

#34234

การสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์จากส่วนสกัดของแร่อิลเมนิต์ด้วยวิธีคลอรีเนชัน

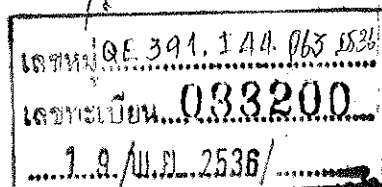
Synthesis of Titanium Dioxide from Crude Extract of Ilmenite

by Chlorination Method



อับดุลนาเซอร์ ฮัจยีฮาเมาะ

Abdulnaser Hajesamoh



วิทยาลัยวิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมีศึกษา

มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์


Master of Science Thesis in Chemical Studies

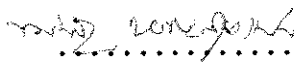
Prince of Songkla University

2536


ชื่อวิทยานิพนธ์ การสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์จากส่วนสกัดหยาบของแร่โอลเมนใต้
ตัวชวีย์คอลลีเนชั่น
ผู้เขียน นายอับดุลนาเซร์ ย้ายี่สำเมาะ
สาขาวิชา เคมีศึกษา

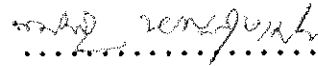
คณะกรรมการที่ปรึกษา

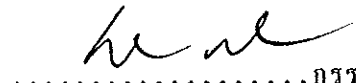

.....ประธานกรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สัมพันธ์ วงศ์นาวา)

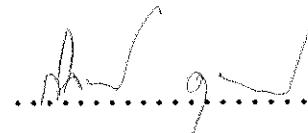

.....กรรมการ
(ดร. ชนิษฐา หาญสูงเนิน)

คณะกรรมการสอบ



.....ประธานกรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สัมพันธ์ วงศ์นาวา)


.....กรรมการ
(ดร. ชนิษฐา หาญสูงเนิน)


.....กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์พินิต เข็มชูพงษ์)


.....กรรมการ
(อาจารย์กัลยาณี คุปตารนทร์)

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ อนุมัติให้เนบวิทยานิพนธ์ฉบับนี้
เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา ตามหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมีศึกษา


.....
(ดร.ไพรัตน์ สงวนไทร)
คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย

| | |
|-----------------|---|
| ชื่อวิทยานิพนธ์ | การสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์จากส่วนสกัดหยาบของแร่โอลเมนิตด้วยวิธีคลอริเนชั่น |
| ผู้เขียน | อัปคณาเชษฐ์ ย้ายสำเนาะ |
| สาขาวิชา | เคมีศึกษา |
| ปีการศึกษา | 2536 |

บทคัดย่อ

ส่วนสกัดหยาบของแร่โอลเมนิตมีธาตุหลัก เซอร์โคเนียม ไนโอเบียม และทังสแตน เป็นสารเจือปนอยู่ร้อยละ 0.41 , 0.10 , 0.59 และ 1.66 โดยน้ำหนักตามลำดับ นำส่วนสกัดหยาบมาใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์สารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ด้วยวิธีคลอริเนชั่นโดยผสมผงคาร์บอนกัมมันต์ (Activated charcoal) เป็นสารรีดิวซ์ในอัตราส่วน 3 ต่อ 1 โดยน้ำหนัก (ส่วนสกัดหยาบของแร่ต่อคาร์บอนกัมมันต์) ทำการทดลองที่ช่วงอุณหภูมิ 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส พบว่าผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้หลังจากเผาที่อุณหภูมิ 950 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง คิดเป็นร้อยละ (เทียบกับน้ำหนักของส่วนสกัดหยาบที่ใช้ตั้งต้น) 49.01, 53.96 และ 57.84 ตามลำดับ ในขณะที่สังเคราะห์จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ด้วยวิธีการและภายใต้ภาวะเดียวกัน พบว่าได้ผลิตภัณฑ์ TiO_2 ร้อยละ 60.66, 75.83 และ 76.73 โดยน้ำหนักตามลำดับ

ทำการวิเคราะห์ความบริสุทธิ์ของผลิตภัณฑ์ TiO_2 ด้วยเครื่อง EDXRF (Energy Dispersive X-Ray Fluorescence) ใช้ตัวอย่างผลิตภัณฑ์ TiO_2 ผสมกับแป้งข้าวโพดในอัตราส่วน 5 ต่อ 1 โดยน้ำหนัก (แป้งต่อ TiO_2) อัดตัวอย่างเป็นแผ่นกลม (Pellets) ด้วยเครื่องอัดระบบไฮดรอลิกที่แรงอัดขนาด 8 ตันต่อตารางนิ้ว วิเคราะห์เชิงปริมาณโดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูป EDXRF version 1.31 พบว่าผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์จากส่วนสกัดหยาบของแร่ที่อุณหภูมิ 400 , 500 และ 600 องศาเซลเซียส ประกอบด้วย TiO_2 ร้อยละ

99.70, 98.30 และ 98.10 โดยน้ำหนักตามลำดับ และมีเหล็ก ไนโอเบียม และทังสเตนเป็นสารเจือปนโดย ปริมาณของสารเจือปนจะเพิ่มมากขึ้นในผลิตภัณฑ์ เมื่อใช้อุณหภูมิสูงขึ้นในการสังเคราะห์ ในขณะที่ผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์จาก ผง TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิเดียวกัน พบว่าประกอบด้วย TiO_2 ร้อยละ 99.95, 99.97 และ 99.98 โดยน้ำหนักตามลำดับ ธาตุที่เป็นสารเจือปนที่เหลือเพียง ธาตุเดียว

Thesis Title Synthesis of Titanium Dioxide from Crude
 Extract of Ilmenite by Chlorination Method
Author Mr. Abdulnaser Hajesamoh
Major Program Chemical Studies
Academic Year 1993

Abstract

Crude extract of ilmenite contains 0.41 %Fe, 0.10 % Zr , 0.59 % Nb , and 1.66 % W by weight as impurities. This crude extract of ilmenite was used as a starting material for the synthesis of TiO_2 by the chlorination method. Activated charcoal was used as a reducer and was premixed with crude extract at the ratio 3 : 1 by weight (crude extract : charcoal). The mixture was allowed to react with chlorine at 400 , 500, and 600 °C and dispersed into water. The products TiO_2 thus obtained were heated up to 950 °C for 3 hrs before weighing at room temperature. The yields were 49.01, 53.96, and 57.84 %, respectively , as compared to the starting weight of the crude extract used. In the comparison runs under the same conditions but with TiO_2 from shelf as a starting material the products TiO_2 obtained were 60.66, 75.83, and 76.73 % by weight, respectively.

The products TiO_2 were analysed quantitatively using Energy Dispersive X-Ray Fluorescence (EDXRF) spectrometer. The samples were prepared by mixing with

corn starch (5 : 1 by weight; corn starch : TiO_2) and pressed into pellets under pressure 8 ton/square inch. Data acquisition and all the relevant computation were carried out by the EDXRF version 1.31 software. The results show that the products TiO_2 obtained from crude extract of ilmenite at the reaction temperature of 400 , 500 , and 600 °C contain 99.70 , 98.30 and 98.10 % TiO_2 by weight, respectively. The impurities are Fe , Nb , and W whose contents increase with increasing temperature. On the other hand, the products TiO_2 obtained from reaction of TiO_2 from shelf, under the same conditions , contain 99.95 , 99.97 , and 99.98 % TiO_2 by weight. The only impurity to this batch of products is Fe.

กิตติกรรมประกาศ

จากความสำเร็จของการศึกษาวิจัยครั้งนี้ ข้าพเจ้าขอแสดงความขอบพระคุณผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. สัมพันธ์ วงศ์เนา ประธานกรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ซึ่งเป็นผู้ให้คำแนะนำ แนวคิดเกี่ยวกับการแก้ปัญหาต่างๆในการศึกษาวิจัย อำนวยความสะดวกระหว่างการทำเนิการศึกษา ตลอดจนการตรวจแก้ไขต้นฉบับวิทยานิพนธ์เล่มนี้จนเสร็จสมบูรณ์เป็นเล่มดังปรากฏนี้ ขอขอบคุณอาจารย์ ผดุง บุญสิน ที่ให้คำแนะนำเกี่ยวกับกระบวนการทดลอง และอนุเคราะห์ส่วนสกัดหยาบของแร่อลิเมนต์เพื่อการศึกษาวิจัยในครั้งนี้ ขอขอบคุณผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. คำณน กาญจนภูมิ ภาควิชาชีววิทยา คณะวิทยาศาสตร์ ที่อำนวยความสะดวกในการให้เครื่องเขย่าสาร ขอขอบคุณ วิเชียร กายราศ ที่ให้ความช่วยเหลือเกี่ยวกับการเป่าแก้วตามแบบที่ต้องการ และสุดท้ายขอขอบคุณข้าราชการครูหมวดวิทยาศาสตร์ โรงเรียนแจ้งกลางประชาอุบล จังหวัดนครศรีธรรมราช ที่มีส่วนสนับสนุนให้ข้าพเจ้าได้ศึกษาต่อ ตลอดจนบุคคลอื่นอีกหลาย ๆ คนที่ไม่ได้เอ่ยนามในที่นี้ ล้วนแต่มีส่วนช่วยให้ข้าพเจ้าสำเร็จการศึกษาในครั้งนี้

อับดุลนาเซร์ ฮายีสาเมะ

สารบัญ

หน้า

| | |
|---------------------------|------|
| บทคัดย่อ..... | (3) |
| Abstract..... | (5) |
| กิตติกรรมประกาศ..... | (7) |
| สารบัญ..... | (8) |
| รายการตาราง..... | (9) |
| รายการภาพประกอบ..... | (15) |
| บทที่ | |
| 1. บทนำ..... | 1 |
| บทนำต้นเรื่อง..... | 1 |
| การตรวจเอกสาร..... | 2 |
| วัตถุประสงค์..... | 26 |
| 2. วิธีการวิจัย..... | 27 |
| วัสดุ..... | 27 |
| อุปกรณ์..... | 29 |
| วิธีดำเนินการ..... | 31 |
| 3. ผลและการอภิปรายผล..... | 61 |
| 4. วิจารณ์และสรุป..... | 130 |
| บรรณานุกรม..... | 138 |
| ภาคผนวก ก..... | 145 |
| ภาคผนวก ข..... | 153 |
| ประวัติผู้เขียน..... | 167 |

รายการตาราง

| ตาราง | หน้า |
|---|------|
| 1. แสดงสมบัติทางกายภาพของ Ti บริสุทธิ์ที่ใช้เป็นเกณฑ์ทางการค้า..... | 8 |
| 2. แสดงโรงงานอุตสาหกรรมที่ผลิต TiO_2 และกำลังการผลิตในประเทศ สหรัฐอเมริกาในปลายปี 1971..... | 12 |
| 3. แสดงผลิตภัณฑ์ TiO_2 และร้อยละของสารเจือปนที่แยกโดยวิธี กระบวนการซีลเฟต..... | 18 |
| 4. แสดงค่า acquisition parameter ที่ใช้สำหรับการวิเคราะห์ เชิงคุณภาพของ TiO_2 ผงคาร์บอนกัมมันต์ และส่วนสกัดหยาบ..... | 39 |
| 5. แสดงปริมาณกรด HCl EDTA Acac และกรด Oxalic ที่ใช้ในการ กำจัด Fe จากผงคาร์บอนกัมมันต์..... | 40 |
| 6. แสดงน้ำหนักของผงคาร์บอนกัมมันต์ แป้ง TiO_2 และ As_2O_3 เพื่อเตรียม เม็ดตัวอย่างแบบหนาปานกลาง..... | 41 |
| 7. แสดงร้อยละของธาตุต่าง ๆ ที่เป็นองค์ประกอบในเม็ดสารที่เตรียมได้... | 42 |
| 8. แสดงค่าช่วงการอ่านพื้นที่ได้ผล K_{α} ของธาตุที่เกี่ยวข้อง..... | 44 |
| 9. แสดงส่วนผสมของแป้ง TiO_2 และ Fe_2O_3 ในการเตรียมเม็ดสาร มาตรฐาน..... | 50 |
| 10. แสดงส่วนผสมของแป้ง TiO_2 และ Fe_2O_3 ที่ซึ่งมาจำนวน 4.0000 g และเจือจางด้วยแป้งอีกจำนวน 16.0000 g..... | 51 |
| 11. แสดงน้ำหนักของ TiO_2 Fe_2O_3 Nb_2O_5 และแป้ง สำหรับเม็ดสาร มาตรฐานชุดที่ 1 | 55 |
| 12. แสดงน้ำหนักส่วนผสมของ TiO_2 Fe_2O_3 Nb_2O_5 และแป้งที่ซึ่งมา จำนวน 2.0000 g และเจือจางด้วยแป้งอีกจำนวน 8.0000 g..... | 56 |
| 13. แสดงน้ำหนักของ TiO_2 WO_3 ZrO_2 และแป้งในการเตรียมเม็ดสาร มาตรฐานชุดที่ 2 | 57 |

รายการตาราง (ต่อ)

ตาราง

หน้า

14. แสดงน้ำหนักของส่วนผสมของ TiO_2 WO_3 ZrO_2 และแป้งที่ชั่งมา
จำนวน 2.000 g และเจือจางด้วยแป้งอีกจำนวน 8.0000 g.....58
15. แสดงผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของ TiO_2 ผงคาร์บอนกัมมันต์
และส่วนสกัดหยาบของแร่โอลิเมไนต์ ด้วยเครื่อง EDXRF.....65
16. แสดงผลการทดสอบกรด HCl ที่ผ่านการสกัด Fe จากผงคาร์บอนกัมมันต์
ด้วยสารละลาย KSCN เข้มข้น 1 M.....66
17. แสดงความเข้มข้นของ Ti Fe และ As ในตัวอย่างผงคาร์บอนกัมมันต์
ที่ไม่ได้ผ่านการสกัด Fe ด้วยกรด HCl.....67
18. แสดงความเข้มข้นของ Ti Fe และ As ในตัวอย่างผงคาร์บอนกัมมันต์
ที่ผ่านการสกัด Fe ด้วยกรด HCl ใน EDTA.....67
19. แสดงความเข้มข้นของ Ti Fe และ As ในตัวอย่างผงคาร์บอนกัมมันต์
ที่ผ่านการสกัด Fe ด้วยกรด HCl ใน Acac.....68
20. แสดงความเข้มข้นของ Ti Fe และ As ในตัวอย่างผงคาร์บอนกัมมันต์
ที่ผ่านการสกัด Fe ด้วยด้วยกรด HCl ในกรด Oxalic.....68
21. แสดงความเข้มข้นของ Fe ในผงคาร์บอนกัมมันต์ต่าง ๆ.....69
22. แสดงน้ำหนักของส่วนผสมของ TiO_2 และผงคาร์บอนกัมมันต์.....70
23. แสดงผลการสังเคราะห์ TiO_2 จาก TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ-
400 °C.....72
24. แสดงผลการสังเคราะห์ TiO_2 จาก TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ-
500 °C.....73
25. แสดงผลการสังเคราะห์ TiO_2 จาก TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ-
600 °C.....74

รายการตาราง (ต่อ)

| ตาราง | หน้า |
|--|------|
| 26. แสดงผลการสังเคราะห์ TiO_2 จาก TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ- 700 °C..... | 75 |
| 27. แสดงผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือและผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิประมาณ 400, 500, 600, 700 °C...89 | 89 |
| 28. แสดงความสัมพันธ์ของความหนาของเม็ดสารกับความเข้มของรังสีเอกซ์ เฉพาะของ Zn ที่ทะลุผ่านเม็ดสาร..... | 90 |
| 29. แสดงความเข้มข้นของ Fe_2O_3 ที่เป็นองค์ประกอบในเนื้อสารของเม็ด สารมาตรฐาน | 91 |
| 30. แสดงความเข้มข้นของ Fe และความเข้มของพีค Fe ในเม็ดสาร มาตรฐานของ Fe..... | 91 |
| 31. แสดงน้ำหนักแห้ง TiO_2 และเม็ดสารตัวอย่างของ TiO_2 ที่ได้ จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 400 °C..... | 93 |
| 32. แสดงน้ำหนักแห้ง TiO_2 และเม็ดสารตัวอย่างของ TiO_2 ที่ได้ จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 500 °C..... | 94 |
| 33. แสดงน้ำหนักแห้ง TiO_2 และเม็ดสารตัวอย่างของ TiO_2 ที่ได้ จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 °C..... | 94 |
| 34. แสดงน้ำหนักแห้ง TiO_2 และเม็ดสารตัวอย่างของ TiO_2 ที่ได้ จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 700 °C..... | 95 |
| 35. แสดงความเข้มข้นของ Fe ในผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ ที่อุณหภูมิ 400 °C..... | 96 |
| 36. แสดงความเข้มข้นของ Fe ในผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ ที่อุณหภูมิ 500 °C..... | 97 |

รายการตาราง (ต่อ)

| ตาราง | หน้า |
|--|------|
| 37. แสดงความเข้มข้นของ Fe ในผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 °C..... | 98 |
| 38. แสดงความเข้มข้นของ Fe ในผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 700 °C..... | 99 |
| 39. แสดงน้ำหนักส่วนผสมของส่วนเสกิดหยาบของแร่ซิลิเกตและผงคาร์บอนกัมมันต์..... | 100 |
| 40. แสดงผลการสังเคราะห์ TiO_2 จากส่วนเสกิดหยาบของแร่ซิลิเกตที่อุณหภูมิ 400 °C..... | 102 |
| 41. แสดงผลการสังเคราะห์ TiO_2 จากส่วนเสกิดหยาบของแร่ซิลิเกตที่อุณหภูมิ 500 °C..... | 103 |
| 42. แสดงผลการสังเคราะห์ TiO_2 จากส่วนเสกิดหยาบของแร่ซิลิเกตที่อุณหภูมิ 600 °C..... | 104 |
| 43. แสดงผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือ และผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 400 500 600 °C..... | 115 |
| 44. แสดงความเข้มข้นของ Ti Fe และ Nb ในเม็ดสารมาตรฐานชุดที่ 1..... | 116 |
| 45. แสดงความเข้มข้นของ Ti W และ Zr ในเม็ดสารมาตรฐานชุดที่ 2..... | 116 |
| 46. แสดงความเข้มข้นของนิก Nb ในเม็ดสารมาตรฐานชุดที่ 1..... | 117 |
| 47. แสดงความเข้มข้นของนิก W ในเม็ดสารมาตรฐานชุดที่ 2..... | 118 |
| 48. แสดงความเข้มข้นของนิก Zr ในเม็ดสารมาตรฐานชุดที่ 2..... | 118 |
| 49. แสดงน้ำหนัก แป้ง TiO_2 เม็ดสารตัวอย่างและความเข้มข้นของ TiO_2 ในเม็ดสารตัวอย่างที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 400 °C..... | 122 |

รายการตาราง (ต่อ)

| ตาราง | หน้า |
|--|------|
| 50. แสดงน้ำหนัก แบ่ง TiO_2 เม็ดสารตัวอย่าง และความเข้มข้นของ TiO_2 ในเม็ดสารตัวอย่างที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ $500\text{ }^{\circ}C$ | 123 |
| 51. แสดงน้ำหนัก แบ่ง TiO_2 เม็ดสารตัวอย่าง และความเข้มข้นของ TiO_2 ในเม็ดสารตัวอย่างที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ $600\text{ }^{\circ}C$ | 123 |
| 52. แสดงความเข้มข้นของ Fe W Zr และ Nb ในส่วนสกัดหยาบของ แร่โอลเมนไต์ที่นำมาใช้ในการทดลอง..... | 124 |
| 53. แสดงความเข้มข้นของ Fe W และ Nb ใน TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ $400\text{ }^{\circ}C$ | 125 |
| 54. แสดงความเข้มข้นของ Fe W และ Nb ใน TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ $500\text{ }^{\circ}C$ | 126 |
| 55. แสดงความเข้มข้นของ Fe W และ Nb ใน TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ $600\text{ }^{\circ}C$ | 127 |
| 56. เปรียบเทียบปัจจัยหลายด้านระหว่างเครื่องมือวิเคราะห์บางชนิด.... | 148 |
| 57. แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณ Fe ในเม็ดสารตัวอย่าง TiO_2 ที่สังเคราะห์จาก TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $400\text{ }^{\circ}C$ | 151 |
| 58. แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณ Fe ในเม็ดสารตัวอย่าง TiO_2 ที่สังเคราะห์จาก TiO_2 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ $500\text{ }^{\circ}C$ | 152 |
| 59. แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณ Fe ในเม็ดสารตัวอย่าง TiO_2 ที่สังเคราะห์จาก TiO_2 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ $600\text{ }^{\circ}C$ | 153 |
| 60. แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณ Fe ในเม็ดสารตัวอย่าง TiO_2 ที่สังเคราะห์จาก TiO_2 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ $700\text{ }^{\circ}C$ | 154 |
| 61. แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณ Fe W Zr และ Nb ในเม็ดสารตัวอย่างของแร่โอลเมนไต์ที่นำมาใช้ในการทดลอง..... | 155 |

รายการตาราง (ต่อ)

| ตาราง | หน้า |
|---|------|
| 62. แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณ Fe ในเม็ดสารตัวอย่าง TiO_2 ที่ สังเคราะห์จากส่วนสกัดหยาบของแร่โอลิเมนไนด์ที่อุณหภูมิ 400 °C.... | 156 |
| 63. แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณ Nb ในเม็ดสารตัวอย่าง TiO_2 ที่ สังเคราะห์จากส่วนสกัดหยาบของแร่โอลิเมนไนด์ที่อุณหภูมิ 400 °C.... | 157 |
| 64. แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณ W ในเม็ดสารตัวอย่าง TiO_2 ที่ สังเคราะห์จากส่วนสกัดหยาบของแร่โอลิเมนไนด์ที่อุณหภูมิ 400 °C.... | 158 |
| 65. แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณ Fe ในเม็ดสารตัวอย่าง TiO_2 ที่ สังเคราะห์จากส่วนสกัดหยาบของแร่โอลิเมนไนด์ที่อุณหภูมิ 500 °C.... | 159 |
| 66. แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณ Nb ในเม็ดสารตัวอย่าง TiO_2 ที่ สังเคราะห์จากส่วนสกัดหยาบของแร่โอลิเมนไนด์ที่อุณหภูมิ 500 °C.... | 160 |
| 67. แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณ W ในเม็ดสารตัวอย่าง TiO_2 ที่ สังเคราะห์จากส่วนสกัดหยาบของแร่โอลิเมนไนด์ที่อุณหภูมิ 500 °C.... | 161 |
| 68. แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณ Fe ในเม็ดสารตัวอย่าง TiO_2 ที่ สังเคราะห์จากส่วนสกัดหยาบของแร่โอลิเมนไนด์ที่อุณหภูมิ 600 °C.... | 162 |
| 69. แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณ Nb ในเม็ดสารตัวอย่าง TiO_2 ที่ สังเคราะห์จากส่วนสกัดหยาบของแร่โอลิเมนไนด์ที่อุณหภูมิ 600 °C.... | 163 |
| 70. แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณ W ในเม็ดสารตัวอย่าง TiO_2 ที่ สังเคราะห์จากส่วนสกัดหยาบของแร่โอลิเมนไนด์ที่อุณหภูมิ 600 °C.... | 164 |

รายการภาพประกอบ

| ภาพประกอบ | หน้า |
|--|------|
| 1. แสดงขั้นตอนการแยก TiO_2 จากแร่โอลเมนิต์ด้วยกระบวนการซัลเฟต.. | 11 |
| 2. แสดงขั้นตอนการสังเคราะห์ TiO_2 จากรูไทล์ด้วยกระบวนการคลอไรด์. | 13 |
| 3. กระบวนการซัลเฟตที่เสนอโดย Barkdale (1966) และ Walker (1967)..... | 16 |
| 4. แสดงขั้นตอนในการแยก TiO_2 จากแร่โอลเมนิต์ด้วยกระบวนการซัลเฟตที่ ปรับปรุงโดย Judd ,B. และ Palmer, E.R..... | 17 |
| 5. แสดงขั้นตอนการแยก TiO_2 ด้วยกระบวนการซัลเฟตที่ปรับปรุง โดย Yamada, S. (1976)..... | 20 |
| 6. แสดงขั้นตอนการแยก TiO_2 จากแร่โอลเมนิต์ด้วย $(NH_4)_2 SO_4$ | 22 |
| 7. แสดงขั้นตอนการแยก TiO_2 โดยตัวทำละลาย HF..... | 23 |
| 8. แสดงการจัดอุปกรณ์สำหรับการสังเคราะห์ TiO_2 ด้วยวิธีคลอริเนชั่น... | 35 |
| 9. แสดงการวางเม็ดสารมาตรฐานกับบนเม็ดสารตัวอย่างแต่ละครั้งของ การวิเคราะห์เม็ดสารตัวอย่างแบบหยาบปานกลาง..... | 43 |
| 10. แสดงการวางเม็ดสารมาตรฐานของ Zn บนเม็ดสารตัวอย่าง เพื่อศึกษา ความหนาที่สุดของเม็ดสารตัวอย่างสำหรับเนื้อสารที่เป็นแป้ง..... | 48 |
| 11. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผง TiO_2 บริสุทธิ์ด้วย เครื่อง EDXRF..... | 62 |
| 12. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของคาร์บอนกัมมันต์ ด้วย เครื่อง EDXRF..... | 63 |
| 13. แสดงผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของ ส่วนสกัดหยาบของแร่โอลเมนิต์ ด้วยเครื่อง EDXRF..... | 64 |
| 14. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์ส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยา การสังเคราะห์ TiO_2 จาก TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $400\text{ }^{\circ}C$ | 77 |

รายการภาพประกอบ (ต่อ)

ภาพประกอบ

หน้า

15. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์ส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยา
การสังเคราะห์ TiO_2 จาก TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $500\text{ }^{\circ}C$78
16. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์ส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยา
การสังเคราะห์ TiO_2 จาก TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $600\text{ }^{\circ}C$79
17. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์ส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยา
การสังเคราะห์ TiO_2 จาก TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $700\text{ }^{\circ}C$80
18. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์จาก
 TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $400\text{ }^{\circ}C$ ก่อนเผาที่อุณหภูมิ $900-950\text{ }^{\circ}C$81
19. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์จาก
 TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $500\text{ }^{\circ}C$ ก่อนเผาที่อุณหภูมิ $900-950\text{ }^{\circ}C$82
20. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์จาก
 TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $600\text{ }^{\circ}C$ ก่อนเผาที่อุณหภูมิ $900-950\text{ }^{\circ}C$83
21. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์จาก
 TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $700\text{ }^{\circ}C$ ก่อนเผาที่อุณหภูมิ $900-950\text{ }^{\circ}C$84
22. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์จาก
 TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $400\text{ }^{\circ}C$ หลังเผาที่อุณหภูมิ $900-950\text{ }^{\circ}C$85
23. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์จาก
 TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $500\text{ }^{\circ}C$ หลังเผาที่อุณหภูมิ $900-950\text{ }^{\circ}C$86
24. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์จาก
 TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $600\text{ }^{\circ}C$ หลังเผาที่อุณหภูมิ $900-950\text{ }^{\circ}C$87
25. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์จาก
 TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $700\text{ }^{\circ}C$ หลังเผาที่อุณหภูมิ $900-950\text{ }^{\circ}C$88
26. แสดงกราฟมาตรฐานของ Fe92

รายการภาพประกอบ (ต่อ)

| ภาพประกอบ | หน้า |
|---|------|
| 27. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือจากการสังเคราะห์ TiO_2 จากส่วนสกัดหยาบของแร่โอลเมนไนด์ ที่อุณหภูมิ 400 °C..... | 106 |
| 28. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือจากการสังเคราะห์ TiO_2 จากส่วนสกัดหยาบของแร่โอลเมนไนด์ ที่อุณหภูมิ 500 °C..... | 107 |
| 29. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือจากการสังเคราะห์ TiO_2 จากส่วนสกัดหยาบของแร่โอลเมนไนด์ ที่อุณหภูมิ 600 °C..... | 108 |
| 30. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของ TiO_2 ที่สังเคราะห์จากส่วนสกัดหยาบของแร่โอลเมนไนด์ที่อุณหภูมิ 400 °C..... | 109 |
| 31. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของ TiO_2 ที่สังเคราะห์จากส่วนสกัดหยาบของแร่โอลเมนไนด์ที่อุณหภูมิ 500 °C..... | 110 |
| 32. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของ TiO_2 ที่สังเคราะห์จากส่วนสกัดหยาบของแร่โอลเมนไนด์ที่อุณหภูมิ 600 °C..... | 111 |
| 33. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของ TiO_2 ที่สังเคราะห์จากส่วนสกัดหยาบของแร่โอลเมนไนด์ที่อุณหภูมิ 400 °C หลังเผาที่อุณหภูมิ 900-950 °C..... | 112 |
| 34. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของ TiO_2 ที่สังเคราะห์จากส่วนสกัดหยาบของแร่โอลเมนไนด์ที่อุณหภูมิ 500 °C หลังเผาที่อุณหภูมิ 900-950 °C..... | 113 |

รายการภาพประกอบ (ต่อ)

| ภาพประกอบ | หน้า |
|---|------|
| 35. แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของ TiO_2 ที่สังเคราะห์จากส่วนสกัดหยาบของแร่โอลเมนไนด์ที่อุณหภูมิ 600 °C หลังเผาที่อุณหภูมิ 900-950 °C..... | 114 |
| 36. แสดงกราฟมาตรฐานของ Zr..... | 119 |
| 37. แสดงกราฟมาตรฐานของ Nb..... | 120 |
| 38. แสดงกราฟมาตรฐานของ W..... | 121 |
| 39. กราฟแท่งเปรียบเทียบร้อยละ TiO_2 ที่สังเคราะห์จาก TiO_2 บริสุทธิ์ และจากส่วนสกัดหยาบของแร่โอลเมนไนด์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ..... | 128 |
| 40. กราฟแท่งเปรียบเทียบความเข้มข้นของธาตุที่เป็นสารเจือปนต่างๆ ใน TiO_2 ที่สังเคราะห์จากผง TiO_2 บริสุทธิ์และส่วนสกัดหยาบของแร่โอลเมนไนด์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ..... | 129 |
| 41. แสดงขั้นตอนการสังเคราะห์ TiO_2 โดยสรุป..... | 143 |
| 42. แสดงองค์ประกอบของเครื่อง EDXRF ที่ใช้วิเคราะห์ตัวอย่างครั้งนี้... | 144 |
| 43. แสดงการเกิดรังสีเอกซ์เฉพาะของธาตุ..... | 145 |
| 44. แสดงโครงสร้างของผลึก TiO_2 ที่เป็นแบบอะนาเทส..... | 146 |
| 45. แสดงโครงสร้างของผลึก TiO_2 ที่เป็นแบบรูไทล์..... | 147 |
| 46. แสดงตำแหน่งการวิเคราะห์เม็ดสารตัวอย่างที่จุดต่าง ๆ | 148 |

