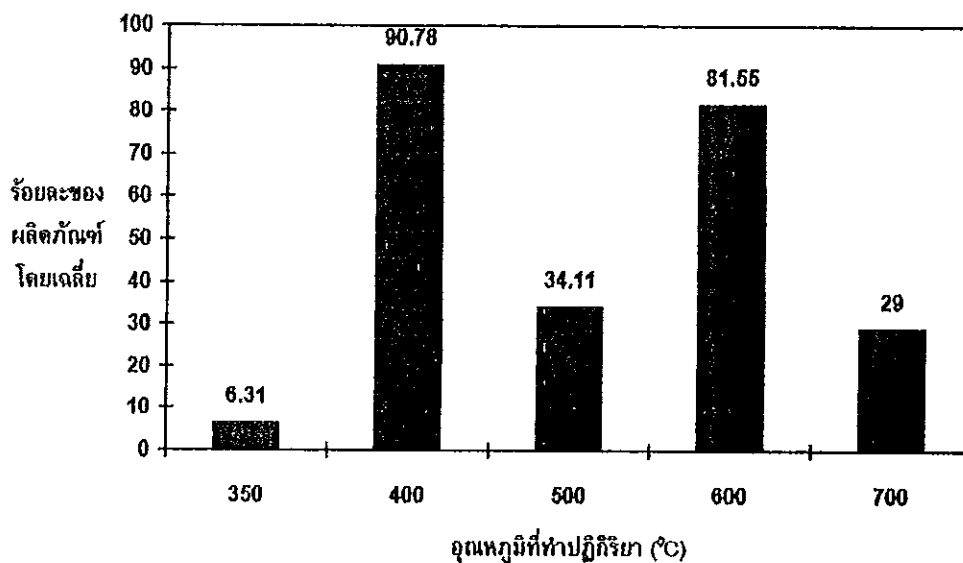
ส่วนผสมลำดับที่ 1 - 4 ใช้ทำปฏิกิริยากับคลอรีนที่อุณหภูมิ 350 °C
 ส่วนผสมลำดับที่ 5 - 8 ใช้ทำปฏิกิริยากับคลอรีนที่อุณหภูมิ 400 °C
 ส่วนผสมลำดับที่ 9 - 12 ใช้ทำปฏิกิริยากับคลอรีนที่อุณหภูมิ 500 °C
 ส่วนผสมลำดับที่ 13- 16 ใช้ทำปฏิกิริยากับคลอรีนที่อุณหภูมิ 600 °C
 ส่วนผสมลำดับที่ 17- 20 ใช้ทำปฏิกิริยากับคลอรีนที่อุณหภูมิ 700 °C

5.3 ผลการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ W จากผง WO_3 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์เป็นผงเหลืองปนเขียวคล้ายสาร WO_3 บริสุทธิ์ที่ใช้เป็นสารตั้งต้น และผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิจะไม่แตกต่างทางด้านคุณภาพ แต่แตกต่างทางด้านปริมาณ ส่วนสารตั้งต้นที่เหลือจะมีสีเทาแกมดำ ดังแสดงผลในตาราง 49 และภาพประกอบ 60 ตามลำดับ

ตาราง 49 แสดงผลการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ W จากผง WO_3 ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

อุณหภูมิที่ ทำ ปฏิกิริยา (°C)	ลำดับ ที่	น้ำหนักส่วนผสม		น้ำหนัก ผลิตภัณฑ์หลัง ผ่านการอบ(g)	เวลาที่ใช้ใน การเกิด ปฏิกิริยา (min)	ร้อยละของ ผลิตภัณฑ์ (%)
		สาร ตั้งต้น (g)	สารที่ เหลือ (g)			
350	1	2.0481	1.7963	0.0848	20	5.52
	2	2.0640	1.8300	0.0916	17	6.92
	3	2.0170	1.7883	0.1005	15	6.64
	4	2.0382	1.1388	0.1094	24	7.16
400	5	2.0322	0.3819	1.3314	23	87.36
	6	2.0377	0.3977	1.3837	39	90.54
	7	2.0502	0.3076	1.1373	20	85.67
	8	2.0371	0.3707	1.5206	27	99.53
500	9	2.0174	1.1155	0.4278	15	28.27
	10	2.0602	0.8344	0.4480	19	28.99
	11	2.0449	0.8995	0.5355	17	34.92
	12	2.0230	0.6211	0.6717	15	44.27
600	13	2.0265	0.4214	1.1515	31	75.76
	14	2.0645	0.4538	1.1558	28	74.64
	15	2.0218	0.3830	1.3249	32	87.37
	16	2.056	0.3382	1.3514	30	88.44
700	17	2.0539	1.0943	0.3941	15	25.58
	18	2.0228	0.9668	0.4501	19	29.65
	19	2.0160	1.0832	0.4592	20	30.37
	20	2.0164	1.0675	0.4597	19	30.40



ภาพประกอบ 60 แสดงกราฟแท่งสรุปการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ W จากผง WO_3 ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

จากภาพประกอบ 60 จะเห็นว่า ผลิตภัณฑ์ของสารประกอบคลอไรด์ของ W ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C ได้ผลิตภัณฑ์เป็นร้อยละโดยเฉลี่ย 6.31 , 90.78 , 34.11 , 81.55 , และ 29.00 ตามลำดับ และผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็นผงสีเหลืองแกมเขียว

5.4 ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือ และผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือและผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C ดังแสดงในภาพประกอบตามลำดับดังนี้

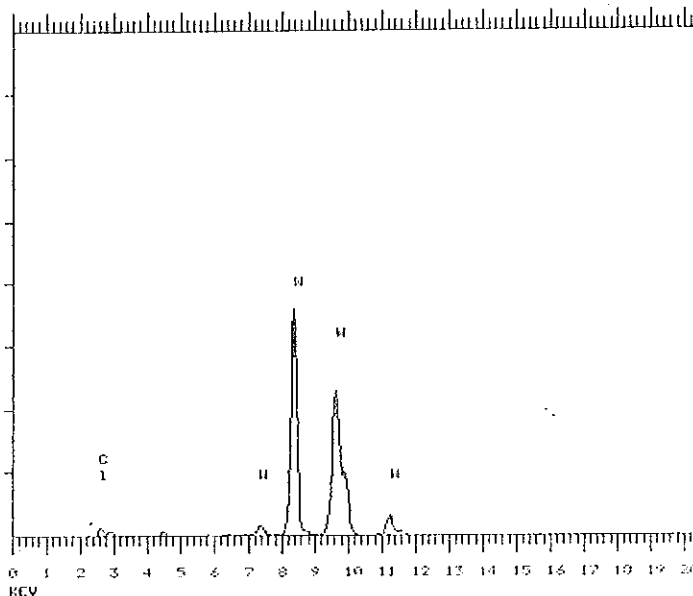
1. ภาพประกอบ 61 - 65 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์ส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ W จากผง WO_3 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

2. ภาพประกอบ 66 - 70 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ของสารประกอบคลอไรด์ของ W ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

TUBE VOLTAGE : 25 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 mA
 ATHOSPHERE : AIR

FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 30 SEC

F.S. = 16K

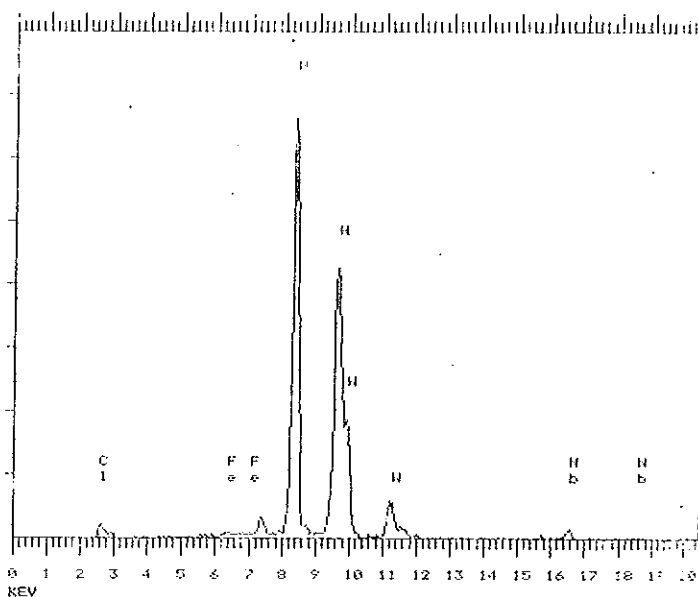


ภาพประกอบ 61 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ W จากผง WO_3 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ $350^\circ C$

TUBE VOLTAGE : 25 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 mA
 ATHOSPHERE : AIR

FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 30 SEC

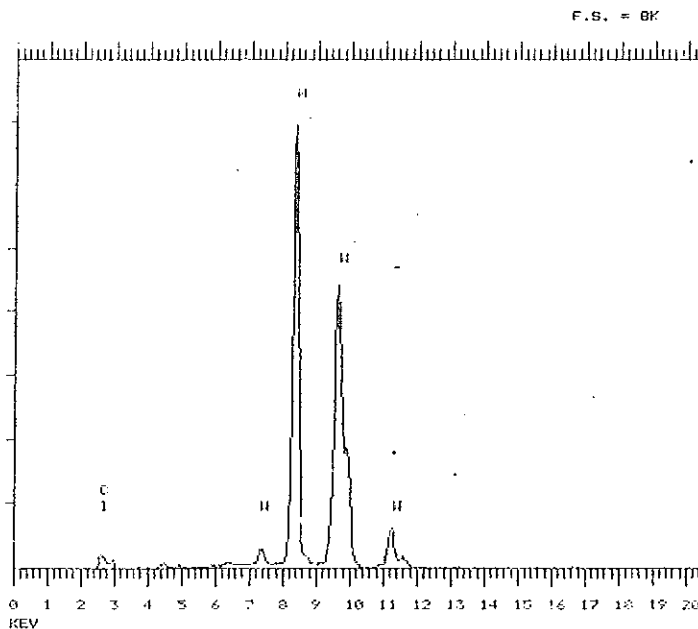
F.S. = 2K



ภาพประกอบ 62 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ W จากผง WO_3 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ $400^\circ C$

TUBE VOLTAGE : 25 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 mA
 ATMOSPHERE : AIR

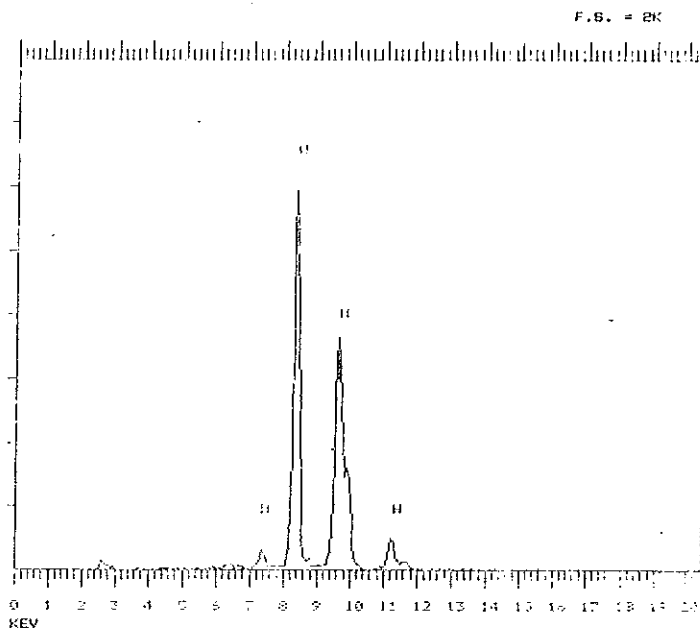
FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 30 SEC



ภาพประกอบ 63 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ W จากผง WO_3 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ $500^\circ C$

TUBE VOLTAGE : 25 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 mA
 ATMOSPHERE : AIR

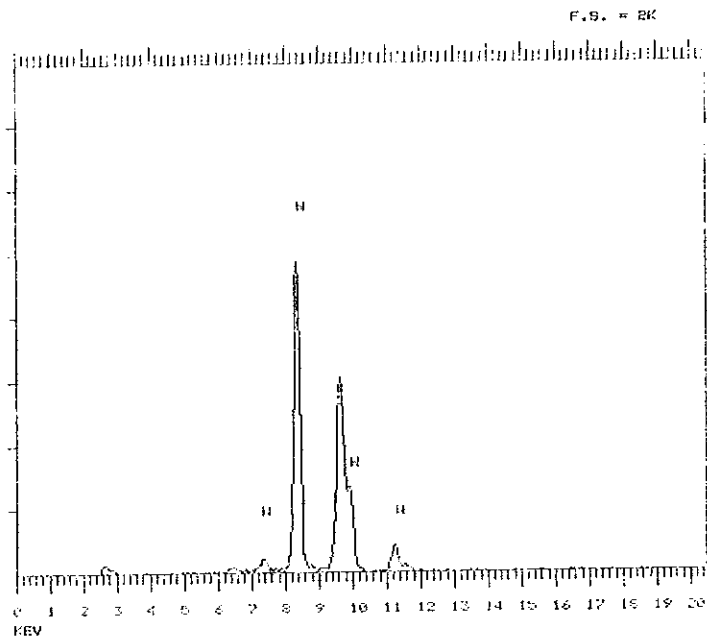
FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 30 SEC



ภาพประกอบ 64 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ W จากผง WO_3 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ $600^\circ C$

TUBE VOLTAGE : 25 KV
TUBE CURRENT : 0.01 mA
ATMOSPHERE : AIR

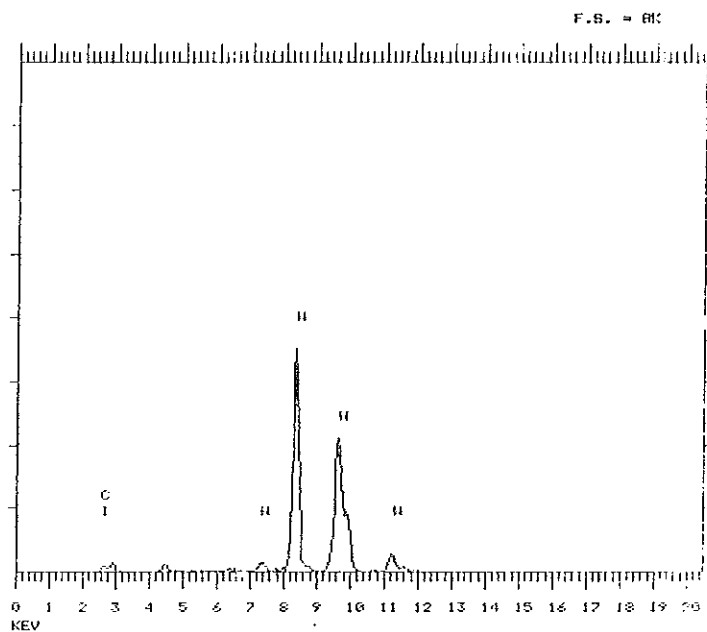
FILTER USED : NO FILTER
LIVETIME : 30 SEC



ภาพประกอบ 65 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ W จากผง WO_3 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ $700^\circ C$

TUBE VOLTAGE : 25 KV
TUBE CURRENT : 0.01 mA
ATMOSPHERE : AIR

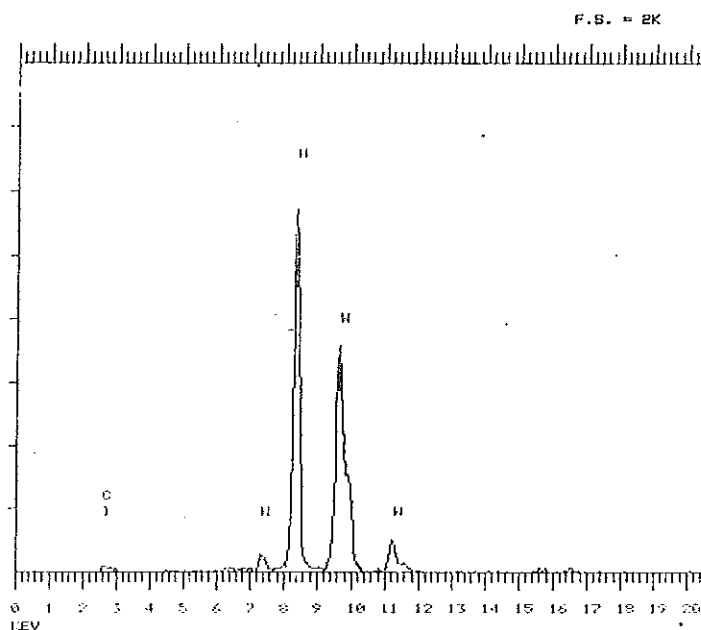
FILTER USED : NO FILTER
LIVETIME : 30 SEC



ภาพประกอบ 66 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพผลิตภัณฑ์ของสารประกอบคลอไรด์ของ W ที่สังเคราะห์จากผง WO_3 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $350^\circ C$ หลังจากผ่านกระบวนการอบที่อุณหภูมิ $110^\circ C$ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

TUBE VOLTAGE : 25 KV
TUBE CURRENT : 0.01 mA
ATMOSPHERE : AIR

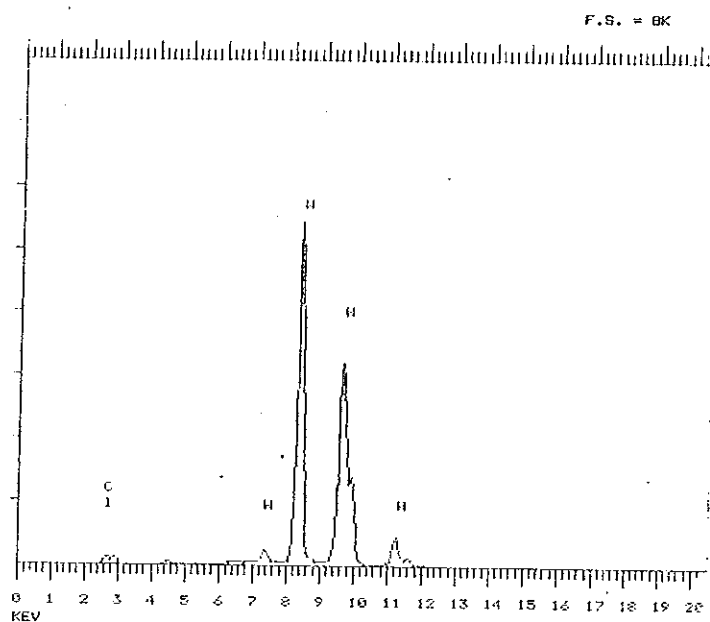
FILTER USED : NO FILTER
LIVETIME : 30 SEC



ภาพประกอบ 67 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพผลิตภัณฑ์ของสารประกอบคลอไรด์ของ W ที่สังเคราะห์จากผง WO_3 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 400°C หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

TUBE VOLTAGE : 25 KV
TUBE CURRENT : 0.01 mA
ATMOSPHERE : AIR

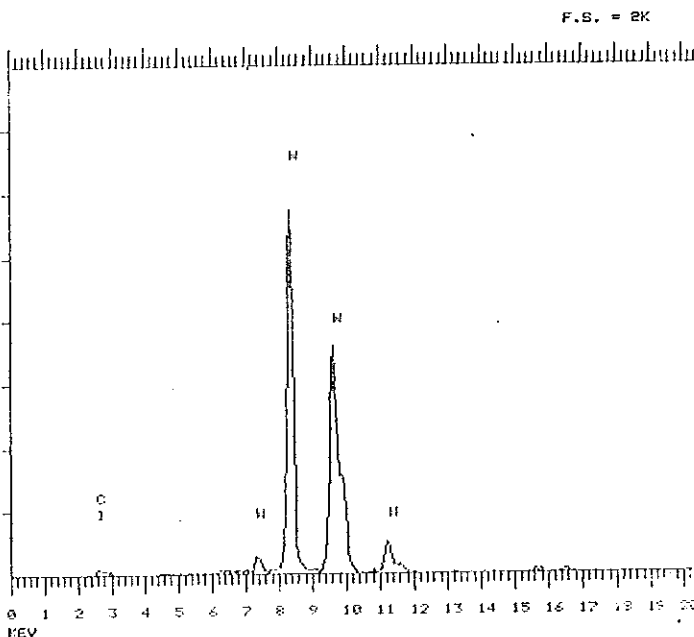
FILTER USED : NO FILTER
LIVETIME : 30 SEC



ภาพประกอบ 68 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพผลิตภัณฑ์ของสารประกอบคลอไรด์ของ W ที่สังเคราะห์จากผง WO_3 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 500°C หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

TUBE VOLTAGE : 25 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 mA
 ATMOSPHERE : AIR

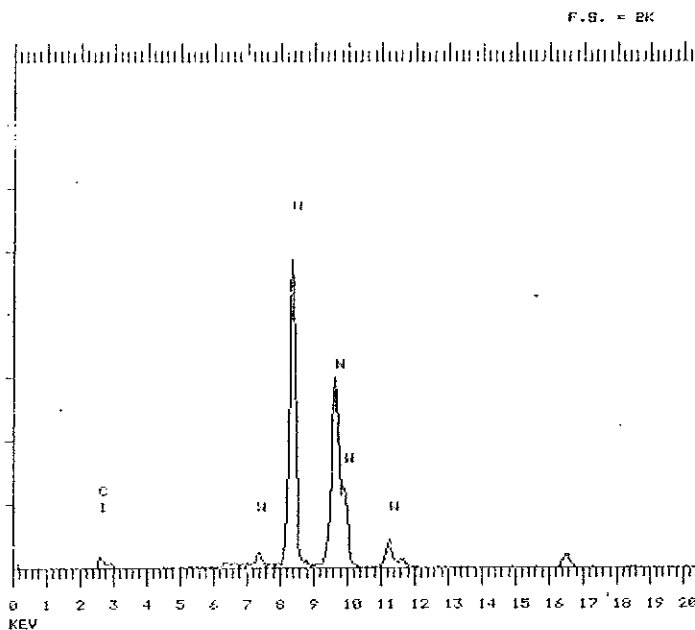
FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 30 SEC



ภาพประกอบ 69 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพผลิตภัณฑ์ของสารประกอบคลอไรด์ของ W ที่สังเคราะห์จากผง WO₃ บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 600 °C หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

TUBE VOLTAGE : 25 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 mA
 ATMOSPHERE : AIR

FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 30 SEC



ภาพประกอบ 70 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพผลิตภัณฑ์ของสารประกอบคลอไรด์ของ W ที่สังเคราะห์จากผง WO₃ บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 700 °C หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

จากภาพประกอบเหล่านี้ จะเห็นว่าที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C พบธาตุที่เจือปนในสารตั้งต้นที่เหลือเหมือนกัน คือ Cl ส่วนผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ไม่มีสารเจือปน

5.5 ผลการเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของ W เพื่อใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณ W ในผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

เม็ดสารมาตรฐานของ W ที่เตรียมได้มีความแข็งแรงพอ ไม่แตกร้าวให้ความสะดวกในการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDXRF ผลการทดลองดังแสดงในตาราง 50 และ 51

ตาราง 50 แสดงความเข้มข้นของ W ในเม็ดสารมาตรฐาน

เม็ดสารมาตรฐาน	ความเข้มข้นของ W (%)
Starch	0
STD W1	2.19
STD W2	4.73
STD W3	9.97
STD W4	12.93
STD W5	16.53
STD W6	20.12

ตาราง 51 แสดงความเข้มข้นของ W และความเข้มของพีค W ในเม็ดสารมาตรฐานของ W

เม็ดสารมาตรฐาน	ความเข้มข้นของ W (%)	ความเข้มของพีค W (Count) ที่จุด 3 จุดห่างกัน 90 องศา		
		1	2	3
Starch	0	0	0	0
STD W1	2.19	1497.97	1499.47	1500.38
STD W2	4.73	2463.71	2476.62	2474.47
STD W3	9.97	3660.30	3657.69	3665.41
STD W4	12.93	3847.80	3851.01	3868.41
STD W5	16.53	4156.15	4169.93	4164.15
STD W6	20.12	4320.54	4329.76	4329.63

ผลจากการเตรียมเม็ดสารมาตรฐาน จะได้กราฟมาตรฐานของ W เป็นเส้นตรงที่ได้จากการคำนวณโดยใช้โปรแกรม EDXRF โดยมีลักษณะเหมือนภาพประกอบ 23

5.6 ผลการเตรียมเม็ดสารตัวอย่างของผลิตภัณฑ์สารประกอบคลอไรด์ของ W จากผง WO_3 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

ผลิตภัณฑ์สารประกอบคลอไรด์ของ W ที่ได้จากการสังเคราะห์ได้เตรียมให้อยู่ในรูปแผ่นกลมประเภทหนาที่สุด และใช้แบ่งข้าวโพดบริสุทธิ์ 100 % เป็นสารยึดเหนี่ยวโดยการผสมลงไปนในสารตัวอย่าง ทำให้เม็ดสารไม่แตกร้าว ผิวเรียบ และสะดวกต่อการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDXRF ผลการเตรียมเม็ดสารตัวอย่างของผลิตภัณฑ์สารประกอบคลอไรด์ของ W ดังแสดงในตารางต่อไปนี้

ตาราง 52 แสดงน้ำหนักแห้ง ผลผลิตกัมมันต์ของสารประกอบคลอไรด์ของ W และเม็ดสารตัวอย่าง ตัวอย่างของ WO_3 ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีคลอริเนชันที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

อุณหภูมิที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา (°C)	ครั้งที่	น้ำหนักแห้ง(g)	น้ำหนักผลิตภัณฑ์สารประกอบคลอไรด์ของ W(g)	น้ำหนักรวม (g)	น้ำหนักเม็ดสาร (g)	ความเข้มข้นของ W ในเม็ดสาร (%)
350	1	5.1379	0.0848	5.2227	4.0713	1.62
	2	5.1380	0.0916	5.2296	4.0378	1.75
	3	5.1306	0.1005	5.2311	4.0732	1.92
	4	5.1353	0.1094	5.2447	4.0719	2.08
400	1	5.0331	1.3314	6.3645	4.0733	20.92
	2	5.1372	1.3837	6.5209	4.0266	21.22
	3	5.0876	1.3173	6.4049	4.0603	20.57
	4	5.0823	1.5206	6.6029	4.0718	23.03
500	1	5.0385	0.4278	5.4663	4.0901	7.83
	2	5.0140	0.4480	5.4620	4.0792	8.20
	3	5.0642	0.5355	5.5997	4.0336	9.56
	4	5.1191	0.6717	5.7908	4.0303	11.60
600	1	5.1099	1.1515	6.2614	4.0893	18.39
	2	5.0973	1.1558	6.2531	4.0475	18.48
	3	5.1278	1.3249	6.4527	4.0232	20.53
	4	5.2634	1.3514	6.6148	4.0694	20.43
700	1	5.0945	0.3941	5.4886	4.0636	7.18
	2	5.0731	0.4501	5.5232	4.0411	8.15
	3	5.0322	0.4592	5.4914	4.0267	8.36
	4	5.0473	0.4597	5.5070	4.0520	8.35

5.7 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณ W ในผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350, 400, 500, 600 และ 700 °C

ผลการวิเคราะห์ดังตารางต่อไปนี้

ตาราง 53 แสดงความเข้มข้นของ W ในผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350, 400, 500, 600, และ 700 °C

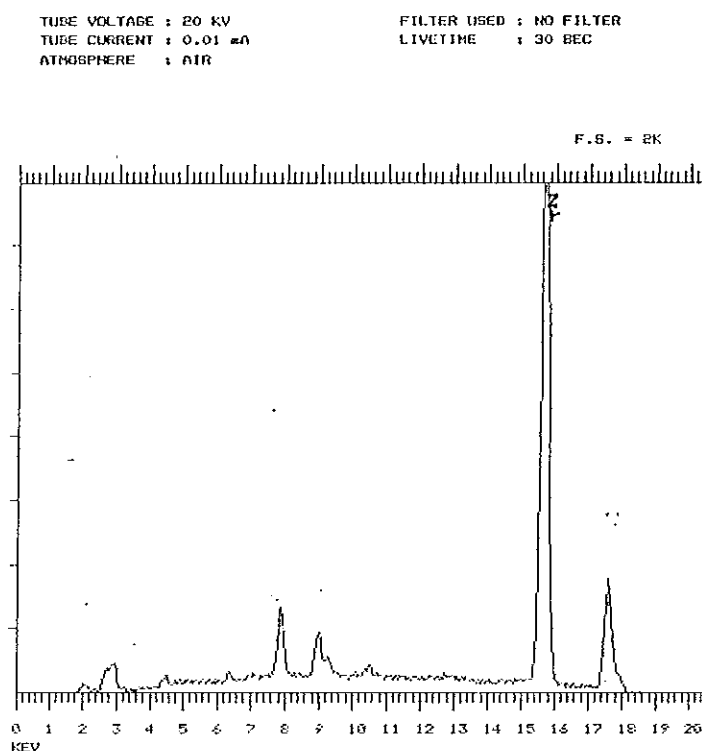
ชื่อ เม็ดสาร	น้ำหนักผลิตภัณฑ์ (g)	ร้อยละของ ผลิตภัณฑ์โดยน้ำหนัก(%)	ความเข้มข้น ของ W (%)
PW-351	0.0848	5.52	56.42
PW-352	0.0916	5.92	56.86
PW-353	0.1005	6.64	55.94
PW-354	0.1094	7.16	55.53
$\bar{X} \pm SD$	0.0960 ± 0.0107	6.31 ± 0.79	56.19 ± 0.59
PW-401	1.3314	87.36	20.25
PW-402	1.3837	90.54	22.00
PW-403	1.3173	85.67	19.95
PW-404	1.5206	99.53	21.56
$\bar{X} \pm SD$	1.3432 ± 0.1588	90.78 ± 6.18	20.94 ± 0.99
PW-501	0.4278	28.27	30.76
PW-502	0.4480	28.99	36.22
PW-503	0.5355	34.92	39.26
PW-504	0.6717	44.27	33.44
$\bar{X} \pm SD$	0.5208 ± 0.1110	34.11 ± 7.46	34.92 ± 3.65
PW-602	1.1515	75.76	24.60
PW-603	1.1558	74.64	23.23
PW-604	1.3249	87.37	26.12
PW-605	1.3514	88.44	24.27
$\bar{X} \pm SD$	1.2459 ± 0.1071	81.55 ± 7.36	24.56 ± 1.20
PW-701	0.3941	25.58	42.09
PW-703	0.4501	29.65	37.21
PW-704	0.4592	30.37	24.90
PW-705	0.4597	30.40	37.84
$\bar{X} \pm SD$	0.4408 ± 0.0314	29.00 ± 2.31	38.01 ± 3.00

จากตาราง 53 จะเห็นว่าปริมาณ W ในผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีคลอริเนชัน ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C จำนวน 4 ครั้ง ได้ค่าเฉลี่ยเป็น 20.94 , 34.92 , 24.56 , และ 38.01% ตามลำดับ

6. ผลการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ Zr จากผง ZrO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

6.1 ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผง ZrO_2 บริสุทธิ์ ด้วยเครื่อง EDXRF ก่อนนำมาใช้ในการทดลอง

ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผง ZrO_2 บริสุทธิ์แสดงในภาพประกอบ 71



ภาพประกอบ 71 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผง ZrO_2 บริสุทธิ์ด้วยเครื่อง EDXRF

จากภาพประกอบ 71 พบว่าในผง ZrO_2 บริสุทธิ์มีธาตุ Hf เจือปน แต่ในสารรีดิวซ์คือผงคาร์บอนกัมมันต์มีธาตุที่เป็นสารเจือปนคือ Ca , Mn , และ Fe ซึ่งถ้ามีปริมาณมากก็จะเป็นปัญหาในการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ Zr แต่ในที่นี้ถือว่าธาตุเหล่านี้มีปริมาณน้อยมาก

6.2 ผลการเตรียมสารตัวอย่างของ ZrO_2 บริสุทธิ์เพื่อทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน

ในการทำปฏิกิริยาคลอรีนชั้น สารตั้งต้นจำเป็นต้องเตรียมให้อยู่ในรูปของผสมเนื้อเดียวที่พร้อมจะทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีนได้อย่างสมบูรณ์ ซึ่งต้องผสมสารรีดิวซ์ ในที่นี้ใช้ผงคาร์บอนกัมมันต์เพื่อตรึงออกซิเจนออกจาก ZrO_2 ในขณะที่ถูกเผาให้ร้อนแดงตลอดทั่วคอร์ซึ่สำหรับส่วนผสมระหว่าง ZrO_2 กับผงคาร์บอน จะได้ของผสมสีดำ ดังตารางต่อไปนี้

ตาราง 54 แสดงน้ำหนักของส่วนผสมของ ZrO_2 และผงคาร์บอนกัมมันต์

ลำดับ ที่	น้ำหนัก ส่วนผสม (g)	องค์ประกอบในการผสม	
		น้ำหนัก ZrO_2 (g)	น้ำหนักผงคาร์บอนกัมมันต์ (g)
1	2.0115	1.5086	0.5029
2	2.0130	1.5098	0.5032
3	2.0072	1.5054	0.5018
4	2.0068	1.5051	0.5017
5	2.0188	1.5141	0.5047
6	2.0182	1.5136	0.5046
7	2.0128	1.5096	0.5032
8	2.0115	1.5086	0.5029
9	2.0133	1.5100	0.5033
10	2.0180	1.5135	0.5045
11	2.0127	1.5095	0.5032
12	2.0117	1.5088	0.5029
13	2.0124	1.5093	0.5031
14	2.0068	1.5051	0.5018

จากตาราง

- ส่วนผสมลำดับที่ 1-2 ใช้ทำปฏิกิริยากับคลอรีนที่อุณหภูมิ 350 °C
 ส่วนผสมลำดับที่ 3-4 ใช้ทำปฏิกิริยากับคลอรีนที่อุณหภูมิ 400 °C
 ส่วนผสมลำดับที่ 5-6 ใช้ทำปฏิกิริยากับคลอรีนที่อุณหภูมิ 500 °C
 ส่วนผสมลำดับที่ 7-10 ใช้ทำปฏิกิริยากับคลอรีนที่อุณหภูมิ 600 °C
 ส่วนผสมลำดับที่ 11-14 ใช้ทำปฏิกิริยากับคลอรีนที่อุณหภูมิ 700 °C

6.3 ผลการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ Zr จากผง ZrO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์เป็นผงขาวแกมเหลือง และผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิต่างๆ จะไม่แตกต่างทางด้านคุณภาพ แต่แตกต่างทางด้านปริมาณ ส่วนสารตั้งต้นที่เหลือจะมีสีเทาแกมดำ ดังแสดงผลในตาราง 55 และ 56 ตามลำดับ

ตาราง 55 แสดงผลการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ Zr จากผง ZrO_2 ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

อุณหภูมิที่ ทำปฏิกิริยา (°C)	ลำดับ ที่	น้ำหนักส่วนผสม		น้ำหนัก ผลิตภัณฑ์ หลังผ่าน การอบ(g)	เวลาที่ใช้ใน การเกิด ปฏิกิริยา (min)	ร้อยละของ ผลิตภัณฑ์ (%)
		สาร ตั้งต้น (g)	สารที่ เหลือ(g)			
350	1	2.0115	1.9811	-	-	-
	2	2.0130	2.0023	-	-	-
400	3	2.0072	1.9043	-	-	-
	4	2.0068	1.9842	-	-	-
500	5	2.0188	2.0101	-	-	-
	6	2.0182	2.0072	-	-	-
600	7	2.0128	1.5847	0.5908	17	39.14
	8	2.0115	0.5549	1.2172	18	80.68
	9	2.0133	1.4482	0.3116	21	20.64
	10	2.0180	1.2270	0.4361	19	28.81
700	11	2.0127	0.9628	0.5450	16	36.10
	12	2.0117	1.0022	1.0379	20	68.79
	13	2.0124	1.2832	0.5392	24	35.72
	14	2.0068	1.3921	0.4485	18	29.80

ตาราง 56 แสดงผลสรุปการสังเคราะห์สารประกอบ ZrO_2 จากผง ZrO_2 ที่อุณหภูมิ 350 , 400, 500, 600 และ 700 °C

อุณหภูมิที่ทำปฏิกิริยา (°C)	จำนวนครั้งในการสังเคราะห์	น้ำหนักเฉลี่ยของผลิตภัณฑ์(g)	ร้อยละของผลิตภัณฑ์โดยเฉลี่ย
600	4	0.6389	42.32
700	4	0.6426	42.60

จากตาราง 56 จะเห็นว่า ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 และ 700°C ได้ผลิตภัณฑ์เป็นร้อยละโดยเฉลี่ย 42.32 และ 42.60 ตามลำดับ และผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็นผงสีขาวแกมเหลือง

6.4 ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือ และผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

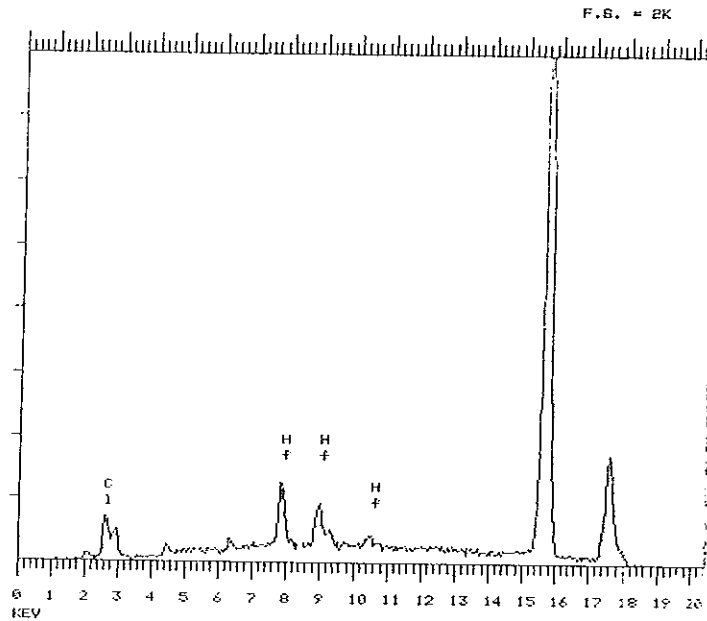
ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือและผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C ดังแสดงในภาพประกอบตามลำดับดังนี้