บทที่ 1

บทนำ

1. บทนำสั้นเรื่อง

ไทเทเนียม (Ti) เป็นธาตุที่รู้จักกันมานานกว่า 200 ปีมาแล้ว พบกระจายตัวทุกส่วนบนผิวโลก เปลือกโลกประกอบด้วยธาตุนี้ถึง 0.63% โดยน้ำหนัก ซึ่งปริมาณนี้จัดได้ว่าเป็นลำดับที่ 9 ของบรรดาธาตุทั้งหมดที่เป็นองค์ประกอบของเปลือกโลก นอกจากนี้ยังพบในสะเก็ดบุรุษจากดวงดาว (meteorite) ที่ตกลงสู่ผิวโลก (Patton, T. C. , 1973 : 14) ในหินที่นำกลับมาจากดาวสำรวจดวงจันทร์โดย Apollo 11 และ 12 พบ Ti ในปริมาณสูง บางก้อนสูงถึง 12 % แต่โดยทั่วไปจะมี Ti เป็นองค์ประกอบอยู่ประมาณ 2 % (ชัยวัฒน์ เจนวนิชย์ , 2525 : 627) ซึ่งนับว่าเป็นปริมาณที่ใกล้เคียงกับองค์ประกอบในหินและทรายจากภูมิภาคต่าง ๆ ของโลกอยู่ในช่วง 0.5 ถึง 1.5 % (Hample, C.A., 1968 : 732) Ti ในเปลือกโลกพบเกิดในลักษณะแร่หลายชนิดด้วยกัน เช่น ไททอนแมกนีไทต์ (Titanomagnetite , $Fe_3O_4(Ti)$), ลอเรนซีไนต์ (Lorenzenite, $Na_2(TiO_2)Si_2O_7$), ไทเทไนต์ (Titanite, $CaTiSiO_5$), แลมพโรไฟไลต์ (Lamprophylite, $(Ba,Sr,K)Na(Ti,Fe)TiSi_2(O,OH,F)_9$) , เบนิตออิท (Benitoite, $BaTi(Si_3O_9)$), อะริโซไนต์ (Arizonite, $Fe_2O_3 \cdot nTiO_2 \cdot mH_2O$), ลูโคเซนซ์ (leucocence, $(Fe_2O_3 \cdot nTiO_2)(Mg,Fe)_3TiB_2O_8$) , ออสบอนไนต์ (Osbonite, TiN) , เพอโรฟสไกต์ (Perovskite , $CaTiO_3$) อิลเมนไนต์ (Ilmenite, $FeOTiO_2$ หรือ $FeTiO_3$) และรูไทล์ (rutile, TiO_2) ซึ่งแร่ 2 ชนิดหลังนี้ เป็นแร่ที่มีความสำคัญในทางการค้าเพื่อเป็นวัตถุดิบสำหรับการผลิต Ti แร่รูไทล์มี TiO_2 เป็นองค์ประกอบประมาณ 95 % ที่พบในธรรมชาติ มักมีสีแดงหรือสีเทาออกแดง เนื่องจากมีเหล็ก (Fe) ไนโอเบียม (Nb) แทนทาลัม (Ta) ปนอยู่บ้าง และยังมีดีบุก (Sn) โครเมียม (Cr) และวาเนเดียม (V) เป็นสารเจือปนเล็กน้อย (Clark , R.J.H , 1968 : 266)

ส่วนแร่โอลเมนไนด์จัดเป็นพวกแร่หนัก มักพบรวมอยู่กับแร่โคลัมไบต์ (Columbite) และแทนทาลไซด์ (Tantalite) แร่เหล่านี้ทั้งหมดจะพบรวมอยู่กับแหล่งแร่ดีบุก มีสีดำมันวาว ผลึกแบน มักเป็นหกเหลี่ยม มีสมบัติแม่เหล็ก ตามปกติจะมีผลกิลของโลหะอื่น ๆ ปนอยู่บ้าง เช่น แมกนีเซียม (Mg) แมงกานีส (Mn) และโครเมียม (Cr) เป็นต้น มีมวลตามสูตรเคมีเป็น 151.75 ถ้าบริสุทธิ์จะมี Fe และ TiO_2 เป็นองค์ประกอบอยู่ประมาณ 36.8 และ 52.66 % ตามลำดับ แต่แร่โอลเมนไนด์ที่พบทั่วไปในธรรมชาติอาจจะมีปริมาณ TiO_2 มากกว่าหรือน้อยกว่านี้ก็ได้ ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับแหล่งที่พบ

Ti ถูกนำไปใช้ประโยชน์ในหลาย ๆ รูปแบบ ตามคุณสมบัติที่เหมาะสมกับการใช้งาน เช่น นำไปใช้ในรูป Ti บริสุทธิ์ Ti เจือ (Alloy) และไทเทเนียมออกไซด์ โดยเฉพาะไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) หรือที่เรียกว่าสารสี ซึ่งเป็นสารเคมีที่อาจกล่าวได้ว่ามีส่วนเกี่ยวข้องกับชีวิตประจำวันของคนทั่วไปอยู่ไม่น้อย เนื่องจากความไม่เป็นพิษ (nontoxic) ไม่เกิดปฏิกิริยาเคมีที่ง่าย (relatively nonreactive) และมีความทึบกับแสง (opaque) ทำให้ TiO_2 ถูกนำมาใช้ในวงการอุตสาหกรรมเกี่ยวกับเครื่องอุปโภคหลายอย่าง เช่น อุตสาหกรรมการผลิตสี กระจก พลาสติก เซรามิก เส้นใยไนลอน และผลิตภัณฑ์เบ็ดเตล็ดรวมไปถึงใยแก้ว หมึกพิมพ์ อุปกรณ์สุขภัณฑ์ และเครื่องสำอาง เป็นต้น (Davis, K.A., 1982 : 158)

วัตถุดิบตั้งต้นที่สำคัญสำหรับการผลิต TiO_2 ได้แก่ แร่รูไทล์และแร่โอลเมนไนด์ ซึ่งพบมากในประเทศออสเตรเลีย แคนาดา ฟินแลนด์ แซมเบีย อินเดีย ญี่ปุ่น มาเลเซีย นอร์เวย์ โปตุเกส เซเนกัล ศรีลังกา อาร์เจนตินา อียิปต์ บราซิล คองโก สเปน สาธารณรัฐแอฟริกาใต้ รัสเซีย แต่แร่รูไทล์จะมีมากที่สุดในประเทศออสเตรเลีย (Hample, C.A., 1968 : 732)

อุตสาหกรรมการผลิต TiO_2 เกิดขึ้นเป็นครั้งแรกในประเทศสหรัฐอเมริกา เมื่อปี ค.ศ. 1916 โดยบริษัท Titanium Pigment ซึ่งเกือบจะพร้อมกับการริเริ่มการผลิต TiO_2 ในยุโรป (ประเทศนอร์เวย์) แต่ช่วงเวลาการริเริ่มไม่ค่อยดีนัก การขยายตัวด้านการผลิตเป็นไปอย่างช้า ๆ เนื่องจากเป็นช่วง

การเกิดสงครามโลกครั้งที่ 1 (ค.ศ. 1914-1918) และจำเป็นต้องพัฒนาวิธีการผลิตให้มีประสิทธิภาพ จนปี ค.ศ. 1920 การผลิตสามารถส่งออกจำหน่ายได้ ประเทศสหรัฐอเมริกาใช้ TiO_2 มากกว่าครึ่งหนึ่งของปริมาณที่ผลิต ใช้ในอุตสาหกรรมเกี่ยวกับการผลิตสี (Davis, K.A., 1982 : 158)

กลุ่มประเทศในแถบเอเชียตะวันออกเฉียงใต้ (อาเซีย) ที่มีโรงงานผลิต TiO_2 ได้แก่ มาเลเซีย มีกำลังผลิตประมาณ 50,000 ตันต่อปี และสิงคโปร์ มีกำลังผลิตประมาณ 45,000 ตันต่อปี ในขณะที่ความต้องการ TiO_2 ของกลุ่มประเทศในภูมิภาคนี้มีแนวโน้มสูงขึ้นถึงประมาณ 98,000 ตันต่อปี ในปี 2538 การนำเข้า TiO_2 ส่วนใหญ่สั่งซื้อนำเข้าจากประเทศสหรัฐอเมริกา ออสเตรเลีย และยุโรป ในส่วนของประเทศไทยมีความต้องการ TiO_2 ประมาณ 20,000 ตันต่อปี (ธีระจิตต์ สลิโรตนางศ์, 2534 : 15) ปัจจุบันประเทศไทยยังอยู่ในฐานะที่ต้องพึ่งพาการนำเข้าจากต่างประเทศ เพื่อนำมาใช้ในอุตสาหกรรมเกี่ยวกับการผลิตสี กระจก เป็นต้น ความจริงในประเทศไทยพบอิลเมไนต์มาก แถบภาคใต้ เช่น จังหวัดภูเก็ต พังงา ระนอง กระบี่ สงขลา และยะลา ซึ่งเป็นแหล่งแร่ดีบุกที่สำคัญของประเทศมาก่อน หลังจากทางเหมืองแยกเอาเฉพาะดีบุกออกขาย อิลเมไนต์จะถูกทิ้งเป็น "ซีแร่" จำนวนมากมาย (สมรรัตน์ วัฒนธรรม และชาติรี ตันคุณากร, 2526 : 197-200) คุณค่าของแร่อิลเมไนต์ ขึ้นกับปริมาณ TiO_2 ซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์ขั้นต้นที่จะนำไปใช้ในระดับอุตสาหกรรมต่อไป ถ้าสามารถหาวิธีการแยกเอา TiO_2 จากแร่ข้างต้นได้ในระดับที่มีความบริสุทธิ์พอ ก็นับว่ามีประโยชน์อย่างมหาศาลต่อประเทศ ซึ่งจะสามารถสนองความต้องการ TiO_2 ในวงการอุตสาหกรรมได้ในระดับหนึ่ง

ในงานวิจัยนี้ได้ใช้ส่วนสกัดหยาบ (crude extract) ของแร่อิลเมไนต์ไทย ซึ่งยังคงมีธาตุ Fe Nb เซอร์โคเนียม (Zr) และทังสเตน (W) เป็นสารเจือปนอยู่ โดยวิธีให้ผ่านก๊าซคลอรีนไปยังส่วนสกัดหยาบของแร่อิลเมไนต์ โดยใช้ผงคาร์บอนกัมมันต์ (activated charcoal) เป็นสารรีดิวซ์ในเตาเผาที่อุณหภูมิระหว่าง 400-700 °C

2. การตรวจเอกสาร

2.1 ประวัติการค้นพบ Ti

Ti ถูกค้นพบเป็นครั้งแรกในปี ค.ศ.1791 โดย William Gregor นักบวชชาวอังกฤษ ผู้ซึ่งเป็นทั้งนักเคมีและโลหะวิทยาสมัครเล่น เขาค้นพบธาตุนี้จากการวิเคราะห์ทรายสีดำที่ผสมกับดินทางแม่เหล็ก (black magnetic sand) บริเวณชายฝั่ง Cornwall สหราชอาณาจักรอังกฤษ เขาพบว่าประมาณ 50 % ของทรายสีดำเป็นออกไซด์ของโลหะที่ไม่เคยรู้จักมาก่อน (Weeks, M.E. และ Leicester, H.M., 1968 : 520-521) หลังจากนั้น 4 ปีต่อมาคือในปี ค.ศ. 1795 H.M. Klaproth นักเคมีชาวเยอรมันได้ศึกษาออกไซด์ของแร่สีแดง (red schorl หรือ rutile) ที่พบในประเทศอังกฤษ และได้ผลกำนองเดียวกับผลของ Gregor และต่อมา Klaproth ได้ตั้งชื่อธาตุนี้ใหม่ว่า titanium จากชื่อเดิมคือ titans ซึ่งมาจากชื่อในเทพนิยายของชนชาติกรีกโบราณ (Clark, R.J.H, 1968 : 1-3)

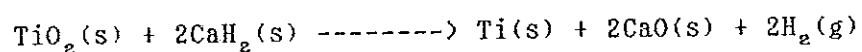
Ti พบทั่วไปเกือบทุกส่วนบนผิวโลก ยังพบในเถ้าถ่านที่เกิดจากภูเขาไฟระเบิด (Volcanic ash) ในเนื้อเยื่อสัตว์และพืช ในเนื้อเยื่อมนุษย์และสัตว์ มี Ti เป็นองค์ประกอบอยู่ในช่วงประมาณ 0.001 ถึง 0.02 มิลลิกรัมต่อเนื้อเยื่อหนัก 100 กรัม (Davis, K.A., 1982 : 159) และยังไม่ปรากฏว่าธาตุนี้มีความจำเป็นต่อร่างกายหรือเกิดโทษแต่อย่างใด มีการนำมาใช้ทางเภสัชกรรมและในกระบวนการผลิตอาหาร โดยไม่มีผลข้างเคียงใดๆ ต่อร่างกาย (Grayson, M., 1985 : 1186) นอกจากนี้ยังพบในน้ำทั่วไปปริมาณน้อยกว่า 100 ไมโครกรัมต่อลิตร (Clesceri, L. S., Greenberg, A.E. และ Trussell, R.R., 1989 : 154)

2.2 การผลิต Ti บริสุทธิ์และการใช้ประโยชน์

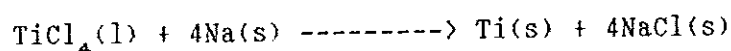
หลังจากค้นพบธาตุนี้แล้ว ในระยะแรกได้มีความพยายามศึกษาหาวิธี การแยกในรูป Ti บริสุทธิ์ โดยกลุ่มบุคคลหลายกลุ่ม (Patton, T. C., 1973 : 15) จนถึงปี ค.ศ.1887 Nilson และ Patterson สามารถเตรียมโลหะ Ti เป็นครั้งแรก (Robert, C.W., 1969 : B-53) ต่อมาในปี ค.ศ.

1910 Hunter สามารถเตรียม Ti บริสุทธิ์เป็นครั้งแรก โดยให้ไทเทเนียมเตตระคลอไรด์ ($TiCl_4$) ทำปฏิกิริยากับโซเดียมในเตาหลอม (Steel bomb) ที่อุณหภูมิสูง ในปี ค.ศ. 1925 Van Arkel และ De Boer ประสบความสำเร็จในการเตรียม Ti ที่มีความบริสุทธิ์สูงขึ้นโดยการให้ Ti ไม่บริสุทธิ์ ทำปฏิกิริยากับไอโอดีนที่อุณหภูมิ 150-200 °C ทำให้ได้ไอของเตตระไอโอดีน และจะสลายต่อไปเป็น Ti บนไส้ทั้งสแตนท์ที่อุณหภูมิประมาณ 1300 °C (Clark, R.J.H, 1968 : 4)

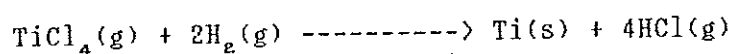
ในการเตรียมโลหะ Ti โดยวิธีธรรมดาทั่วไป (โดยการรีดิวซ์ TiO_2 ด้วยผงคาร์บอนกัมมันต์) ไม่สามารถกระทำได้ เนื่องจากจะเกิดคาร์ไบด์ของ Ti (สารประกอบระหว่างธาตุคาร์บอนกับ Ti เช่น TiC_2 เป็นต้น) ที่เสถียร นอกจากนั้น Ti จะไวต่อปฏิกิริยากับไนโตรเจนและออกซิเจนที่อุณหภูมิสูง ๆ การใช้สารรีดิวซ์ให้ทำปฏิกิริยากับ TiO_2 ในห้องปฏิบัติการโดยใช้แคลเซียมไฮไดรด์ (CaH_2) ที่มากพอ ปฏิกิริยาจะเกิดที่อุณหภูมิประมาณ 900 °C ในสุญญากาศหรือบรรยากาศไนโตรเจน (อ้างโดย Freunlisk, W. และ Bichara, M., 1954 : 1324) ปฏิกิริยาจะเกิดดังต่อไปนี้



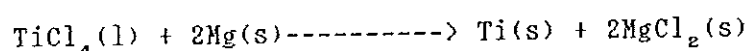
ก๊าซไฮโดรเจนที่เกิดขึ้นสามารถกำจัดได้ โดยการเผาโลหะในสุญญากาศที่อุณหภูมิ 1100 °C สำหรับวิธีทั่วไปในการเตรียมโลหะ Ti ด้วยการรีดิวซ์ $TiCl_4$ ด้วยสารรีดิวซ์ที่เป็นโลหะ เช่น โซเดียม ปฏิกิริยาจะเกิดดังต่อไปนี้



ปฏิกิริยาจะดำเนินไปที่อุณหภูมิ 700-800 °C ในเตาหลอม (Steel bomb) ภายใต้บรรยากาศก๊าซเฉื่อย ซึ่งจะให้ความร้อนออกมามาก วิธีที่นี้จำเป็นต้องควบคุมอุณหภูมิอย่างใกล้ชิด จะสามารถเกิดโลหะ Ti บริสุทธิ์ถึง 99.9 % นอกจากนี้ $TiCl_4$ ยังสามารถใช้ก๊าซไฮโดรเจนเป็นสารรีดิวซ์ที่อุณหภูมิประมาณ 2000 °C ปฏิกิริยาจะเกิดขึ้นดังต่อไปนี้



ความยุ่งยากในการกำจัดไฮโดรเจนจากโลหะ ประกอบกับปฏิกิริยาเกิดที่อุณหภูมิสูงมาก ทำให้วิธีที่นี้ไม่สามารถนำไปใช้ในระดับอุตสาหกรรมได้ อีกวิธีหนึ่งซึ่งมีความสำคัญไม่น้อยกว่าวิธีที่กล่าวมาข้างต้น ได้แก่ การใช้ Mg เป็นสารรีดิวซ์ $TiCl_4$ หรือเรียกว่า Kroll process (อ้างโดย Kroll, W., 1965 : 361)



ปฏิกิริยาจะดำเนินไปภายใต้บรรยากาศของอาร์กอน ที่อุณหภูมิ 850-950 °C Mg จะวางในครุชีเบิลเหล็กที่เคลือบด้วยโพลีคาร์บอนีต หรือ $TiCl_4$ ลงบน Mg ที่อุณหภูมิประมาณ 1180 °C เมื่อระบบเย็นลง Mg และ $MgCl_2$ จะถูกแยกออกโดยใช้น้ำและกรด HCl เจือจางตามลำดับ สารเจือปนดังกล่าวนี้ อาจจะถูกกำจัดได้โดยการทำให้กลายเป็นไอที่อุณหภูมิสูงถึง 1000 °C วิธีที่นี้ใช้ค่าใช้จ่ายสูงมาก เนื่องจากจำเป็นต้องเตรียม $TiCl_4$ จากอิลเมนิต์หรือรูไทล์

ก่อนและแยกเอาสารเจือจางต่าง ๆ ออกมา เช่น FeCl_3 เพื่อให้ TiCl_4 ที่ได้มีความบริสุทธิ์พอ (Clark, R.J.H, 1968 : 3-4) วิธีการข้างต้นนิยมใช้กันมากช่วงหลังสงครามโลกครั้งที่ 2 (1939-1945) เนื่องจากความต้องการ Ti มีสูงโดยหันมาใช้รูไทล์เป็นวัตถุดิบ เนื่องจากมีปริมาณ Fe น้อย จึงสามารถใช้วิธีการคลอรีเนชันในการผลิต TiCl_4 ง่ายกว่าเมื่อเทียบกับอิลเมนไนต์ซึ่งมีปริมาณ Fe เป็นสารเจือปนมากกว่า (Patton, T.C. 1973 : 23)

โลหะ Ti ถูกนำไปใช้ประโยชน์ในหลาย ๆ ด้าน เนื่องจากมีสมบัติที่เด่นกว่าโลหะอื่น ๆ อยู่หลายประการด้วยกัน เช่น มีจุดหลอมเหลว และจุดเดือดสูง มีรูป (allotropic form) สองรูปคือที่อุณหภูมิต่ำกว่า 882.5°C จะอยู่ในรูปที่เรียกว่า อัลฟา (α -form) มีการจัดเรียงตัวของอะตอมเป็นแบบ Hexagonal close - packed และที่อุณหภูมิสูงกว่า 900°C จะอยู่ในรูปที่เรียกว่า บีตา (β -form) มีการจัดเรียงตัวของอะตอมเป็นแบบ Body centered cubic ส่วนสมบัติทางกายภาพอื่น ๆ ของ Ti บริสุทธิ์ ดังแสดงในตาราง 1

ตาราง 1 แสดงสมบัติทางกายภาพของ Ti บริสุทธิ์ทั่วไป

| | |
|--|----------------------|
| Atomic weight | 47.90 |
| Atomic volume, cc per gram-atom | 10.6 |
| 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 | 82 |
| Atomic number | 22 |
| Latent heat of fusion, kcal/mole | 5 |
| Latent heat vaporization, kcal/mole | 122.5 |
| Latent heat transformation, kcal/mole | 1.05 |
| Electrical conductivity, per cent of copper | 3.6 |
| Electrical resistivity, microhm-cm | 42 |
| Superconductivity, K | bellow 1.73 |
| Specific heat, cal/g/°C at 20 °C | 0.13 |
| Thermal conductivity, cal/cm/sec/°C | 0.04 |
| Surface tension at melting poing, dynes per centimeter | 1427 |
| Crystal structure | Close-packed |
| Below 882 °C | hexagonal |
| bove 882 °C | Alpha form |
| | Body-centered |
| | cubic |
| | 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 | 1.55x10 ⁶ |
| Tensile strenght, ultimate 25 °C, psi | 34.000 |
| yield, 25 °C, psi | 20.000 |
| Elongation, 25 °C, % | 54 |
| Hardness, Vickers | 80-10 |

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

นอกจากสมบัติทางกายภาพดังตารางข้างต้นแล้ว สมบัติทางเคมีบางประการของ TiO_2 ที่น่าสนใจ เช่น สามารถทนต่อการกัดกร่อนเป็นอย่างดีในภาวะบรรยากาศปกติ และน้ำทะเล สามารถต้านทานต่อการกรัด HNO_3 ได้ค่อนข้างดี กรด HCl ที่เย็น สารละลายเบสที่ร้อน แต่จะละลายใน H_2SO_4 เข้มข้น กรด HCl ที่ร้อน กรด HF และกรด H_3PO_4 เข้มข้น และกรด HNO_3 ที่ร้อน Ti ในรูปผงอาจเกิดระเบิดได้ และเป็นโลหะชนิดหนึ่งในจำนวนไม่กี่ชนิดที่เกิดการเผาไหม้กับไนโตรเจนได้ Ti จะทำปฏิกิริยาโดยตรงกับพวกฮาโลเจนเกิดเตตระเฮไลด์ (TiX_4)

เนื่องจากกระบวนการทำ Ti ให้เป็นโลหะบริสุทธิ์ กระทำค่อนข้างยาก โลหะนี้จึงมีราคาแพงเมื่อเทียบกับโลหะสามัญทั่วไป การใช้งานค่อนข้างจำเพาะเจาะจง ที่สำคัญพอสรุปได้ดังนี้ (Hampel, C.A., 1968 : 737-738)

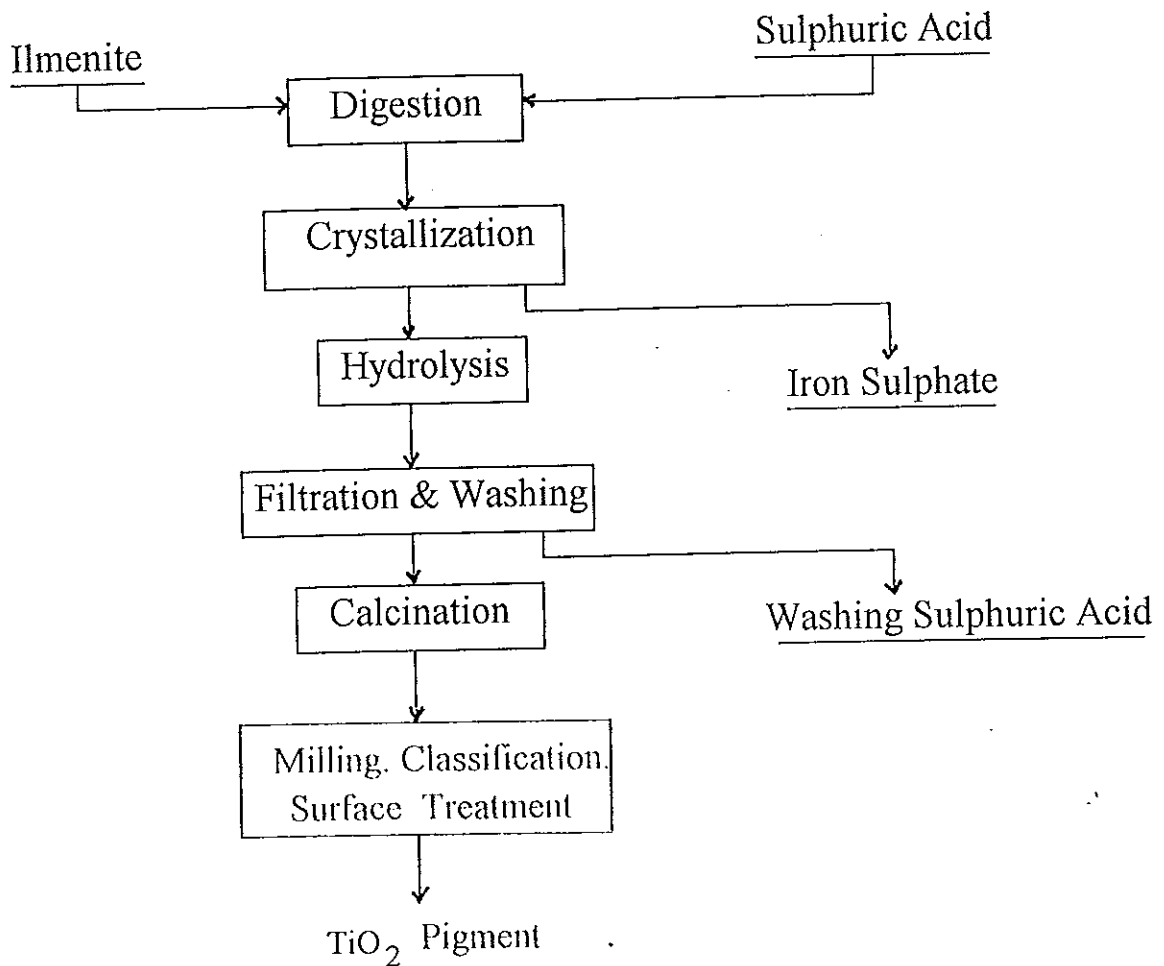
1. ส่วนใหญ่ใช้เป็นโครงสร้างในการผลิตอาวุธและอุปกรณ์ทางทหาร เช่น ชิ้นส่วนเครื่องบิน เครื่องไอพ่น ชิ้นส่วนจรวดนำวิถีและยานอวกาศ
2. อุปกรณ์ใช้ในโรงงานผลิตกัมมันต์เคมีกัมมันต์ เช่น โรงงานผลิตคลอรีนโดยใช้เป็นองค์ประกอบของเครื่องมือ ตัวแลกเปลี่ยนความร้อน เป็นต้น
3. ใช้เตรียมสารประกอบของ Ti ส่วนความเป็นพิษของ Ti จัดอยู่ในเกณฑ์ต่ำ

2.3 การปรับปรุงและพัฒนาการผลิต TiO_2

วิธีการผลิต TiO_2 เพื่อใช้ในวงการอุตสาหกรรมตามที่ปรากฏในเอกสารทางวิชาการที่เกี่ยวข้องมีหลายวิธีด้วยกัน ถ้าจะแบ่งแยกประเภทของวิธีการต่าง ๆ พอที่จะแยกออกเป็น 3 ประเภทใหญ่ ๆ คือ การใช้ไตรโคโรไรด์ Ti ที่อยู่ในรูปสารละลาย (Hydrolysis of aqueous solutions) การออกซิไดซ์ไทเทเนียมเตตระคลอไรด์ ที่อยู่ในสถานะก๊าซ (Vapor phase - oxidation of titanium tetrachlorides) และวิธีการสุดท้าย คือ การตกตะกอนเตตระเฮไลด์ ที่อยู่ในรูปสารละลายด้วยเบส (Precipitation from aqueous solutions of tetrahalide by addition of base) ดูเหมือนว่า 2 วิธีการแรกเป็นวิธีที่มีความสำคัญในการผลิต TiO_2 เพื่อการค้า วิธีการแรกอาจเรียกชื่ออีกชื่อหนึ่งว่ากระบวนการซัลเฟต (Sulfate process)

และวิธีที่สองมักรู้จักในอีกชื่อหนึ่งคือ กระบวนการคลอไรด์ (Chloride - process) (Patton, T.C., 1973 : 22-23) กระบวนการซัลเฟตเป็น กระบวนการดั้งเดิมที่ใช้กันมานาน เหมาะสำหรับแยก TiO_2 จากแร่อิลเมนิตดิบ เนื่องจากแร่นี้มีปริมาณ Fe เป็นสารเจือปนอยู่มาก ข้อเสียของกระบวนการนี้คือ ทำให้เกิดของเสียจากกรด H_2SO_4 จำนวนมาก ดังนั้นการขยายตัวการผลิต TiO_2 โดยใช้กระบวนการนี้ มีข้อจำกัดทางด้านสิ่งแวดล้อมอย่างมากพอสมควร ขั้นตอนรายละเอียดในการแยก TiO_2 ด้วยวิธีนี้แสดงในภาพประกอบ 1 ส่วน อีกกระบวนการหนึ่งคือ กระบวนการที่ใช้ก๊าซคลอรีน เป็นกระบวนการที่ใช้กันมาก ในการผลิต TiO_2 นอกจากจะให้ผลิตภัณฑ์ที่มีความบริสุทธิ์สูงแล้ว ของเสียจาก ก๊าซคลอรีนที่มากเกินไป และที่เกิดจากการออกซิไดซ์ $TiCl_4$ มีไม่มากและ สามารถนำกลับไปใช้ใหม่ได้ วิธีการนี้มักใช้แยก TiO_2 จากแร่รูไทล์ซึ่งมีปริมาณ TiO_2 สูง (Yamada, S., 1976 : 33-34) ขั้นตอน รายละเอียดดังแสดงใน ภาพประกอบ 2

ในปี ค.ศ.1949 บริษัท Du pont ได้นำกระบวนการคลอไรด์มาใช้ ในการผลิต TiO_2 เพื่อการค้าเป็นครั้งแรก ระยะเวลาหลังได้มีบริษัทผู้ผลิต TiO_2 หลายรายในสหรัฐอเมริกา หันมาใช้กระบวนการคลอไรด์ ดังแสดงในตาราง 2