1. ภาพประกอบ 72 - 76 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์ส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์สารประกอบ ZrO_2 จากผง ZrO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

2. ภาพประกอบ 77 - 78 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ ZrO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 และ 700 °C หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

TUBE VOLTAGE : 20 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 mA
 ATMOSPHERE : AIR

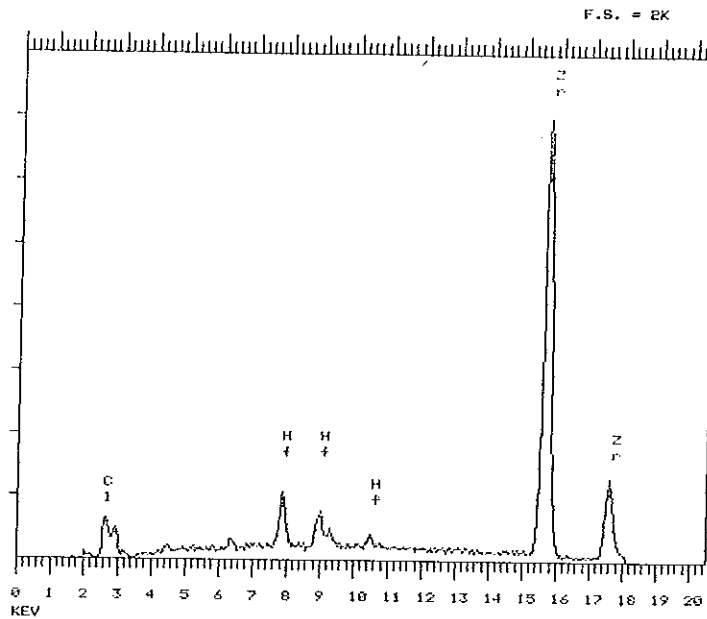
FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 30 SEC



ภาพประกอบ 72 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ ZrO_2 จากผง ZrO_2 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ $350\text{ }^\circ\text{C}$

TUBE VOLTAGE : 20 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 mA
 ATMOSPHERE : AIR

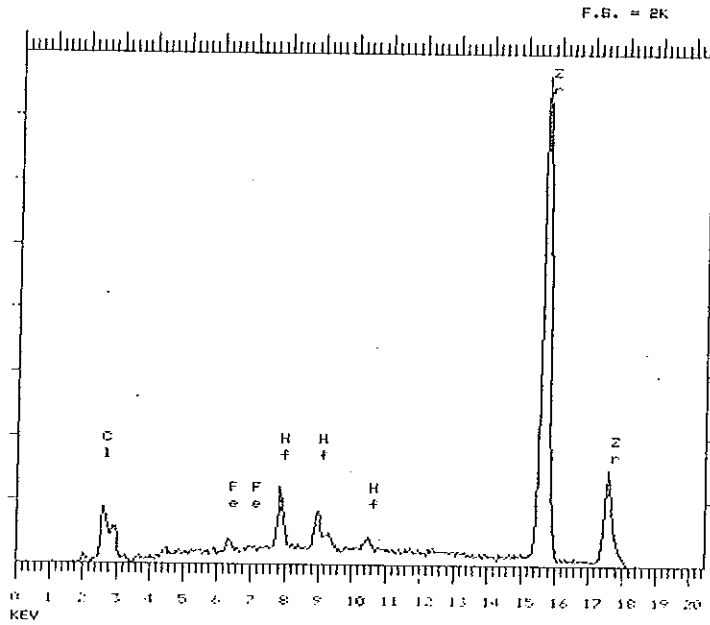
FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 30 SEC



ภาพประกอบ 73 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ ZrO_2 จากผง ZrO_2 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ $400\text{ }^\circ\text{C}$

TUBE VOLTAGE : 20 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 mA
 ATMOSPHERE : AIR

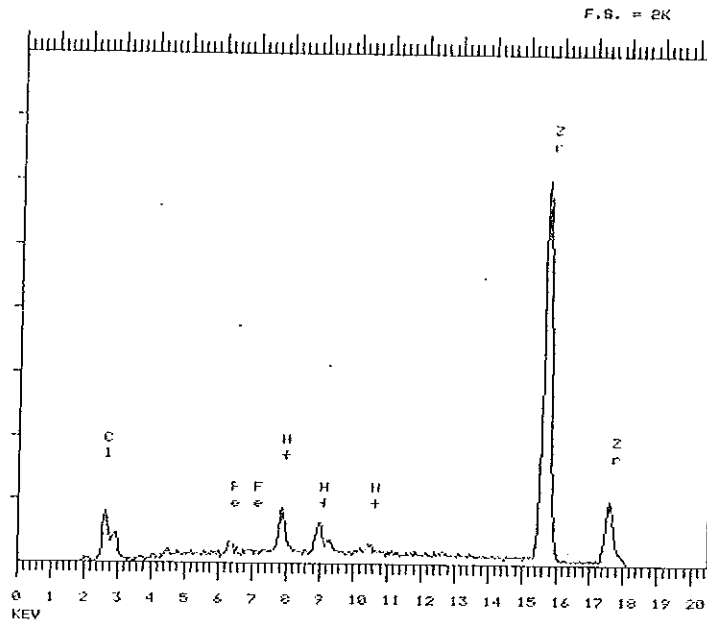
FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 30 SEC



ภาพประกอบ 74 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ ZrO_2 จากผง ZrO_2 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ $500\text{ }^\circ\text{C}$

TUBE VOLTAGE : 20 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 mA
 ATMOSPHERE : AIR

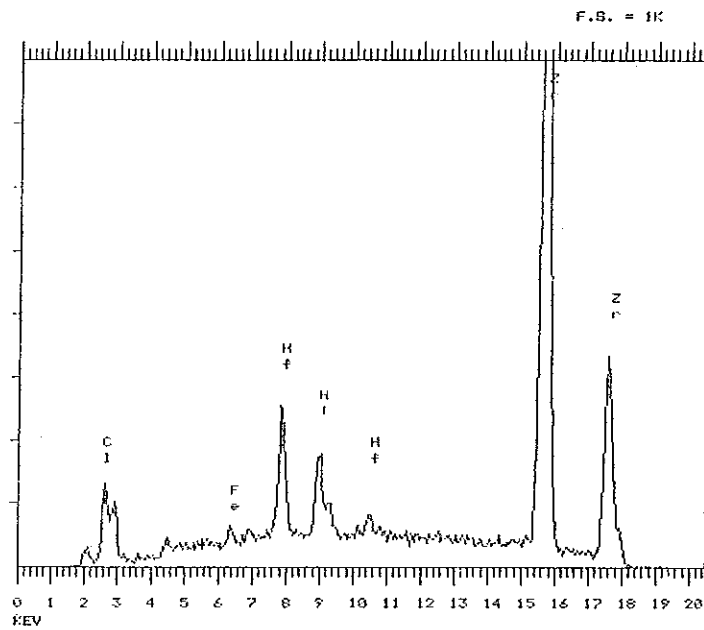
FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 30 SEC



ภาพประกอบ 75 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ ZrO_2 จากผง ZrO_2 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ $600\text{ }^\circ\text{C}$

TUBE VOLTAGE : 20 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 mA
 ATMOSPHERE : AIR

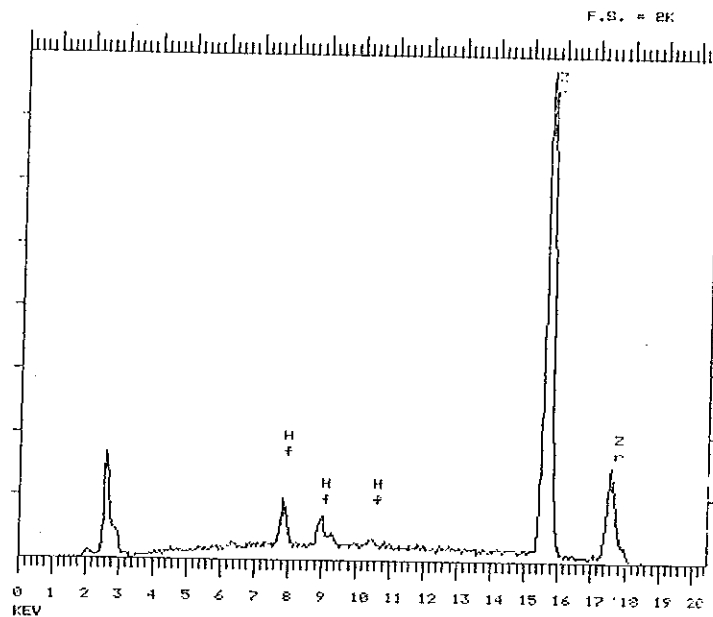
FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 30 SEC



ภาพประกอบ 76 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ ZrO_2 จากผง ZrO_2 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ $700\text{ }^\circ\text{C}$

TUBE VOLTAGE : 20 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 mA
 ATMOSPHERE : AIR

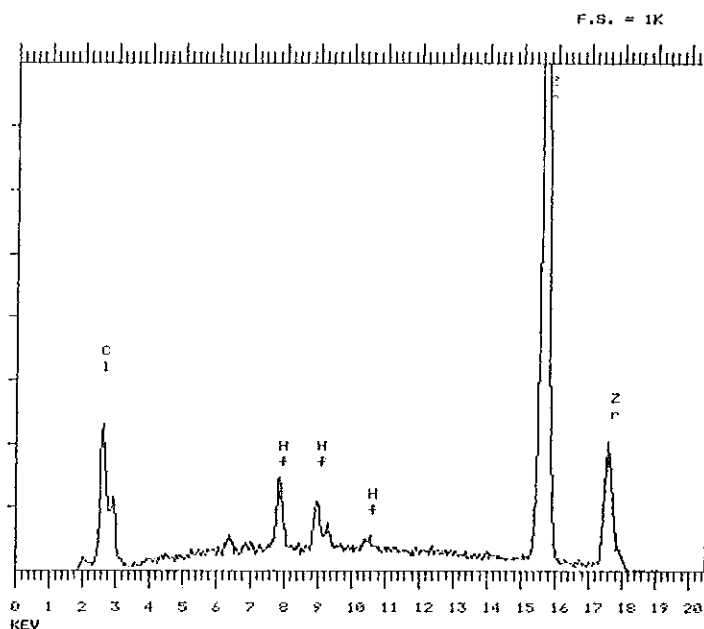
FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 30 SEC



ภาพประกอบ 77 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผลิตภัณฑ์ ZrO_2 ที่สังเคราะห์จากผง ZrO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $600\text{ }^\circ\text{C}$ หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ $110\text{ }^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

TUBE VOLTAGE : 20 KV
TUBE CURRENT : 0.01 mA
ATMOSPHERE : AIR

FILTER USED : NO FILTER
LIVETIME : 30 SEC



ภาพประกอบ 78 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผลิตภัณฑ์ ZrO_2 ที่สังเคราะห์จากผง ZrO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ หลังจากผ่านการอบที่อุณหภูมิ $110\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

จากภาพประกอบ 77 และ 78 จะเห็นว่าที่อุณหภูมิ 600 และ $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ พบธาตุที่เจือปนในสารตั้งต้นที่เหลือเหมือนกัน คือ Cl, Fe, และ Hf ส่วนผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 และ $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ มีสารเจือปนคือ Hf

6.5 ผลการเตรียมเม็ตสารมาตรฐานของ Zr เพื่อใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณ Zr ในผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 และ $700\text{ }^{\circ}\text{C}$

เม็ตสารมาตรฐานของ Zr ที่เตรียมได้มีความแข็งแรงพอ ไม่แตกร้าวให้ความสะดวกในการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDXRF ผลการทดลองดังแสดงในตาราง 57 และ 58 ตามลำดับ

ตาราง 57 แสดงความเข้มข้นของ Zr ในเมล็ดสารมาตรฐาน

เมล็ดสารมาตรฐาน	ความเข้มข้นของ Zr (%)
Starch	0
STD Zr1	3.56
STD Zr2	5.51
STD Zr3	8.32
STD Zr4	10.26

ตาราง 58 แสดงความเข้มข้นของ Zr และความเข้มของพีค Zr ในเมล็ดสารมาตรฐานของ Zr

เมล็ดสารมาตรฐาน	ความเข้มข้นของ Zr (%)	ความเข้มของพีค Zr (Count) ที่จุด 3 จุดห่างกัน 90 องศา		
		1	2	3
Starch	0	1.00	5.300	6.650
STD Zr1	3.56	444.9	450.6	443.9
STD Zr2	5.51	518.5	524.3	524.3
STD Zr3	8.32	598.4	595.6	603.4
STD Zr4	10.26	659.95	657.6	657.2

ผลจากการเตรียมเม็ดสารมาตรฐานทำให้ได้กราฟมาตรฐานของ Zr เป็นกราฟเส้นตรง ลักษณะเหมือนภาพประกอบ 23

6.6 ผลการเตรียมเม็ดสารตัวอย่างของผลิตภัณฑ์ ZrO_2 จากผง ZrO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ อุณหภูมิ 600 และ 700 °C

ผลิตภัณฑ์ ZrO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ได้เตรียมให้อยู่ในรูปแผ่นกลมประเภทหนาที่สุด และใช้แบ่งข้าวโพดบริสุทธิ์ 100 % เป็นสารยึดเหนี่ยวโดยการผสมลงไปในสารตัวอย่าง ทำให้เม็ด สารไม่แตกง่าย ผิวเรียบ และสะดวกต่อการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDXRF ผลการเตรียมเม็ดสาร ตัวอย่างของผลิตภัณฑ์ ZrO_2 ดังแสดงในตารางต่อไปนี้

ตาราง 59 แสดงน้ำหนักแบ่ง ผลิตภัณฑ์ ZrO_2 และเม็ดสารตัวอย่างของ ZrO_2 ที่ได้จากการ สังเคราะห์ด้วยวิธีคลอไรเนชั่นที่อุณหภูมิ 600 °C

อุณหภูมิที่ ทำปฏิกิริยา	ครั้งที่	น้ำหนัก แบ่ง(g)	น้ำหนัก ผลิตภัณฑ์Zr O_2 (g)	น้ำหนัก รวม (g)	น้ำหนัก เม็ดสาร (g)	ความเข้มข้น ของ Zr ใน เม็ดสาร (%)
600	1	5.0293	0.5908	5.6201	4.0199	10.51
	2	5.085	1.2172	6.2257	4.0236	18.82
	3	5.0346	0.3116	5.3462	4.0523	5.83
	4	5.0308	0.4361	5.4669	4.0639	7.98
700	1	5.0210	0.5450	5.5660	4.0713	9.79
	2	5.0077	1.0379	6.0456	4.0603	17.17
	3	5.0526	0.5392	5.5918	4.0475	9.64
	4	5.0368	0.4485	5.4853	4.0520	8.18

6.7 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณ Zr ในผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 และ 700 °C

ผลการวิเคราะห์ดังตารางต่อไปนี้

ตาราง 60 แสดงความเข้มข้นของ Zr ในผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 และ 700 °C

ชื่อเมตสาร	น้ำหนักผลิตภัณฑ์ (g)	ร้อยละของ ผลิตภัณฑ์โดยน้ำหนัก(%)	ความเข้มข้นของ Zr (%)
PZr-601	0.5908	39.14	65.98
PZr-603	1.2172	80.68	69.35
PZr-604	0.3116	20.64	57.07
PZr-605	0.4361	28.81	61.32
$\bar{X} \pm SD$	0.6407 ± 0.4098	42.32 ± 26.67	63.43 ± 5.37
PZr-701	0.5450	36.10	56.62
PZr-702	1.0379	68.79	58.66
PZr-703	0.5392	35.72	47.73
PZr-705	0.4485	29.80	63.13
$\bar{X} \pm SD$	0.6426 ± 0.2672	42.60 ± 17.70	56.52 ± 6.46

จากตาราง 60 จะเห็นว่าปริมาณ Zr ในผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีคลอไรด์ที่อุณหภูมิ 600 และ 700 °C จำนวน 4 ครั้ง ได้ค่าเฉลี่ยเป็น 63.43 และ 56.52 % ตามลำดับ

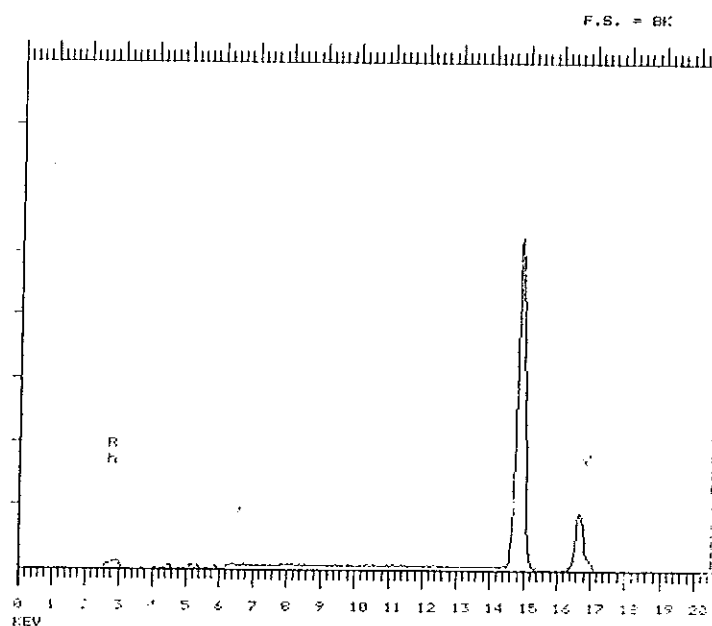
7. ผลการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ Y จากผง Y_2O_3 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

7.1 ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผงบริสุทธิ์ Y_2O_3 ด้วยเครื่อง EDXRF ก่อนนำมาใช้ในการทดลอง

ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผง Y_2O_3 บริสุทธิ์แสดงในภาพประกอบ 79

TUBE VOLTAGE : 20 KV
TUBE CURRENT : 0.01 μ A
ATMOSPHERE : AIR

FILTER USED : NO FILTER
LIVETIME : 30 SEC



ภาพประกอบ 79 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผง Y_2O_3 บริสุทธิ์ด้วยเครื่อง EDXRF

จากภาพประกอบ 79 พบว่าในผง Y_2O_3 บริสุทธิ์ไม่มีธาตุเจือปน แต่ในสารรัศมีคือ ผงคาร์บอนกัมมันต์มีธาตุที่เป็นสารเจือปนคือ Ca , Mn และ Fe ซึ่งถ้ามีปริมาณมากก็จะเป็นปัญหาในการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ Y แต่ในที่นี้ถือว่าธาตุเหล่านี้มีปริมาณน้อยมาก

7.2 ผลการเตรียมสารตัวอย่างของ Y_2O_3 บริสุทธิ์เพื่อทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน

ในการทำปฏิกิริยาคลอรีนขึ้น สารตั้งต้นจำเป็นต้องเตรียมให้อยู่ในรูปของผสมเนื้อเดียวที่พร้อมจะทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีนได้อย่างสมบูรณ์ ซึ่งต้องผสมสารรัศมี ในที่นี้ใช้ผงคาร์บอนกัมมันต์เพื่อตรึงออกซิเจนออกจาก Y_2O_3 ในขณะที่ถูกเผาให้ร้อนแดงตลอดแก้วควอร์ตซ์ สำหรับส่วนผสมระหว่าง Y_2O_3 กับผงคาร์บอน จะได้ของผสมสีดำ ดังตารางต่อไปนี้

ตาราง 61 แสดงน้ำหนักของส่วนผสมของ Y_2O_3 และผงคาร์บอนกัมมันต์

ลำดับ ที่	น้ำหนักส่วนผสม (g)	องค์ประกอบในการผสม	
		น้ำหนัก Y_2O_3 (g)	น้ำหนักผงคาร์บอนกัมมันต์ (g)
1	2.0149	1.5112	0.5037
2	2.0150	1.5112	0.5038
3	2.0326	1.5244	0.5082
4	2.0314	1.5236	0.5078
5	2.0202	1.5152	0.5050
6	2.0155	1.5116	0.5039
7	2.0055	1.5041	0.5014
8	2.0173	1.5130	0.5043
9	2.0110	1.5082	0.5028
10	2.0153	1.5115	0.5038

จากตาราง

- ส่วนผสมลำดับที่ 1 - 2 ใช้ทำปฏิกิริยากับคลอไรด์ที่อุณหภูมิ 350 °C
 ส่วนผสมลำดับที่ 3 - 4 ใช้ทำปฏิกิริยากับคลอไรด์ที่อุณหภูมิ 400 °C
 ส่วนผสมลำดับที่ 5 - 6 ใช้ทำปฏิกิริยากับคลอไรด์ที่อุณหภูมิ 500 °C
 ส่วนผสมลำดับที่ 7 - 8 ใช้ทำปฏิกิริยากับคลอไรด์ที่อุณหภูมิ 600 °C
 ส่วนผสมลำดับที่ 9 - 10 ใช้ทำปฏิกิริยากับคลอไรด์ที่อุณหภูมิ 700 °C

7.3 ผลการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ Y จากผง Y_2O_3 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

ผลการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ Y ด้วยวิธีคลอริเนชันที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C ผลดังแสดงในตาราง 62

ตาราง 62 แสดงผลการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ Y จากผง Y_2O_3 ที่อุณหภูมิ 350, 400, 500, 600 และ 700 °C

อุณหภูมิที่ ทำปฏิกิริยา (°C)	ลำดับ ที่	น้ำหนักส่วนผสม		น้ำหนัก ผลิตภัณฑ์ หลังผ่าน การอบ(g)	เวลาที่ใช้ใน การเกิด ปฏิกิริยา (min)	ร้อยละของ ผลิตภัณฑ์ (%)
		สาร ตั้งต้น (g)	สารที่ เหลือ(g)			
350	1	2.0149	1.9082	-	50	-
	2	2.0150	1.9942	-	50	-
400	3	2.0326	2.0104	-	50	-
	4	2.0314	2.0019	-	50	-
500	5	2.0202	2.0089	-	50	-
	6	2.0155	2.0008	-	50	-
600	7	2.0055	1.8992	-	50	-
	8	2.0173	1.9195	-	50	-
700	9	2.0110	1.9090	-	50	-
	10	2.0153	1.9842	-	50	-

จากตาราง 62 พบว่า Y_2O_3 ไม่ทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีนที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 และ 700 °C

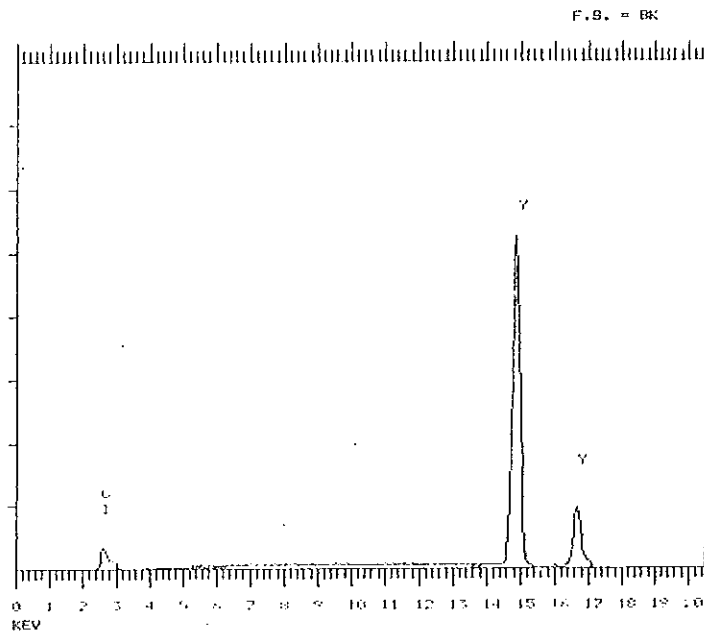
7.4 ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือ จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือจากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C ดังแสดงในภาพประกอบตามลำดับดังนี้

1. ภาพประกอบ 80 - 84 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์ส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์สารประกอบ Y_2O_3 จากผง Y_2O_3 ปริสฤทธิ์ที่อุณหภูมิ 350 , 400 , 500 , 600 , และ 700 °C

TUBE VOLTAGE : 20 KV
TUBE CURRENT : 0.01 mA
ATMOSPHERE : AIR

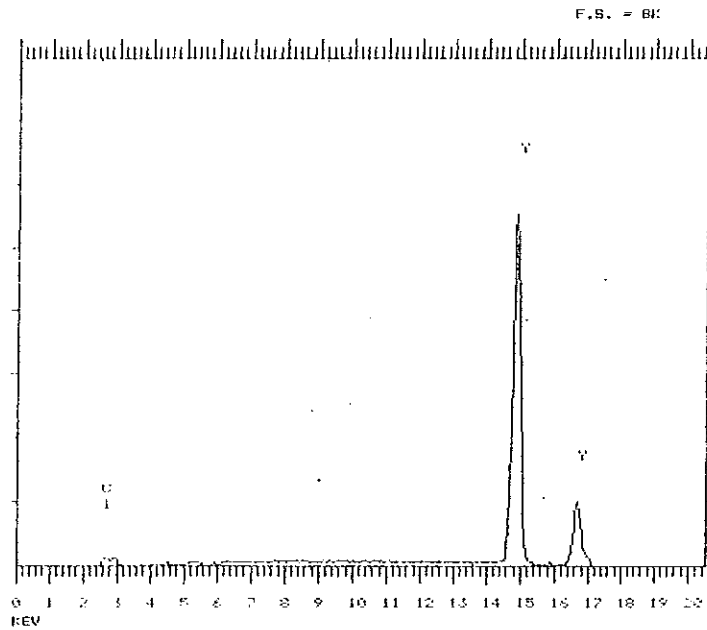
FILTER USED : NO FILTER
LIVETIME : 30 SEC



ภาพประกอบ 80 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ Y_2O_3 จากผง Y_2O_3 ปริสฤทธิ์ ที่อุณหภูมิ 350 °C

TUBE VOLTAGE : 20 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 mA
 ATMOSPHERE : AIR

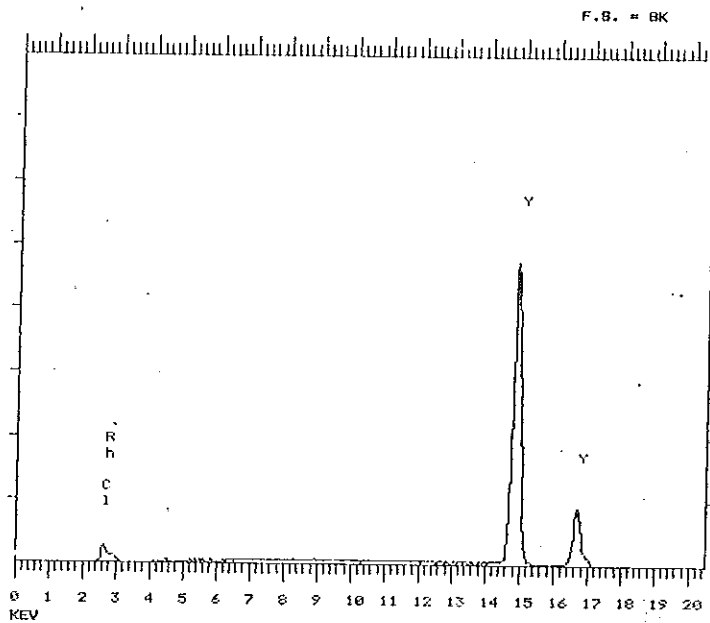
FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 30 SEC



ภาพประกอบ 81 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยา
 การสังเคราะห์ Y_2O_3 จากผง Y_2O_3 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ $400^\circ C$

TUBE VOLTAGE : 20 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 mA
 ATMOSPHERE : AIR

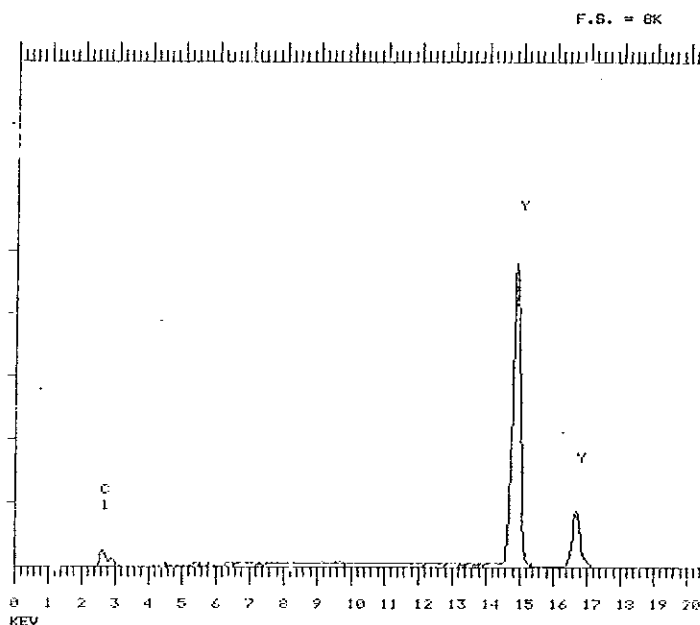
FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 30 SEC



ภาพประกอบ 82 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยา
 การสังเคราะห์ Y_2O_3 จากผง Y_2O_3 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ $500^\circ C$

TUBE VOLTAGE : 20 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 mA
 ATMOSPHERE : AIR

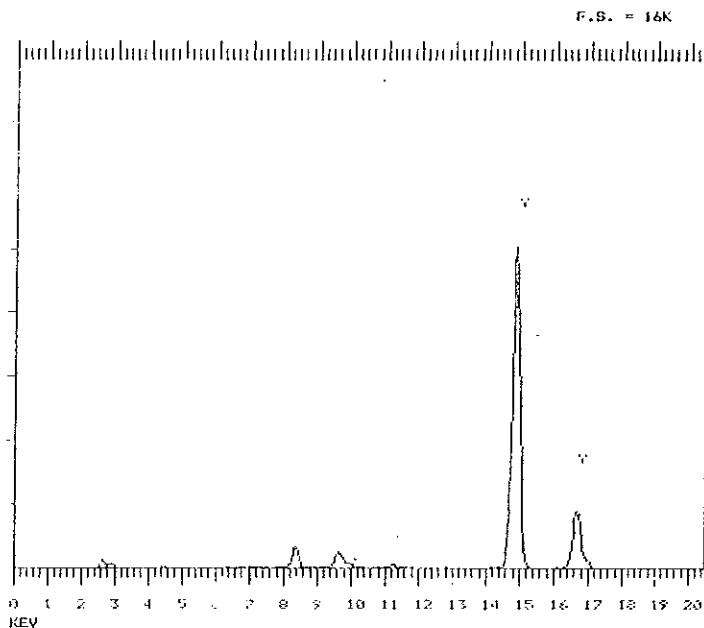
FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 30 SEC



ภาพประกอบ 83 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยา
 การสังเคราะห์ Y_2O_3 จากผง Y_2O_3 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ $600^\circ C$

TUBE VOLTAGE : 25 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 mA
 ATMOSPHERE : AIR

FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 30 SEC



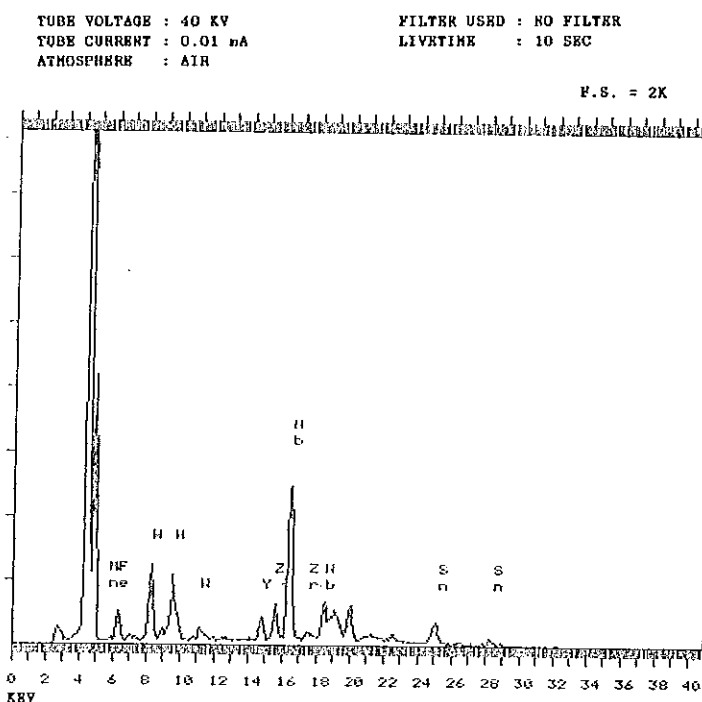
ภาพประกอบ 84 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยา
 การสังเคราะห์ Y_2O_3 จากผง Y_2O_3 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ $700^\circ C$

จากภาพประกอบ 80 - 84 พบว่าส่วนที่เหลือจากปฏิกิริยาคลอริเนชันมีลักษณะเหมือนสารตั้งต้นทุกประการ มีธาตุเจือปนคือก๊าซคลอรีน ซึ่งเกิดจากไหลผ่านของก๊าซคลอรีนเข้าไปทำปฏิกิริยากับผง Y_2O_3

8. ผลการสังเคราะห์ TiO_2 จากส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิเกตด้วยวิธีคลอริเนชันที่อุณหภูมิ $600\text{ }^{\circ}\text{C}$

8.1 ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิเกตด้วยเครื่อง EDXRF ก่อนนำมาทำการทดลอง

ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิเกตด้วยเครื่อง EDXRF ดังแสดงในภาพประกอบ 85



ภาพประกอบ 85 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิเกตก่อนนำมาทำการทดลอง

จากภาพประกอบ 85 พบธาตุที่เจือปนคือ Fe, W, Nb, Zr, Y, และ Sn ลักษณะเป็นผงสีเหลืองมีสีดำปนเล็กน้อย

8.2 ผลการเตรียมสารตัวอย่างของส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิเกต เพื่อปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน

ในการทำปฏิกิริยาคลอรีเนชัน สารตั้งต้นจำเป็นต้องเตรียมให้อยู่ในรูปของผสมเนื้อเดียวที่พร้อมจะทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีนได้อย่างสมบูรณ์ ซึ่งต้องผสมสารรีดิวซ์ ในที่นี้ใช้ผงคาร์บอนกัมมันต์เพื่อตรึงออกซิเจนออกจาก TiO_2 ที่มีอยู่ในส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิเกต ในขณะที่ถูกเผาให้ร้อนแดงตลอดแกวควอร์ชต์ สำหรับส่วนผสมระหว่างส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิเกต กับผงคาร์บอนกัมมันต์ จะได้ของผสมสีดำ ดังตารางต่อไปนี้

ตาราง 63 แสดงน้ำหนักของส่วนผสมของส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิเกต และผงคาร์บอนกัมมันต์ เพื่อทำปฏิกิริยาคลอรีเนชันที่อุณหภูมิ 600°C

ลำดับ ที่	น้ำหนัก ส่วนผสม (g)	องค์ประกอบในการผสม	
		น้ำหนักของส่วนสกัดหยาบ ของแร่ซิลิเกต (g)	น้ำหนักผงคาร์บอน กัมมันต์ (g)
1	2.0533	1.5400	0.5133
2	2.0127	1.5095	0.5032
3	2.0386	1.5290	0.5096
4	2.0764	1.5573	0.5191

8.3 ผลการสังเคราะห์ TiO_2 จากส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิเกตที่อุณหภูมิ 600°C

ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์เป็นผงขาวแต่ไม่ขาวบริสุทธิ์เหมือนผง TiO_2 ที่ใช้เป็นสารตั้งต้น ผลการทดลองแสดงในตาราง 64

ตาราง 64 แสดงผลการสังเคราะห์ TiO_2 จากส่วนผสมแห้งของแร่ซิลิเกตที่อุณหภูมิ
600 °C

อุณหภูมิที่ ทำปฏิกิริยา (°C)	ลำดับ ที่	น้ำหนักส่วนผสม		น้ำหนัก ผลิตภัณฑ์ หลังผ่านการอบ (g)	เวลาที่ใช้ ในการเกิด ปฏิกิริยา (min)	ร้อยละของ ผลิตภัณฑ์ (%)
		สาร ตั้งต้น (g)	สารที่ เหลือ(g)			
600	1	2.0533	0.7892	0.3053	42	19.82
	2	2.0127	0.5766	0.5769	41	38.22
	3	2.0386	0.5312	0.7421	43	48.53
	4	2.0764	0.7145	0.4616	45	29.64
	\bar{X}	2.0452	0.6530	0.5215	42.75	34.05
\pm SD	± 0.0267	± 0.1197	± 0.1844	± 1.71	± 12.23	

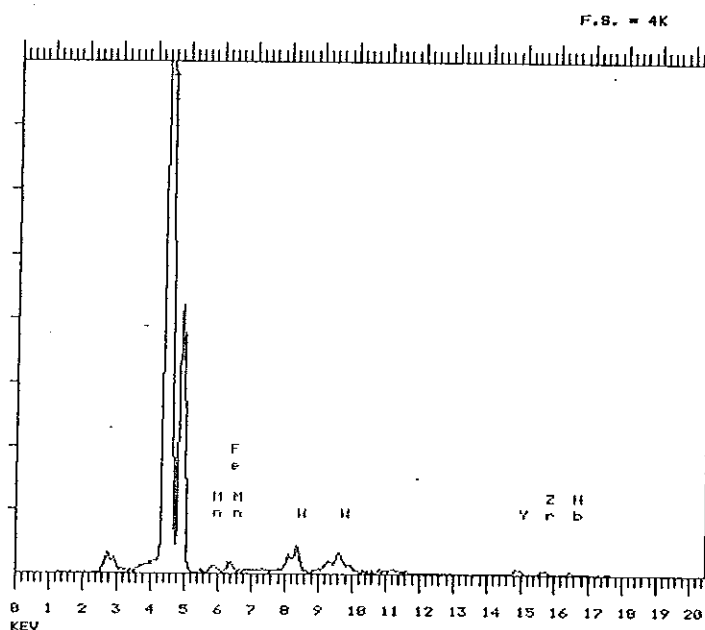
จากตาราง 64 จะเห็นว่า ผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่อุณหภูมิ 600 °C ได้ผลิตภัณฑ์เป็นร้อยละ
โดยเฉลี่ย 34.05 และผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็นผงสีขาวแกมเหลือง

8.4 ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือ และผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่
อุณหภูมิ 600 °C

ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือและผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่
อุณหภูมิ 600 °C ดังแสดงในภาพประกอบ 86 และ 87 ตามลำดับ

TUBE VOLTAGE : 20 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 mA
 ATMOSPHERE : AIR

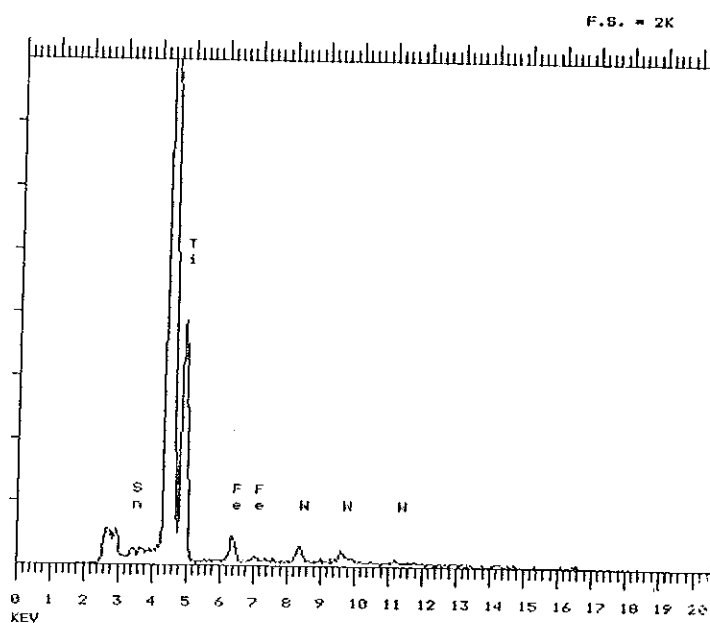
FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 30 SEC



ภาพประกอบ 86 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ TiO_2 จากส่วนผสมกัดหยาบของแร่ซิลิเกตที่อุณหภูมิ $600^\circ C$

TUBE VOLTAGE : 20 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 mA
 ATMOSPHERE : AIR

FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 30 SEC



ภาพประกอบ 87 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีคลอริเนชันจากส่วนผสมกัดหยาบของแร่ซิลิเกตที่อุณหภูมิ $600^\circ C$

จากการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของสารตั้งต้นที่เหลือด้วยเครื่อง EDXRF พบว่ามีสารเจือปน คือ Fe , Mn , W , Y , Zr , Sn , และ Nb ในผลิตภัณฑ์พบว่ามีธาตุเจือปนเช่นเดียวกับสารตั้งต้น แต่บางธาตุมีปริมาณน้อยมาก

8.5 ผลการเตรียมตัวอย่างแบบหนาที่สุดเพื่อวิเคราะห์เชิงปริมาณของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 °C และหาปริมาณของธาตุที่เจือปนในผลิตภัณฑ์ TiO₂ ที่ได้จากการสังเคราะห์

8.5.1 ผลการเตรียมเม็ดสารมาตรฐานสำหรับวิเคราะห์ธาตุ Ti , Fe , Nb , Zr , Sn , Mn และ Y

เม็ดสารมาตรฐานที่เตรียมได้แข็งแรง และสะดวกในการวิเคราะห์ ผิวเรียบ การเตรียมเม็ดสารมาตรฐานแบ่งออกเป็น 6 ชุด ดังนี้คือ

(1) เม็ดสารมาตรฐานสำหรับวิเคราะห์ Ti

ผลการเตรียมดังแสดงในตาราง 65

ตาราง 65 แสดงความเข้มข้นของ Ti ในเม็ดสารมาตรฐานและความเข้มของพีค Ti ในเม็ดสารมาตรฐานของ Ti

เม็ดสารมาตรฐาน	ความเข้มข้นของ Ti (ppm)	ความเข้มของพีค Ti (Count) ที่จุด 3 จุดห่างกัน 90 องศา		
		1	2	3
Starch	0	1.400	4.533	4.467
STD Ti1	1453.1	62.000	68.133	68.100
STD Ti2	6156.5	267.500	267.133	267.700
STD Ti3	18395.0	732.2	728.733	732.833
STD Ti4	28976.9	986.867	985.667	982.200
STD Ti5	37684.9	1262.430	1259.530	1252.330
STD Ti6	50712.7	1680.430	1685.230	1675.700

(2) เม็ดสารมาตรฐานสำหรับวิเคราะห์ Fe

ผลการเตรียมดังแสดงในตาราง 66

ตาราง 66 แสดงความเข้มข้นของ Fe ในเม็ดสารมาตรฐานและความเข้มของพีค Fe ในเม็ดสารมาตรฐานของ Fe

เม็ดสารมาตรฐาน	ความเข้มข้นของ Fe (ppm)	ความเข้มของพีค Fe (Count) ที่จุด 4 จุด ห่างกัน 90 องศา			
		1	2	3	4
STD Fe0	7.31	5.700	6.933	5.933	7.467
STD Fe1	425.97	63.167	62.367	57.867	55.933
STD Fe2	815.96	101.733	103.833	101.100	101.600
STD Fe3	1433.18	165.500	175.233	176.133	165.600
STD Fe4	1661.82	202.500	195.267	201.933	207.433

(3) เม็ดสารมาตรฐานสำหรับวิเคราะห์ Nb และ W

ผลการเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของ Nb และ W ดังแสดงในตาราง 67 และ 68 ตามลำดับ

ตาราง 67 แสดงความเข้มข้นของ Nb และ W ในเม็ดสารมาตรฐานของ Nb และ W

ชื่อเม็ดสาร	ความเข้มข้นของ Nb (ppm)	ความเข้มข้นของ W (ppm)
Starch	0	0
STD Nb1	1807.3	2644.4
STD Nb2	3389.9	3883.8
STD Nb3	5035.3	5731.3
STD Nb4	6614.4	7672.3
STD Nb5	8252.2	9473.4

ตาราง 68 แสดงความเข้มของพีค Nb และ W (Count) ในเม็ดสารมาตรฐานของ Nb และ W

เม็ดสาร มาตรฐาน	ความเข้มของพีค Nb (Count) ที่จุด 3 จุดห่างกัน 90 องศา			ความเข้มของพีค W (Count) ที่จุด 3 จุดห่างกัน 90 องศา		
	1	2	3	1	2	3
Starch	7.260	-3.780	13.620	1.220	0.620	-1.340
STD Nb1	222.400	231.980	223.220	195.300	195.000	199.420
STD Nb2	387.940	386.940	386.080	250.240	244.950	246.250
STD Nb3	504.360	497.700	495.240	356.300	367.780	361.820
STD Nb4	649.660	646.340	650.040	479.200	484.460	483.580
STD Nb5	755.720	762.840	755.960	584.200	580.140	583.700

(4) เม็ดสารมาตรฐานสำหรับวิเคราะห์ปริมาณ Mn

ผลการเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของ Mn ดังแสดงในตาราง 69

ตาราง 69 แสดงความเข้มเข้มข้นของ Mn ในเม็ดสารมาตรฐานและความเข้มของพีค Mn ในเม็ดสารมาตรฐานของ Mn

เม็ดสาร มาตรฐาน	ความเข้มข้น ของ Mn (ppm)	ความเข้มของพีค Mn (Count) ที่จุด 4 จุด ห่างกัน 90 องศา			
		1	2	3	4
Starch0	0	1.400	-1.920	-2.680	0.820
STD Mn1	1603.52	87.900	87.700	93.240	88.80
STD Mn2	3109.10	174.940	172.780	180.660	176.500
STD Mn3	4573.32	247.320	245.660	247.160	245.740
STD Mn4	7556.04	377.720	380.680	381.760	381.960

(4) เม็ดสารมาตรฐานสำหรับวิเคราะห์ปริมาณ Sn

ผลการเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของ Sn ดังแสดงในตาราง 70

ตาราง 70 แสดงความเข้มข้นของ Sn ในเม็ดสารมาตรฐานและความเข้มของพีค Mn ในเม็ดสารมาตรฐานของ Sn

เม็ดสารมาตรฐาน	ความเข้มข้นของ Sn (ppm)	ความเข้มของพีค Sn (Count) ที่จุด 3 จุดห่างกัน 90 องศา		
		1	2	3
Starch0	0	4.600	8.600	-3.000
STD Sn1	1013.22	24.800	23.200	25.500
STD Sn2	1959.7	43.100	45.400	43.700
STD Sn3	7842.5	166.100	165.300	167.900
STD Sn4	14631.2	303.100	305.000	303.700
STD Sn5	23807.1	490.200	490.000	490.600

(6) เม็ดสารมาตรฐานสำหรับวิเคราะห์ Zr และ Y

ผลการเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของ Zr และ Y ดังแสดงในตาราง 71 และ 72

ตามลำดับ

ตาราง 71 แสดงความเข้มข้นของ Zr และ Y ในเม็ดสารมาตรฐานของ Zr และ Y

ชื่อเม็ดสาร	ความเข้มข้นของ Zr (ppm)	ความเข้มข้นของ Y (ppm)
Starch	0	0
STD Y1	190.525	100.005
STD Y2	571.507	299.978
STD Y3	951.855	499.618

ตาราง 72 แสดงความเข้มของพีค Zr และ Y (Count) ในเม็ดสารมาตรฐานของ Zr และ Y

เม็ดสาร มาตรฐาน	ความเข้มของพีค Zr (Count) ที่จุด 3 จุด ห่างกัน 90 องศา			ความเข้มของพีค Y (Count) ที่จุด 3 จุดห่างกัน 90 องศา		
	1	2	3	1	2	3
Starch	0.660	-2.540	-0.700	-1.420	0.800	-1.040
STD Y1	11.220	11.360	11.140	7.660	6.600	7.440
STD Y2	33.600	32.880	32.060	23.260	25.680	23.540
STD Y3	50.680	50.420	51.500	37.080	37.520	36.940

ผลจากการเตรียมเม็ดสารมาตรฐานทำให้ได้กราฟมาตรฐานของธาตุ Ti , Fe , Nb , w , Mn , Sn , Zr , และ Y ซึ่งมีลักษณะเป็นเส้นตรงเหมือนภาพประกอบ 23

8.6 ผลการเตรียมเม็ดสารตัวอย่างของผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิเมไนต์ด้วยวิธีคลอริเนชันที่อุณหภูมิ $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ และส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิเมไนต์

ผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ได้เตรียมให้อยู่ในรูปแผ่นกลมประเภทหนาที่สุด และใช้แป้งข้าวโพดบริสุทธิ์ 100 % เป็นสารยึดเหนี่ยวโดยการผสมลงไปในส่วนตัวอย่าง ทำให้เม็ดสารไม่แตกง่าย ผิวยเรียบ และสะดวกต่อการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDXRF ผลการเตรียมเม็ดสารตัวอย่างของผลิตภัณฑ์ TiO_2 ดังแสดงในตารางต่อไปนี้

ตาราง 73 แสดงน้ำหนักแป้ง ส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิเมไนต์ ผลิตภัณฑ์ TiO_2 และเม็ดสาร

ตัวอย่างของผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ ด้วยวิธีคลอริเนชันที่อุณหภูมิ $600\text{ }^{\circ}\text{C}$

ครั้งที่	น้ำหนักแป้ง (g)	น้ำหนักผลิตภัณฑ์ TiO_2 (g)	น้ำหนักส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิเมไนต์	น้ำหนักรวม (g)	น้ำหนักเม็ดสาร (g)
1	5.0794	0.3053	-	5.3847	4.0556
2	5.0186	0.5769	-	5.5955	4.0903
3	5.0474	0.7421	-	5.7895	4.0362
4	5.0434	0.4616	-	5.5050	4.0326
5	5.0629	-	0.3039	5.3668	4.0236

8.7 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณ Ti , Fe , Nb , W , Mn , Sn , Zr , และ Y ในผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ส่วนสกัดหยาบของแร่ฮิลเมไนต์ ที่อุณหภูมิ $600^{\circ}C$ และในส่วนสกัดหยาบของแร่ฮิลเมไนต์

ผลการวิเคราะห์ดังแสดงในตาราง 74

ตาราง 74 แสดงผลการวิเคราะห์หาปริมาณ Ti , Fe , Nb , W , Mn , Sn , Zr , และ Y ในผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ส่วนสกัดหยาบของแร่ฮิลเมไนต์ ที่อุณหภูมิ $600^{\circ}C$ และในส่วนสกัดหยาบของแร่ฮิลเมไนต์

ชื่อเม็ดสาร	ความเข้มข้นของธาตุ (%)							
	Ti	Fe	Nb	W	Mn	Sn	Zr	Y
PI-601	28.27	0.26	5.87	7.54	0.12	3.37	0.64	0.25
PI-602	32.54	0.12	4.76	5.22	0.14	1.83	0.29	0.21
PI-603	40.58	0.16	2.58	3.35	0.01	1.04	0.24	0.13
PI-604	29.94	0.11	2.09	3.96	0.02	1.38	0.31	0.13
\bar{X}	32.83	0.16	3.83	5.02	0.08	1.90	0.37	0.18
SD	5.46	0.07	1.79	1.85	0.07	1.03	0.18	0.06
EXT.II	42.2	0.05	12.98	13.46	0.12	0.87	1.73	0.86

จากตาราง 74 จะเห็นว่าความเข้มข้นในเม็ดสารตัวอย่างของผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ส่วนสกัดหยาบของแร่ฮิลเมไนต์ที่อุณหภูมิ $600^{\circ}C$ เท่ากับ 32.83 % ส่วนสารที่เจือปนในผลิตภัณฑ์คือธาตุ Fe , Nb , W , Mn , Sn , Zr , และ Y พบว่ามีปริมาณเฉลี่ยเท่ากับ 0.16 , 3.83 , 5.02 , 0.08 , 1.90 , 0.37 และ 0.18 % ตามลำดับ และเมื่อเปรียบเทียบกับปริมาณธาตุเจือปนในส่วนสกัดหยาบของแร่ฮิลเมไนต์พบว่าธาตุเจือปนโดยส่วนใหญ่มีปริมาณน้อยลง

บทที่ 4

วิจารณ์และสรุป

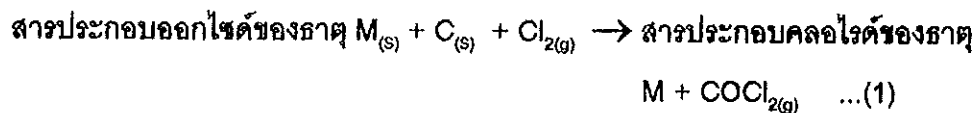
ในกระบวนการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของธาตุ Ti, Fe, Sn, Nb, W, Zr, และ Y ด้วยวิธีการคลอริเนชันในช่วงอุณหภูมิ 350 - 700 °C จำเป็นต้องควบคุมอัตราการไหลของก๊าซคลอรีนให้เหมาะสม เพราะทำให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์มีความบริสุทธิ์สูงและมีปริมาณมาก ทั้งยังปลอดภัยต่อสุขภาพของผู้ทดลองและผู้ที่อยู่รอบข้าง

1. กระบวนการผลิตก๊าซคลอรีนที่ใช้ในการทดลอง

ก๊าซคลอรีนที่ใช้ในการทดลองได้จากการเตรียมขึ้นภายในห้องปฏิบัติการ โดยใช้การทำปฏิกิริยาระหว่าง MnO_2 กับกรด HCl เข้มข้น ดังแสดงในภาพประกอบ 6 ความร้อนที่ใช้ในการอุ่นส่วนผสมของ MnO_2 กับกรด HCl เข้มข้นมีความสำคัญมาก ถ้าร้อนเกินไปทำให้เกิดอัตราการเกิดก๊าซคลอรีนมากเกินไปก่อให้เกิดปัญหาในการควบคุม อุณหภูมิที่เหมาะสมในการออกซิไดส์กรด HCl ด้วย MnO_2 คือ 60 - 70 °C ซึ่งจะทำให้เกิดฟองก๊าซคลอรีนประมาณ 5 - 6 ฟองต่อวินาที ทำให้ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นสมบูรณ์ สะดวกและปลอดภัย ส่วนสารที่เหลือจากการเตรียมก๊าซคลอรีนสามารถนำไปศึกษาการ Mn กลับมาใช้ใหม่ได้ เพื่อลดปัญหามลพิษที่จะเกิดขึ้นในสิ่งแวดล้อม

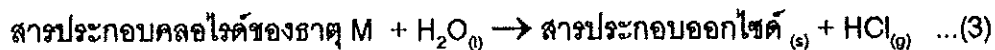
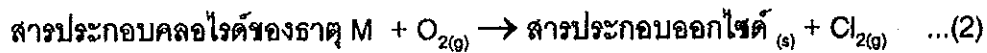
2. การสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของธาตุ Ti, Fe, Sn, Nb, W, Zr, และ Y

สารตั้งต้นในการทำปฏิกิริยาคลอริเนชันจะอยู่ในรูปส่วนผสมระหว่างสารประกอบออกไซด์ของธาตุ Ti, Fe, Sn, Nb, W, Zr, และ Y กับสารรีดิวซ์คือผงคาร์บอนกัมมันต์ โดยใช้อัตราส่วน 3 : 1 โดยน้ำหนัก เมื่อผ่านก๊าซคลอรีนเข้าไปในหลอดแก้วควอร์ตซ์ที่มีอุณหภูมิในช่วงที่ต้องการศึกษา คือ 350-700 °C จะเกิดปฏิกิริยาดังต่อไปนี้



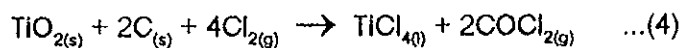
เมื่อ M = ธาตุ Ti, Fe, Sn, Nb, W, Zr, และ Y

สารประกอบคลอไรด์ที่เกิดขึ้นในข้างต้น จะทำปฏิกิริยากับน้ำหรืออากาศในหลอดแก้วควอร์ตซ์อย่างรวดเร็วแล้วให้สารประกอบออกไซด์ ดังแสดงในสมการ (2) หรือสมการ (3)

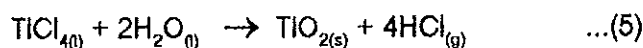


2.1 การสังเคราะห์ TiO_2 จากผง TiO_2 บริสุทธิ์

ปฏิกิริยาคลอริเนชันที่เกิดขึ้นดังแสดงในสมการ (4)



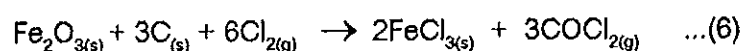
TiCl_4 ที่เกิดขึ้นออกจากแก้วควอร์ตซ์อย่างรวดเร็วโดยทำปฏิกิริยากับน้ำดังแสดงในสมการ (5)