ภาพประกอบ 1 แสดงขั้นตอนการแยก TiO₂ จากแร่ฮีลไมต์ด้วยกระบวนการ
การซัลเฟต

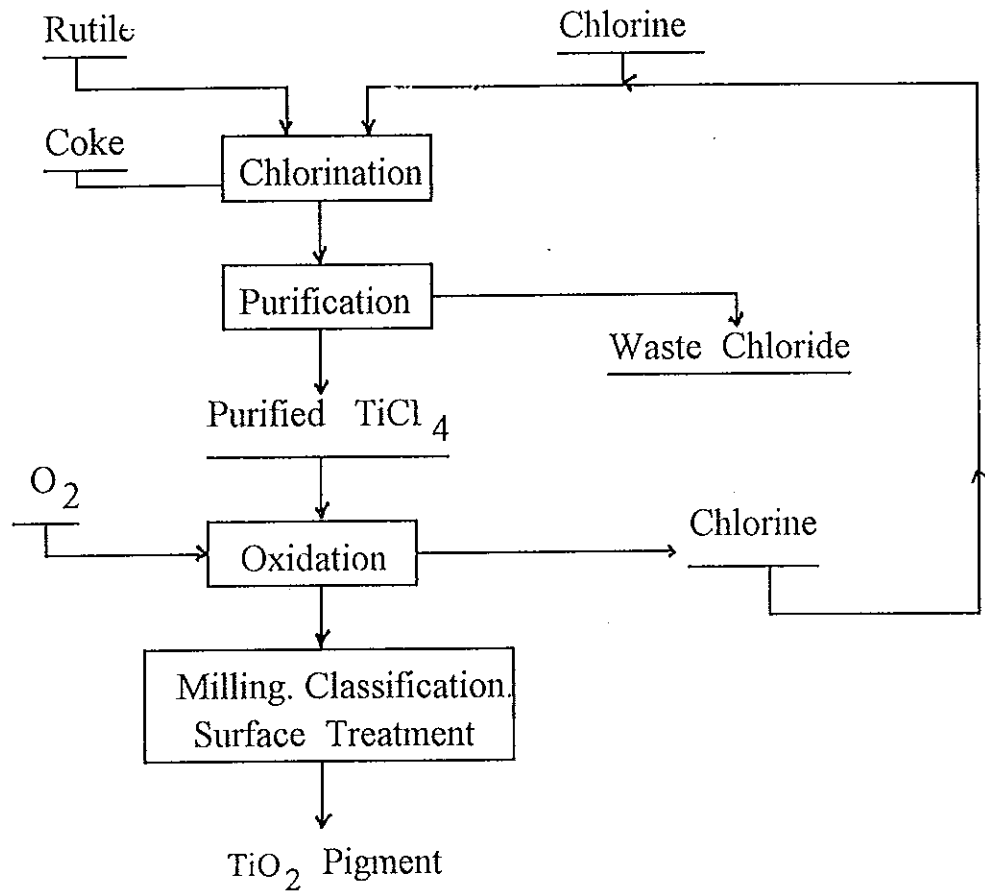
ที่มา : Yamada, S., 1976 : 34

ตาราง 2 แสดงโรงงานอุตสาหกรรมที่ผลิตสารสีและกำลังการผลิตในประเทศ
สหรัฐอเมริกาในช่วงปลายปี 1971

| ชื่อโรงงานอุตสาหกรรม | สถานที่ตั้ง | กระบวนการผลิต | กำลังผลิต | | ร้อยละรวม |
|----------------------|-------------------------|---------------|----------------|------|--------------|
| | | | ล้านปอนด์ต่อปี | | |
| KM | Hamilton, Miss | C | 116 | | 7.1 |
| CBT | Ashtabula, Ohio | C | 40 | | 2.4 |
| ACY | Piney River, Va. | S | 36 | 2.2 | 10.9 |
| | Savannah, Ga. | S | 144 | 8.7 | |
| DUP | Antioch, Calif. | C | 54 | 3.3 | 24.6 |
| | Edgemoor, Del. | S,C | 150 | 9.1 | |
| | New Johnsonville, Tenn | C | 200 | 12.2 | |
| GLD | Baltimore, Md. | S | 162 | | 9.9 |
| NL | Sayreville, NJ. | S,C | 344 | 20.9 | 34.0 |
| | St. Louis, Mo. | S | 216 | 13.3 | |
| NJZ | Gloucester, NJ. | S | 92 | | 5.6 |
| PPG" | New Martinsville, W. Va | C | 36 | | 2.2 |
| SW | Ashtabula, Ohio | C | 54 | | 3.3 |
| | | | <u>1644</u> | | <u>100.0</u> |

S=sulfate ; C=chloride

ที่มา : Patton, T.C., 1973 :8



ภาพประกอบ 2 แสดงขั้นตอนการสังเคราะห์ TiO_2 จากแร่รูไทล์ด้วยกระบวนการคลอรีน

ที่มา : Yamada, S., 1976 : 34

ความต้องการ TiO_2 มีมากขึ้น ในขณะที่แหล่งแร่รูไทล์ซึ่งจะใช้เป็นวัตถุดิบสำคัญในการผลิตมีจำกัด โดยเฉพาะในสหรัฐอเมริกาจะต้องสั่งซื้อรูไทล์เข้าประเทศเป็นจำนวนมากทำให้ต้องอยู่ในฐานะพึ่งพาการนำเข้าแร่รูไทล์จากประเทศอื่น รัฐบาลสหรัฐอเมริกาจึงได้เร่งให้มีการศึกษาวิจัยและสนับสนุนการผลิต TiO_2 เกรดต่ำเพื่อที่จะนำมาแทนรูไทล์ที่ได้จากธรรมชาติโดยให้แร่เกรดต่ำ เช่น อิลเมนิต์ วิธีการต่างๆในการผลิต TiO_2 เกรดต่ำจากแร่อิลเมนิต์เพื่อแทนรูไทล์นี้พอแบ่งได้ 10 กลุ่มด้วยกัน

1. กระบวนการที่ใช้เกลือของโลหะอัลคาไล (Caustic หรือ alkali metal salts
2. กระบวนการที่ใช้การสกัดของเหลวด้วยของเหลว (liquid-liquid extraction)
3. กระบวนการที่ใช้ การชะล้างด้วยเกลือเฟอร์ริก (Ferric-salt leaching)
4. กระบวนการที่ใช้ซัลเฟต (Sulpher Sulfide หรือ Sulfate)
5. กระบวนการที่ใช้กรดซัลฟูริก (Sulfuric acid)
6. กระบวนการที่ใช้ก๊าซไฮโดรเจนคลอไรด์ (HCl gas)
7. กระบวนการที่ใช้กรดเกลือ (HCl acid)
8. กระบวนการที่ใช้การรีดิวซ์เหล็กที่อยู่ในรูปของแข็ง (Solid state reduction of iron to metal)
9. กระบวนการที่ใช้การรีดิวซ์เหล็กที่หลอมเหลว (Reduction of iron to metal under sludging conditions)

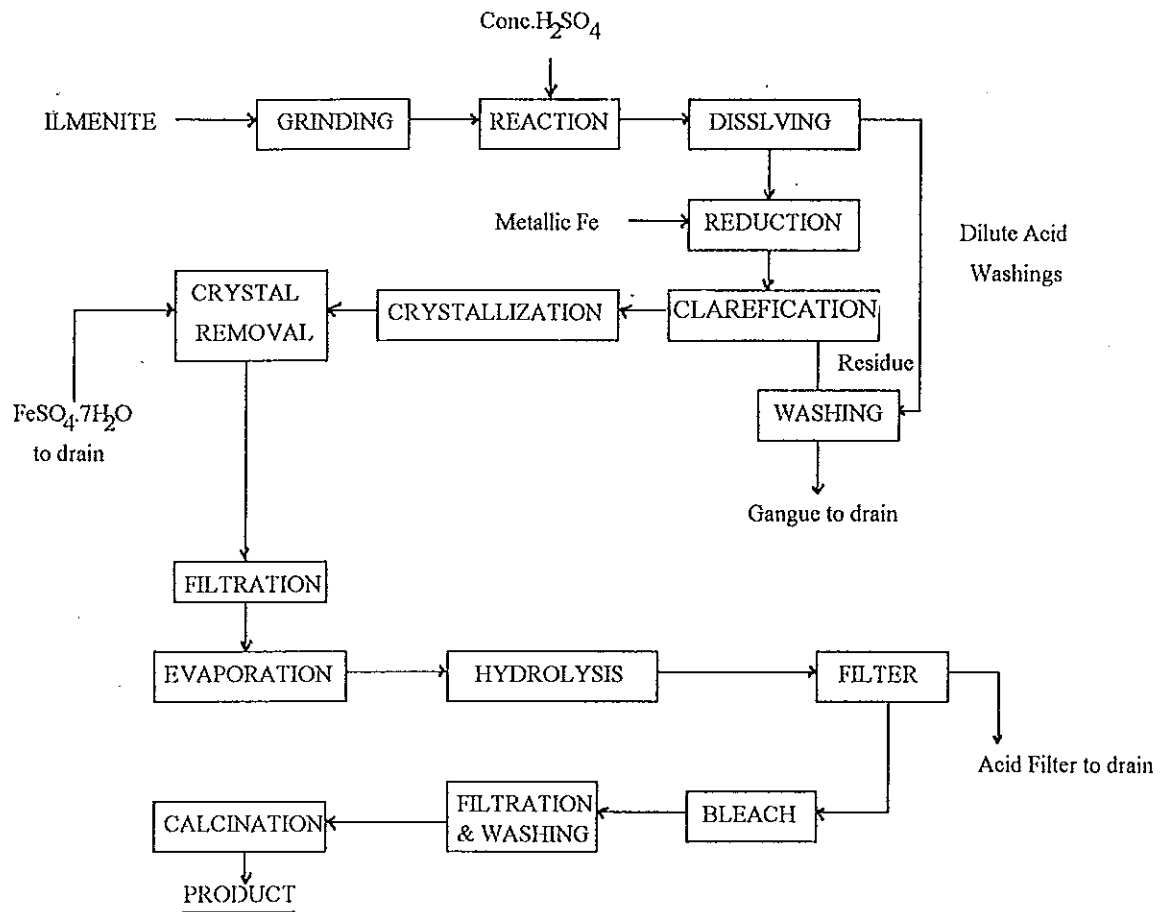
10. กระบวนการที่ใช้คลอรีเนชัน (Chlorination techniques)

วิธีการต่าง ๆ ข้างต้นจะกล่าว่ว่าวิธีการใดดีกว่ากันคงกล่าวได้ลำบาก เพราะขึ้นอยู่กับวัตถุดิบ (แร่ดิบ) ที่นำมาผ่านกระบวนการ

2.3.1 การผลิต TiO_2 โดยกระบวนการซัลเฟต

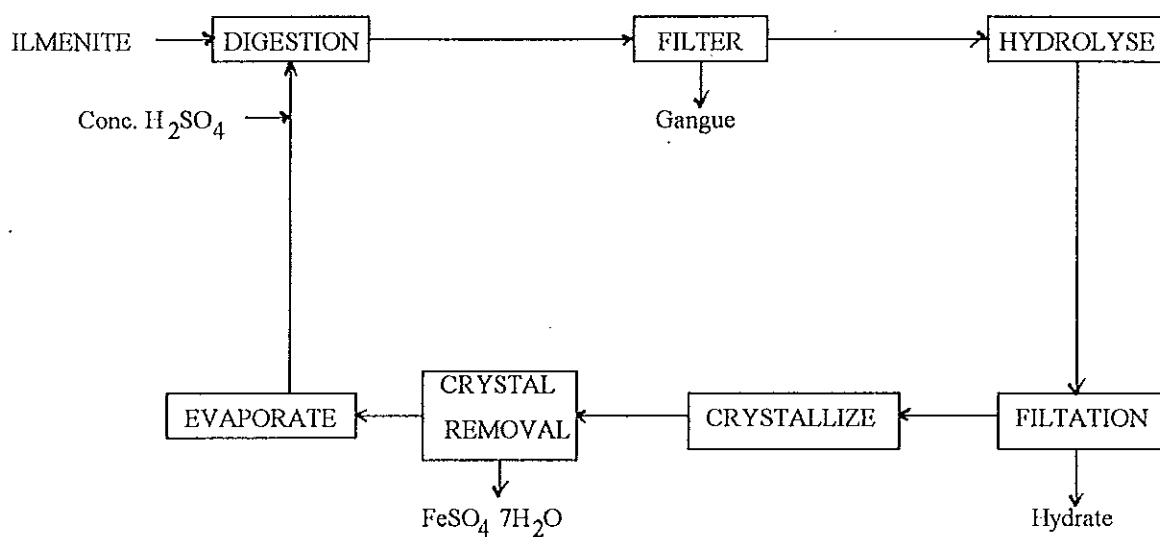
กระบวนการซัลเฟตเป็นกระบวนการดั้งเดิมที่ใช้ผลิต TiO_2 กันมานานซึ่งได้อธิบายอย่างละเอียดโดย Barksdale (1966) และ Walker

(1967) ซึ่งมีขั้นตอนการทดลองดังแสดงในภาพประกอบ 3 Judd, B. และ Palmer, E. R., (1973 : 23-29) ได้รายงานเกี่ยวกับการผลิต TiO_2 จากแร่โอลเมนไนด์ที่ได้จากเกาะทางใต้ของประเทศนิวซีแลนด์ โดยใช้กระบวนการซัลเฟตที่มีการปรับปรุงจากวิธีเดิม ซึ่งอยู่บนพื้นฐานที่ว่าแร่โอลเมนไนด์มีลักษณะพิเศษตรงที่สามารถทำปฏิกิริยาได้ดีกับกรด H_2SO_4 เจือจาง ขึ้นต่อการทดลองดังปรากฏในภาพประกอบ 4 และผลิตภัณฑ์ที่ได้ประกอบด้วย TiO_2 ประมาณ 98.5 % ดังแสดงรายละเอียดในตาราง 2



ภาพประกอบ 3 กระบวนการผลิตเฟตที่เสนอโดย Barkdale (1966) และ Walker (1967)

ที่มา : Judd, B. และ Palmer, E.R., 1973 : 23.



ภาพประกอบ 4 แสดงขั้นตอนการแยก TiO_2 จากแร่ไอลเมนิต์ด้วยกระบวนการ
การซัลเฟตที่ปรับปรุงโดย Judd, B และ Palmer, E.R.

ที่มา : Judd, B. และ Palmer, E.R., 1973 : 29

ตาราง 3 แสดงผลิตภัณฑ์ TiO_2 และร้อยละของสารเจือปนที่แยกโดยใช้
กระบวนการซีลเฟด

| สารเจือปนในสารประกอบ TiO_2 ที่แยกได้ | ร้อยละ |
|--|--------|
| TiO_2 | 98.5 |
| Fe_2O_3 | 0.62 |
| Al_2O_3 | 0.03 |
| CaO | 0.02 |
| MgO | 0.01 |
| SiO_2 | 0.05 |
| MnO | 0.03 |
| P_2O_5 | 0.38 |
| V_2O_5 | 0.002 |
| Cr_2O_3 | 0.001 |

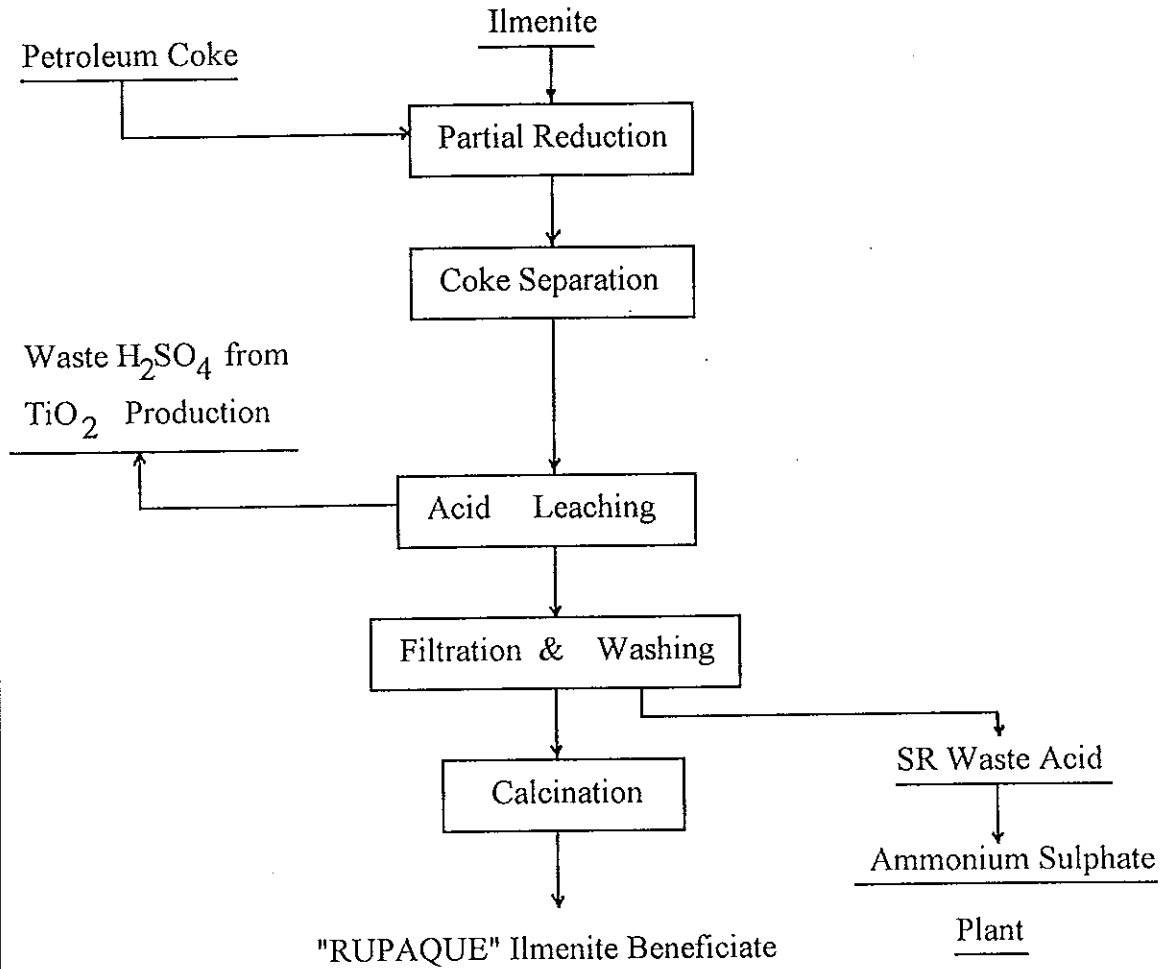
ที่มา : Judd, B และ Palmer, E.R. 1973 : 29

Yamada, S. (1976 : 38) ได้ปรับปรุงการผลิต TiO_2 จากแร่
อิลเมนิต์โดยใช้กรด H_2SO_4 เพื่อการประยุกต์ในระดับอุตสาหกรรม โดยที่แร่
อิลเมนิต์ต้องผ่านกระบวนการรีดิวซ์เพื่อให้ Fe ที่เป็นสารเจือปนในแร่อิลเมนิต์
อยู่ในรูปโลหะหรืออยู่ในรูป ferrous state, Fe^{2+} (partial reduction)
เขาพบว่าการรีดิวซ์ Fe ให้อยู่ในรูปโลหะจะเกิดการละลายได้ดี แต่ธาตุที่เป็น
สารเจือปนอื่น ๆ จะละลายได้น้อยลง อย่างไรก็ตามยากในเชิงปฏิบัติ เนื่องจาก
ต้องกระทำในเตาเผาและต้องควบคุมภาวะให้เหมาะสม ทำให้มีข้อจำกัดในการ

ประยุกต์ใช้ระดับอุตสาหกรรม ส่วนการรีดิวซ์ Fe ในอยู่ในรูป ferrous state เป็นวิธีการที่สามารถประยุกต์ใช้เพื่อการผลิตในระดับอุตสาหกรรมได้

นอกจากนี้ ยังปรับปรุงเกี่ยวกับการชะล้างอิลเมไนด์ด้วยกรด (acid leaching) กรดที่ใช้ความเข้มข้นมากกว่า 30 % จะเหมาะสมที่สุด เนื่องจากอุปกรณ์และเครื่องมือในโรงงานอุตสาหกรรมจะทนต่อการผุกร่อนอันเนื่องมาจากกรดได้ดี ขึ้นต่อนั่งแสดงในภาพประกอบ 5

ข้อดีของวิธีการนี้คือใช้กรดที่มีความเข้มข้นไม่สูงก็สามารถกำจัดสารเจือปนออกได้ กรดของเสียที่เกิดจากการผลิต TiO_2 สามารถนำมาใช้ได้และตัวทำลายกรดที่ผ่านการใช้โดยวิธีการนี้ จะถูกนำไปใช้ในการผลิตแอมโมเนียมซัลเฟต $((NH_4)_2SO_4)$ ต่อ ผลิตภัณฑ์ที่ได้ประกอบด้วย TiO_2 อย่างน้อย 95 % ซึ่งมีสูงพอ ๆ กับในแร่รูไทล์ที่ได้จากธรรมชาติ



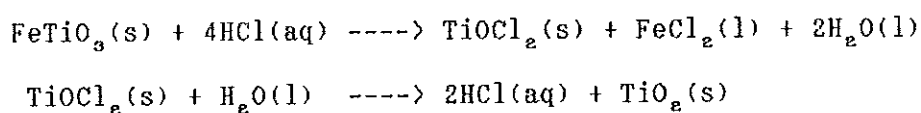
ภาพประกอบ 5 แสดงขั้นตอนการแยก TiO₂ ด้วยกระบวนการซัลเฟตที่ปรับปรุง

โดย Yamada, S. (1976)

ที่มา : Yamada, S., 1976 : 38

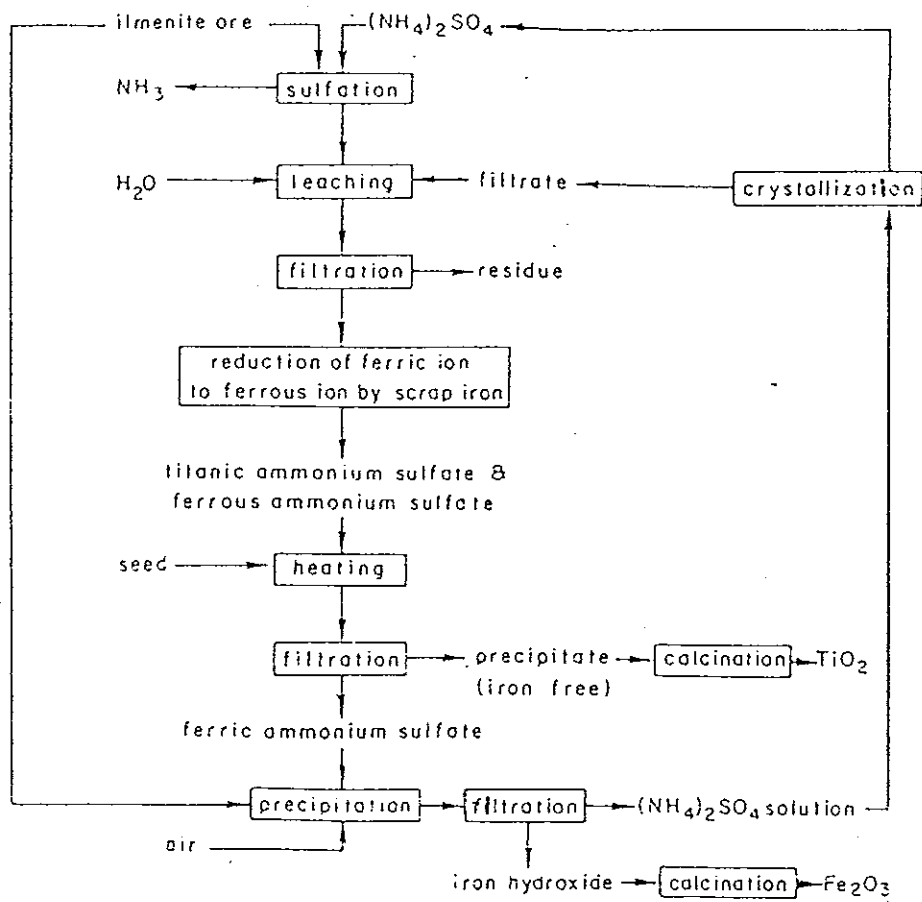
นอกจากการใช้กระบวนการซัลเฟตในการผลิต TiO_2 จากแร่ทิตานิต ได้อย่างยังสามารถใช้ตัวทำละลายชนิดอื่น ๆ เช่น $(NH_4)_2 SO_4$, HF, HCl เป็นต้น เพื่อการเพิ่มคุณภาพแร่ทิตานิต

Lee, C.T และ Sohn, H.Y. (1989 : 1802-1807) ได้รายงานผลการใช้ $(NH_4)_2 SO_4$ เข้มข้น 99.0 % เพื่อแยก TiO_2 และ Fe_2O_3 จากแร่ทิตานิตที่ได้จากประเทศมาเลเซีย (ประกอบด้วย TiO_2 , Fe_2O_3 และ FeO คิดเป็น 55.54 , 10.06 และ 26.08 % โดยน้ำหนักตามลำดับ) ผลิตภัณฑ์ที่ได้เผาที่ $900^\circ C$ ขึ้นเตาและรายละเอียดการทดลองพอสรุปได้ดังภาพประกอบ 6 พบว่าได้ผลิตภัณฑ์ TiO_2 94.2 % ส่วนองค์ประกอบที่เหลือเป็น Fe_2O_3 , CaO และ MgO และจากการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ที่ได้โดยใช้ X-ray diffraction พบว่า TiO_2 มีโครงสร้างเป็นแบบรูไทล์และอนาเทส (anatase) ปะปนกัน นอกจากนี้การใช้กรด HCl ในตัวทำละลายต่าง ๆ กัน เพื่อเพิ่มคุณภาพ (Upgrade) อิลเมนิตในการทดแทนรูไทล์เช่น ใช้ HCl- H_2O , HCl- CH_3OH-H_2O และ HCl- CH_3OH โดยใช้ HCl เข้มข้นและอุณหภูมิ $25-65^\circ C$ ปฏิกิริยาเกิดจากสมการต่อไปนี้

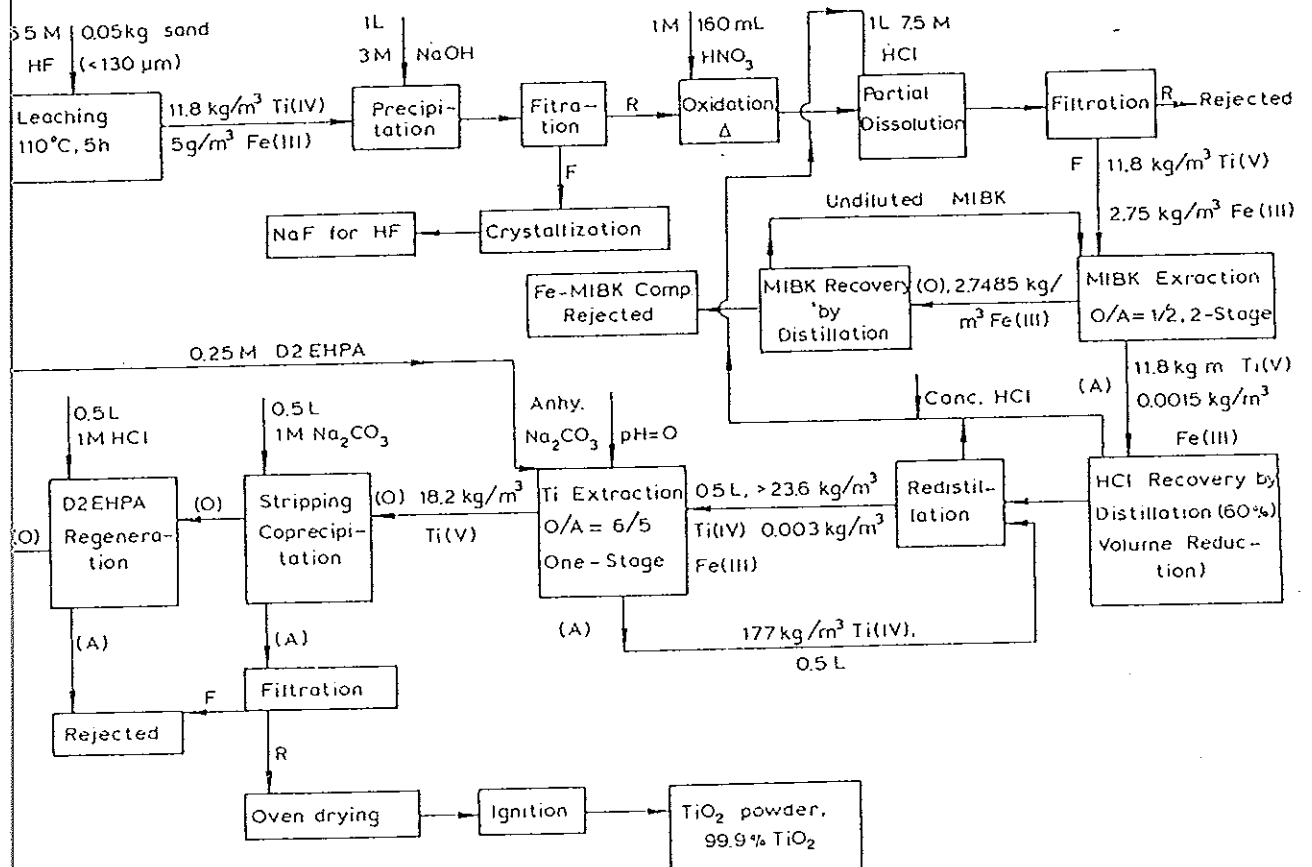


พบว่า HCl- CH_3OH สามารถชะล้าง Fe ออกจากแร่ทิตานิตได้ดีที่สุด (Girgin, S., 1990 : 147-159) ส่วนผลของ Resorcinol และ phenol ที่เติมลงใน HCl- CH_3OH พบว่า HCl- CH_3OH -Cl Resorcinol จะสามารถชะล้าง Fe ในแร่ทิตานิตได้ดีกว่า HCl- CH_3OH -phenol (Girgin, I., Turker, L. และ Goodall, D., 1990 : 147-159) นอกจากนี้ Biswas, R.K., Habib, M.A. และ Dafader, N.C. (1992 : 119-

126) พบว่า การใช้กรดไฮโดรฟลูออริก (HF) ในการแยก TiO_2 จากแร่
 อิลเมนไนต์และผลิตภัณฑ์ที่ได้จะถูกเผาที่ $1000\text{ }^{\circ}C$ ถึงแม้ว่าจะมีขั้นตอนการทดลอง
 ก่อนนี้างจะสลับซับซ้อนดังแผนผังในภาพประกอบ 7 แต่ที่ผลิตภัณฑ์ที่ได้ประกอบด้วย
 TiO_2 99.9 %



ภาพประกอบ 6 แสดงขั้นตอนการแยก TiO_2 จากแร่อิลเมนไนต์ด้วย $(NH_4)_2SO_4$
 ที่มา : Lee, C.T. และ Sohn , H.Y., 1989:1087

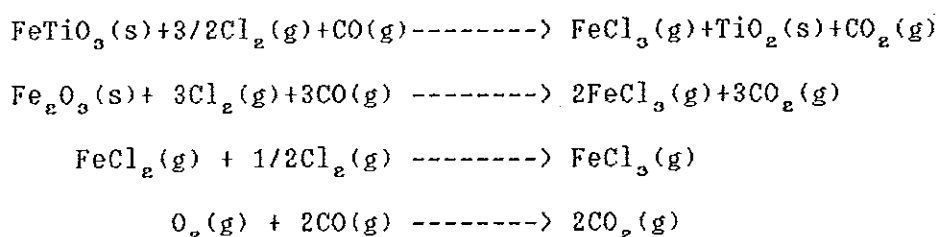


ภาพประกอบ 7 แสดงขั้นตอนการแยก TiO_2 โดยใช้ตัวทำละลาย HF

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

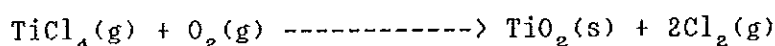
2.3.2 การผลิต TiO_2 โดยกระบวนการคลอไรด์

วิธีการผลิต TiO_2 อีกวิธีหนึ่งคือการใช้ก๊าซคลอรีนหรือที่เรียกว่ากระบวนการคลอไรด์ วิธีนี้นอกจากจะให้ผลิตภัณฑ์ที่มีความบริสุทธิ์สูงกว่าวิธีแรกแล้ว ของเสียของก๊าซคลอรีนที่เกิดขึ้นก็สามารถนำกลับไปใช้ใหม่ได้ และจะไม่มีผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อม (Yamada, S., 1976 : 14) และยังสามารถใช้ปรับปรุงคุณภาพของแร่อิลเมนิต์คุณภาพต่ำ เพื่อมาแปรรูปเป็นรูทิลโดยการกำจัด Fe ออกจากแร่อิลเมนิต์และแร่ Ti ที่มีคุณภาพต่ำรวมไปถึงอะริโซไนต์ ($Fe_2O_3 \cdot nTiO_2 \cdot mH_2O$), ลูโคซีน ($Fe_2O_3 \cdot nTiO_2$), เพรอฟสไกต์ ($CaTiO_3$) เป็นต้น การใช้วิธีคลอรีนเช่นนี้ มักจะกระทำกัน 2 ลักษณะ คือ วิธีแรกเป็นการผ่านก๊าซคลอรีนไปยังอิลเมนิต์ที่ถูกเผาที่อุณหภูมิสูงที่มีสารรีดิวซ์อยู่ด้วย จะได้ $TiCl_4$ และ Fe_2Cl_6 ที่อยู่ในสภาวะก๊าซ แล้วนำมาแยกส่วนผสมที่เป็น $FeCl_3$ ซึ่งเป็นสารเจือปนออกมาและอีกลักษณะหนึ่งคือ ผ่านก๊าซคลอรีนไปยังแร่อิลเมนิต์ที่ถูกเผาที่อุณหภูมิต่ำระหว่าง $625-850^\circ C$ โดยมีคาร์บอนมอนอกไซด์ (CO) เป็นสารรีดิวซ์ ซึ่งเป็นการกำจัด Fe ออกจากแร่อิลเมนิต์ไปในตัวปฏิกิริยาเกิดดังต่อไปนี้



พบว่าความดันของ CO ที่ใช้เป็นสารรีดิวซ์ มีผลต่อปฏิกิริยาคลอรีนเช่นนี้มากกว่าความดันก๊าซคลอรีน ส่วนกลไกของปฏิกิริยา พบว่า Fe ในแร่อิลเมนิต์จะทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีนก่อน แล้ว CO จะดึงออกซิเจนออก (Rhee, K.I.