จากการทดลองพบว่าปฏิกิริยาคลอริเนชันของ TiO_2 เริ่มเกิดที่อุณหภูมิ 350°C แต่ผลิตภัณฑ์มีปริมาณน้อยมาก และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิเป็น 400 , 500 , และ 600°C พบว่าปริมาณผลิตภัณฑ์เพิ่มขึ้น แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิเป็น 700°C ปริมาณผลิตภัณฑ์น้อยลง ถ้าทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 800°C ผลิตภัณฑ์มีปริมาณเพิ่มมากขึ้น ผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นที่ทุกอุณหภูมิมีสีขาวแกมเหลืองซึ่งแตกต่างจากผง TiO_2 ที่เป็นสารตั้งต้น ส่วนสารตั้งต้นที่เหลือมีสีเทาแกมขาว ผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350°C มีโครงสร้างที่เป็นอะนาเทสมากกว่ารูไทล์ ที่อุณหภูมิ 400 , 500 , 600 , และ 700°C เป็นผลิตภัณฑ์ที่มีโครงสร้างแบบรูไทล์มากกว่าอะนาเทส และที่อุณหภูมิ 800°C ผลิตภัณฑ์ TiO_2 มีโครงสร้างแบบรูไทล์ ซึ่งแตกต่างจากสารตั้งต้นที่มีโครงสร้างแบบอะนาเทส

2.2 การสังเคราะห์ Fe_2O_3 จากผง Fe_2O_3 บริสุทธิ์

ปฏิกิริยาคลอริเนชันที่เกิดขึ้นดังแสดงในสมการ (6)

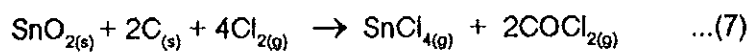


นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปเติมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เพื่อทำให้เกิดตะกอนของ $\text{Fe}(\text{OH})_3$ แล้วนำไปให้ความร้อนจนกลายเป็น Fe_2O_3 ในการสังเคราะห์เมื่อผ่านก๊าซคลอรีนไปยัง

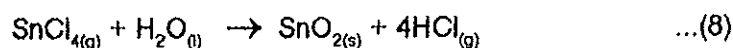
สารตั้งต้นที่อยู่ภายในแก้วควออร์ตซ์หลังจากนั้นไม่นานจะมีไอของสารที่มีความวาวเกิดขึ้นบริเวณปลายแก้วควออร์ตซ์ ผลึกภัณฑ์ที่เกิดขึ้นโดยที่อุณหภูมิห้องนำไปต้องเติมสารละลายแอมโมเนียมาไฮดรอกไซด์เพื่อเปลี่ยนผลึกภัณฑ์ให้อยู่ในรูป Fe_2O_3 เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการสังเคราะห์ปริมาณของผลึกภัณฑ์มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นด้วย ผลึกภัณฑ์ที่เกิดขึ้นเป็นผงสีน้ำตาลแดงเหมือนกับสีของ Fe_2O_3 ที่เป็นสารตั้งต้น สารตั้งต้นที่เหลือจากการทำปฏิกิริยามีสีเทาคล้ายเหมือนสารตั้งต้น

2.3 การสังเคราะห์ SnO_2 จากผง SnO_2 บริสุทธิ์

ปฏิกิริยาคลอไรเนชันที่เกิดขึ้นดังแสดงในสมการ (7)



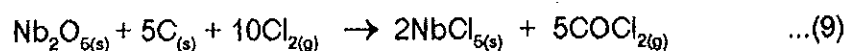
SnCl_4 ที่เกิดขึ้นออกจากแก้วควออร์ตซ์อย่างรวดเร็วโดยทำปฏิกิริยากับน้ำดังแสดงในสมการ (8)



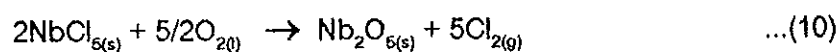
จากการทดลองพบว่าปฏิกิริยาคลอไรเนชันของ SnO_2 เริ่มเกิดที่อุณหภูมิ 350°C และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิเป็น $400, 500, 600,$ และ 700°C พบว่าปริมาณผลึกภัณฑ์เพิ่มขึ้น ผลึกภัณฑ์ที่ได้มีสีขาวแกมเหลือง ระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยาอยู่ในช่วงสั้น เมื่อเริ่มเกิดปฏิกิริยาจะมีควันสีขาวไหลออกมาจากแก้วควออร์ตซ์ที่เก็บผลึกภัณฑ์ เมื่อไม่มีควันออกมาถือว่าสิ้นสุดปฏิกิริยา สารตั้งต้นที่เหลือจากปฏิกิริยามีสีเทาคล้ายเหมือนสารตั้งต้นเหมือนสารตั้งต้น

2.4 การสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ Nb จากผง Nb_2O_5 บริสุทธิ์

ปฏิกิริยาคลอไรเนชันที่เกิดขึ้นดังแสดงในสมการ (9)



เมื่อให้สารผสมระหว่าง Nb_2O_5 กับผงคาร์บอนกับมันต์ได้รับความร้อน แล้วปล่อยก๊าซคลอรีนให้ไหลผ่าน จะเริ่มเกิดปฏิกิริยาที่อุณหภูมิสูงกว่า 200°C แล้วเกิดผลึกภัณฑ์คือ NbCl_5 เป็นผลึกสีเหลือง



จากการทดลองพบว่าปฏิกิริยาคลอริเนชันของ Nb_2O_5 เริ่มเกิดที่อุณหภูมิ $350\text{ }^{\circ}\text{C}$ และพบว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิปริมาณผลิตภัณฑ์เพิ่มขึ้นด้วย ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีสีชาวมืดเหลืองซึ่งแตกต่างจากสีของสารตั้งต้นที่มีสีขาว ระยะเวลาที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยาอยู่ในช่วง 8-18 นาที สารตั้งต้นที่เหลือจากการทำปฏิกิริยามีสีเทาแกมดำ

2.5 การสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ W จากผง WO_3 บริสุทธิ์

ปฏิกิริยาคลอริเนชันที่เกิดขึ้นดังแสดงในสมการ (11)



เมื่อผ่านก๊าซคลอรีนไปยังสารตั้งต้นที่มีอุณหภูมิตามกำหนด จะทำให้เกิดไอสีเหลืองออกมาตกเป็นผลึกสีเหลืองที่ปลายแก้วควอร์ตซ์ ซึ่งเป็นผลึกของ WO_2Cl_2 และหลังจากนั้นประมาณ 5 นาทีที่จะเกิดเป็นสีเขียวแกมเหลืองของผลึก $WOCl_3$ แต่หลังจากนำผลิตภัณฑ์ไปอบที่อุณหภูมิประมาณ $110\text{ }^{\circ}\text{C}$ จะได้ผลิตภัณฑ์เป็นสีเหลืองเหมือนสารตั้งต้น เมื่อมีการเพิ่มอุณหภูมิปริมาณผลิตภัณฑ์ไม่ได้เพิ่มตามไปด้วย สารตั้งต้นที่เหลือจากปฏิกิริยามีสีเทาแกมดำ เวลาที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยาประมาณ 20-30 นาที โดยเริ่มจับเวลาตั้งแต่มีไอสีเหลืองจนกระทั่งไม่มีอะไรออกมาจากหลอดแก้วควอร์ตซ์

2.6 การสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ Zr จากผง ZrO_2 บริสุทธิ์

ปฏิกิริยาคลอริเนชันที่เกิดขึ้นดังแสดงในสมการ (12)



เมื่อผ่านก๊าซคลอรีนไปยังสารตั้งต้นที่มีอุณหภูมิตามกำหนด จะทำให้เกิดไอสีขาวลอยไปตกผลึกที่บริเวณแก้วผลิตภัณฑ์ แต่พบว่าเมื่อใช้อุณหภูมิในการทดลอง 350 , 400 และ $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ ปฏิกิริยาคลอริเนชันไม่เกิด โดยเริ่มเกิดที่อุณหภูมิ 600 และ $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ ปริมาณผลิตภัณฑ์ที่อุณหภูมิทั้งสองไม่แตกต่างกันมาก ผลิตภัณฑ์มีสีชาวมืดเหลือง ส่วนสารตั้งต้นที่เหลือจากปฏิกิริยามีสีเทาแกมดำ

2.7 การสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของ Y จากผง Y_2O_3 บริสุทธิ์

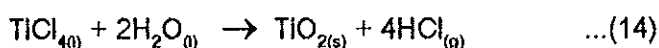
จากการทดลองพบว่าในช่วงอุณหภูมิ $350 - 700\text{ }^{\circ}\text{C}$ สารตั้งต้นไม่ทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน

2.8 การสังเคราะห์สารประกอบ TiO_2 จากส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิเกตด้วยวิธีคลอริเนชันที่อุณหภูมิ $600\text{ }^\circ\text{C}$

สารตั้งต้นเป็นสารผสมระหว่างส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิเกต (เป็นผงสีเหลือง) กับผงคาร์บอนกัมมันต์ในอัตราส่วน 3 : 1 โดยน้ำหนัก ซึ่งเป็นอัตราส่วนที่เหมาะสม เมื่อผ่านก๊าซคลอรีนเข้าไปในหลอดแก้วควอร์ตซ์ที่อุณหภูมิสูง (Jolly, W.L., 1970 : 463) ปฏิริยาคลอริเนชันที่เกิดขึ้นแสดงในสมการ (13)



TiCl_4 ที่เกิดขึ้นออกจากแก้วควอร์ตซ์อย่างรวดเร็วโดยทำปฏิริยากับน้ำดังแสดงในสมการ (14)



จากการทดลองใช้อุณหภูมิ $600\text{ }^\circ\text{C}$ เนื่องจากที่อุณหภูมิดังกล่าวเกิดปริมาณผลิตภัณฑ์มากพอสมควร และเป็นอุณหภูมิที่ไม่สูง สารเจือปนที่ออกมาจะมีปริมาณน้อย จากการทดลองจะเกิดควันสีขาวภายในหลอดแก้วควอร์ตซ์แล้วไหลมาสู่ที่เก็บผลิตภัณฑ์ซึ่งมีน้ำอยู่ ผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นนำไปให้ความร้อนเพื่อกำจัดน้ำออก จะได้ผลิตภัณฑ์ที่มีขาวแกมเหลืองแตกต่างจากสารตั้งต้นที่มีสีเหลือง ส่วนสารตั้งต้นที่เหลือจากปฏิริยามีสีเทาแกมดำ แสดงให้เห็นว่าสารเจือปนเหล่านี้ทำปฏิริยากับก๊าซคลอรีนไปรวมกับผลิตภัณฑ์ TiO_2 สารเจือปนเหล่านี้ได้แก่ Fe, Nb, W, Mn, Sn, Zr, และ Y โดยมีปริมาณ 0.16, 3.83, 5.02, 0.76, 1.90, 0.37, และ 0.18 % ตามลำดับ ทำให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้ไม่บริสุทธิ์ ซึ่งในส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิเกตจะมีปริมาณธาตุเจือปนในปริมาณที่มากเมื่อนำไปทำปฏิริยากับก๊าซคลอรีนธาตุเหล่านี้ก็มีโอกาสทำปฏิริยาเกิดรวมกับผลิตภัณฑ์ที่ต้องการ ระยะเวลาที่ใช้ในการเกิดปฏิริยาจะมากกว่าการสังเคราะห์ผลิตภัณฑ์ TiO_2 จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ จากการนำผลิตภัณฑ์ TiO_2 ไปวิเคราะห์โครงสร้างพบว่าเป็นแบบรูไทล์ซึ่งแตกต่างจากผง TiO_2 ที่ใช้ห้องปฏิบัติการจะมีโครงสร้างแบบอะนาทาส

3. การวิเคราะห์ปริมาณธาตุต่างๆ ในผลิตภัณฑ์ด้วยเครื่อง EDXRF

ในการวิเคราะห์ปริมาณธาตุต่างๆ ในผลิตภัณฑ์ด้วยเครื่อง EDXRF จำเป็นต้องเตรียมสารที่จะวิเคราะห์ให้อยู่ในรูปเม็ดสารตัวอย่าง ซึ่งใช้แบ่งเป็นสารยึดเหนี่ยวให้เม็ดสารมีความแข็งแรง และต้องเตรียมเม็ดสารมาตรฐานโดยใช้วิธีการเตรียมเช่นเดียวกับเม็ดสารตัวอย่าง เม็ดสาร

ตัวอย่างและเม็ดสารมาตรฐานจะทำการวิเคราะห์ 3 จุด ซึ่งทำมุมห่างกัน 90° ในการวิเคราะห์ ต้องติดตามค่า %DT อย่างใกล้ชิดเพื่อให้การวิเคราะห์ในแต่ละครั้งมีสภาพใกล้เคียงกัน เครื่อง EDXRF สามารถวิเคราะห์ได้ทั้งในเชิงคุณภาพและเชิงปริมาณ ในการวิเคราะห์เชิงปริมาณต้องเตรียมเม็ดสารตัวอย่างและเม็ดสารมาตรฐาน ข้อจำกัดของการวิเคราะห์เชิงปริมาณด้วยเครื่อง EDXRF คือถ้าสารที่จะวิเคราะห์มีปริมาณน้อย อาจวิเคราะห์ได้ไม่ต่ำมากนัก แต่ข้อดีคือวิเคราะห์ได้ในเวลาที่รวดเร็ว สามารถตรวจพร้อมกันได้หลายธาตุในเวลาเดียวกัน และไม่ทำให้สารตัวอย่างสูญเสียสภาพเดิม

4. สรุป

จากการศึกษาปฏิกิริยาคลอไรเนชันของธาตุ Ti, Fe, Nb, W, Sn, Zr และ Y ช่วงอุณหภูมิ 350-700 $^{\circ}\text{C}$ พบว่า ธาตุ Ti, Fe, Nb, W, และ Sn สามารถเกิดปฏิกิริยาได้ทุกช่วงอุณหภูมิ ส่วน Zr สามารถเกิดปฏิกิริยาคลอไรเนชันได้ที่อุณหภูมิ 600 และ 700 $^{\circ}\text{C}$ แต่ธาตุ Y ในช่วงอุณหภูมิดังกล่าวไม่สามารถเกิดปฏิกิริยาคลอไรเนชันได้ ซึ่งปริมาณของผลิตภัณฑ์ของธาตุเหล่านี้ดังแสดงในบทที่ 3 จากผลการทดลองดังกล่าวทำให้เลือกอุณหภูมิ 600 $^{\circ}\text{C}$ มาทำการสังเคราะห์ TiO_2 จากส่วนผสมของแร่โอลิเมนไนต์เนื่องจากที่อุณหภูมิดังกล่าวทำให้เกิดปริมาณผลิตภัณฑ์ค่อนข้างมาก เมื่อเทียบกับอุณหภูมิอื่น ๆ ที่ต่ำกว่านี้ แต่ถ้าใช้อุณหภูมิ 800 $^{\circ}\text{C}$ ปริมาณผลิตภัณฑ์ย่อมมากกว่านี้ แต่อุณหภูมิสูงจะทำให้เกิดปัญหาในการทดลองหลายอย่างเช่น จุกคอรัที่ปลดหลุดออกแก้ว ควอร์ตซ์จะไหม้ และใช้เวลาในการทดลองแต่ละครั้งมาก การสังเคราะห์ผลิตภัณฑ์ TiO_2 จากส่วนผสมของแร่โอลิเมนไนต์ที่อุณหภูมิ 600 $^{\circ}\text{C}$ จะได้ผลิตภัณฑ์ TiO_2 ร้อยละ 32.83 เมื่อเทียบกับน้ำหนักของส่วนผสมที่ใช้เป็นสารตั้งต้น และสีของผลิตภัณฑ์ที่ได้ไม่ขาวสะอาดเหมือนผง TiO_2 บริสุทธิ์จากขูดในห้องปฏิบัติการ ส่วนส่วนผสมของแร่โอลิเมนไนต์ที่ใช้เป็นสารตั้งต้นมีปริมาณ TiO_2 ร้อยละ 42.2 และมีธาตุ Fe, Nb, W, Mn, Sn, Zr, และ Y ซึ่งธาตุเหล่านี้เป็นสาเหตุที่ทำให้ผลิตภัณฑ์สีไม่ขาวสะอาด แต่กระบวนการคลอไรเนชันก็ถือว่ามีประสิทธิภาพในการสังเคราะห์ TiO_2 ที่ได้ผลผลิตภัณฑ์ที่มีความบริสุทธิ์มากกว่าสารตั้งต้นเดิม

บรรณานุกรม

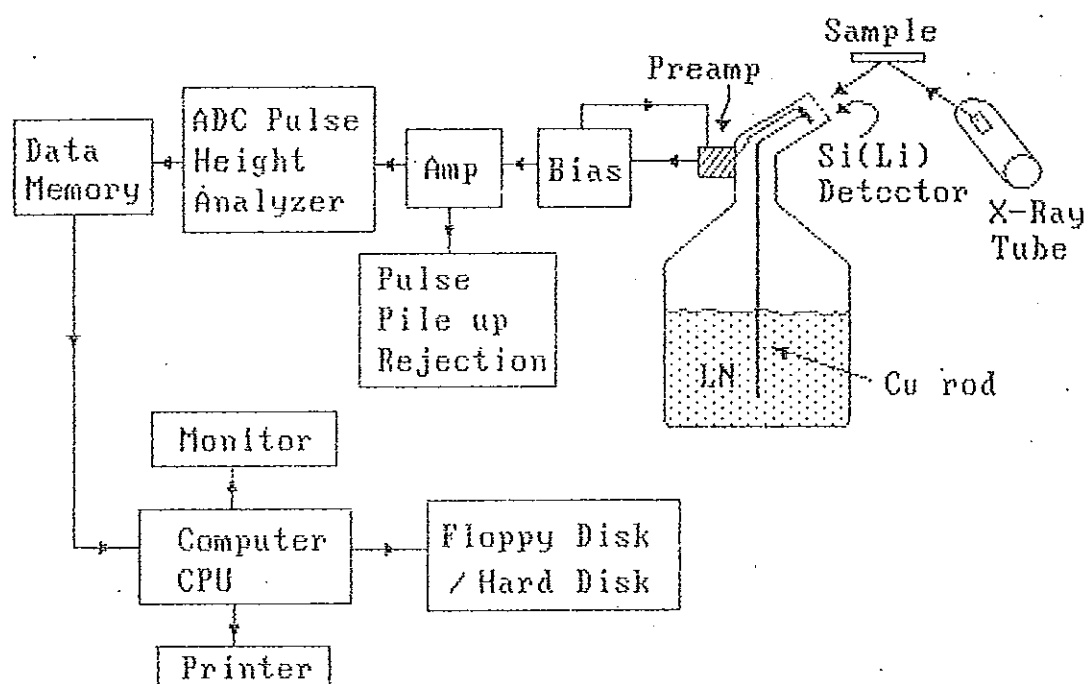
- ศัพท์วิทยาศาสตร์ ฉบับราชบัณฑิตยสถาน. พิมพ์ครั้งที่ 4. 2536 กรุงเทพฯ : สหธรรมมิก.
- สมรรถน์ วัฒนธรรม และชาติรี ตันคูวาร. 2526. "การผลิตไทเทเนียมไดออกไซด์จากแร่
อิลเมไนต์ไทย", จ.สงขลานครินทร์. 3 (ก.ค. - ก.ย. 2526), 197 - 200.
- ภิญโญ มีจําณะ. 2532. "แร่อิลเมไนต์ของประเทศไทย", จ.โลหะ วัสดุ และแร่. 42
(ก.พ. 2532), 45 - 54.
- สัมพันธ์ วงศ์นาวา. 2535. การเรืองรังสีเอกซ์แบบกระจายพลังงานเบื้องต้น. ภาควิชาเคมี คณะ
วิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ หาดใหญ่.
- สัมพันธ์ วงศ์นาวา , อับดุลนาเซอร์ ฮายีสาเมาะ และผดุง บุญสิน. "การสังเคราะห์ไทเทเนียม
ไดออกไซด์จากส่วนสกัดหยาบของแร่อิลเมไนต์ด้วยวิธีคลอรีเนชัน", จ.สงขลานครินทร์.
4 (ต.ค.-ธ.ค. 2537), 407 - 417.
- อับดุลนาเซอร์ ฮายีสาเมาะ. 2536. "การสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์จากส่วนสกัดหยาบของ
แร่อิลเมไนต์ด้วยวิธีคลอรีเนชัน (Synthesis of Titanium Dioxide from Crude
Extract of Ilmenite by Chlorination Method)", วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาเคมีศึกษา คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์. (ลำเนา)
- Ainley, D. 1990. "School Chemistry in an Industrial Process", Educ. In Chem. 27 (May
1990), 69 - 72.
- Barnett, B. and Wilson, C. L. 1957. Inorganic Chemistry. London : Longmans.
- Biswas, R.W., Hablb, M.A. and Dafader, N.C. 1992. "A study on the Recovery of
Titanium from Hydrofluoric acid Leach Solution of Ilmenite Sand",
Hydrometallurgy. 28 (1992), 119 - 126.
- Biswas, R.K. and Mondal, M.G.K. 1987. "A Study on the Dissolution of Ilmenite Sand",
Hydrometallurgy. 17 (1987), 385 - 390.