และ Sohn, H.M., 1988 : 321-329) ส่วน Morooka, S. และคณะ (1988 : 94) ได้รายงานเกี่ยวกับการผลิต TiO_2 โดยวิธีการออกซิไดซ์ $TiCl_4$ พบว่าจะเกิด TiO_2 ที่มีโครงสร้างเป็นรูไทล์ส่วนใหญ่ที่ช่วงอุณหภูมิ 977-1027 °C นอกจากนี้ยังพบว่าอัตราการเกิดปฏิกิริยาของ $TiCl_4$ กับออกซิเจนจะถูกรบกวนโดยอนุภาคของ TiO_2 ที่เกิดขึ้นด้วย แต่ Clark, R.J.H. (1968 : 267) รายงานว่าการออกซิไดซ์ $TiCl_4$ ที่อยู่ในสถานะไอด้วยออกซิเจนเพื่อเตรียม TiO_2 ปฏิกิริยาจะเกิดที่ช่วงอุณหภูมิ 650-750 °C ดังปฏิกิริยาต่อไปนี้



TiO_2 ที่เกิดขึ้นมักจะมีโครงสร้างเป็นแบบรูไทล์ ส่วน Grayson, M. (1985 : 1183) รายงานว่า $TiCl_4$ จะถูกออกซิไดซ์โดยออกซิเจนไปเป็น TiO_2 ที่อุณหภูมิ 985 °C

ในการวิจัยครั้งนี้ได้ใช้วิธีคลอรีนขึ้นสังเคราะห์ TiO_2 จากส่วนสกัดหยาบของแร่อีลเมไนต์ที่อุณหภูมิ 400-750 °C ซึ่งเป็นอีกวิธีหนึ่งในการกำจัดสารเจือปนในส่วนสกัดหยาบของแร่อีลเมไนต์ให้มีความบริสุทธิ์ หมายถึงปริมาณสารเจือปนจะน้อยลง ประกอบความขาวสะอาดของผลิตภัณฑ์ที่ได้ขึ้นนั่นเอง ขั้นตอนของการวิจัยพอแบ่งเป็น 3 ตอนใหญ่ ๆ ดังนี้

1. การจัดเตรียมออกแบบอุปกรณ์ สำหรับระบบของก๊าซคลอรีนเพื่อการทดลอง
2. การสังเคราะห์ TiO_2 จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ เพื่อศึกษาผลิตภัณฑ์ที่ได้ที่แต่ละอุณหภูมิ ทั้งเชิงคุณภาพและปริมาณ วิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ที่ได้ ทั้งเชิงคุณภาพและปริมาณโดยใช้เครื่อง EDXRF (Energy Dispersive X-Ray Fluorescence)
3. การสังเคราะห์ TiO_2 จากส่วนสกัดหยาบของแร่อีลเมไนต์ และวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ที่ได้ทั้งเชิงคุณภาพและปริมาณโดยใช้เครื่อง EDXRF

3. วัตถุประสงค์การวิจัย

3.1 ศึกษากระบวนการทางเคมีในการสังเคราะห์ TiO_2 จากส่วนสกัดหยาบของแร้อิลเมนิต์ด้วยวิธีคลอริเนชันภายใต้สภาวะที่เหมาะสม เพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์ในปริมาณมากพอและมีความบริสุทธิ์สูง มีธาตุที่เป็นสารเจือปนน้อยที่สุด

3.2 ศึกษากระบวนการทางเคมีในการสังเคราะห์ TiO_2 จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ เปรียบเทียบกับ TiO_2 ที่สังเคราะห์จากส่วนสกัดหยาบของแร้อิลเมนิต์ ทั้งด้านคุณภาพและปริมาณ

3.3 วิเคราะห์หาปริมาณธาตุ ที่เป็นสารเจือปนในผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์แต่ละครั้งด้วยเครื่อง EDXRF

3.4 ศึกษาเปรียบเทียบผลการสังเคราะห์ TiO_2 จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ เปรียบเทียบกับกับ TiO_2 ที่สังเคราะห์จากส่วนสกัดหยาบของแร้อิลเมนิต์ทั้งด้านคุณภาพและปริมาณ

บทที่ 2

วิธีการวิจัย

1. วัสดุ วัสดุที่ใช้สำหรับการทดลอง มีดังต่อไปนี้

1.1 ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2 , AR, E. Merck) ใช้เป็นสารตั้งต้นในการทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน เพื่อศึกษาปริมาณผลิตภัณฑ์ (TiO_2) ที่เกิดจากกระบวนการคลอรีนขึ้นที่อุณหภูมิ 400, 500, 600 และ 700 °C และใช้ทำเป็นส่วนผสมของเม็ดสารมาตรฐานเพื่อวิเคราะห์เชิงปริมาณด้วย EDXRF ได้ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมงก่อนนำมาใช้

1.2 พงคาร์บอนดัดกัมมันต์ (Activated charcoal, AG, Fluka Chemie) ใช้เป็นสารรีดิวซ์ในกระบวนการคลอรีนขึ้น ผสมกับ TiO_2 ในอัตราส่วน 1 ต่อ 3 และได้ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมงก่อนนำมาใช้

1.3 แมงกานีสไดออกไซด์ (MnO_2 , LR, Ajax Chemicals) ใช้เตรียมก๊าซคลอรีนโดยให้ทำปฏิกิริยากับกรด HCl เข้มข้น 36.5-38 %

1.4 กรดเกลือเข้มข้น 36.5-38 % (HCl, AR, J.T. Baker) ใช้เตรียมก๊าซคลอรีน โดยให้ทำปฏิกิริยากับ MnO_2

1.5 กรดซัลฟูริกเข้มข้น 95-97 % (H_2SO_4 , AR, E. Merck) ใช้กำจัดน้ำออกจากก๊าซคลอรีนเพื่อให้ก๊าซคลอรีนที่เตรียมได้แห้งสมบูรณ์ก่อนทำปฏิกิริยา

1.6 โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH , AR, Eka Nobel) ใช้เตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 1 M เพื่อใช้สำหรับกำจัดก๊าซคลอรีนที่เหลือออกจากปฏิกิริยา

1.7 ไออน(III)ออกไซด์ (Fe_2O_3 , AG, E. Merck) ใช้สำหรับเตรียมเม็ดสารมาตรฐาน เพื่อการวิเคราะห์เชิงปริมาณของ Fe ที่เป็นสารเจือปนผลิตภัณฑ์ (TiO_2) ที่ได้จากการสังเคราะห์ ได้ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมงก่อนนำมาใช้

1.8 แป้งข้าวโพดตราโมชิโน่า (บริสุทธิ์ 100 %, cpc/Aji ประเทศไทย) ใช้ทำเป็นสารยึดเหนี่ยว (binding agent) โดยเติมลงในตัวอย่างเพื่อให้เม็ด

สารตัวอย่างเกาะตัวกันตั้งขึ้นเพื่ออัดเป็นเม็ด ทำให้เม็ดสารที่ได้มีความแข็งแรงพอและไม่แตกหักง่ายระหว่างทำการวิเคราะห์

1.9 ส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิเกต เป็นผง TiO_2 มีสีออกเหลืองอ่อนปนดำเล็กน้อย ซึ่งสกัดจากแร่ซิลิเกตที่ผ่านการคัดเกรดแล้ว โดยใช้กรด HCl เข้มข้น ตัวอย่างแร่ซิลิเกตนี้ได้มาจาก สำนักงานทรัพยากรธรณีเขต 1 จังหวัดสงขลา ได้ผ่านการบดให้ละเอียดสามารถผ่านตะแกรงขนาด 60 Mesh และอบที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมงก่อนนำมาใช้

1.10 กรดกัดแก้ว (HF, 47.0-52.0 %, J.T Baker) ใช้เตรียมกรดกัดแก้วเข้มข้น 1.0 % ใช้สำหรับแช่หลอดแก้วควอร์ตซ์เพื่อชะล้างคราบ TiO_2 ที่เกาะติดตามผิวด้านในอันเนื่องจากการทดลองแต่ละครั้ง

1.11 เซอร์โคเนียม (IV) ออกไซด์ (ZrO_2 , AG, Fluka Chemie) ใช้เตรียมเม็ดสารมาตรฐาน สำหรับการวิเคราะห์เชิงปริมาณในส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิเกต ได้ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมงก่อนนำมาใช้

1.12 ทังสเตน (VI) ออกไซด์ (WO_3 , AG, Fluka Chemie) ใช้เตรียมเม็ดสารมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์เชิงปริมาณในส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิเกตได้ผ่านการอบที่ 110°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมงก่อนนำมาใช้

1.13 ไนโอเบียม (V) ออกไซด์ (Nb_2O_5 , AG, Fluka Chemie) ใช้เตรียมเม็ดสารมาตรฐาน สำหรับการวิเคราะห์เชิงปริมาณในส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิเกต ได้ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมงก่อนนำมาใช้

1.14 เม็ดสารมาตรฐานของสังกะสี (Zn, Spex-Cat No.3619) ใช้วางทับเม็ดสารที่เตรียมขึ้นเพื่อศึกษาความหนาที่สุดของเม็ดสารที่จะเตรียม สำหรับการวิเคราะห์เชิงปริมาณ จะอ่านผล k_α ของ Zn ที่สามารถทะลุผ่านเม็ดสารและเข้าสู่หัววัดได้ ความหนาที่สุดที่จะใช้เตรียมเม็ดสารเป็นความหนาของเม็ดสารที่ผล k_α ของ Zn ที่ใช้เป็นเม็ดสารมาตรฐานไม่สามารถทะลุผ่านได้

1.15 ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 35 % (H_2O_2 , Medical extra pure, E. Merck) ใช้ออกซิไดซ์ Fe ในผงคาร์บอนกัมมันต์ร่วมกับสารละลายแอมโมเนียเพื่อกำจัด Fe ออกจากผงคาร์บอนกัมมันต์

1.16 สารละลายแอมโมเนีย 25 % (NH_3 , GR, BDH Chemicals) ใช้ ออกซิไดซ์ผงคาร์บอนกัมมันต์ร่วมกับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์

1.17 โปตัสเซียมไทโอไซยาเนต (KSCN , AR, E. Merck) ใช้เตรียม สารละลายโปตัสเซียมไทโอไซยาเนตเข้มข้น 1 M เพื่อใช้ทดสอบ Fe^{3+} ในสารละลายกรด HCl

1.18 กรดออกซาลิก ($\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4$, GR, E. Merck) ใช้เตรียมสารละลาย กรดออกซาลิกเข้มข้น 1 M เพื่อเติมลงในกรด HCl เป็นสารช่วยให้ Fe ในผง คาร์บอนกัมมันต์ละลายในกรด HCl ได้ดีขึ้น

1.19 อัสทิกเอ ($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{H}_2$, AR, E. Merck) ใช้เตรียมสารละลาย อัสทิกเอ เข้มข้น 1 M เพื่อเติมลงในกรด HCl เป็นสารช่วยให้ Fe ในผง คาร์บอนกัมมันต์ละลายในกรด HCl ได้ดีขึ้น

1.20 อะซิติกอะซิโตน 98 % ($\text{C}_5\text{H}_8\text{O}_2$, LR, BDH Chemicals) ใช้ เติมลงในกรด HCl เป็นสารช่วยให้ Fe ในผงคาร์บอนกัมมันต์ละลายลงในกรด HCl ได้ดีขึ้น

1.21 เม็ดสารมาตรฐาน Ti, Fe, Cu, As, Sr, Zr, Mo (Somar standard, Somar Laboratories, Inc.) ใช้สำหรับวางกับเม็ดสารตัวอย่างคาร์บอนกัมมันต์ในการวิเคราะห์เม็ดสารที่เป็นแบบหนาปานกลาง

2. อุปกรณ์

2.1 เครื่อง EDXRF (Spectrace 5000, Spectrace Instruments, Inc.) ใช้วิเคราะห์ธาตุที่เป็นสารเจือปนทั้งในด้านตั้งต้นและผลิตภัณฑ์ ที่เกิดจากปฏิกิริยาในเชิงคุณภาพและปริมาณ มีหัววัดประเภทสารกึ่งตัวนำ Si(Li) ซึ่งรักษาความเย็นด้วยไนโตรเจนเหลวที่อุณหภูมิ -196°C ตลอดเวลา และควบคุมการทำงานโดยไมโครคอมพิวเตอร์ โปรแกรม EDXRF version 1.31

2.2 เตาเผา (Linberg Type 167, Solabasic) ใช้ในการเผา สารตั้งต้น เพื่อให้ทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีนที่อุณหภูมิต่างๆ ที่กำหนด และเผา

ผลิตภัณฑ์ที่เกิดจากปฏิกิริยาที่ช่วงอุณหภูมิ 900-950 °C

2.3 คู่มือแบบลดความดัน (Model 5831, National Application Company) ใช้ชั่งสารก่อนนำไปตั้งอย่างละเอียดเพื่อใช้ในการทดลอง

2.4 เครื่องชั่งอย่างละเอียด (Mettler AE 200, Mettler Toledo A.G.) ใช้ชั่งสารอย่างละเอียดหลังจากผ่านการอบ ซึ่งสามารถอ่านค่าได้ละเอียดถึง 0.1 mg

2.5 เครื่องชั่งสาร (OHAUS, Marca Req) ใช้ชั่งสารอย่างละเอียดถึง 0.01 g ก่อนที่จะนำสารไปอบแห้ง

2.6 เครื่องเขย่าสาร (Adgle Kuhner, AG, Schweiz) ใช้เขย่าสารตัวอย่างเพื่อให้ผสมเข้าด้วยกันอย่างสม่ำเสมอเป็นเนื้อเดียวกัน ก่อนที่จะเตรียมอัดเป็นแผ่นกลม (pellets) เพื่อเตรียมการวิเคราะห์เชิงปริมาณด้วยเครื่อง EDXRF

2.7 ใช้อัดเม็ดสารตัวอย่าง (1.25" DIE SPECAC, Kent England) ใช้อัดเม็ดสารตัวอย่างและสารมาตรฐาน เพื่อเตรียมการวิเคราะห์เชิงปริมาณ

2.8 เครื่องอัดเม็ดสารระบบไฮดรอลิก (25 Ton Ring Press 00-25, Research and Industrial Instruments Company) ใช้อัดเม็ดสารตัวอย่างและสารมาตรฐาน เพื่อเตรียมการวิเคราะห์เชิงปริมาณ

2.9 หลอดแก้วควอร์ตซ์ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 18.1 mm ยาว 40.5 cm จำนวน 2 หลอด ใช้สำหรับเผาสารตั้งต้นก่อนที่จะผ่านก๊าซคลอรีนเข้าไป หลอดแก้วควอร์ตซ์ขนาดความยาว 8 cm และเส้นผ่าศูนย์กลาง 18.1 mm จำนวน 4 หลอด ใช้สำหรับเผาผลิตภัณฑ์ที่เกิดจากปฏิกิริยา

2.10 นาฬิกาจับเวลา (Harnhard, Harnhard GMBH & CoK.G) ใช้จับเวลาการเกิดปฏิกิริยาในการทดลองแต่ละครั้ง

2.11 ฟิล์มเหลืองสำหรับวิเคราะห์ด้วย EDXRF (Spex X-ray Film, Spex Industries) ใช้ประกอบกับถ้วยพลาสติกกรองรับตัวอย่างในการวิเคราะห์ด้วย EDXRF เชิงคุณภาพ

2.12 ถ้วยพลาสติก X-ray cells (Spex X-cells, Spex

Industries) ใช้บรรจุตัวอย่างเพื่อการวิเคราะห์ด้วย EDXRF เชิงคุณภาพ

2.13 เครื่องบดสารตัวอย่าง (Fritsch type 02.102, No 4086, Germany) ใช้บดส่วนเสกิดของแร่โอลเมนไนต์ เพื่อให้ขนาดอนุภาคประมาณ 60 Mesh ก่อนนำไปใช้ทดลองต่อไป

2.14 ตู้อบเครื่องแก้ว (Griffin, Griffin & George Ltd.) ใช้อบเครื่องแก้วก่อนนำไปใช้ในการทดลองแต่ละครั้ง

2.15 Heating mantle (ขนาด 2000 ml) ใช้อุ่นส่วนผสมของกรด HCl และ MnO_2 ในการเตรียมก๊าซคลอรีน เพื่อให้เกิดได้อย่างสมบูรณ์

2.16 หลอดนำก๊าซชนิดพลาสติกใส ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 8 มม ใช้ต่อระหว่างขวดกั้นกลมและขวด Druchsel แต่ละขวดเพื่อให้ก๊าซคลอรีนผ่านไปยังเตาเผา (ดังภาพประกอบ 8)

2.18 อุปกรณ์ประจำห้องปฏิบัติการทั่วไป เช่น บีกเกอร์ ทวดยุโรปชมู่ ขวดกั้นกลม กรวยแยกชนิดมีข้อต่อ ถ้วยกระเบื้อง แท่งแก้วสำหรับคน กระบอกตวง จุกคอร์ก และ Laboratory sealing film เป็นต้น

3. วิธีดำเนินการ

ในการสังเคราะห์ TiO_2 ด้วยวิธีคลอรีเนชันนี้ ได้แบ่งการดำเนินการทดลองออกเป็น 3 หัวข้อใหญ่ ๆ ดังนี้

3.1 การออกแบบชุดอุปกรณ์เพื่อเตรียมก๊าซคลอรีนสำหรับระบบการทดลอง

3.2 การสังเคราะห์ TiO_2 จากผง TiO_2 บริสุทธิ์

3.3 การสังเคราะห์ TiO_2 จากส่วนเสกิดหยาบของแร่โอลเมนไนต์

ขั้นตอนรายละเอียดเกี่ยวกับการดำเนินการทดลองมีดังต่อไปนี้

3.1 การออกแบบชุดอุปกรณ์เพื่อเตรียมก๊าซคลอรีนสำหรับระบบการทดลอง

3.2 การสังเคราะห์ TiO_2 จากผง TiO_2 บริสุทธิ์

3.2.1 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของ TiO_2 บริสุทธิ์ ผงคาร์บอนกัมมันต์และส่วนเสกิดหยาบของแร่โอลเมนไนต์ ด้วยเครื่อง EDXRF ก่อนนำมาทดลอง

3.2.2 การสกัด Fe จากผงคาร์บอนกัมมันต์ด้วยกรด HCl

3.2.3 การวิเคราะห์หาปริมาณ Fe ในผงคาร์บอนกัมมันต์ด้วยเครื่อง EDXRF

3.2.3.1 การเตรียมตัวอย่างผงคาร์บอนกัมมันต์แบบหนาปานกลางเพื่อเตรียมการวิเคราะห์เชิงปริมาณ

3.2.3.2 การวิเคราะห์หาปริมาณ Fe ในตัวอย่างแบบหนาปานกลาง (sample of intermediate thickness)

3.2.4 การเตรียมตัวอย่างของ TiO_2 บริสุทธิ์ เพื่อทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน

3.2.5 การสังเคราะห์ TiO_2 จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 400, 500, 600 และ 700 °C

3.2.6 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือ ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 400, 500, 600 และ 700 °C และผลิตภัณฑ์ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 900-950 °C

3.2.7 การเตรียมตัวอย่างแบบหนามากที่สุด (Infinitely Thick Sample) เพื่อวิเคราะห์เชิงปริมาณของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 400, 500, 600 และ 700 °C

3.2.7.1 การศึกษาความหนาที่สูงสุดของเม็ดสาร ที่จะเตรียมเพื่อการวิเคราะห์เชิงปริมาณ

3.2.7.2 การเตรียมสารมาตรฐานของ Fe เพื่อใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณ Fe ในผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์ได้

3.2.7.3 การเตรียมเม็ดสารตัวอย่างของ TiO_2 ที่ได้จาก การสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 400, 500, 600 และ 700 °C

3.2.8 การวิเคราะห์ปริมาณ Fe ในผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จาก การสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 400, 500, 600 และ 700 °C

3.3 การสังเคราะห์ TiO_2 จากส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิเกต

3.3.1 การเตรียมตัวอย่างส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิเกต เพื่อทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน

3.3.2 การสังเคราะห์ TiO_2 จากส่วนสกัดหยาบของแร่โอลเมนไนด์ ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 °C

3.3.3 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือ ผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 °C และผลิตภัณฑ์ ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 900-950 °C

3.3.4 การเตรียมตัวอย่างแบบหนักที่สุด เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณ ธาตุที่เป็นองค์ประกอบในส่วนสกัดหยาบของแร่โอลเมนไนด์ และปริมาณธาตุที่เจือปน ในผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์

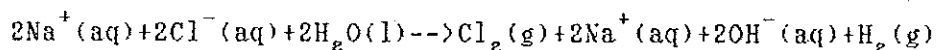
3.3.4.1 การเตรียมเม็ดสารมาตรฐานสำหรับ Fe W Zr และ Nb

3.3.4.2 การเตรียมเม็ดสารตัวอย่างของส่วนสกัดหยาบ ของแร่โอลเมนไนด์และผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 °C

3.3.5 การวิเคราะห์หาปริมาณของ Fe W Zr และ Nb ใน ส่วนสกัดหยาบของแร่โอลเมนไนด์และผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 °C

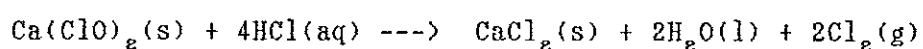
3.1 การออกแบบชุดอุปกรณ์เพื่อเตรียมก๊าซคลอรีนสำหรับระบบการทดลอง ก๊าซคลอรีนสามารถเตรียมขึ้นได้หลายวิธีด้วยกัน ที่สำคัญได้แก่

1. การแยกสารละลายโซเดียมคลอไรด์ด้วยไฟฟ้า (electrolysis) จะได้ Cl_2 และ NaOH เป็นผลิตภัณฑ์ร่วม ดังปฏิกิริยาต่อไปนี้

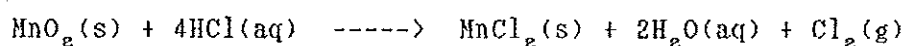


2. ใช้ NaCl หรือ KCl ที่เหลวแยกด้วยไฟฟ้า
3. การแยกกรด HCl ด้วยไฟฟ้า
4. การออกซิไดซ์กรด HCl โดยใช้ NO_2 เป็นตัวเร่ง

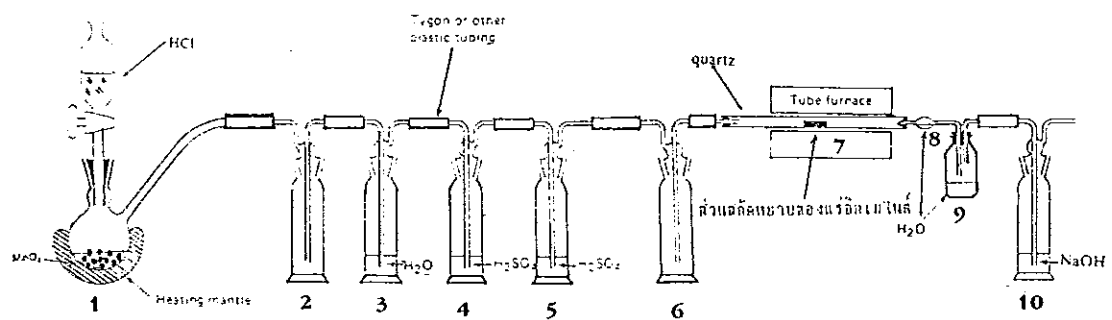
5. ให้กรด HCl ทำปฏิกิริยากับ $\text{Ca}(\text{ClO})_2$ ดังปฏิกิริยาต่อไปนี้



6. การออกซิไดส์กรด HCl ด้วย MnO_2 ดังปฏิกิริยาต่อไปนี้



ในการเตรียมก๊าซคลอรีนเพื่อการทดลองครั้งนี้ ได้ใช้ MnO_2 ให้ทำปฏิกิริยากับกรด HCl เข้มข้น 36.5-38.0 % ที่อุณหภูมิประมาณ 60-70 °C ซึ่งจะต้องระมัดระวังเป็นพิเศษ เพื่อให้ก๊าซคลอรีนที่เกิดขึ้นเกิดการรั่วไหลออกนอกระบบระหว่างการทดลอง ซึ่งจะก่อให้เกิดอันตรายแก่ผู้ทดลองและบุคคลข้างเคียงได้ เพื่อความปลอดภัยในระหว่างการทดลองจึงได้ออกแบบชุดอุปกรณ์เพื่อการทดลองครั้งนี้ ดังภาพประกอบ 8

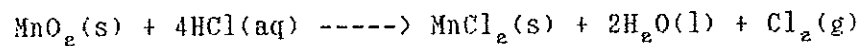


ภาพประกอบ 8 แสดงการจัดชุดอุปกรณ์การสังเคราะห์ TiO_2 ด้วยวิธีคลอริเนชัน

จากภาพประกอบการจัดชุดอุปกรณ์สำหรับการสังเคราะห์ TiO_2 ด้วยวิธี
คลอรีนเนชั่น

อุปกรณ์หมายเลข (1)

กรวยแยก (Separatory funnel) ขนาด 250 ml มีข้อต่อขนาด
24/29 ส่วนต่อกับขวดกั้นกลมชนิด 2 คอ ขนาด 1000 ml โดยมี heating
mantle รองรับ ซึ่ง MnO_2 จำนวน 40.00 g เติมลงในขวดกั้นกลมและ
ตรวจกรด HCl เข้มข้น 36.5-38.0 % จำนวน 200 ml เติมลงในกรวยแยก
เมื่อเปิด stopcock กรด HCl จะเริ่มหยดลงบน MnO_2 จะเกิด
ก๊าซคลอรีน ดังปฏิกิริยาต่อไปนี้



การอุ่นส่วนผสมของ MnO_2 และกรด HCl จะทำให้เกิดก๊าซคลอรีน
อย่างสมบูรณ์และปริมาณมากขึ้น (Partington, J.R., 1965 : 201) ก๊าซ
คลอรีนที่เกิดขึ้นก็จะไหลไปตามหลอดพลาสติก อัตราการเกิดก๊าซคลอรีนจะขึ้นกับ
อัตราการหยดกรด HCl ถ้าหยดกรด HCl ให้มีความถี่มากก็จะได้ก๊าซคลอรีนมาก
ตามด้วย

อุปกรณ์หมายเลข (2)

ขวด druchsel เปล่าขนาด 250 ml จะช่วยตรวจจับสารเจือปนที่
อาจติดมากับก๊าซคลอรีน เนื่องจากปฏิกิริยาเกิดไม่สมบูรณ์ เช่น MnCl_3 , MnCl_2
กรด HCl และน้ำ (Partington, J.R., 1965 : 201-202)

อุปกรณ์หมายเลข (3)

ขวด druchsel ขนาด 250 ml เติมน้ำกลั่นจำนวน 100 ml เพื่อให้ก๊าซคลอรีนที่เตรียมขึ้นผ่านน้ำกลั่น เพื่อชะล้างสารเจือปนที่อาจติดมากับก๊าซคลอรีนโดยเฉพาะกรด HCl (Partington, J.R., 1965 : 201)

อุปกรณ์หมายเลข (4) และ (5)

ขวด druchsel ขนาด 250 ml บรรจุกรด H_2SO_4 เข้มข้น 95-97% ขนาดละ 50 ml ให้ก๊าซคลอรีนที่ได้ผ่านกรด H_2SO_4 จำนวน 2 ครั้งเพื่อกำจัดน้ำออก เพื่อให้ก๊าซคลอรีนแห้งอย่างสมบูรณ์ และปราศจากความชื้นก่อนเข้าเตาเผา เพื่อกำปฏิกิริยา (Pass, G. and SultCliff, H., 1974 : 34)

อุปกรณ์หมายเลข (6)

การกำจัดน้ำออกจากก๊าซคลอรีนด้วยการให้ผ่านกรด H_2SO_4 เข้มข้น ก๊าซคลอรีนที่ผ่านออกมาอาจมีกรด H_2SO_4 เข้มข้นติดมาได้ การใช้ขวด druchsel เปล่าเพื่อให้ก๊าซผ่านก่อนเข้าหลอด ปฏิกิริยาจะช่วยทำให้ก๊าซคลอรีนที่แห้งสะอาดแล้ว ปราศจากกรด H_2SO_4 มากยิ่งขึ้น (Pass, G. and Sultcliff, H., 1974 : 33-34)

อุปกรณ์หมายเลข (7)

เตาเผาและหลอดแก้วควอร์ตซ์สำหรับเผาสารตัวอย่างที่อุณหภูมิสูง สารตัวอย่างที่จะให้ทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีนจะถูกวางที่ตำแหน่งตรงกลาง ภายในหลอดแก้วควอร์ตซ์ ปรับอุณหภูมิตามที่ต้องการ แล้วผ่านก๊าซคลอรีนเข้าไปในหลอดแก้วควอร์ตซ์ในขณะที่ตัวอย่างถูกเผาให้ร้อนแดง ใช้จุกคอร์คสวมเพื่อต่อระหว่างปลายหลอดแก้วควอร์ตซ์ทั้งสองเข้ากับหลอดแก้วนำก๊าซ และจะไม่ใช่จุกยางเนื่องจากเกิดปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน (Walton, H.F., 1948 : 107)