- Blumenthal, W. B. 1962. "Zirconium Chemistry in Industry", J. of Chem. Ed. 39 (December 1962), 605 - 610.
- Bonsak, L.P. 1992. "Entrained flow Chlorination of Ilmenite to Produce Titanium Tetrachloride and Metallic Iron", Metal. Trans.B. 23 (June 1992), 261 - 266.
- Buchner, W. et al. 1989. Industrial Inorganic Chemistry. New York : Weinheim VCH Verlagsgesellschaft.
- Clark, R.J.H. 1968. The Chemistry of Titanium and Vanadium. Amsterdam : Elsevier Publishing Company.
- Cotton, F. A. and Wilkinson, G. 1988. Advanced Inorganic Chemistry. 5th Ed. New York : John-Wiley & Sons. Inc.
- Davis, K.A. 1982. "Titanium Dioxide", J. of Chem. Ed. 59 (February 1982), 158 - 159.
- Gaskell, D. 1995. "TiO₂ - a Brighter Future for White Pigments", Chem. In Britain. 31 (June 1995), 430 - 432.
- Girgin, I. 1991. "Leaching of Ilmenite in HCl-H₂O , HCl-CH₃OH-H₂O and HCl-CH₃OH", Hydrometallurgy. 24 (1990), 127 - 134.
- Girgin, I. , Turker, L. and Goodall, D. 1991. "Effect of Phenol and Resorcinol on Leaching of Ilmenite with HCl-H₂O and HCl-C₂H₅OH solution", Int. J. Miner. Process. 32 (1991), 147 - 159.
- Grayson, M. 1985. Kirk othermer : Concise Encyclopedea of Chemical Technology. 3rd Ed. New York : John-Wiley & sons, Inc.
- Greenwood, N. N. and Earnshaw, A. 1984. Chemistry of the Element. Oxford : Pergamon Press Ltd.

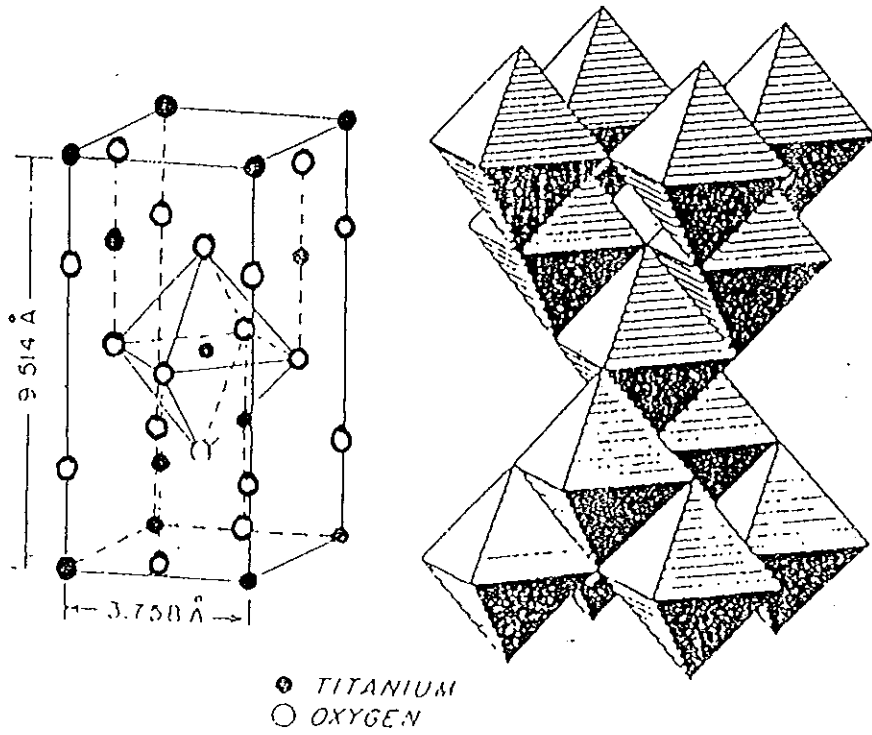
- Hample, C.A. 1968. The Encyclopedea of the Chemical Element. N.Y. : Reinhold book corporation, USA.
- Haque, R. and Ray, H.S. 1995. "Role of Ore/Carbon Contact and Direct Reduction of Iron Oxide by Carbon", Metal. Trans.B. 26 (April 1995), 400 - 404.
- Hudson, M. 1982. "Tungsten : Its Sources, Extraction and Uses", Chem. in Britain. 18 (June 1982), 438 - 442.
- Jena, P.K. , Brocchi, E.A. and Villela, T.F. 1995. "Studies on Kinetics of Low-Temperature Chlorination of ZrO_2 by Gaseous Carbon Tetrachloride", Metal. Trans.B. 21 (April 1995), 235 - 240.
- Jolly, w.L. 1970. The Synthesis and Characterization of Inorganic Compounds. Englewood Cliffs, N.J. : Prentice Hall, Inc.
- Jones, D. J. 1988. "The story of Titanlum", Chem. in Britain. 24 (November 1988) 1135 - 1138.
- Landsberg, A. , Wilson, R.D. and Burn, W. 1988. "Conditions Affecting the Formation of Chlorinated Carbon Compounds during Carbochlorination", Metal. Trans.B. 19 (June 1988), 477 - 482.
- Landsberg, A. , Hoatson, C. L. and Block, F.E. 1972. "The Chlorination Kinetics of Zirconium Dioxide In the Presence of Carbon and Carbon Monoxide", Metal. Trans. 3 (February 1972), 517 - 525.
- Layman, P. L. 1995. "Titanium Dioxide Makes Fast Turnaround, Heads For Supply Crunch", C & EN. 73 (January 1995), 12-14.
- Lee, C.T. and Sohn, H.Y. 1989. "Recovery of Sythetic Rutile and Iron oxide from Ilmenite ore by Sulfation with Ammonium Sulphates", Ind. Eng. Chem. Res. 28 (1989), 1802 - 1808.

- Mark, H.F., Meketta, J.J. and Othermer, D.F. 1969. Kirk-othermer : encyclopedia of Chemical Technology. 2nd Ed. Vol.20. New York : John Wiley & sons, Inc.
- Mellows, R. W. 1989. "Titanium(IV) oxide - a Laboratory simulation", Educ. In Chem. 26 (March 1989), 51 - 54.
- Pellant, C. 1992. Eyewitness Handbooks Rock and Minerals. London : Dorling Kindersley. Pong, T.K., Besida, J., O'Donnell, T. A. and Wood, D. W. 1995. "A Novel Fluoride Process for Producing TiO₂ from Titaniferous Ore", Ind. Eng. Chem. 34 (1995), 308 - 313.
- Ruiz, M. D., Gonzalez, J.A. and Olsina, R. A. 1993. "Analysis of Niobium, Tantalum and Titanium Extracted from Tantalite and Columbite Chlorination", J. Chem. Tech. Biotechnol. 57 (1993), 375 - 378.
- Shelley, S., Fouhy, K. and Moore, S. 1994. "Titanium dioxide Producers Whiten Their Ways", Chem. Eng. 101 (March 1994), 69 - 71.
- Teresa, K.P. et al. 1995 "A Novel Fluoride Process for Producing TiO₂ from Titaniferous Ore", Ind.Eng.Chem.res. 34 (1995), 308 - 313.
- Yamada, S. 1976. "Ilmenite Beneficiation and Implications for Titanium Dioxide manufacture", Ind. Miner. 1 (1976), 33-40.
- Yau, T.L. and Bird, K. W. 1995 "Mange Corrosion with Zirconium", Chem. Eng. Prog. 88 (1995), 42 - 46.
- Youn, I.J. and Park, K.Y. 1989. "Modelinf of Fluidized Bed Chlorination of Rutile", Metal. Trans.B. 20 (December 1989), 959 - 966.
- Zhao, Y. and Shadman, F. 1990. "Kinetics and Mechanism of Ilmenite Reduction with Carbon Monoxide", AIChE. J. 36 (September 1990), 1433 - 1438.

ภาคผนวก ก

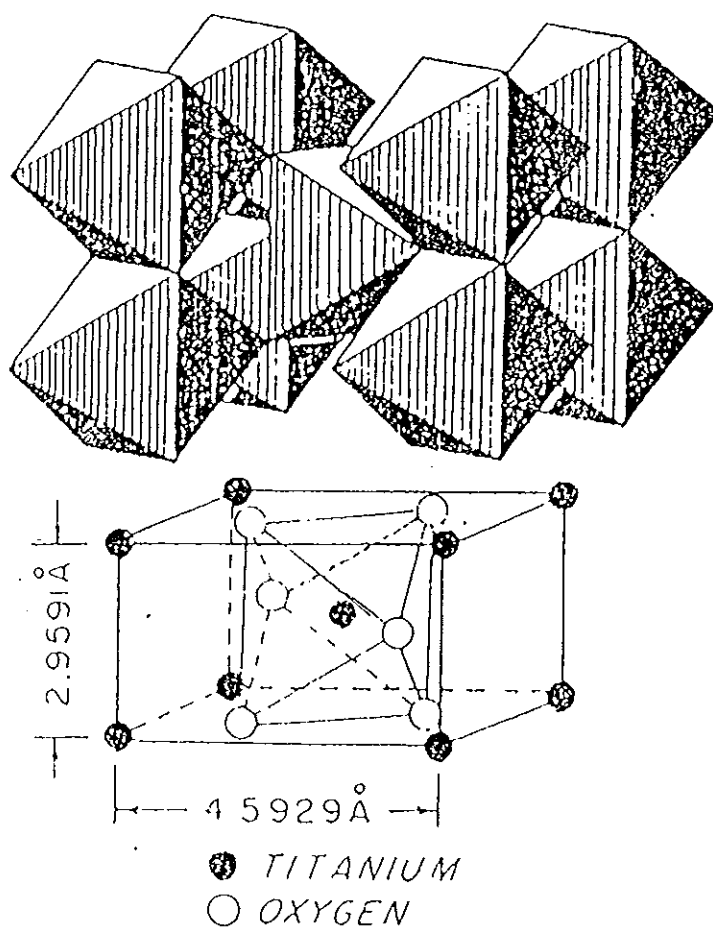


ภาพประกอบ 88 แสดงองค์ประกอบของเครื่อง EDXRF ที่ใช้ในการวิเคราะห์ในงานวิจัยนี้
ที่มา : สัมพันธ์ วงศ์นาวา, 2535 : 78



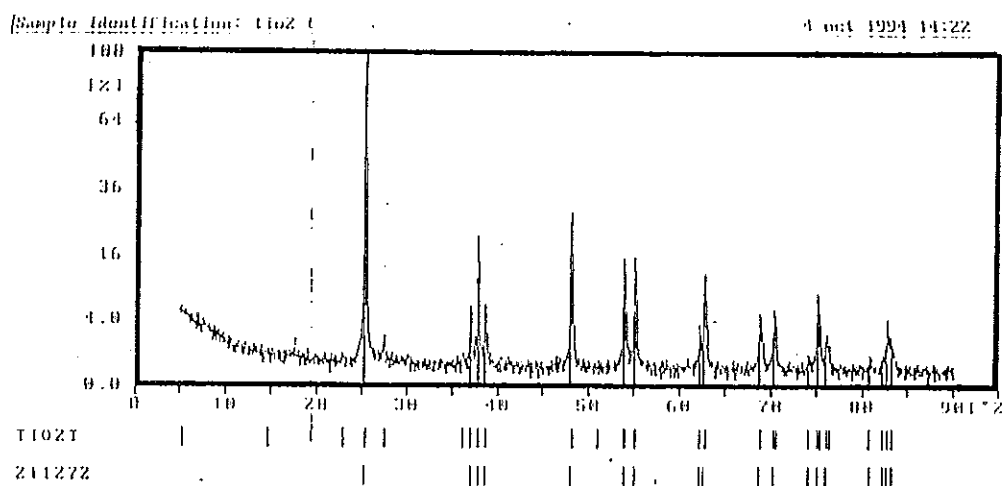
ภาพประกอบ 89 แสดงโครงสร้างของผลึกไทเทเนียมออกไซด์แบบอะนาเทส

ที่มา : Patton, T.C., 1973 : 3

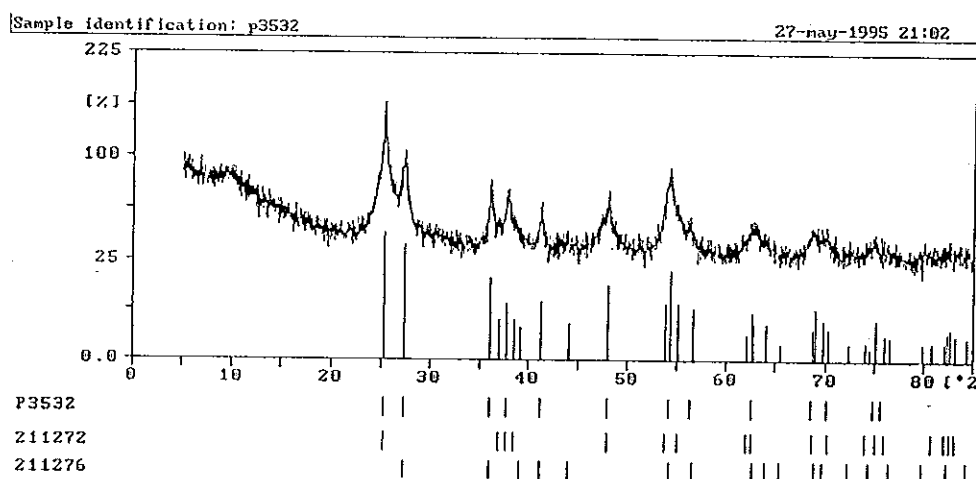


ภาพประกอบ 90 แสดงโครงสร้างของผลึกไทเทเนียมออกไซด์แบบรูไทล์

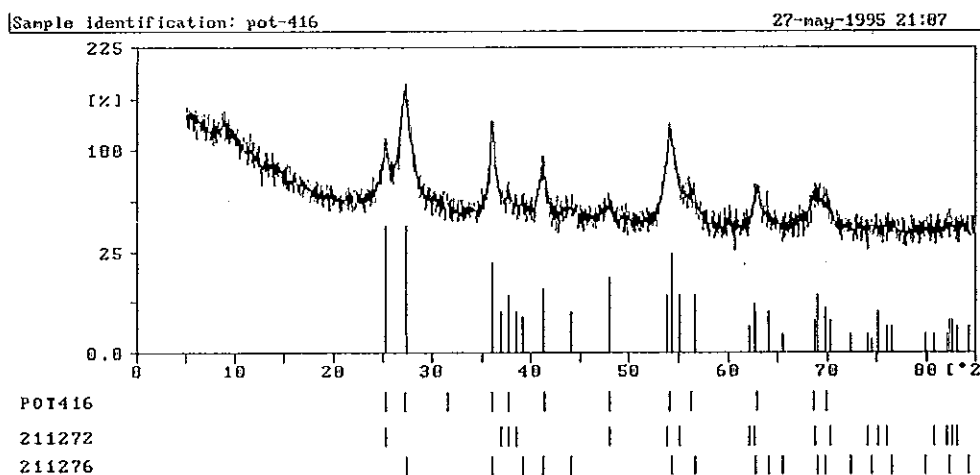
ที่มา : Patton, T.C., 1973 : 4



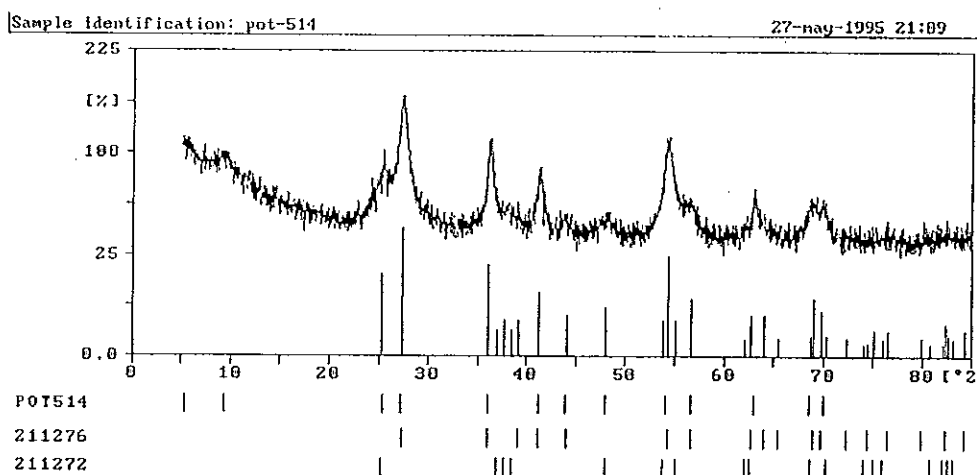
ภาพประกอบ 91 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างของผลึก TiO₂ โดยเครื่อง XRD