อุปกรณ์หมายเลข (8)

หลอดแก้วที่มีกระเปาะขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 52 mm บรรจุน้ำกลั่นประมาณ 20 ml เพื่อตรวจจับผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นยังไม่ถูกออกซิไดซ์เป็น TiO_2 ที่สมบูรณ์ เมื่อผลิตภัณฑ์เหล่านี้ผ่านออกมาจากเตาเผา จะทำปฏิกิริยากับน้ำทำให้ได้ผลิตภัณฑ์ขั้นสุดท้ายที่สมบูรณ์ นอกจากการออกแบบหลอดแก้วที่มีกระเปาะบรรจุน้ำกลั่น จะช่วยให้ผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นไม่สมบูรณ์ ซึ่งจะเกาะตามผิวหลอดแก้วด้านในและก่อให้เกิดการอุดตันแก่หลอดแก้วหาไปได้ด้วย

อุปกรณ์หมายเลข (9) และ (10)

ผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่เกิดขึ้นจะใช้น้ำกลั่นประมาณ 50 ml ตรวจจับ (อุปกรณ์หมายเลข 9) และก๊าซคลอรีนที่เหลือมากพอในปฏิกิริยาจะถูกกำจัดโดยการให้ผ่านสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 1 M (อุปกรณ์หมายเลข 10)

3.2 การสังเคราะห์ TiO_2 จากผง TiO_2 บริสุทธิ์

3.2.1 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของ TiO_2 คาร์บอนกัมมันต์ และส่วนสัทธิหายของแร่ซิลิเกตด้วยเครื่อง EDXRF

ซึ่งผง TiO_2 คาร์บอนกัมมันต์ และส่วนสัทธิหายของแร่ซิลิเกตมาอย่างละ 1.00 g ใส่ด้วยพลาสติก x-cell จำนวน 3 ใบ วางในช่องวางเม็ดสารสำหรับวิเคราะห์ในเครื่อง EDXRF ตั้งค่า acquisition parameter สำหรับการวิเคราะห์ดังตารางต่อไปนี้

ตาราง 4 แสดงค่า aquisition parameter ที่ใช้สำหรับการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของ TiO_2 ผงคาร์บอนกัมมันต์ และส่วนสกัดขยายของแร่โอลิเมนไนต์

| Aquisition parameter | TiO_2 | คาร์บอนกัมมันต์ | ส่วนสกัดขยาย |
|----------------------|---------|-----------------|--------------|
| 1. Tube voltage (kv) | 23 | 22 | 25 |
| 2. Tube current (mA) | 0.01 | 0.01 | 0.01 |
| 3. Live time (Sec) | 50 | 50 | 50 |
| 4. Max energy (kev) | 20 | 20 | 20 |
| 5. Filter used | - | - | - |
| 6. Preset count (k) | - | - | - |
| 7. Atmosphere - | Air | Air | Air |

วิเคราะห์ตัวอย่างโดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูป EDXRF version 1.31 (Tracor x-ray , spectrace 5000, 1985 : 3-1-3-13) และพิมพ์สเปกตรัมผลการวิเคราะห์

3.2.2 การแยก Fe ออกจากผงคาร์บอนกัมมันต์ด้วยกรด HCl

ซึ่งผงคาร์บอนกัมมันต์ใส่บีกเกอร์ขนาด 250 ml จำนวน 3 ใบ ๆ ละ 3.00 g ออกซิไดซ์ด้วย H_2O_2 ใน NH_3 อุณหภูมิประมาณ $100\text{ }^{\circ}C$ เป็นเวลา 10 นาที (Vogel, A.I., 1961: 331) กรองเอาสารละลายออกด้วยชุดอุปกรณ์แบบลดความดัน ล้างด้วยน้ำกลั่น 2 ครั้ง เพื่อให้ผงคาร์บอนกัมมันต์ที่กรองได้ปราศจากความเป็นเบส กำจัด Fe ด้วยกรด HCl เข้มข้น 1 M จำนวน 50 ml และเติมสารละลาย EDTA Acac และกรด Oxalic จำนวน 5 ml ดังตารางต่อไปนี้

ตาราง 5 แสดงปริมาณกรด HCl EDTA Acac และกรด Oxalic
ที่ใช้ในการกำจัด Fe จากผงคาร์บอนกัมมันต์

| บีกเกอร์ที่ | น้ำหนักผงคาร์บอนฯ (g) | ปริมาตรกรด HCl (ml) | หมายเหตุ |
|-------------|----------------------------|--------------------------|---------------------|
| 1 | 3.00 | 50.0 | เติม EDTA 5 ml |
| 2 | 3.00 | 50.0 | เติม Acac 5 ml |
| 3 | 3.00 | 50.0 | เติมกรด Oxalic 5 ml |

แช่ไว้ข้ามคืน จากนั้นทำการรีฟลักซ์ (reflux) ที่อุณหภูมิ 100 °C เป็นเวลา
6 ชั่วโมง

ใช้หลอดหยดดูดส่วนที่เป็นสารละลายใส่ภาคนวสอบ Fe โดยหยดสาร
ละลาย KSCN เข้มข้น 1 M จำนวน 3-5 หยด นำผงคาร์บอนกัมมันต์ที่ผ่านการ
รีฟลักซ์กรองแล้วล้างด้วยน้ำกลั่น 2 ครั้ง และตามด้วยอะซิโตน จากนั้นนำไปอบที่
อุณหภูมิ 95 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

3.2.3 การวิเคราะห์หาปริมาณ Fe ในผงคาร์บอนกัมมันต์

3.2.3.1 การเตรียมเม็ดตัวสารอย่างผงคาร์บอนกัมมันต์

แบบหนาปานกลาง

ซึ่งผงคาร์บอนกัมมันต์ แป้งข้าวโพด TiO_2
และ As_2O_3 ที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 110 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมงใส่ขวดรูปชมพู่
ขนาด 250 ml จำนวน 4 ใบ ดังรายละเอียดตามตารางต่อไปนี้

ตาราง 6 แสดงน้ำหนักของคาร์บอนกัมมันต์ แป้งข้าวโพด TiO_2 และ As_2O_3 เพื่อเตรียมเม็ดตัวอย่างแบบหนาปานกลาง

| ชนิดที่ | น้ำหนัก คาร์บอน(g) | น้ำหนัก แป้ง(g) | น้ำหนัก TiO_2 (g) | น้ำหนัก As_2O_3 (g) | น้ำหนัก รวม(g) |
|---------|-----------------------|--------------------|------------------------|--------------------------|-------------------|
| 1 | 1.0002 | 14.1036 | 0.0712 | 0.0741 | 15.2491 |
| 2 | 1.0169 | 14.0981 | 0.0776 | 0.0723 | 15.2469 |
| 3 | 0.9881 | 13.5410 | 0.0719 | 0.0708 | 14.6718 |
| 4 | 1.0105 | 14.0516 | 0.0704 | 0.0737 | 15.2107 |

โดยที่ ชนิดที่ 1 พงคาร์บอนกัมมันต์ที่ไม่ผ่านการสกัด Fe

ชนิดที่ 2 พงคาร์บอนกัมมันต์ที่ผ่านการสกัด Fe ด้วย HCl ใน EDTA

ชนิดที่ 3 พงคาร์บอนกัมมันต์ที่ผ่านการสกัด Fe ด้วย HCl ใน acac

ชนิดที่ 4 พงคาร์บอนกัมมันต์ที่ผ่านการสกัด Fe ด้วย HCl ในกรด oxalic

อัตราส่วนพงคาร์บอนกัมมันต์ต่อแป้งเป็น 1:14 พบว่าเป็นสัดส่วนที่เหมาะสมที่สุด นอกจากการอัดเม็ดเกาะตัวกันดีแล้ว เม็ดสารที่ได้มีความแข็งแรงพอที่จะนำไปวิเคราะห์หลาย ๆ ครั้งได้

เขย่าที่ความเร็ว 315 รอบต่อนาที ด้วยเครื่องเขย่าสารของภาควิชาชีววิทยา เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ซึ่งส่วนผสมที่ผ่านการเขย่าครั้งละ 1.8000 g อัดเม็ดด้วยเครื่องอัดระบบไฮดรอลิก (Hydraulic press) ที่แรงอัดขนาด 8 ตันต่อตารางนิ้ว เก็บเม็ดตัวอย่างที่เตรียมได้เพื่อวิเคราะห์ต่อไป

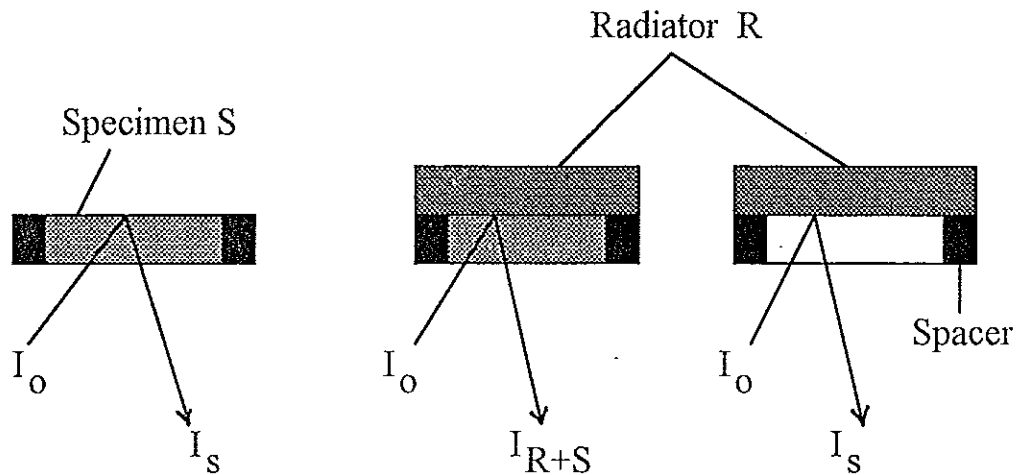
ตาราง 7 แสดงร้อยละของธาตุต่างๆ ที่เป็นองค์ประกอบในเม็ดสารตัวอย่าง
ของผงคาร์บอนกัมมันต์ที่เตรียมขึ้น

| เม็ดที่ | น้ำหนัก | คาร์บอน | TiO ₂ | Ti* | As ₂ O ₃ | As* |
|---------|---------|----------|------------------|----------|--------------------------------|----------|
| | (g) | (%W/W) | (%W/W) | (%W/W) | (%W/W) | (%W/W) |
| 1 | 1.8033 | 6.56 | 0.47 | 0.28 | 0.49 | 0.37 |
| 2 | 1.8504 | 6.67 | 0.51 | 0.31 | 0.47 | 0.37 |
| 3 | 1.8029 | 6.74 | 0.49 | 0.29 | 0.48 | 0.37 |
| 4 | 1.8100 | 6.67 | 0.46 | 0.28 | 0.49 | 0.37 |

* การวิเคราะห์เชิงปริมาณด้วยรังสีเอกซ์ องค์ประกอบของธาตุในตัวอย่าง
จะคิดเป็นร้อยละในรูปธาตุบริสุทธิ์ (ไม่อยู่ในรูปออกไซด์) เนื่องจากการปลดปล่อย
รังสีเอกซ์จะเกิดเฉพาะส่วนที่เป็นธาตุเท่านั้น

3.2.3.2 การวิเคราะห์หาปริมาณ Fe ในผงคาร์บอน
กัมมันต์ด้วยเครื่อง EDXRF สำหรับตัวอย่างที่เป็นแบบหนาปานกลาง (Yap, C.T.
Wongnawa, S. และ Tang, S.M. 1987 : 271-274)

เม็ดสารตัวอย่างของผงคาร์บอนกัมมันต์ แต่ละ
เม็ด ใช้เม็ดสารมาตรฐานของ Ti, Fe, Cu, As, Sr และ Mo วางทับระหว่าง
การวิเคราะห์ดังภาพประกอบต่อไปนี้



ภาพประกอบ 9 แสดงการวางเม็ดสารมาตรฐานกับบนเม็ดสารตัวอย่างแต่ละ
ครั้งของการวิเคราะห์เม็ดสารตัวอย่างแบบหน้าปานกลาง

ที่มา : Yap, C.T., Tang, S.M. และ Wongnawa, S. 1987 :
1336

เม็ดสารตัวอย่างทุกเม็ดวิเคราะห์ที่ 4 จุด โดยแต่ละจุดจะหมุนไป
จากจุดเดิม 90 องศา เม็ดสารมาตรฐานที่นำมาวางกับเม็ดสารตัวอย่าง จะต้อง
วางที่จุดตั้งที่จุดหนึ่งและรักษาระดับความสูงจากเม็ดสารตัวอย่างให้เท่ากันทุกครั้ง
(Markovic, A. และ Haselberger, N. 1992 : 778) โดยวางเม็ดสาร
มาตรฐานบนแผ่นพลาสติกรองรับ จะหมุนเฉพาะเม็ดสารตัวอย่างเท่านั้น กำหนด
ค่าช่วงการอ่านแผ่นที่ใต้ฟอส (Region of interest) ของธาตุที่เกี่ยวข้องใน
การทดลองไว้ในตารางดังต่อไปนี้

ตาราง 8 แสดงค่าช่วงการอ่านพีคที่โตฟิค $K\alpha$ ของธาตุที่เกี่ยวข้องสำหรับการทดลอง

| ธาตุที่เกี่ยวข้อง | ช่วงการอ่านพีคที่โตฟิค $K\alpha$ (KeV) |
|-------------------|--|
| Ti | 4.180 - 4.740 |
| Fe | 6.060 - 6.700 |
| Cu | 7.700 - 8.320 |
| As | 10.100 - 10.900 |
| Sr | 13.800 - 14.400 |
| Zr | 15.300 - 16.100 |
| Mo | 17.000 - 17.760 |

นำค่าความเข้ม (Intensity) พีคของแต่ละธาตุที่อ่านได้แต่ละครั้ง
 ค่าขนาดค่า A ; absorption เพื่อสร้างกราฟระหว่าง $\ln(\ln A)$ กับ $\ln K\alpha$
 และค่า A ที่อ่านได้จากกราฟนี้ ก็จะใช้ค่าความเข้มพีคของธาตุต่างๆ ที่สนใจ
 ในตัวอย่างต่อไป (Markovicz, A และ Haselberger, N. 1992 : 778)
 ที่ดจำกัดขั้นต่ำในการตรวจวัด (Lower limit of detection) สำหรับ Ti
 Fe และ As ในเนื้อสารที่เป็นแนวคาร์บอน ค่าขนาดโดยให้สูตรต่อไปนี้
 (Yap, C.T., 1988: 1252)

$$D_{LLM} = \frac{3(I_b)^{1/2}}{I_p - I_b} \times \text{Conc. (ppm)}$$

โดยที่ D_{LLM} คือ ความเข้มข้นที่ต่ำที่สุดที่สามารถตรวจวัดได้
 I_b คือ ความเข้มของสัญญาณหลัง
 I_p คือ ความเข้มพีคของธาตุที่สนใจในตัวอย่าง
 Conc. (ppm) คือ ความเข้มข้นของธาตุที่สนใจในตัวอย่างที่มีเป็น ppm

3.2.4 การเตรียมตัวอย่าง TiO_2 บริสุทธิ์ เพื่อทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน

ซึ่งผง TiO_2 ที่ผ่านการบดให้ละเอียดผ่านตะแกรงขนาด 60 Mesh และอบมาจำนวน 45.1730 g พงคาร์บอนกัมมันต์จำนวน 15.4091g โดยให้อัตราส่วนของ TiO_2 และคาร์บอนกัมมันต์ประมาณ 3 ต่อ 1 ตามลำดับ (Walton, H.F., 1948 : 108) ผสมเข้าด้วยกัน ใส่ขวดรูปชมพู่ขนาด 250 ml เติมหีดแก้วสำหรับคน 1 เม็ด เช้าที่ความเร็ว 315 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 นาที เพื่อให้ส่วนผสมเข้าด้วยกันอย่างทั่วถึง แบ่งซึ่งส่วนผสมที่ผ่านการเขย่ามาใส่ในกระป๋องพลาสติกจำนวน 20 ใบ ๆ ละ 2.000 g เพื่อเตรียมทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน

3.2.5 การสังเคราะห์ TiO_2 จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 400, 500, 600 และ 700 °C ด้วยวิธีคลอรีน

ใช้ช้อนตักสาร (spatular) ตักส่วนผสมของ TiO_2 และคาร์บอนกัมมันต์ (ที่เตรียมจากหัวข้อ 3.2.4) วางบริเวณตรงกลางในหลอดแก้วควอร์ตซ์ วางในเตาเผาต่อกับหลอดก๊าซคลอรีนเข้าเตาเผา และหลอมน้ำผลิตภัณฑ์ออกจากเตาเผา (ดังภาพประกอบ 8) อุ่น MnO_2 ที่อุณหภูมิประมาณ 60 °C ปรับอุณหภูมิเตาเผาให้คงที่ตามที่ต้องการประมาณ 10 นาที ไชกรด HCl เข้มข้น ให้หยดลงใน MnO_2 ปรับอัตราการเคลื่อนที่ของก๊าซคลอรีนให้ได้ประมาณ 3-4 ฟองต่อวินาทีโดยนับจากอัตราการเกิดฟองก๊าซในขวด druchsel ที่บรรจุกรด H_2SO_4 ชนิดที่ 2 (Jolly, W.L., 1970 : 454-455) เริ่มจับเวลาการเกิดปฏิกิริยา เมื่อเห็นละอองขาวของ TiO_2 เริ่มออกจากหลอดแก้วควอร์ตซ์ ลงในน้ำกลั่นที่เตรียมไว้สำหรับตรวจจับผลิตภัณฑ์ จนละอองขาวจางหาย

ไป เพื่อสิ้นสุดปฏิกิริยา รอให้เตาเผาเย็นจนอุณหภูมิห้อง ถ่ายส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาออกจากหลอดควอเตอร์ ซึ่งนำหนักอย่างละเอียด ส่วนผลิตภัณฑ์ที่ได้อุ่นที่อุณหภูมิ 110 °C เมื่อแห้งดีแล้วอบที่อุณหภูมิเดียวกันเป็นเวลา 1 ชั่วโมง ซึ่งนำหนักอย่างละเอียด และเผาที่อุณหภูมิ 950 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เพื่อให้เกิดออกไซด์ของไทเทเนียม¹ (อยู่ในรูปของอะนาเทส) ที่สมบูรณ์ (Clark, J.R.H., 1968 : 267) ซึ่งนำหนักผลิตภัณฑ์อย่างละเอียดอีกครั้งหลังจากเผาและทำการทดลองซ้ำจำนวน 5 ครั้งในแต่ละอุณหภูมิ

3.2.6. การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือและผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 400, 500, 600 และ 700 °C

นำส่วนผสมที่เหลือและผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์มาที่อุณหภูมิละ 1 ตัวอย่าง (รวมทั้งผลิตภัณฑ์ที่ยังไม่ได้ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 950 °C) ตั้งค่า acquisition parameter สำหรับการวิเคราะห์ไว้ดังนี้

1. Tube voltage ; 23 kv
2. Tube current ; 0.01
3. Live time ; 50 Sec
4. Max energy ; 20 kev
5. Filter used ; No filter
6. Preset count ; 0 k
7. Atmosphere ; Air

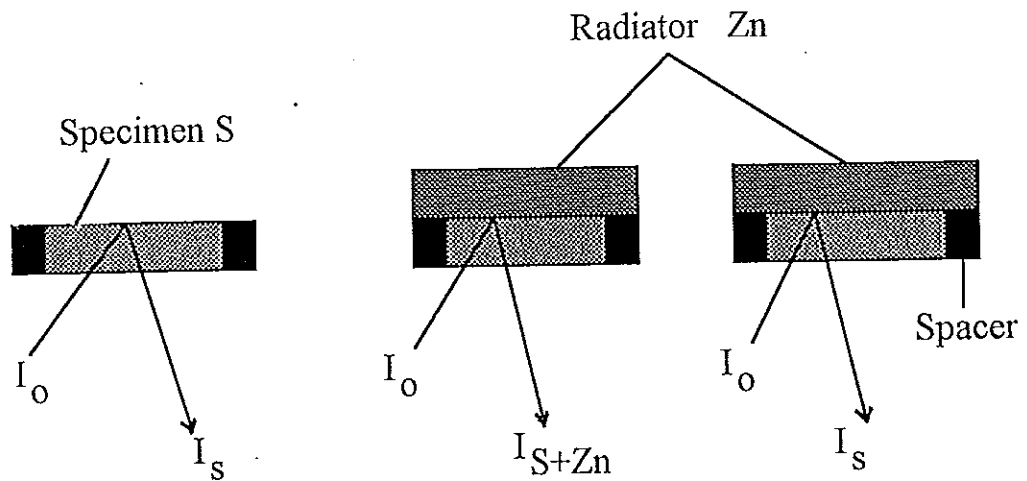
วิเคราะห์ตัวอย่างโดยวิธีเดียวกับหัวข้อ 3.2.1

¹ไทเทเนียมไดออกไซด์ (Titanium dioxide หรือ Titanium (IV) Oxide ; TiO_2) มีโครงสร้างผลึกที่แตกต่างกัน 3 แบบ คือ รูไทล์ (rutile) อะนาเทส (anatase) และบรูไกต์ (Brookite) ดูรายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างและสมบัติในภาคผนวก ก.

3.2.7 การเตรียมตัวอย่างแบบหนาที่สุด เพื่อการวิเคราะห์เชิงปริมาณของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 400, 500, 600 และ 700 °C

3.2.7.1 ศึกษาความหนาที่สุดของเม็ดสาร เพื่อการวิเคราะห์เชิงปริมาณ

ชั่งแป้ง TiO_2 และ Fe_2O_3 อย่างละเอียด มาจำนวน 14.0243, 3.5090 และ 0.5267 g ตามลำดับ ใส่รวมลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 ml เติมเม็ดแก้วจำนวน 1 เม็ด เพื่อช่วยให้เนื้อสารผสมกลมกลืนอย่างทั่วถึงระหว่างการเขย่า เขย่าด้วยความเร็ว 315 รอบต่อนาทีเป็นเวลา 4 ชั่วโมง แบ่งชั่งจำนวน 6 ครั้ง ๆ ละ 2.0000 2.5000 3.0000 3.5000 4.0000 4.5000 g ทำให้อยู่ในรูปแผ่นกลมโดยอัดด้วยเบ้าอัดขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 1.25 นิ้ว และเครื่องอัดระบบไฮดรอลิกที่แรงอัดขนาด 8 ตันต่อตารางนิ้ว ศึกษาความหนาที่สุดโดยใช้เม็ดสารมาตรฐานของ Zn วางทับเม็ดสารที่เตรียมขึ้น ดังภาพประกอบต่อไปนี้



ภาพประกอบ 10 แสดงการวางเม็ดสารมาตรฐานของ Zn บนเม็ดสารตัวอย่าง เพื่อศึกษาความหนาที่ดูดของเม็ดสารตัวอย่างสำหรับเนื้อสารที่เป็นแข็ง

วิเคราะห์โดยใช้วิธีเดียวกับหัวข้อที่ 3.2.1 ตั้งค่า acquisition parameter ไว้ดังนี้

1. Tube voltage ; 23 kv
2. Tube current ; 0.01 mA
3. Live time ; 50 Sec
4. Max energy ; 20 kev
5. Filter used ; No filter
6. Preset count ; 0 k

7. Atmosphere ; Air

กำหนดช่วงการอ่านพีคที่ได้พีคสำหรับ Zn เป็น 8.180-9.040 keV เม็ดสารที่เตรียมขึ้นแต่ละเม็ดจะทำการวิเคราะห์ 4 จุด ดังภาพประกอบในภาคผนวก ก. หน้า 149 โดยแต่ละจุดจะหมุนไปจากจุดเดิมทำมุม 90 องศา (Yap, C.T., 1988 : 1252) อ่านพีคของรังสีเอกซ์เฉพาะของ Zn ที่ทะลุผ่านเม็ดสาร ความหนาของเม็ดสารที่ทำให้รังสีเอกซ์เฉพาะของ Zn ไม่สามารถทะลุผ่านไปได้อถือว่าเป็นความหนาที่สุดที่เหมาะสมสำหรับเตรียมเม็ดสาร เพื่อการวิเคราะห์เชิงปริมาณในการทดลองต่อไป

3.2.7.2 การเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของ Fe เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณ Fe ที่เป็นสารเจือปนในผลิตภัณฑ์ที่ได้ จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 400, 500, 600 และ 700 °C

หึ่งแป้ง TiO_2 และ Fe_2O_3 ด้วยเครื่องขังละเอียด ตามจำนวนที่ระบุไว้ในตาราง 9 ใส่ขวดรูปชมพู่ขนาด 250 ml เติมเม็ดแก้วขนาด 1 เม็ด เพื่อช่วยคนเนื้อสารให้ผสมกันอย่างสม่ำเสมอเหมือนกันทั้งก้อน หรือที่เรียกว่า เนื้อเอกพันธ์ (homogeneous) เขย่าด้วยความเร็ว 315 รอบต่อนาทีเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

ตาราง 9 ส่วนผสมของแป้ง TiO_2 และ Fe_2O_3 ในการเตรียมเม็ดสาร
มาตรฐาน

| ขวดที่ | น้ำหนักแป้ง (g) | น้ำหนัก TiO_2 (g) | น้ำหนัก Fe_2O_3 (g) | น้ำหนักรวม (g) |
|--------|--------------------|------------------------|--------------------------|-------------------|
| 1. | 12.2244 | 1.0051 | - | 13.2295 |
| 2. | 11.8264 | 1.0266 | 0.0357 | 12.8887 |
| 3. | 11.8329 | 1.0193 | 0.0705 | 12.9227 |
| 4. | 11.8722 | 1.0197 | 0.1057 | 12.9976 |
| 5. | 12.7235 | 1.0227 | 0.1413 | 13.8875 |

ซึ่งส่วนผสมที่ผ่านการเขย่าแล้วมาชั่งละ 4.0000 g เจือจางโดย
การเติมแป้งลงไปอีกเป็นครั้งที่ 2 จำนวนชั่งละ 16.000 g ยกเว้นขวดที่ 1
(นำไปอัดเม็ดโดยไม่ต้องเจือจางด้วยแป้งเป็นครั้งที่ 2) ดังตาราง 10 เขย่า
ด้วยความเร็ว 315 รอบต่อนาที เป็นเวลา 4 ชั่วโมง อีกเป็นครั้งที่ 2

ตาราง 10 ส่วนผสมของแป้ง TiO_2 และ Fe_2O_3 ที่ซึ่งมาจำนวน 4.000 g
และเจือจางด้วยแป้งอีกจำนวน 16.000 g

| ชนิดที่ | น้ำหนักส่วนผสม (g) | น้ำหนักแป้งที่เดิม (g) | น้ำหนักรวม (g) |
|---------|-----------------------|---------------------------|-------------------|
| 1. | 4.0399 | - | 4.0399 |
| 2. | 4.0045 | 16.9728 | 19.9773 |
| 3. | 4.0040 | 16.1809 | 20.1849 |
| 4. | 4.0031 | 16.0501 | 20.0532 |
| 5. | 4.0126 | 16.0789 | 20.0915 |

ซึ่งส่วนผสมที่ผ่านการเขย่ามาขนาดละ 4.000 g อัดเป็นแผ่นกลม
โดยวิธีเดียวกับหัวข้อ 3.2.7.1 วิเคราะห์เม็ดสารมาตรฐานโดยใช้โปรแกรม
สำเร็จรูป EDXRF version 1.31 ตั้งค่า aquisition parameter ไว้ดังนี้

1. Tube voltage ; 23 kv
2. Tube current ; 0.01 mA
3. Live time ; 50 Sec
4. Max energy ; 20 kev
5. Filter used ; No filter
6. Preset count ; 0 k
7. Atmosphere ; Air

กำหนดช่วงการอ่านพื้นที่ได้ชนิดสำหรับ Fe เป็น 6.060-6.680 keV
เม็ดสารมาตรฐานของ Fe แต่ละเม็ดทำการวิเคราะห์ โดยวิธีเดียวกับหัวข้อ

3.2.5.1 เตรียมข้อมูลเพื่อการวิเคราะห์โดยทำ Spectrum processing

และ Analysis technique เพื่อสร้างกราฟมาตรฐานสำหรับความเข้มข้นของ Fe กับค่าความเข้มของพีค Fe (Tracor x-ray spectrace 5000 , 1985 : 4-1-5-11) เพื่อใช้สำหรับคำนวณความเข้มข้นของ Fe ในตัวอย่างต่อไป

3.2.7.3 เตรียมเม็ดสารตัวอย่างของ TiO_2 ที่ได้จาก การสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 400, 500, 600 และ 700 °C

ซึ่งแบ่งอย่างละเอียดใส่ขวดรูปชมพู่ ขนาด 250 ml จำนวน 20 ใบ ๆ ละ 5.0000 g เติม TiO_2 ที่เป็นผลิตภัณฑ์จากการสังเคราะห์จำนวน 20 ตัวอย่าง เติมเม็ดแก้วช่วยคนใบละ 1 เม็ด เขย่าที่ความเร็ว 315 รอบต่อนาที เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ซึ่งตัวอย่างที่ผ่านการเขย่ามาชวดละ 4.0000 g อัดเป็นแผ่นกลมโดยวิธีเดียวกับหัวข้อ 3.2.7.1 เก็บเม็ดสารตัวอย่างไว้ในกล่องพลาสติก เพื่อเตรียมวิเคราะห์ต่อไป

3.2.8 การวิเคราะห์ปริมาณ Fe ในผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 400, 500, 600 และ 700 °C

นำเม็ดสารตัวอย่างที่เตรียมขึ้น (จากหัวข้อ 3.2.7.3) ของแต่ละอุณหภูมิ วางลงในช่องสำหรับเม็ดสารตัวอย่างของเครื่อง EDXRF ตั้งค่า Aquisition parameter สำหรับการวิเคราะห์ไว้ดังนี้

1. Tube voltage ; 23 kv
2. Tube current ; 0.01 mA
3. Live time ; 50 Sec
4. Max energy ; 20 keV
5. Filter used ; No filter
6. Preset count ; 0 k
7. Atmosphere ; Air

กำหนดช่วงการอ่านพื้นที่ได้พีคสำหรับ Fe เป็น 6.060-6.680 keV
เม็ดสารตัวอย่างแต่ละเม็ดทำการวิเคราะห์โดยวิธีเดียวกับในหัวข้อ 3.2.7.1
ทำการวิเคราะห์ข้อมูลเชิงปริมาณใช้โปรแกรมสำเร็จรูป EDXRF version

1.31 ทำ Spectrum processing และ Analysis technique จากนั้นข้อมูลต่าง ๆ จะถูกคำนวณด้วยระบบคอมพิวเตอร์ (Tracor x-ray spectrace 5000, 1985 : 7-1-7-21) ผลการคำนวณจะถูกพิมพ์ออกมาในหน่วย ppm

3.3 การสังเคราะห์ TiO_2 จากส่วนสกัดหยาบของแร่โอลิเมไนต์

3.3.1 การเตรียมตัวอย่างส่วนสกัดหยาบของแร่โอลิเมไนต์ เพื่อทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน

ซึ่งส่วนสกัดหยาบของแร่โอลิเมไนต์ ที่ผ่านการบดให้ละเอียดด้วยเครื่องบด Fritsch type 02.102 ผ่านตะแกรงขนาด 60 Mesh มาจำนวน 30.1296 g และผงคาร์บอนกัมมันต์ จำนวน 10.1394 g โดยใช้วิธีเดียวกับในหัวข้อ 3.2.4 แบ่งซึ่งส่วนผสมที่ผ่านการเขย่ามาใส่กระป๋องพลาสติก จำนวน 16 ใบ ๆ ละ 2.0000 g เพื่อเตรียมทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน

3.3.2 การสังเคราะห์ TiO_2 จากส่วนสกัดหยาบของแร่โอลิเมไนต์ ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 °C

ใช้ซีอนดักสารโลหะตักส่วนผสมของส่วนสกัดหยาบ ของแร่โอลิเมไนต์และผงคาร์บอนกัมมันต์ วางบริเวณตรงกลางในหลอดแก้วควอร์ตซ์ ทำการทดลองเช่นเดียวกับหัวข้อ 3.2.5 แต่เลือกสังเคราะห์ที่ 3 ช่วงอุณหภูมิ และทำการทดลองซ้ำที่อุณหภูมิละ 5 ครั้ง

3.3.3 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือและผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 °C

นำส่วนผสมที่เหลือและผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ ที่อุณหภูมิละ 1 ตัวอย่าง(รวมทั้งผลิตภัณฑ์ที่ยังไม่ได้ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 950 °C) ตั้งแต่ Aquisition parameter ไว้ดังนี้

1. Tube voltage ; 23 kv
2. Tube current ; 0.01 mA
3. Live time ; 50 Sec
4. Max energy ; 20 kev

5. Filter used ; No filter
6. Preset count ; 0 k
7. Atmosphere ; Air

วิเคราะห์ตัวอย่างโดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูป วิธีเดียวกับในหัวข้อ 3.2.1

3.3.4 การเตรียมตัวอย่างแบบหนักที่สุด เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณธาตุที่เป็นองค์ประกอบในส่วนสกัดหยาบของแร่โอลิโกเมเนตและปริมาณธาตุที่เป็นสารเจือปนในผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์

3.3.4.1 การเตรียมเม็ดสารมาตรฐาน สำหรับ W Zr และ Nb

ในการเตรียมเม็ดสารมาตรฐาน สำหรับ W Zr และ Nb นี้ได้เตรียม 2 ชุดด้วยกัน คือ ชุดที่ 1 เม็ดสารมาตรฐานของ Fe และ Nb โดยเติม TiO_2 ในปริมาณที่คงที่ และชุดที่ 2 เม็ดสารมาตรฐานของ Zr และ W โดยเติม TiO_2 ในปริมาณคงที่เช่นกัน

ชุดที่ 1 ชั่ง TiO_2 , Fe_2O_3 , Nb_2O_5 และแป้ง ใส่ขวดรูปชมพู่ขนาด 250 ml ตามจำนวนที่ระบุไว้ในตารางต่อไปนี้

ตาราง 11 แสดงน้ำหนักของ TiO_2 , Fe_2O_3 , Nb_2O_5 และแป้ง สำหรับเม็ด
สารมาตรฐานชุดที่ 1

| ชนิดที่ | น.น TiO_2 (g) | น.น Fe_2O_3 (g) | น.น Nb_2O_5 (g) | น.น แป้ง (g) | น.น รวม (g) | จำนวน เม็ดแก้ว |
|---------|--------------------|----------------------|----------------------|-----------------|----------------|-------------------|
| 1. | 1.0153 | - | - | 5.1421 | 6.1574 | 1 |
| 2. | 1.0006 | 0.0997 | 0.1008 | 4.2082 | 5.4095 | 1 |
| 3. | 1.0017 | 0.2000 | 0.2011 | 4.0247 | 5.4275 | 1 |
| 4. | 0.9998 | 0.3001 | 0.3009 | 3.8175 | 5.4183 | 1 |
| 5. | 0.9992 | 0.4008 | 0.4002 | 3.6125 | 5.4127 | 1 |
| 6. | 1.0030 | 0.5009 | 0.5016 | 3.4013 | 5.4068 | 1 |

เขย่าที่ความเร็ว 315 รอบต่อนาที เป็นเวลา 4 ชั่วโมง หลังเขย่า
ทิ้งมาชวดละ 2.0000 g ผสมแป้งอีกจำนวน 8.0000 g (เจือจางด้วยแป้ง
เป็นครั้งที่ 2) ดังแสดงในตารางต่อไปนี้เป็น

ตาราง 12 แสดงน้ำหนักส่วนผสม TiO_2 , Fe_2O_3 , Nb_2O_5 และแป้งที่ชั่งมา
จำนวน 2.0000 g และเติมแป้งอีกจำนวน 8.0000 g

| ขวดที่ | น้ำหนักส่วนผสม ที่ชั่งมา (g) | น้ำหนักแป้ง ที่เติม (g) | น้ำหนักรวม (g) | จำนวน เม็ดแก้ว |
|--------|---------------------------------|----------------------------|-------------------|-------------------|
| 1. | 2.1568 | 7.8735 | 10.0303 | 1 |
| 2. | 2.0040 | 8.0077 | 10.0117 | 1 |
| 3. | 2.0024 | 8.0093 | 10.0117 | 1 |
| 4. | 2.0056 | 8.0029 | 10.0085 | 1 |
| 5. | 2.0004 | 8.0098 | 10.0102 | 1 |
| 6. | 2.0087 | 8.0025 | 10.0112 | 1 |

เขย่าที่ความเร็ว เดียวกันกับการทดลองข้างต้น เป็นเวลา 4 ชั่วโมง
ส่วนชุดที่ 2 ชั่ง TiO_2 , WO_3 , ZrO_2 , แป้งและเม็ดแก้วสำหรับคน ใส่ขวดรูป
ชมพูนขนาด 250 ml ตามจำนวนดังที่ได้ระบุไว้ในตารางต่อไปนี้

ตาราง 2.5 แสดงน้ำหนักของ TiO_2 , WO_3 , ZrO_2 และแป้ง ในการเตรียม เม็ดสารมาตรฐานชุดที่ 2

| ขวดที่ | น.น TiO_2 (g) | น.น WO_3 (g) | น.น ZrO_2 (g) | น.น แป้ง (g) | น.น รวม (g) | จำนวน เม็ดแก้ว |
|--------|--------------------|-------------------|--------------------|-----------------|----------------|-------------------|
| 1. | 1.0010 | 0.1060 | 0.1014 | 4.2107 | 5.4191 | 1 |
| 2. | 1.0008 | 0.2038 | 0.2002 | 4.0008 | 5.4056 | 1 |
| 3. | 1.0006 | 0.3027 | 0.3009 | 3.8276 | 5.4318 | 1 |
| 4. | 1.0028 | 0.4046 | 0.4013 | 3.6233 | 5.4320 | 1 |
| 5. | 1.0029 | 0.5039 | 0.5023 | 3.4239 | 5.4330 | 1 |

เขย่าที่ความเร็วเดียวกับข้างต้น เป็นเวลา 4 ชั่วโมง หลังการ
เขย่าซึ่งมาขนาดละ 2.0000 g ผสมกับแป้งอีกจำนวน 8.0000 g (เจือจาง
ด้วยแป้งเป็นครั้งที่ 2) ดังแสดงในตารางต่อไปนี้

ตาราง 14 แสดงน้ำหนักของส่วนผสมของ TiO_2 , WO_3 , ZrO_2 และแป้งที่
 ึ่งมาจำนวน 2.0000g และเจือจางด้วยแป้งอีกจำนวน
 8.0000 g

| ชนิดที่ | น้ำหนักส่วนผสม ที่สั่งมา(g) | น้ำหนักแป้ง ที่เติม(g) | น้ำหนักรวม (g) | จำนวน เม็ดแก้ว |
|---------|--------------------------------|---------------------------|-------------------|-------------------|
| 1. | 2.0093 | 8.0030 | 10.0123 | 1 |
| 2. | 2.0081 | 8.0033 | 10.0114 | 1 |
| 3. | 2.0045 | 8.0045 | 10.0090 | 1 |
| 4. | 2.0082 | 8.0097 | 10.0179 | 1 |
| 5. | 2.0047 | 8.0062 | 10.0109 | 1 |

เขย่าที่ความเร็วที่ความเร็วและเวลาเดียวกับข้างต้น สสารมาตรฐาน
 ทั้ง 2 ชุด หลังเขย่าครั้งที่ 2 นำมาซึ่งมวลละ 4.0000 g ลัดเป็นแผ่นกลม
 โดยวิธีการเดียวกันกับหัวข้อ 3.2.7.1 เก็บเม็ดสารมาตรฐานทั้ง 10 เม็ด ใน
 กล่องพลาสติก

วิเคราะห์เม็ดสารมาตรฐานทั้ง 2 ชุด ตั้งค่า Aquisition
 parameter ดังนี้

1. Tube voltage ; 25 Kv
2. Tube current ; 0.01 mA
3. Live time ; 50 Sec
4. Max energy ; 20 Kev
5. Filter used ; No filter
6. Preset count ; 0 K

7. Atmosphere ; Air

กำหนดช่วงอำนาจแผ่รังสีสำหรับ Fe, W ($L\alpha$), Zr, และ Nb 6.080-6.660, 8.100-8.600, 15.300-15.980 และ 16.180-16.860 keV ตามลำดับ

เมื่อสารมาตรฐานแต่ละเม็ดทำการวิเคราะห์โดยวิธีเดียวกันในหัวข้อที่

3.2.5.1 ทำ Spectrum processing และ Analysis technique เพื่อสร้างกราฟมาตรฐานสำหรับความเข้มข้นพีคของ Fe Nb W และ Zr

3.3.4.2 การเตรียมเม็ดสารตัวอย่างของส่วนสกัดหยาบของแร่โอลิเมนไนต์และผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 °C

ซึ่งแบ่งอย่างละเอียดใส่ขวดรูปชมพู่ขนาด 250 ml จำนวน 16 ใบ ๆ ละ 5.0000 g โดยใบแรกเติมส่วนสกัดหยาบของแร่โอลิเมนไนต์ จำนวน 1.0133 g ส่วนที่เหลืออีก 15 ใบ เติมผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์และเม็ดแก้วด้วยคนใบละ 1 เม็ด นำไปเขย่าที่ความเร็วและเวลาเดียวกับข้างต้น ซึ่งตัวอย่างที่ผ่านการเขย่ามาชวลละ 4.0000 g อัดด้วยวิธีเดียวกันกับหัวข้อ 3.2.7.1 เก็บเม็ดสารตัวอย่างที่เตรียมได้ ไว้ในกล่องพลาสติก เพื่อเตรียมวิเคราะห์ต่อไป

3.3.5 การวิเคราะห์หาปริมาณ Fe W Zr และ Nb ในส่วนสกัดหยาบของแร่โอลิเมนไนต์ และในผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์จากส่วนสกัดหยาบของแร่โอลิเมนไนต์ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 °C

นำเม็ดสารตัวอย่างที่เตรียมขึ้น(จากหัวข้อ 3.3.4.2)ของแต่ละอุณหภูมิ วางในช่องสำหรับวางเม็ดสารตัวอย่างของเครื่อง EDXRF ตั้งค่า Aquisition parameter สำหรับการวิเคราะห์ได้ดังนี้

1. Tube voltage ; 25 kv
2. Tube current ; 0.01 mA
3. Live time ; 100 Sec
4. Max energy ; 20 kev

5. Filter used ; No filter

6. Preset count ; 0 k

7. Atmosphere ; Air

กำหนดช่วงการอ่านพีคให้พีค $K\alpha$ สำหรับ Fe Zr Nb และ $L\alpha$ สำหรับ W เป็น 6.080 - 6.660 , 15.300 - 15.980 , 16.180-16.860 และ 8.100-8.600 keV ตามลำดับ เมื่อดำเนินการตัวอย่างแต่ละเม็ดจะวิเคราะห์โดยวิธีเดียวกันกับในหัวข้อ 3.2.7.1 เตรียมข้อมูลเพื่อการวิเคราะห์ โดยทำ Spectrum processing และ Analysis technique ของแต่ละธาตุข้างต้น จากข้อมูลต่าง ๆ จะถูกคำนวณด้วยระบบคอมพิวเตอร์ ผลการคำนวณจะถูกพิมพ์ออกมาในหน่วย ppm.

ขีดจำกัดขั้นต่ำในการตรวจวัดสำหรับธาตุ Fe W Zr และ Nb ในเนื้อสารที่เป็นแข็ง ค่าแนวโดยวิธีสูตรเดียวกันกับในหัวข้อที่ 3.2.3.2 ที่ผ่านมา

บทที่ 3

ผลและการอภิปรายผล

1. ผลการสังเคราะห์ TiO_2 จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ที่ช่วงอุณหภูมิ 400, 500, 600 และ 700 °C

1.1 ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของ TiO_2 บริสุทธิ์ จากขวดผงคาร์บอนกัมมันต์และส่วนสกัดหยาบของแวลูไมน์ ด้วยเครื่อง EDXRF ก่อนนำมาใช้ทดลอง

ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพสำหรับของ TiO_2 บริสุทธิ์ คาร์บอนกัมมันต์และส่วนสกัดหยาบของแวลูไมน์ ดังแสดงในสเปกตรัมภาพประกอบ 11 12 13 ตามลำดับ และตาราง 15

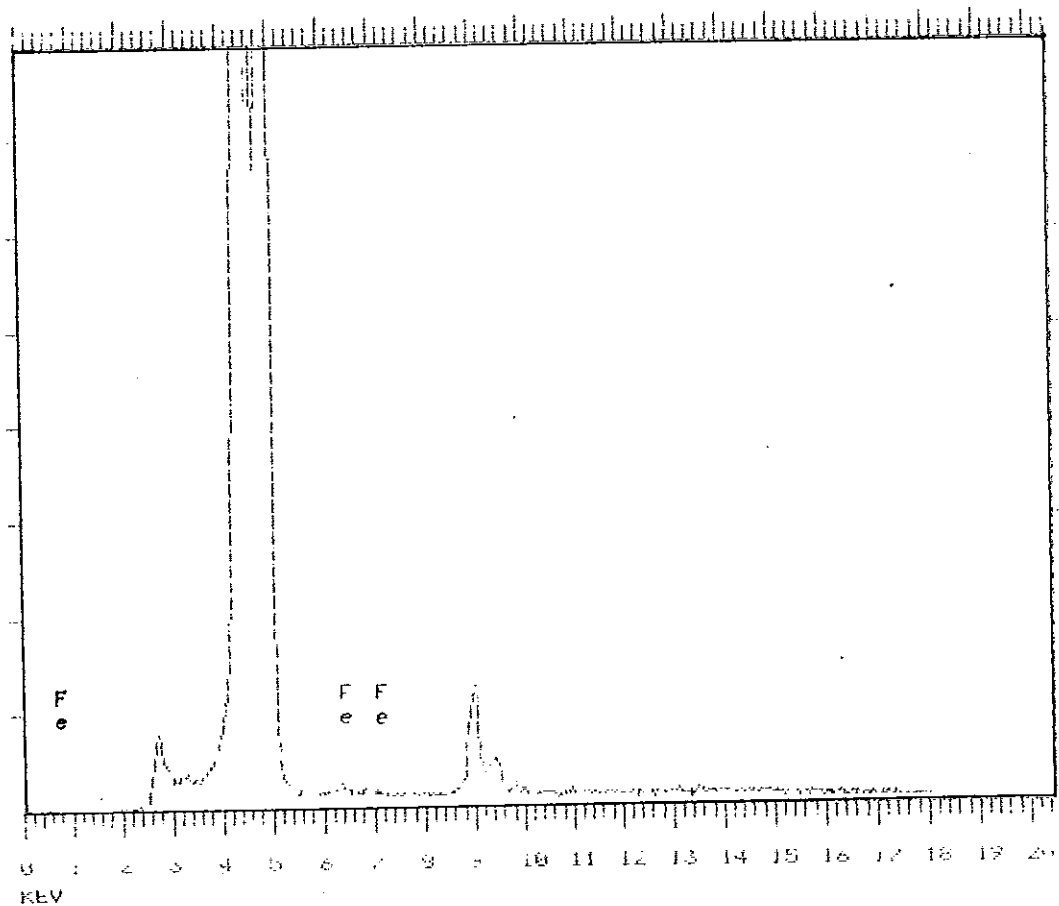
TRACOR-XRAY SPECTRAL DISPLAY

SPECTRUM : PSU1

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

FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 50 SEC

F.S. = 2K



ภาพประกอบ 11 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผง TiO_2
 วิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDXRF

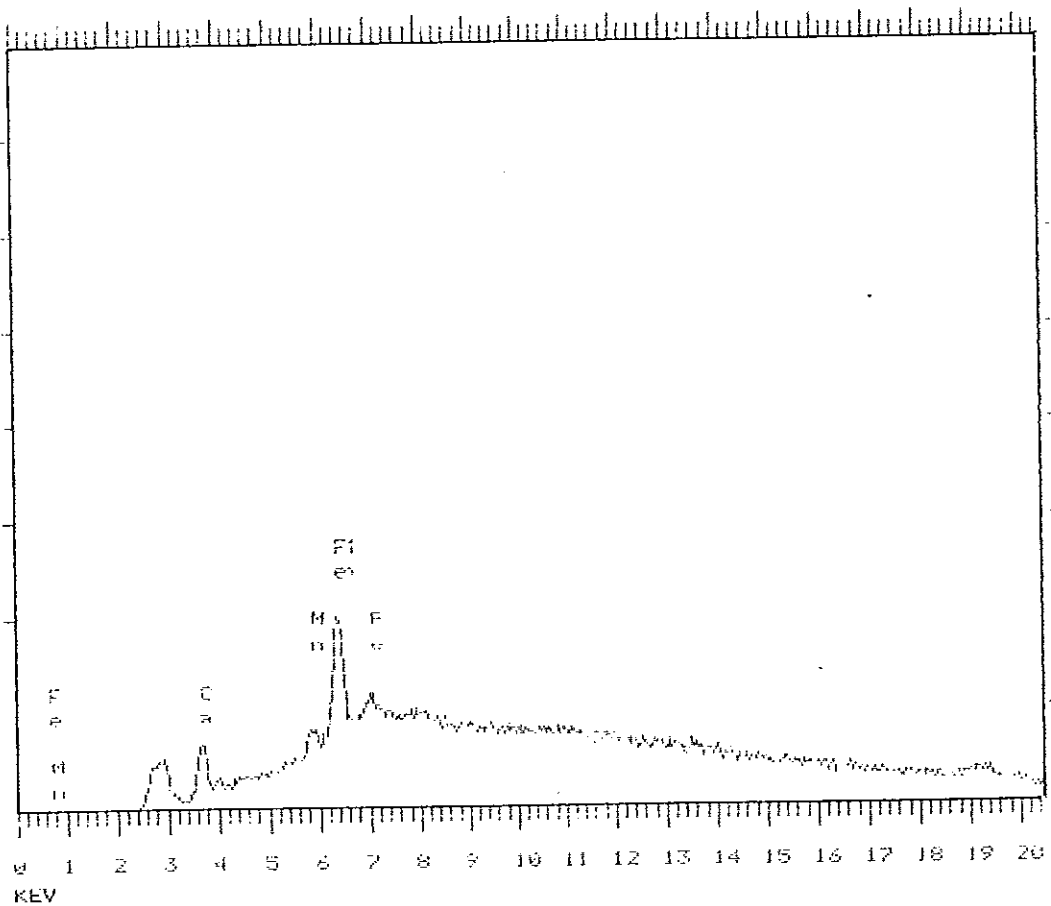
TRACOR-XRAY SPECTRAL DISPLAY

SPECTRUM : PSU3

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

FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 50 SEC

F.S. = 2K



ภาพประกอบ 12 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของ พงศ์คาร์บอน
 กัมมันต์ด้วยเครื่อง EDXRF

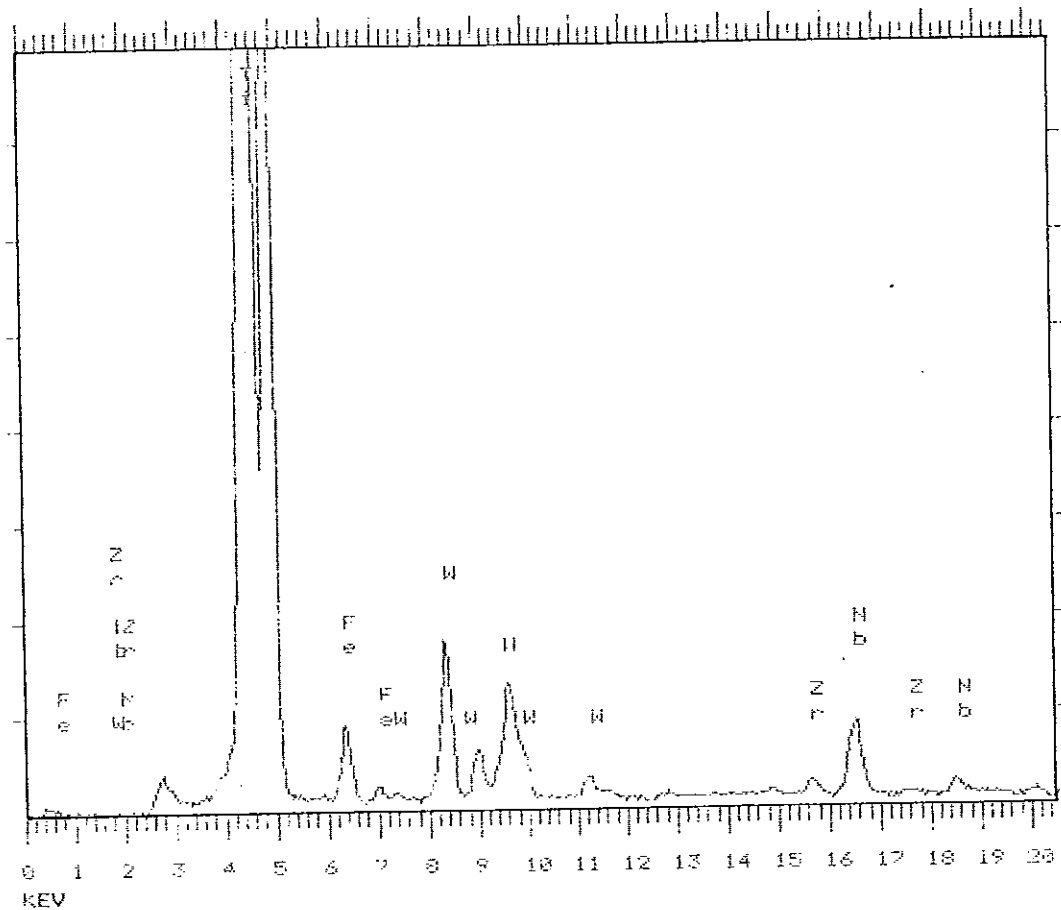
TRACOR-XRAY SPECTRAL DISPLAY

SPECTRUM : ILMENITE

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

FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 50 SEC

F.S. = 4K



ภาพประกอบ 13 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนสกัดหยาบ
 ของแร่โอลเมนิต์ ด้วยเครื่อง EDXRF

ตาราง 15 แสดงผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผง TiO_2 คาร์บอนกัมมันต์ และส่วนสกัดหยาบของแร่โอลเมนไต์ ด้วยเครื่อง EDXRF

| สาร | ธาตุที่เป็นสารเจือปนที่พบ | ลักษณะเนื้อสารที่ทำการวิเคราะห์ |
|-----------------|---------------------------|--|
| TiO_2 | Fe | ผงสีขาวสะอาด |
| คาร์บอนกัมมันต์ | Ca, Mn, Fe | ผงสีดำ |
| ส่วนสกัดหยาบ | Fe, W, Nb, Zr | ผงสีเหลืองปนดำเล็กน้อยและเนื้อสารบางส่วนเป็นมันวาว |

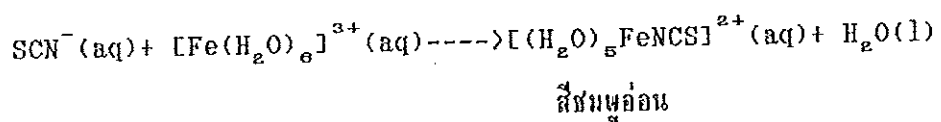
จากตาราง 15 พบว่าสารทั้ง 3 ชนิดพบมีธาตุที่เป็นสารเจือปนที่เหมือนกัน ๆ ก็คือ Fe ซึ่งเป็นปัญหาสำคัญในการสังเคราะห์ TiO_2 นอกจากจะเป็นสารเจือปนในผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่เกิดขึ้นแล้ว ยังทำให้ไม่ขาวสะอาดอีกด้วย ส่วนในส่วนสกัดหยาบของแร่โอลเมนไต์ นอกจากมี Fe แล้ว ยังพบธาตุ W Nb และ Zr อีกด้วย

1.2 ผลการสกัด Fe จากผงคาร์บอนกัมมันต์ด้วยกรด HCl

ตาราง 16 แสดงผลการทดสอบกรด HCl ที่ผ่านการใช้สกัด Fe จากผงคาร์บอนด้วยสารละลาย KSCN เข้มข้น 1 M

| บิกเกอร์ที่ | สีของผงคาร์บอนฯ หลังสกัด Fe | สีของสารละลาย เมื่อหยด KSCN | หมายเหตุ |
|-------------|--------------------------------|--------------------------------|----------------------|
| 1 | ดำ | ชมพูอ่อน | สีจะคงที่ |
| 2 | ดำ | ชมพูอ่อน | ประมาณ 10-15 นาที |
| 3 | ดำ | ชมพูอ่อน | หลังจากนั้นเจางหายไป |

จากตาราง 16 จะเห็นว่าสีของกรด HCl เมื่อหยดสารละลาย KSCN 3-5 หยด พอจะสังเกตเห็นการเปลี่ยนสีของกรดจากใสเป็นสีชมพูอ่อน แสดงว่า Fe^{3+} อยู่ในกรด HCl ทั้ง 3 บิกเกอร์ เนื่องจากสารละลาย KSCN จะทำให้สีของสารละลายเปลี่ยนเป็นสีแดงเมื่อมี Fe^{3+} โดยจะเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนของ $[(H_2O)_5FeNCS]^{2+}$ แต่เนื่องจากสารละลายมีความเป็นกรดสูงพอสมควรจึงทำให้สีของสารละลายเป็นสีออกชมพู ประกอบกับ Fe^{3+} มีปริมาณน้อย สารประกอบเชิงซ้อนข้างต้นเกิดดังสมการต่อไปนี้ (สัมพันธ์ วงศ์นาวา ; 2523 :14)



จากปฏิกิริยาข้างต้น Fe ที่เป็นสารเจือปนในผงคาร์บอนกัมมันต์บางส่วนละลายในกรด HCl

1.3 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณ Fe ในผงคาร์บอนกัมมันต์ด้วยเครื่อง EDXRF

ตาราง 17 แสดงความเข้มข้นของ Ti Fe และ As ในตัวอย่างผงคาร์บอนกัมมันต์ที่ไม่ได้ผ่านการสกัด Fe ด้วยกรด HCl

| ธาตุ | ความเข้มข้นจริง ที่เดิม (% w/w) | ความเข้มข้นจาก การคำนวณ(% w/w) | ขีดจำกัดขั้นต่ำของการ ตรวจวัด (ppm) |
|------|------------------------------------|-----------------------------------|--|
| Ti | 0.28 | 0.29 | 41 |
| Fe | - | 0.10 | 30 |
| As | 0.37 | 0.36 | 21 |

ตาราง 18 แสดงความเข้มข้นของ Ti Fe และ As ในตัวอย่างผงคาร์บอนกัมมันต์ที่ผ่านการสกัด Fe ด้วยกรด HCl ใน EDTA

| ธาตุ | ความเข้มข้นจริง ที่เดิม (% w/w) | ความเข้มข้นจาก การคำนวณ(% w/w) | ขีดจำกัดขั้นต่ำของการ ตรวจวัด (ppm) |
|------|------------------------------------|-----------------------------------|--|
| Ti | 0.31 | 0.31 | 40 |
| Fe | - | 0.01 | 30 |
| As | 0.36 | 0.36 | 21 |

ตาราง 19 แสดงความเข้มข้นของ Ti Fe และ As ในตัวอย่างผงคาร์บอน
กัมมันต์ที่ผ่านการสกัดด้วย Fe กรด HCl ใน Acac

| ธาตุ | ความเข้มข้นจริง ที่เติม (% w/w) | ความเข้มข้นจาก การคำนวณ(% w/w) | ขีดจำกัดขั้นต่ำของการ ตรวจวัด (ppm) |
|------|------------------------------------|-----------------------------------|--|
| Ti | 0.29 | 0.29 | 40 |
| Fe | - | 0.01 | 30 |
| As | 0.37 | 0.37 | 20 |

ตาราง 20 แสดงความเข้มข้นของ Ti, Fe และ As ในตัวอย่างผงคาร์บอน
กัมมันต์ที่ผ่านการสกัด Fe ด้วยกรด HCl ในกรด Oxalic

| ธาตุ | ความเข้มข้นจริง ที่เติม (% w/w) | ความเข้มข้นจาก การคำนวณ(% w/w) | ขีดจำกัดขั้นต่ำของการ ตรวจวัด (ppm) |
|------|------------------------------------|-----------------------------------|--|
| Ti | 0.28 | 0.28 | 40 |
| Fe | - | 0.01 | 30 |
| As | 0.37 | 0.37 | 20 |

ตาราง 21 แสดงความเข้มข้นของ Fe ในผงคาร์บอนกัมมันต์ต่าง ๆ

| ตัวอย่าง ผงคาร์บอนกัมมันต์ | ความเข้มข้นของ Fe จากการวิเคราะห์(% w/w) | ความเข้มข้นจริงของ Fe ที่ระบุบนฉลาก (% w/w) |
|--------------------------------|---|--|
| ก่อนการสกัด Fe | 0.21 | < 0.30 |
| หลังสกัด Fe ด้วย HCl ใน EDTA | 0.18 | - |
| หลังสกัด Fe ด้วย HCl ใน Acac | 0.14 | - |
| หลังสกัด Fe ด้วย HCl ใน Oxalic | 0.15 | - |

1.4 ผลการเตรียมตัวอย่างของ TiO_2 บริสุทธิ์ เพื่อเตรียมทำปฏิกิริยากับ
ก๊าซคลอรีน

TiO_2 ที่จะให้ทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน จำเป็นจะต้องเตรียมให้อยู่
ในรูปของส่วนผสมที่พร้อมจะทำปฏิกิริยา เพื่อให้สามารถทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน
ได้อย่างสมบูรณ์ โดยต้องผสมกับสารรีดิวซ์ (ในที่นี้คือผงคาร์บอนกัมมันต์) ซึ่งจะ
ไปตรึงออกซิเจนจาก TiO_2 ในขณะที่ถูกเผาให้ร้อนแดง(อ้างโดย Kroll, W.,
101, 1939) สำหรับตัวอย่างส่วนผสมของ TiO_2 และผงคาร์บอนกัมมันต์ที่เตรียม
ได้จะมีสีดำ ดังตารางต่อไปนี้