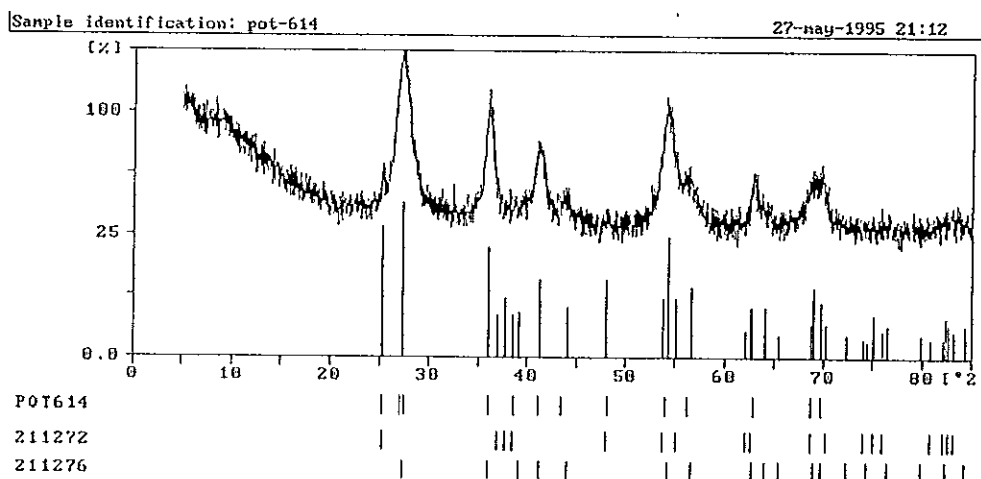
ภาพประกอบ 92 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างของผลึก TiO₂ ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 350 °C โดยเครื่อง XRD



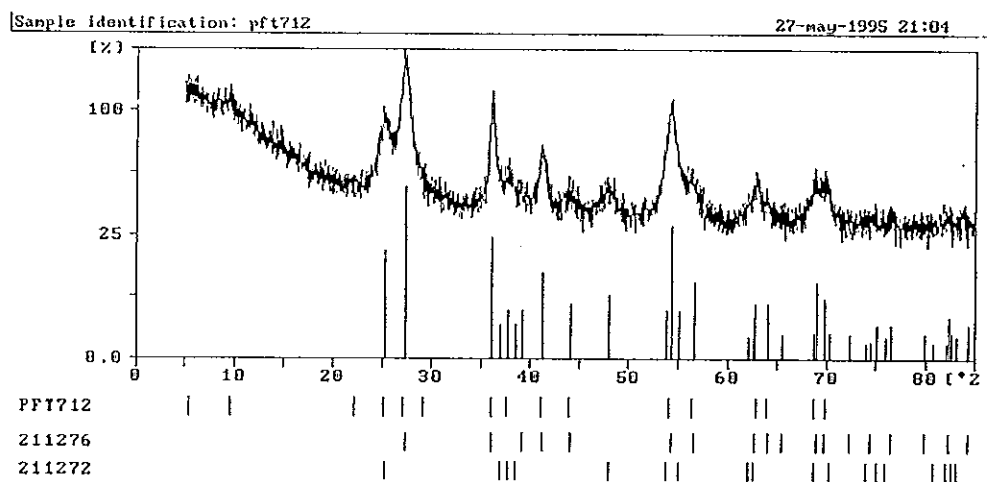
ภาพประกอบ 93 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างของผลึก TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 400 °C โดยเครื่อง XRD



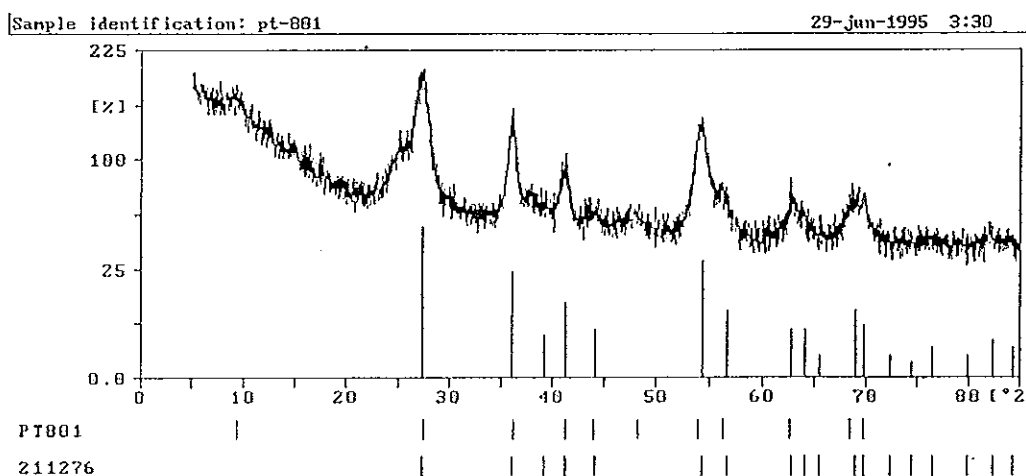
ภาพประกอบ 94 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างของผลึก TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 500 °C โดยเครื่อง XRD



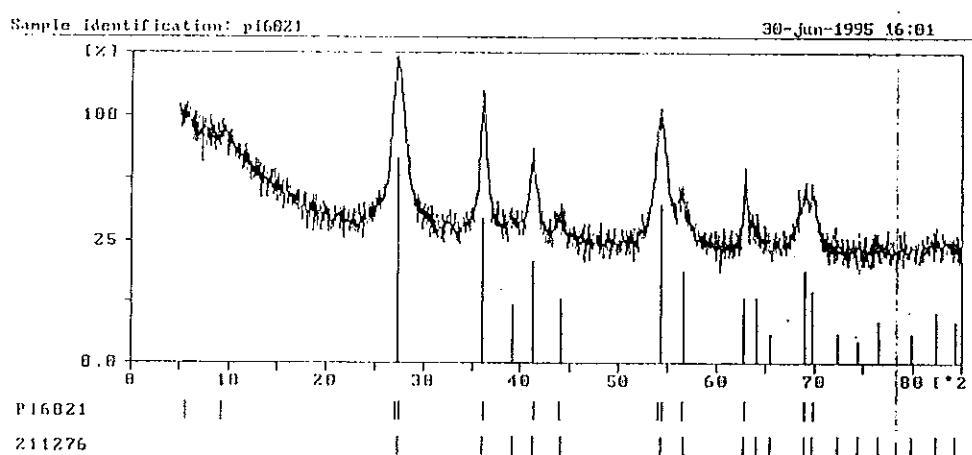
ภาพประกอบ 95 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างของผลึก TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600°C โดยเครื่อง XRD



ภาพประกอบ 96 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างของผลึก TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 700°C โดยเครื่อง XRD

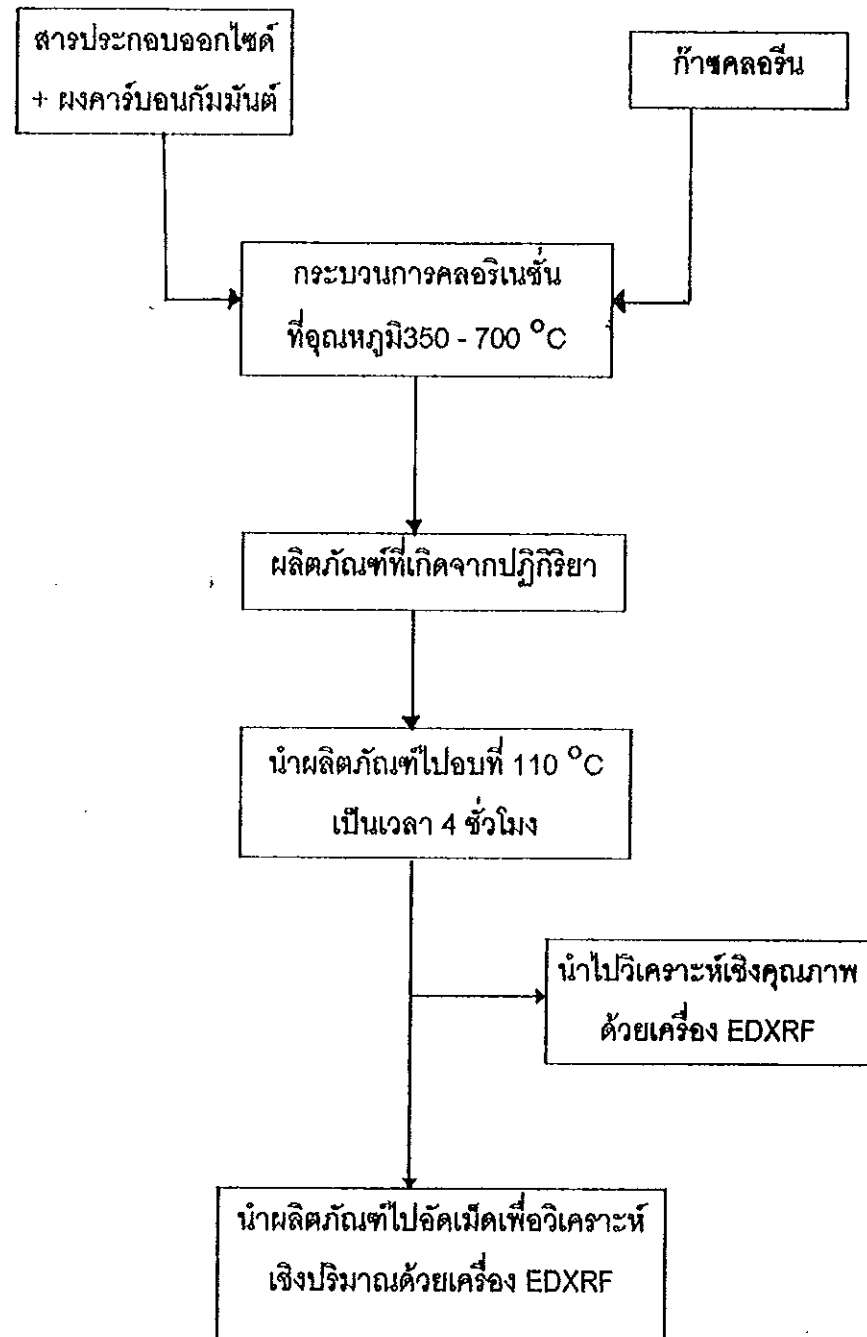


ภาพประกอบ 97 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างของผลึก TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 800°C โดยเครื่อง XRD



ภาพประกอบ 98 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างของผลึก TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์จากสวอนสกัด
หยาบของแร่ซิลิเกต ที่อุณหภูมิ 600°C โดยเครื่อง XRD

สรุปขั้นตอนการทำงาน



ภาพประกอบ 99 แสดงขั้นตอนการสังเคราะห์สารประกอบคลอไรด์ของธาตุบางชนิดโดยวิธีคลอรีเนชัน ที่อุณหภูมิสูง

ภาคผนวก ๑

ตาราง 75 แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณ TI ในเม็ดสารตัวอย่าง TiO_2 ที่สังเคราะห์จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $350\text{ }^\circ\text{C}$

ชื่อเม็ดสาร ตัวอย่าง	จุดที่ วิเคราะห์	ความเข้มพีค $\text{K}\alpha$ ของ TI (Count)	ความเข้มของสัญญาณ พื้นหลัง (Count)	ความเข้มข้น ของ TI (%)
PT-351	1	14141	1755	1.257
	2	13797	1872	1.225
	3	14302	1833	1.272
PT-352	1	12952	1820	1.146
	2	13269	1820	1.175
	3	13267	1768	1.175
PT-353	1	20876	2262	1.923
	2	20736	2340	1.909
	3	20934	2340	1.929
PT-354	1	18966	2054	1.728
	2	19424	2054	1.774
	3	19667	2327	1.779

* ความเข้มของพีคที่ได้จากการวิเคราะห์มีหน่วยเป็น Count ในเวลา 30 วินาที

ตาราง 76 แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณ Ti ในเม็ดสารตัวอย่าง TiO_2 ที่สังเคราะห์จากผง TiO_2
บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $400\text{ }^{\circ}C$

ชื่อเม็ดสาร ตัวอย่าง	จุดที่ วิเคราะห์	ความเข้มพีค $K\alpha$ ของ Ti (Count)	ความเข้มของสัญญาณ พื้นหลัง (Count)	ความเข้มข้น ของ Ti (%)
PT-402	1	11037	1612	0.971
	2	11250	1664	0.990
	3	11096	1586	0.976
PT-413	1	42249	3562	4.561
	2	42254	3497	4.561
	3	42201	3484	4.553
PT-415	1	22874	2301	2.134
	2	22657	2184	2.111
	3	22808	2223	2.127
PT-416	1	44744	3692	4.935
	2	44540	3640	4.904
	3	44354	3835	4.875

* ความเข้มของพีคที่ได้จากการวิเคราะห์มีหน่วยเป็น Count ในเวลา 30 วินาที

ตาราง 77 แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณ TI ในเม็ดสารตัวอย่าง TiO_2 ที่สังเคราะห์จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 500°C

ชื่อเม็ดสาร ตัวอย่าง	จุดที่ วิเคราะห์	ความเข้มพีค $\text{K}\alpha$ ของ TI (Count)	ความเข้มของสัญญาณ พื้นหลัง (Count)	ความเข้มข้น ของ TI (%)
PT-501	1	26059	2236	2.483
	2	25993	2405	2.475
	3	25999	2366	2.476
PT-511	1	24160	2080	2.273
	2	24995	2119	2.365
	3	24281	2158	2.286
PT-512	1	23860	2314	2.240
	2	24224	2210	2.280
	3	24036	2106	2.259
PT-515	1	19485	1989	1.780
	2	19559	2054	1.788
	3	19642	1885	1.796

* ความเข้มของพีคที่ได้จากการวิเคราะห์มีหน่วยเป็น Count ในเวลา 30 วินาที

ตาราง 78 แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณ Ti ในเม็ดสารตัวอย่าง TiO_2 ที่สังเคราะห์จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $600\text{ }^{\circ}C$

ชื่อเม็ดสาร ตัวอย่าง	จุดที่ วิเคราะห์	ความเข้มฟลักซ์ KOX ของ Ti (Count)	ความเข้มของสัญญาณ พื้นหลัง (Count)	ความเข้มข้น ของ Ti (%)
PT-601	1	38934	3211	4.089
	2	38519	3172	4.032
	3	38366	3003	4.010
PT-602	1	57786	3939	7.199
	2	57020	4160	7.052
	3	57833	4277	7.208
PT-603	1	69560	5070	9.833
	2	69313	5382	9.770
	3	69835	4940	9.903
PT-604	1	48368	3549	5.509
	2	47599	3640	5.383
	3	47418	3601	5.354

* ความเข้มของฟลักซ์ที่ได้จากการวิเคราะห์มีหน่วยเป็น Count ในเวลา 30 วินาที

ตาราง 79 แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณ Ti ในเม็ดสารตัวอย่าง TiO_2 ที่สังเคราะห์จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 700°C

ชื่อเม็ดสาร ตัวอย่าง	จุดที่ วิเคราะห์	ความเข้มพีค K α ของ Ti (Count)	ความเข้มของสัญญาณ พื้นหลัง (Count)	ความเข้มข้นของ Ti (%)
PT-702	1	22693	2158	2.114
	2	23161	2145	2.165
	3	23083	2184	2.156
PT-703	1	33458	3068	3.364
	2	33585	2977	3.380
	3	33923	2964	3.423
PT-704	1	19201	2067	1.751
	2	19500	1924	1.782
	3	19534	2015	1.785
PT-705	1	31496	2743	3.121
	2	31623	2600	3.136
	3	30836	2522	3.040

* ความเข้มของพีคที่ได้จากการวิเคราะห์มีหน่วยเป็น Count ในเวลา 30 วินาที

ตาราง 80 แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณ Ti ในเม็ดสารตัวอย่าง TiO_2 ที่สังเคราะห์จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 800°C

ชื่อเม็ดสาร ตัวอย่าง	จุดที่ วิเคราะห์	ความเข้มฟลักซ์ K α ของ Ti (Count)	ความเข้มของ สัญญาณพื้นหลัง (Count)	ความเข้มข้น ของ Ti (%)
PT-801	1	40558	3172	4.316
	2	40316	3328	4.282
	3	40293	3406	4.278
PT-802	1	47830	3601	5.421
	2	48265	3484	5.492
	3	47758	3666	5.409
PT-803	1	53324	3874	6.359
	2	53807	3965	6.447
	3	53327	3796	6.360
PT-804	1	53048	3705	6.310
	2	52627	3939	6.235
	3	52868	3874	6.278

* ความเข้มของฟลักซ์ที่ได้จากการวิเคราะห์มีหน่วยเป็น Count ในเวลา 30 วินาที

ตัวอย่างการคำนวณ

การคำนวณความเข้มข้นของธาตุจากผลการวิเคราะห์เชิงปริมาณด้วยเครื่อง EDXRF
เช่น

การคำนวณปริมาณ Ti ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีคลอริเนชันจากผง TiO_2 บริสุทธิ์
ที่อุณหภูมิ $350\text{ }^{\circ}\text{C}$

จากตาราง 75 ความเข้มข้นของ Ti ที่ตรวจวิเคราะห์ได้ในเม็คสารตัวอย่างโดยทำการวัด
3 ตำแหน่งต่อหนึ่งเม็ค ในเม็คสารตัวอย่าง PT-351 ความเข้มข้นของ Ti เฉลี่ยเป็น 1.251 %
เนื่องจาก TiO_2 ถูกเจือจางด้วยแป้งเหลือ 2.74 % ดังแสดงในตาราง 28 (หน้า 92) ดังนั้นความเข้มข้น
ของ Ti ที่ไม่ได้เจือจางด้วยแป้ง จะมีความเข้มข้นเท่ากับ

$$\begin{aligned} \text{ความเข้มข้นของ Ti (\%)} &= \frac{(100\%)(1.251\%)}{2.74\%} \\ &= 45.6\% \end{aligned}$$

จากตาราง 119 ในเม็คสารตัวอย่าง PT-402 ความเข้มข้นของ Ti เฉลี่ยเป็น 0.979 %
เนื่องจาก TiO_2 ถูกเจือจางด้วยแป้งเหลือ 2.23 % ดังแสดงในตาราง 28 (หน้า 92) ดังนั้นความ
เข้มข้นของ Ti ที่ไม่ได้เจือจางด้วยแป้ง จะมีความเข้มข้นเท่ากับ

$$\begin{aligned} \text{ความเข้มข้นของ Ti (\%)} &= \frac{(100\%)(0.979\%)}{2.23\%} \\ &= 43.9\% \end{aligned}$$

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ นางสาวรุจิรา สุขใส

วัน เดือน ปีเกิด 3 กันยายน 2511

วุฒิการศึกษา

วุฒิ	ชื่อสถาบัน	ปีที่สำเร็จการศึกษา
การศึกษามัธยมศึกษา	มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ	2533
วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต	มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์	2541

ตำแหน่งและหน้าที่การงาน

ข้าราชการครู ตำแหน่งอาจารย์ 1 ระดับ 4 สาขาเคมี

โรงเรียนหาดใหญ่วิทยาลัยสมบูรณกุลกันยา จังหวัดสงขลา

สังกัดกองการมัธยมศึกษา กรมสามัญศึกษา กระทรวงศึกษาธิการ