ตาราง 22 แสดงน้ำหนักของส่วนผสมของ TiO_2 และผงคาร์บอนกัมมันต์

| ลำดับที่ | ส่วนผสม (g) | องค์ประกอบในการส่วนผสม | |
|----------|----------------|------------------------|----------------------------|
| | | น้ำหนัก TiO_2 (g) | น้ำหนักคาร์บอนกัมมันต์ (g) |
| 1. | 2.0085 | 1.4976 | 0.5109 |
| 2. | 2.0083 | 1.4975 | 0.5108 |
| 3. | 2.0276 | 1.5119 | 0.5157 |
| 4. | 2.0226 | 1.5082 | 0.5144 |
| 5. | 2.0357 | 1.5179 | 0.5178 |
| 6. | 2.0363 | 1.5184 | 0.5179 |
| 7. | 2.0344 | 1.5169 | 0.5175 |
| 8. | 2.0633 | 1.5385 | 0.5248 |
| 9. | 2.0288 | 1.5113 | 0.5155 |
| 10. | 2.0429 | 1.5233 | 0.5196 |
| 11. | 2.0190 | 1.5055 | 0.5135 |
| 12. | 2.0295 | 1.5133 | 0.5162 |
| 13. | 2.0047 | 1.4948 | 0.5099 |
| 14. | 2.0209 | 1.5069 | 0.5140 |
| 15. | 2.0219 | 1.5076 | 0.5143 |
| 16. | 2.0177 | 1.5045 | 0.5132 |
| 17. | 2.0292 | 1.5131 | 0.5161 |
| 18. | 2.0298 | 1.5135 | 0.5163 |
| 19. | 2.0133 | 1.5012 | 0.5121 |
| 20. | 2.0129 | 1.5009 | 0.5120 |

จากตาราง 22

| | | | |
|-----------------|-------|--|--------|
| ส่วนผสมลำดับที่ | 1-5 | ให้ทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีนที่อุณหภูมิ | 400 °C |
| ส่วนผสมลำดับที่ | 6-10 | ให้ทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีนที่อุณหภูมิ | 500 °C |
| ส่วนผสมลำดับที่ | 11-15 | ให้ทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีนที่อุณหภูมิ | 600 °C |
| ส่วนผสมลำดับที่ | 16-20 | ให้ทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีนที่อุณหภูมิ | 700 °C |

1.5 ผลการสังเคราะห์ TiO_2 จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 400, 500, 600 และ 700 °C

ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิที่กำหนดข้างต้นหลังจากเผาที่อุณหภูมิช่วง 900 - 950 °C แล้ว พบว่ามีสีขาวออกจะเหลืองอยู่เล็กน้อยกว่าคือ จะไม่ขาวสะอาดเหมือนกับผง TiO_2 บริสุทธิ์จากขวด และไม่สามารถแยกความแตกต่างของสีผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิที่กำหนด โดยมองตาเปล่าได้ (หมายถึงความขาวสะอาดมากหรือน้อย) และส่วนสมที่เหลือจากปฏิกิริยาจะมีสีขาวออกเทาเล็กน้อย ซึ่งผลได้แสดงในตารางต่อไปนี้

ตาราง 23 แสดงผลการสังเคราะห์ TiO_2 จาก TiO_2 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ
ประมาณ $400\text{ }^{\circ}C$

| ครั้งที่ | ณ. ส่วนผสม | | น้ำหนักผลิตภัณฑ์ | | ร้อยละผลิตภัณฑ์ | | เวลาที่ใช้ในภาว สังเคราะห์ (นาท.) |
|-----------|----------------|-----------------|------------------|----------------|-----------------|----------------|---|
| | ตั้งต้น (g) | ที่เหลือ (g) | ก่อนเผา (g) | หลังเผา (g) | ก่อนเผา (%) | หลังเผา (%) | |
| 1. | 2.0085 | 0.5124 | 1.1139 | 0.7305 | 74.38 | 48.78 | 18 |
| 2. | 2.0083 | 0.5130 | 1.1899 | 0.8916 | 79.46 | 59.54 | 18 |
| 3. | 2.0076 | 0.3384 | 1.2161 | 0.9747 | 80.44 | 64.47 | 20 |
| 4. | 2.0226 | 0.4073 | 1.1968 | 0.9945 | 79.35 | 65.94 | 18 |
| 5. | 2.0357 | 0.5366 | 1.2021 | 0.9804 | 79.19 | 64.59 | 17 |
| \bar{X} | 2.0165 | 0.4428 | 1.1838 | 0.9143 | 78.56 | 60.66 | - |
| \pm SD. | 0.0124 | 0.0855 | 0.0402 | 0.1104 | 2.39 | 7.08 | |

จากตาราง 23 จะเห็นว่าผลิตภัณฑ์ TiO_2 ขึ้นสุดที่ภายหลังสังเคราะห์
ที่อุณหภูมิ $400\text{ }^{\circ}C$ จำนวน 5 ครั้ง ได้น้ำหนักเฉลี่ย 0.9143 g และคิดเป็น
ร้อยละ 60.66 เทียบจาก TiO_2 บริสุทธิ์ตั้งต้น

ตาราง 24 แสดงผลการสังเคราะห์ TiO_2 จาก TiO_2 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ
ประมาณ $500\text{ }^{\circ}C$

| ครั้งที่ | นน. ส่วนผสม | | น้ำหนักผลิตภัณฑ์ | | ร้อยละผลิตภัณฑ์ | | เวลาที่ใช้ในการ สังเคราะห์ (นาที) |
|-----------|----------------|-----------------|------------------|----------------|-----------------|----------------|---|
| | ตั้งต้น (g) | ที่เหลือ (g) | ก่อนเผา (g) | หลังเผา (g) | ก่อนเผา (%) | หลังเผา (%) | |
| 1. | 2.0363 | 0.1385 | 1.4730 | 1.2166 | 97.01 | 80.12 | 16 |
| 2. | 2.0344 | 0.1141 | 1.3520 | 1.1506 | 89.13 | 75.85 | 17 |
| 3. | 2.0633 | 0.2639 | 1.2606 | 1.0372 | 81.94 | 67.42 | 17 |
| 4. | 2.0268 | 0.1213 | 1.3386 | 1.1413 | 88.57 | 75.52 | 16 |
| 5. | 2.0429 | 0.1253 | 1.4604 | 1.2211 | 95.87 | 80.16 | 18 |
| \bar{X} | 2.0407 | 0.1526 | 1.3769 | 1.1534 | 90.50 | 75.81 | - |
| \pm SD. | 0.0139 | 0.0628 | 0.0892 | 0.0746 | 6.13 | 5.20 | |

จากตาราง 24 จะเห็นว่าผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ $500\text{ }^{\circ}C$ จำนวน 5 ครั้ง ได้น้ำหนักเฉลี่ย 1.1534 g และคิดเป็นร้อยละ 75.81 เทียบจาก TiO_2 บริสุทธิ์ตั้งต้น

ตาราง 25 แสดงผลการสังเคราะห์ TiO_2 จาก TiO_2 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ
ประมาณ $600\text{ }^{\circ}C$

| ครั้งที่ | น. ส่วนผสม | | น้ำหนักผลิตภัณฑ์ | | ร้อยละผลิตภัณฑ์ | | เวลาที่ใช้ในการ สังเคราะห์ (นาท.) |
|-----------|----------------|-----------------|------------------|----------------|-----------------|----------------|---|
| | ตั้งต้น (g) | ที่เหลือ (g) | ก่อนเผา (g) | หลังเผา (g) | ก่อนเผา (%) | หลังเผา (%) | |
| 1. | 2.0190 | 0.1390 | 1.2647 | 1.0850 | 84.01 | 72.07 | 16 |
| 2. | 2.0295 | 0.1297 | 1.3404 | 1.1354 | 88.57 | 75.03 | 16 |
| 3. | 2.0047 | 0.1248 | 1.4546 | 1.2115 | 97.31 | 81.05 | 16 |
| 4. | 2.0209 | 0.0923 | 1.4816 | 1.2839 | 98.32 | 85.02 | 17 |
| 5. | 2.0219 | 0.2805 | 1.3445 | 1.0602 | 89.18 | 70.32 | 17 |
| \bar{X} | 2.0192 | 0.1533 | 1.3772 | 1.1552 | 91.48 | 76.70 | - |
| \pm SD. | 0.0010 | 0.0733 | 0.0894 | 0.0923 | 6.13 | 6.19 | |

จากตาราง 25 จะเห็นว่าผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์ที่สังเคราะห์
ที่อุณหภูมิ $600\text{ }^{\circ}C$ จำนวน 5 ครั้ง ได้น้ำหนักเฉลี่ย 1.1552 g และคิดเป็น
ร้อยละ 76.70 เกือบจาก TiO_2 บริสุทธิ์ตั้งต้น

ตาราง 26 แสดงผลการหั่งเคราะห์ TiO_2 จาก TiO_2 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ
ประมาณ $700^\circ C$

| ครั้งที่ | นน. ส่วนผสม | | น้ำหนักผลิตภัณฑ์ | | ร้อยละผลิตภัณฑ์ | | เวลาที่ใช้ในการ หั่งเคราะห์ (นาที) |
|-----------|----------------|-----------------|------------------|----------------|-----------------|----------------|--|
| | ตั้งต้น (g) | ที่เหลือ (g) | ก่อนเผา (g) | หลังเผา (g) | ก่อนเผา (%) | หลังเผา (%) | |
| 1. | 2.0177 | 0.1136 | 1.1112 | 0.9539 | 73.86 | 63.40 | 10 |
| 2. | 2.0292 | 0.1081 | 1.4977 | 1.2488 | 98.98 | 82.53 | 12 |
| 3. | 2.0298 | 0.0923 | 1.4557 | 1.2820 | 96.18 | 84.70 | 13 |
| 4. | 2.0133 | 0.1270 | 1.4529 | 1.2432 | 96.78 | 82.81 | 15 |
| 5. | 2.0129 | 0.1010 | 1.3933 | 1.2084 | 92.83 | 80.51 | 13 |
| \bar{X} | 2.0206 | 0.1084 | 1.4499 | 1.2456 | 95.52 | 82.21 | - |
| + SD. | 0.0084 | 0.0131 | 0.0429 | 0.0301 | 2.67 | 1.76 | |

จากตาราง 26 จะเห็นว่าผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สุดท้ายที่หั่งเคราะห์
ที่อุณหภูมิ $700^\circ C$ จำนวน 5 ครั้ง ได้น้ำหนักเฉลี่ย 1.2456 g และคิดเป็น
ร้อยละ 82.21 เกือบจาก TiO_2 บริสุทธิ์ตั้งต้น

1.6 ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือและผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 400, 500, 600 และ 700 °C

ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือและผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 400, 500, 600 และ 700 °C ดังแสดงในภาพประกอบตามลำดับต่อไปนี้

1. ภาพประกอบ 14 - 17 แสดงสเปกตรัม ผลการวิเคราะห์ส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ TiO_2 จาก TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 400, 500, 600 และ 700 °C
2. ภาพประกอบ 18 - 21 แสดงสเปกตรัม ผลการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์จาก TiO_2 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 400, 500, 600 และ 700 °C ก่อนนำไปเผาที่อุณหภูมิ 900-950 °C
3. ภาพประกอบ 22 - 25 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์จาก TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 400, 500, 600 และ 700 °C หลังจากเผาที่อุณหภูมิ 900-950 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

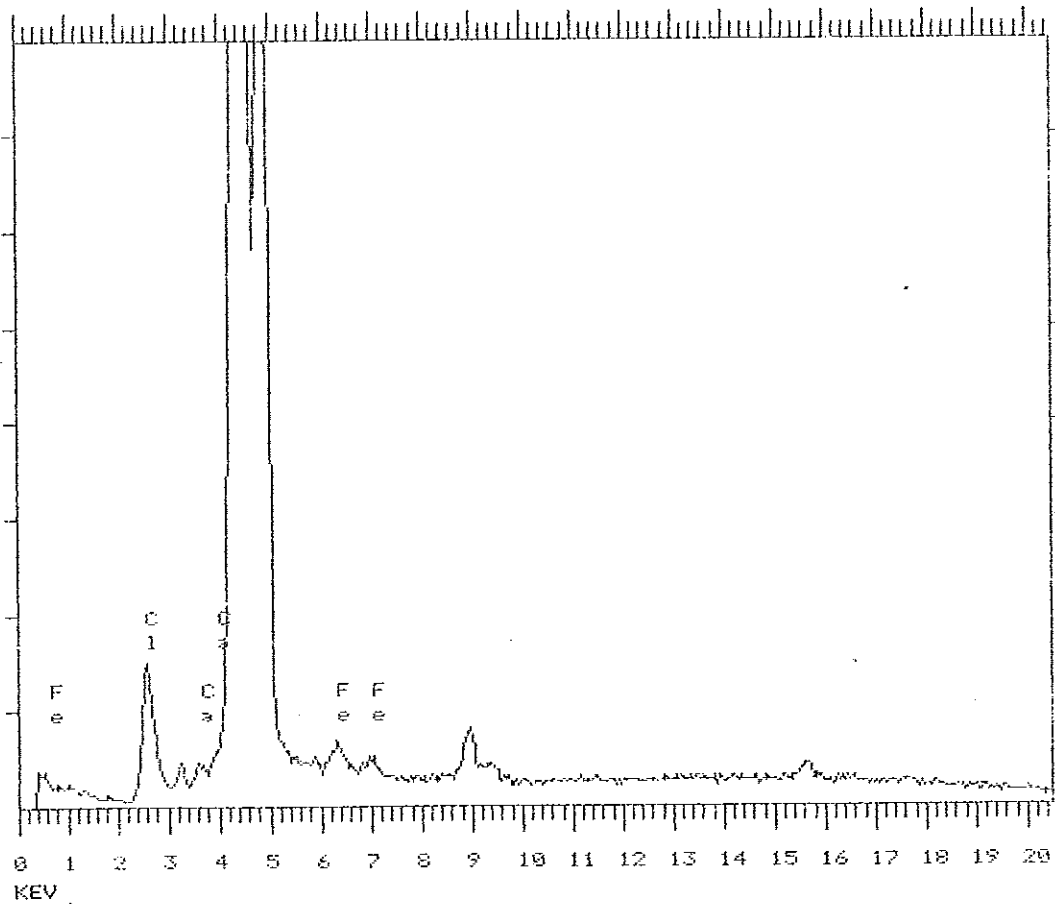
TRACOR-XRAY SPECTRAL DISPLAY

SPECTRUM : R 400

TUBE VOLTAGE : 23 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 mA
 ATMOSPHERE : AIR

FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 50 SEC

F.S. = 2K



ภาพประกอบ 14 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์ส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยา
 การสังเคราะห์ TiO_2 จาก TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 400°C

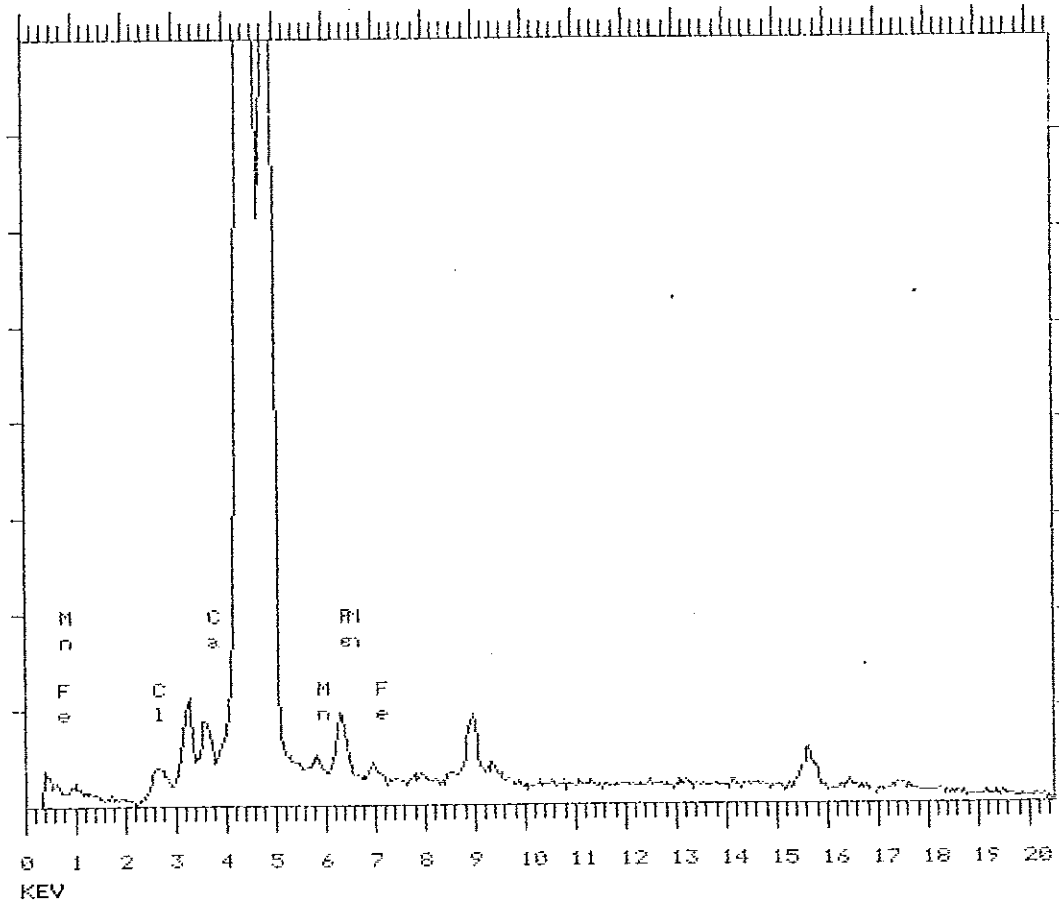
TRACOR-XRAY SPECTRAL DISPLAY

SPECTRUM : R 500

TUBE VOLTAGE : 23 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 mA
 ATMOSPHERE : AIR

FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 50 SEC

F.S. = 2K



ภาพประกอบ 15 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์ส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยา
 การสังเคราะห์ TiO_2 จาก TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $500\text{ }^{\circ}C$

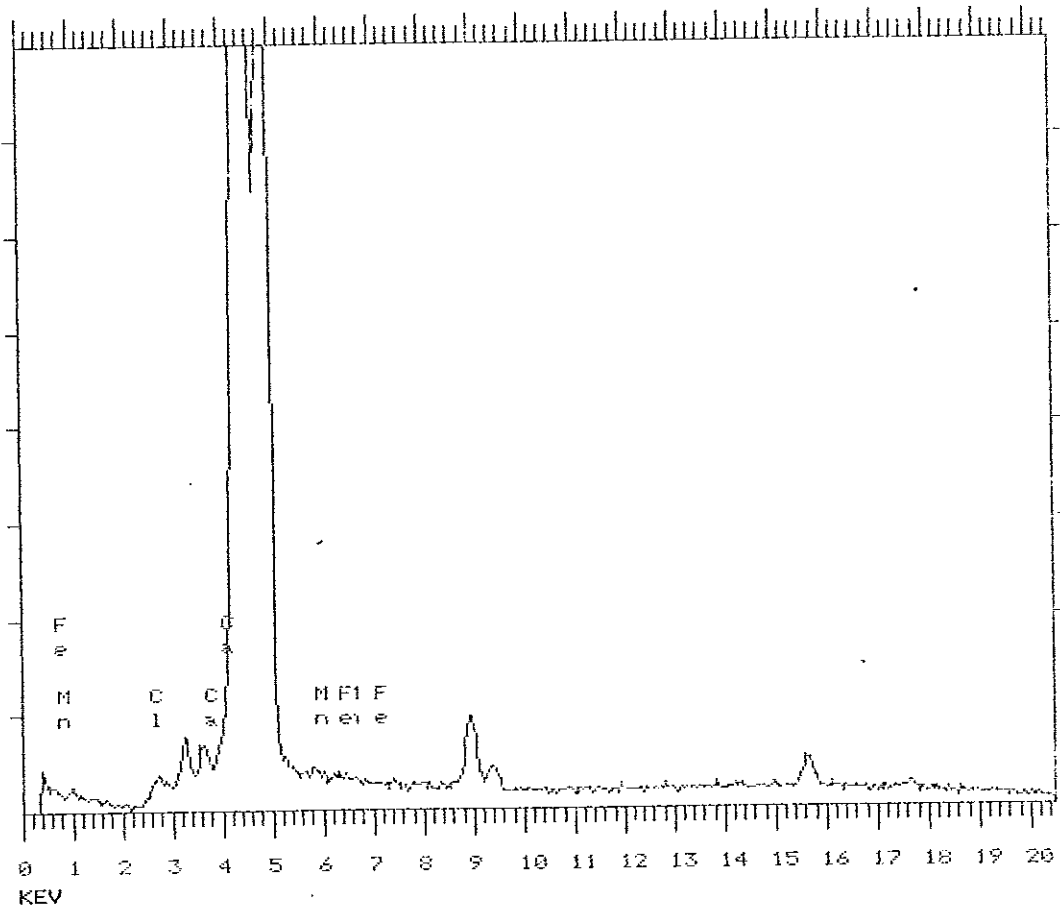
TRACOR-XRAY SPECTRAL DISPLAY

SPECTRUM : R 600

TUBE VOLTAGE : 23 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 mA
 ATMOSPHERE : AIR

FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 50 SEC

F.S. = 2K



ภาพประกอบ 16 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์ส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยา
 การสังเคราะห์ TiO_2 จาก TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 600°C

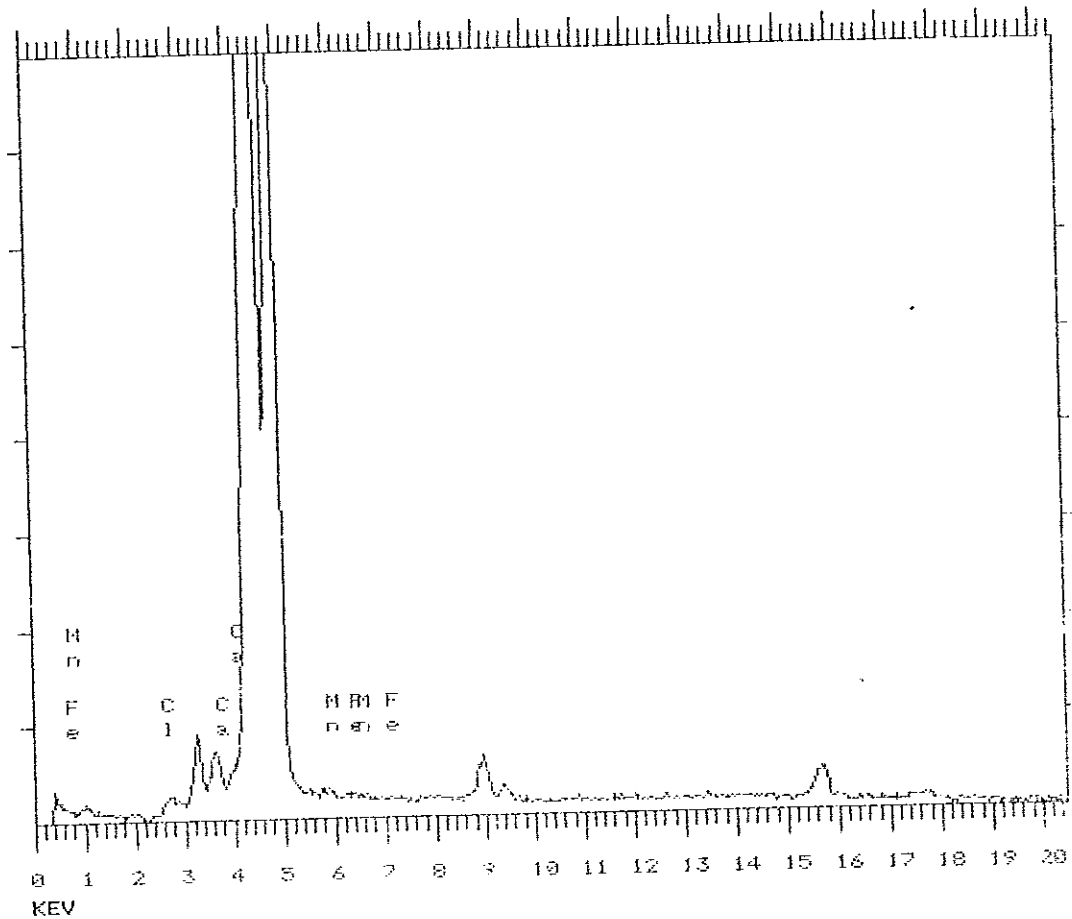
TRACOR-XRAY SPECTRAL DISPLAY

SPECTRUM : R 700

TUBE VOLTAGE : 23 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 mA
 ATMOSPHERE : AIR

FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 50 SEC

F.S. = 2K



ภาพประกอบ 17 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์ส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยา
 การสังเคราะห์ TiO_2 จาก TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $700^\circ C$

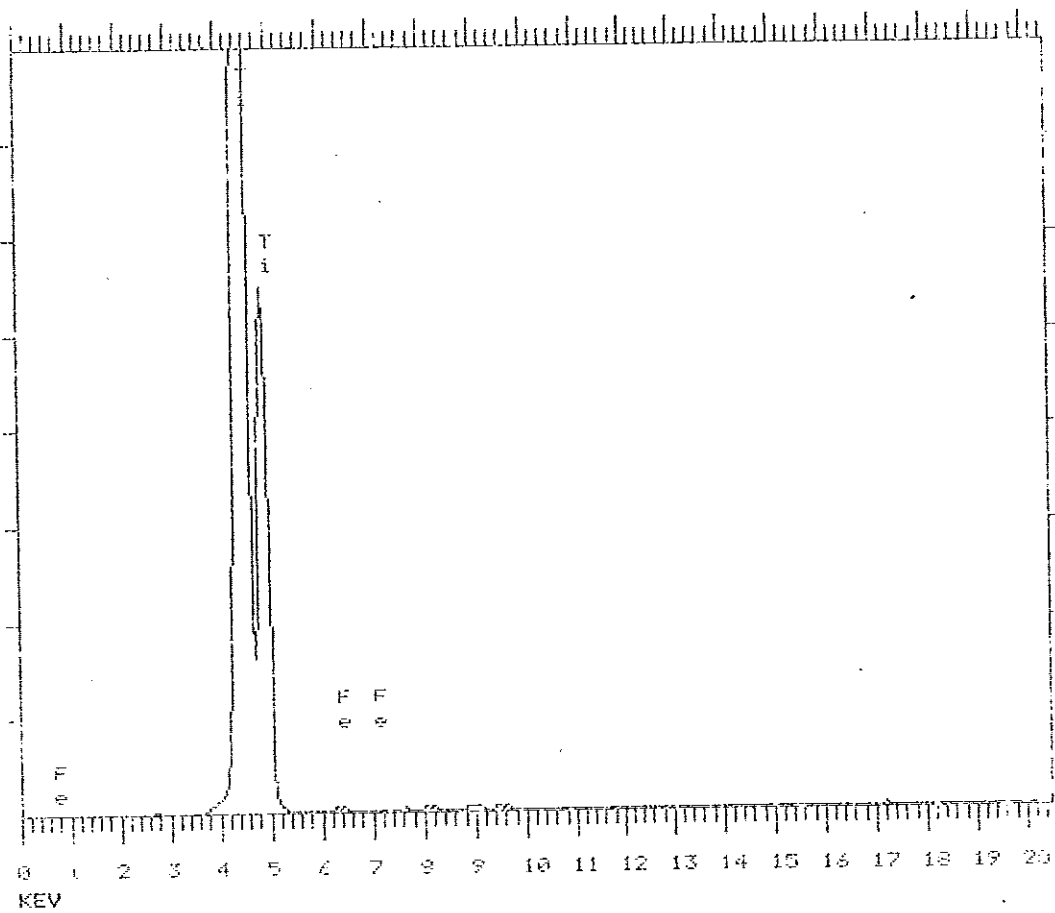
TRACOR-XRAY SPECTRAL DISPLAY

SPECTRUM : TITANIUM 400

TUBE VOLTAGE : 23 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 mA
 ATMOSPHERE : AIR

FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 100 SEC

F.S. = 2K



ภาพประกอบ 18 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์ผลึกของ TiO_2 ที่สังเคราะห์
 จาก TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $400^\circ C$ ก่อนนำไปเผาที่อุณหภูมิ
 $900-950^\circ C$

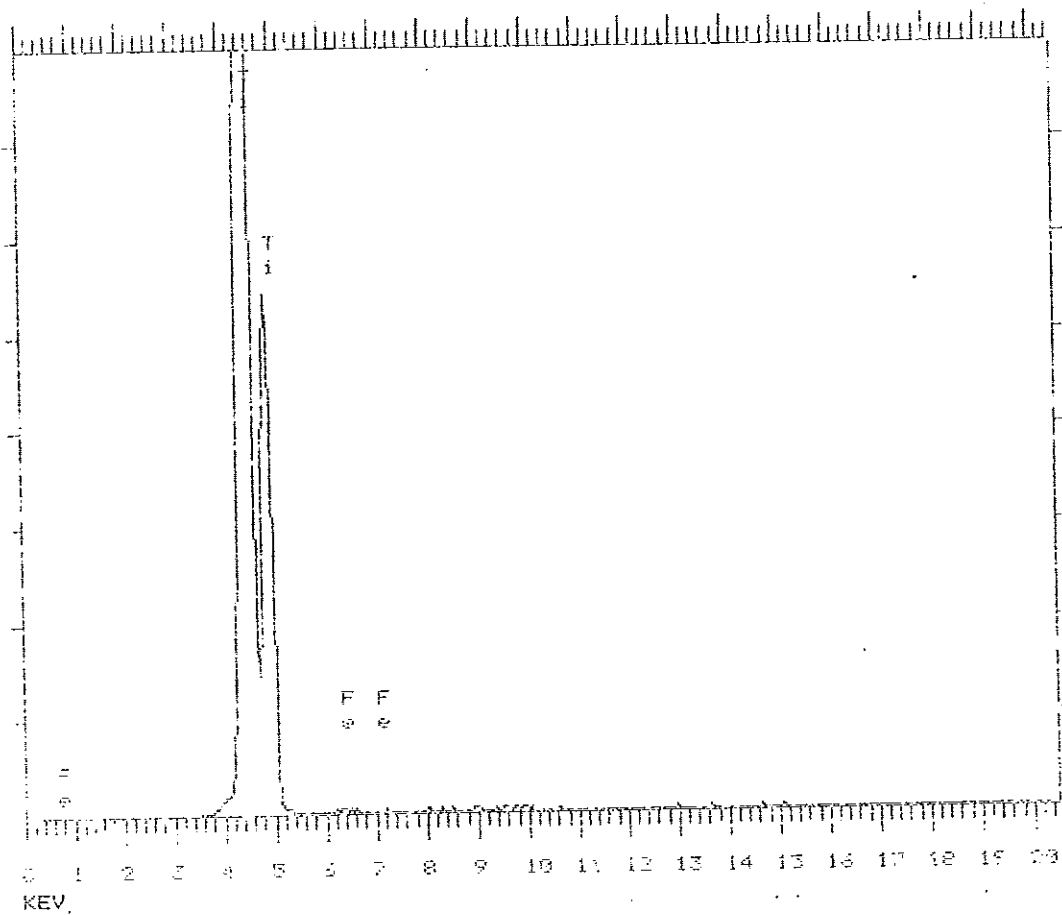
TRACOR-XRAY SPECTRAL DISPLAY

SPECTRUM : TITANIUM 500

TUBE VOLTAGE : 23 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 mA
 ATMOSPHERE : AIR

FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 100 SEC

F.S. = 2K



ภาพประกอบ 19 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์ผลึกของ TiO_2 ที่สังเคราะห์
 จาก TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $500^\circ C$ ก่อนนำไปเผา ที่อุณหภูมิ
 $900-950^\circ C$

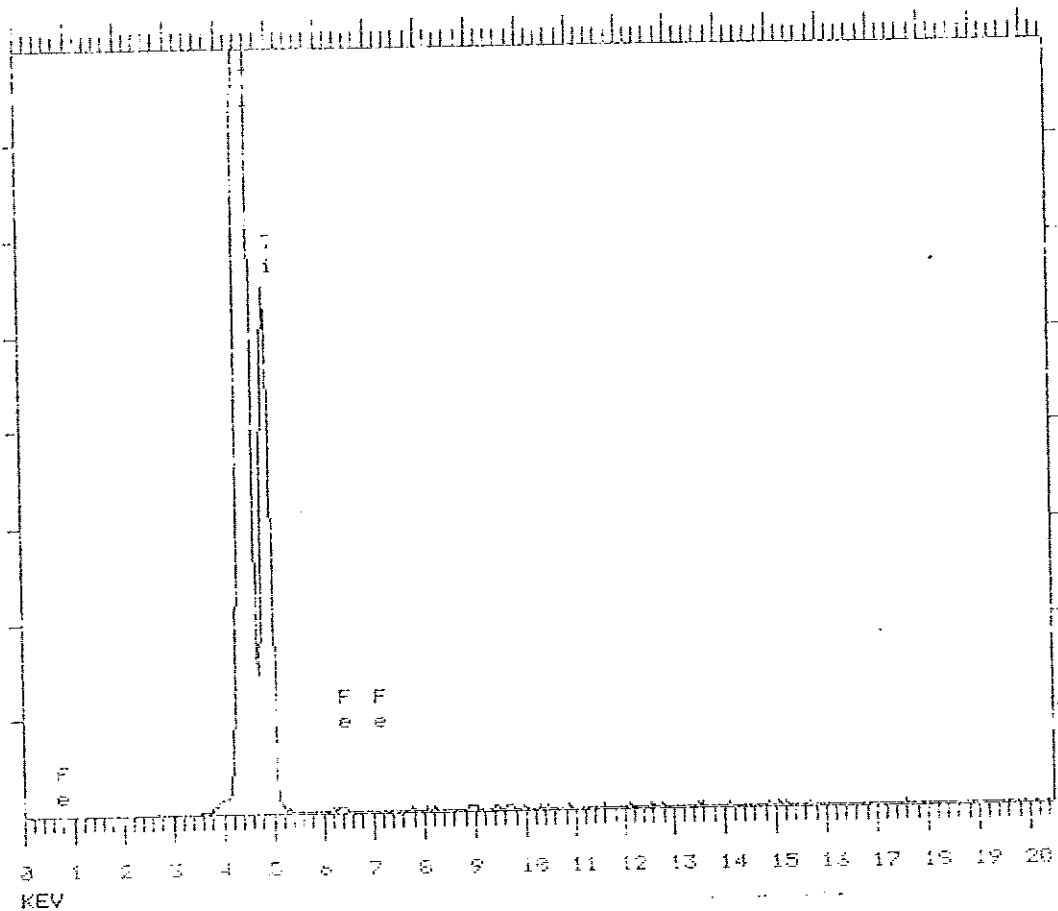
TRACOR-XRAY SPECTRAL DISPLAY

SPECTRUM : TITANIUM 600

TUBE VOLTAGE : 23 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 mA
 ATMOSPHERE : AIR

FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 100 SEC

F.S. = 2K



ภาพประกอบ 20 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์
 จาก TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $600^\circ C$ ก่อนนำไปเผาที่อุณหภูมิ
 $900-950^\circ C$

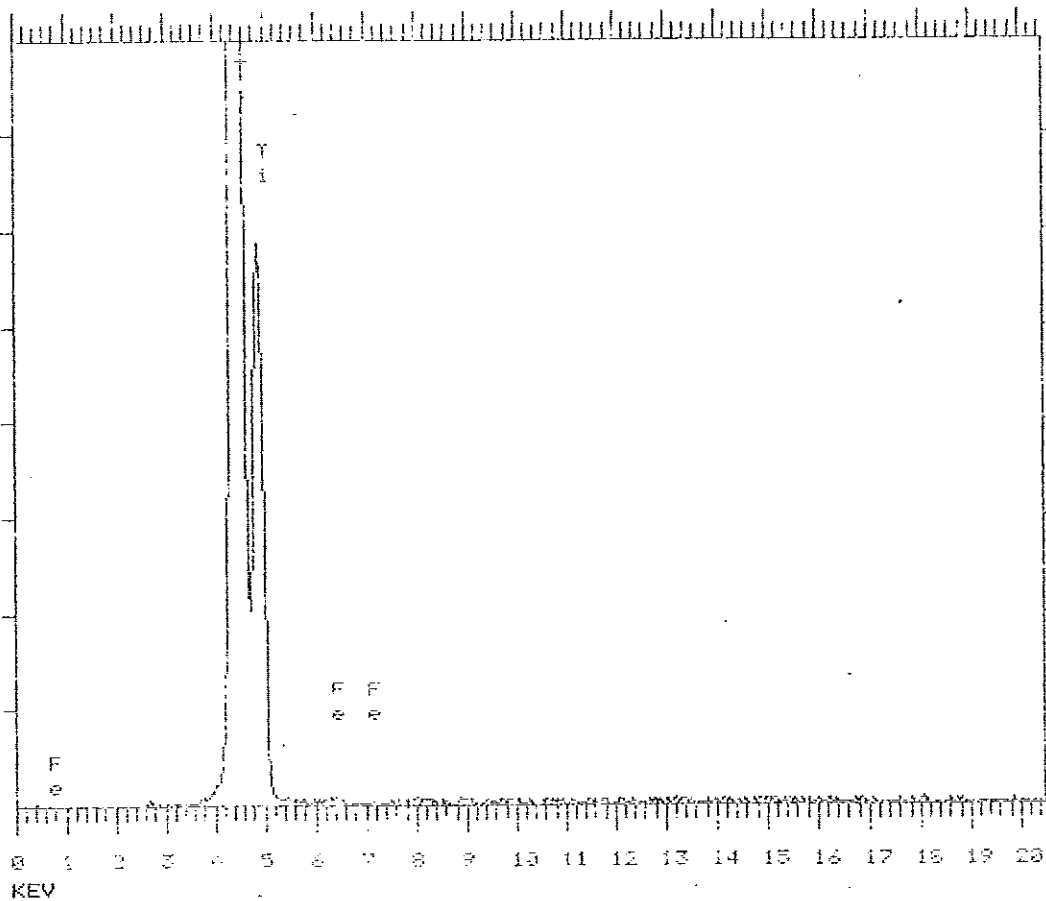
TRACOR-XRAY SPECTRAL DISPLAY

SPECTRUM : TITANIUM 700

TUBE VOLTAGE : 23 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 mA
 ATMOSPHERE : AIR

FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 100 SEC

F.S. = 1K



ภาพประกอบ 21 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์
 จาก TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $700^\circ C$ ก่อนนำไปเผาที่อุณหภูมิ
 $900-950^\circ C$

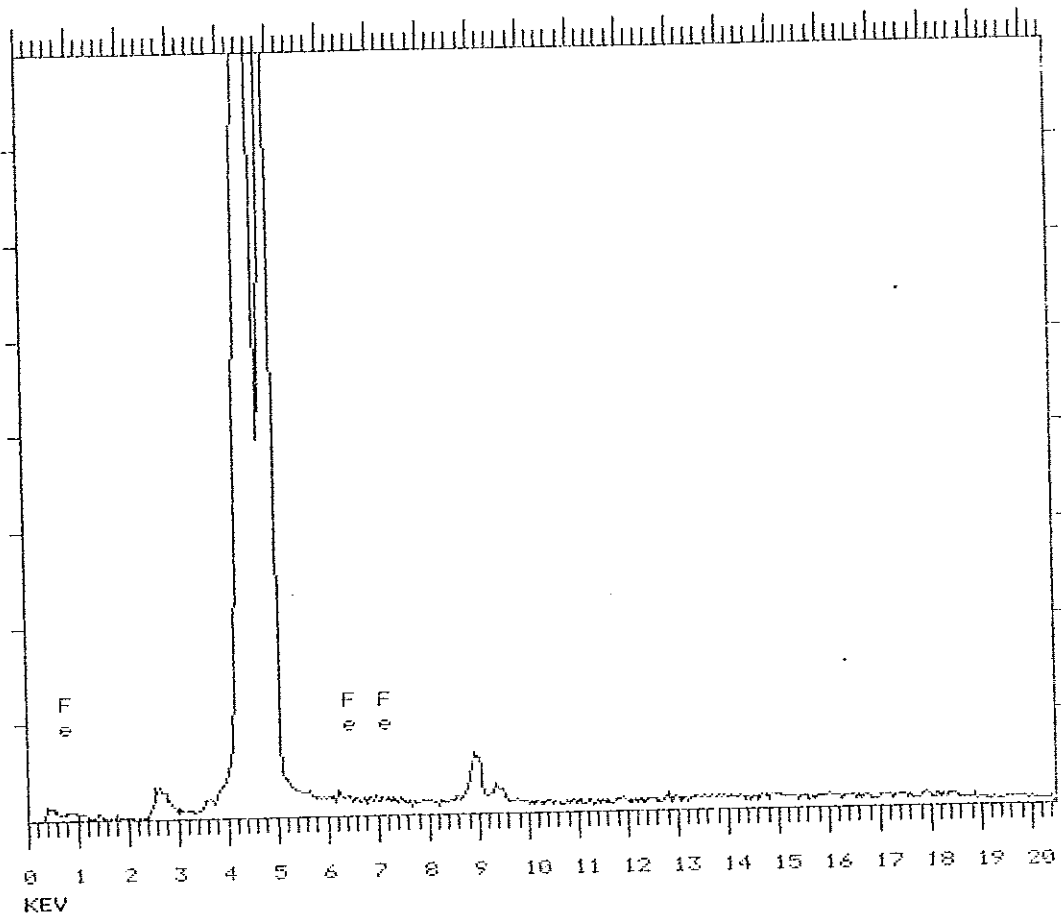
TRACOR-XRAY SPECTRAL DISPLAY

SPECTRUM : P 400

TUBE VOLTAGE : 23 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 mA
 ATMOSPHERE : AIR

FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 50 SEC

F.S. = 2K



ภาพประกอบ 22 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์
 จาก TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 400°C หลังจากเผาที่อุณหภูมิ
 $900-950^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

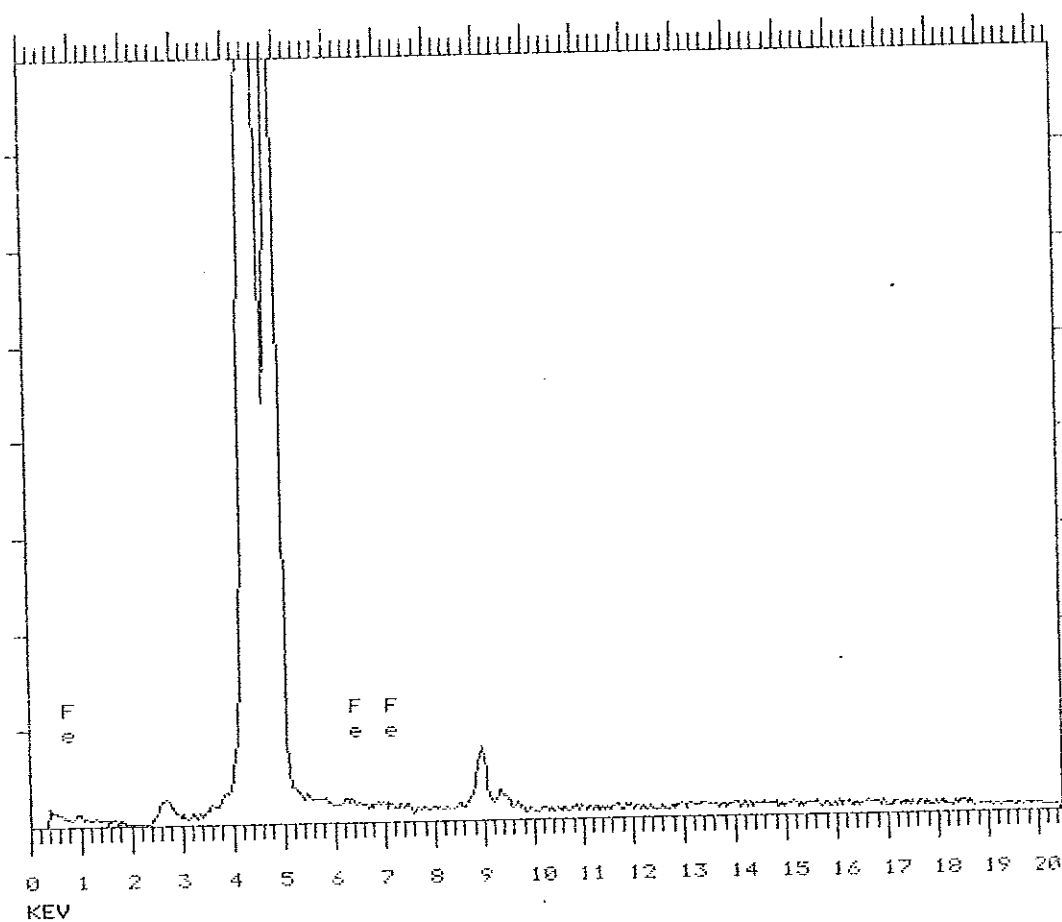
TRACOR-XRAY SPECTRAL DISPLAY

SPECTRUM : P 500

TUBE VOLTAGE : 23 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 mA
 ATMOSPHERE : AIR

FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 50 SEC

F.S. = 2K



ภาพประกอบ 23 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์
 จาก TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $500^\circ C$ หลังจากเผาที่อุณหภูมิ
 $900-950^\circ C$ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

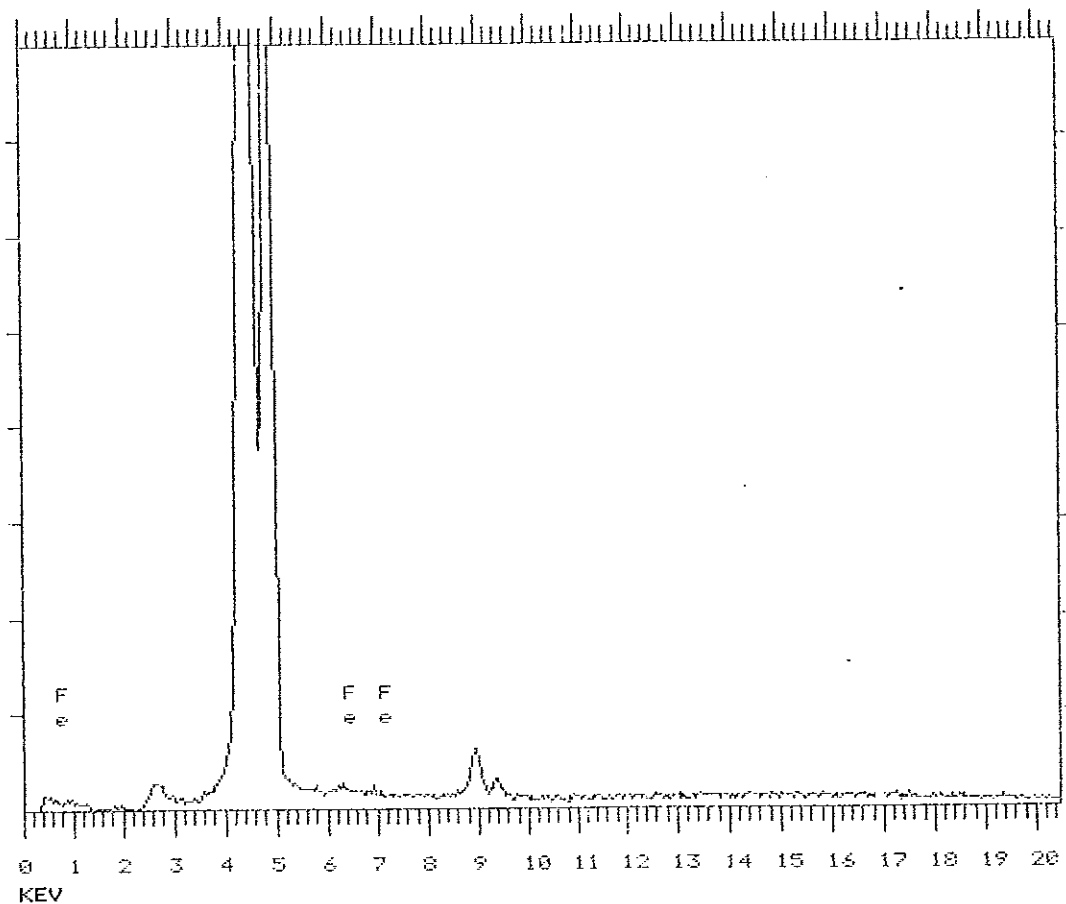
TRACOR-XRAY SPECTRAL DISPLAY

SPECTRUM : P 600

TUBE VOLTAGE : 23 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 mA
 ATMOSPHERE : AIR

FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 50 SEC

F.S. = 2K



ภาพประกอบ 24 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์ผลึกของ TiO_2 ที่สังเคราะห์
 จาก TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ 600°C หลังจากเผาที่อุณหภูมิ
 $900-950^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

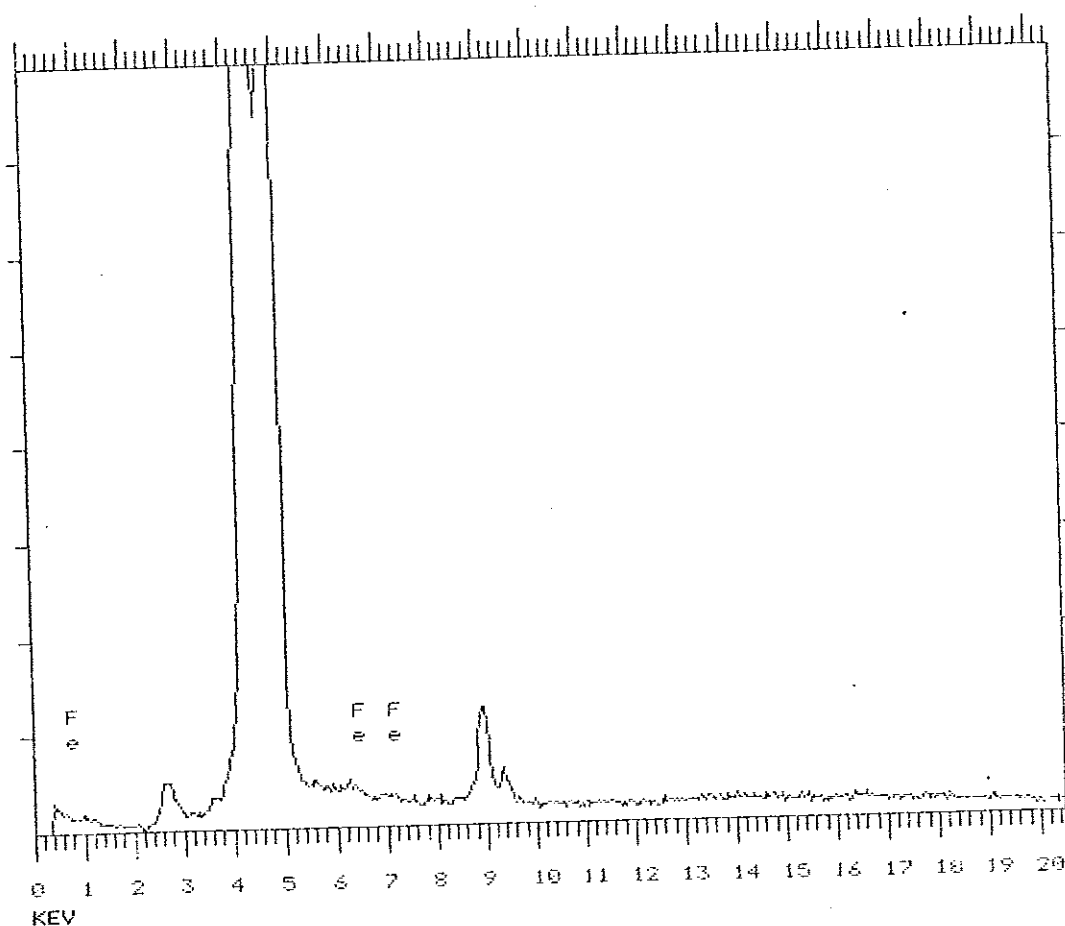
TRACOR-XRAY SPECTRAL DISPLAY

SPECTRUM : F 700

TUBE VOLTAGE : 23 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 mA
 ATMOSPHERE : AIR

FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 50 SEC

F.S. = 2K



ภาพประกอบ 25 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์ผลึกของ TiO_2 ที่สังเคราะห์
 จาก TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $700\text{ }^{\circ}C$ หลังจากเผาที่อุณหภูมิ
 $900-950\text{ }^{\circ}C$ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

ตาราง 27 แสดงผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือ และ
ผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิประมาณ
400, 500, 600 และ 700 °C ค่า DT อยู่ในช่วง 45-49 %

| อุณหภูมิ ที่สังเคราะห์ (°C) | สารเจือปน ในส่วนผสม ที่เหลือ | สารเจือปนที่พบในผลิตภัณฑ์ | |
|-----------------------------------|------------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|
| | | ก่อนเผาที่อุณหภูมิ 900-950 °C | ก่อนเผาที่อุณหภูมิ 900-950 °C |
| 400 | Cl, Ca, Mn, Fe | Fe | Fe |
| 500 | Cl, Ca, Mn, Fe | Fe | Fe |
| 600 | Cl, Ca, Mn, Fe | Fe | Fe |
| 700 | Cl, Ca, Mn, Fe | Fe | Fe |

จากตาราง 27 จะเห็นว่าที่อุณหภูมิ 400, 500, 600 และ 700 °C
พบธาตุที่เป็นสารเจือปนหลงเหลือในส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาเหมือนกัน คือ
Fe Mn Ca และ Cl ซึ่งมาจากก๊าซที่ผ่านเข้าไปในเตาเผาที่มากพอสำหรับส่วนผลิตภัณฑ์
 TiO_2 ที่สังเคราะห์จาก TiO_2 บริสุทธิ์ มีเพียง Fe เท่านั้นเป็นสารเจือปน

1.7 ผลการศึกษาความหนาที่สุกที่เหมาะสมของเม็ดสารตัวอย่างเพื่อเตรียม การวิเคราะห์เชิงปริมาณ

เม็ดสารตัวอย่างที่มีความหนาในระดับที่รังสีเอกซ์เฉพาะของธาตุ ใน
เนื้อสารจากด้านหลังไม่สามารถทะลุผ่านออกมาทางด้านหน้าได้ จัดว่าเป็นสาร
ตัวอย่างประเภทหนาที่สุด (สัมพันธ วงส์นาวา, 2535 : 100) สำหรับเม็ดสาร
ตัวอย่างที่ได้เตรียมขึ้นเพื่อศึกษาความหนาที่สุกที่เหมาะสมเพื่อเตรียมการวิเคราะห์
เชิงปริมาณจัดเป็นสารตัวอย่างเนื้อเบา ประกอบด้วยแป้ง TiO_2 และ Fe_2O_3
77.65, 19.43 และ 2.92 % โดยน้ำหนักตามลำดับ พบว่ามีความหนาที่สุกที่

4.40 mm ตั้งผลการวิเคราะห์ในต่างตารางต่อไปนี้

ตาราง 28 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของเม็ดสารกับความเข้มของรังสีเอกซ์เฉพาะของ Zn ที่ทะลุผ่านเม็ดสาร ค่า DT อยู่ในช่วง 49-53 %

| เม็ด | น้ำหนัก | น้ำหนัก | ความหนา | ความเข้มของรังสีเอกซ์เฉพาะ | | | | |
|------|------------------|---------------------|-------------------|---------------------------------|-------|-------|-------|---------|
| | เม็ดสาร (g) | ที่ชั่งได้ (g) | เม็ดสาร (mm) | ของ Zn ที่จุดต่างๆ (count) | | | | |
| | | | | I_1 | I_2 | I_3 | I_4 | I_x |
| 1. | 2.0000 | 2.0087 | 2.20 | 1163 | 1231 | 1271 | 1032 | 1174.25 |
| 2. | 2.5000 | 2.5066 | 2.70 | 833 | 702 | 650 | 905 | 772.50 |
| 3. | 3.0000 | 3.0055 | 3.20 | 228 | 251 | 307 | 211 | 248.50 |
| 4. | 3.5000 | 3.5073 | 3.80 | 53 | 35 | - | - | 22 |
| 5. | 4.0000 | 4.0002 | 4.40 | รังสีเอกซ์เฉพาะของ Zn ไม่สามารถ | | | | |
| *6. | 4.5000 | 4.5024 | 5.20 | ทะลุผ่านเม็ดสารได้ | | | | |

* ขนาดความหนาของเม็ดสารแบบแผ่นกลมที่ใช้ในการเตรียมเม็ดสารตัวอย่างและเม็ดสารมาตรฐานในการวิเคราะห์เชิงปริมาณ และ I_x คือค่าเฉลี่ยของความเข้มรังสีเอกซ์ที่จุดทั้ง 4 ที่ทำการวิเคราะห์

1.8 ผลการเตรียมเม็ดสารมาตรฐานของ Fe เพื่อใช้วิเคราะห์หาปริมาณ Fe ที่เป็นสารเจือปนในผลิตภัณฑ์ (TiO_2)

เม็ดสารมาตรฐานของ Fe ที่เตรียมได้ มีความแข็งแรงพอ ไม่แตกร้าวสามารถโยกย้ายไปมาในการวิเคราะห์ได้อย่างสะดวก ผลการทดลองดังแสดงในตารางต่อไปนี้

ตาราง 29 แสดงความเข้มข้นของ Fe_2O_3 ที่เป็นองค์ประกอบในเนื้อสาร
ของเม็ดสารมาตรฐานของ Fe

| เม็ดสารมาตรฐาน | น้ำหนักเม็ดสาร มาตรฐาน (g) | ความเข้มข้นของ Fe_2O_3 ที่เติมใน เม็ดสารมาตรฐาน (%) |
|----------------|---------------------------------|--|
| STD.FE.1 | 4.0399 | - |
| STD.FE.2 | 4.0506 | 0.06 |
| STD.FE.3 | 4.1112 | 0.12 |
| STD.FE.4 | 4.0968 | 0.16 |
| STD.FE.5 | 4.0146 | 0.20 |

ตาราง 30 แสดงความเข้มข้นของ Fe และความเข้มของพีค Fe ในเม็ด
สารมาตรฐานของ Fe

| เม็ดสารมาตรฐาน | ความเข้มข้น ของ Fe (ppm) | ความเข้มของพีคของ Fe (count) ที่จุด 4 จุดต่างกัน ทำมุม 90 องศา | | | |
|----------------|----------------------------------|---|----------|----------|----------|
| | | 1 | 2 | 3 | 4 |
| STD.FE.1 | 44 | 5.9000 | 6.1000 | 6.0000 | 5.9000 |
| STD.FE.1 | 338 | 58.5000 | 58.4300 | 56.4200 | 60.0000 |
| STD.FE.3 | 757 | 110.8500 | 106.0700 | 110.5400 | 111.7600 |
| STD.FE.4 | 1135 | 162.1500 | 162.1500 | 156.9100 | 158.2500 |
| STD.FE.5 | 1421 | 197.7300 | 200.2500 | 200.5400 | 202.5600 |

EDXRF ANALYSIS
TRACOR XRAY

PROCEDURE : STD. FE
FILTER USED : NO FILTER
ATMOSPHERE : AIR
COUNT RATE RANGE : MED
ANALYSIS METHOD : LINEAR

TUBE VOLTAGE : 23 KV
TUBE CURRENT : 0.01 MA
LIVETIME : 100 SEC
PRESET COUNT : 0 K

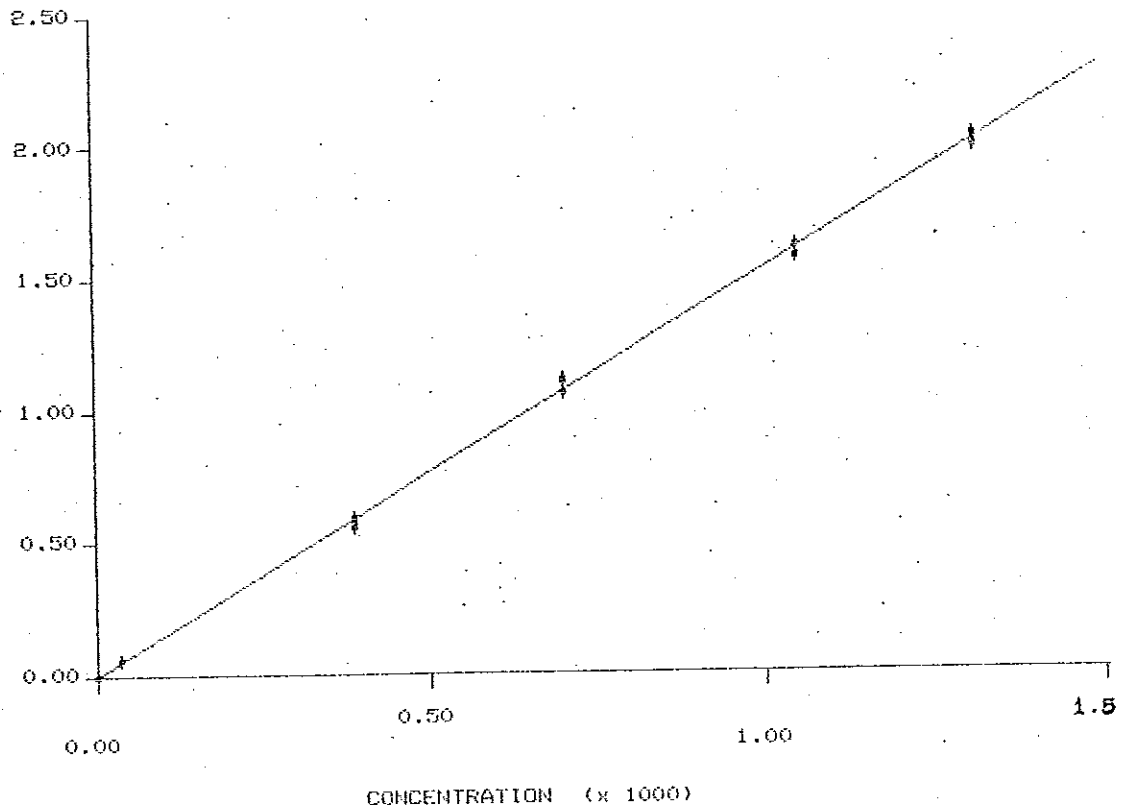
TIME : 3:12 pm

DATE : 1/6/80

INTENSITY FILE NO. : 900
STANDARD FILE NO. : 900

INTENSITY VS CONCENTRATION
ELEMENT : FE

INTENSITY (x 100)



ภาพประกอบ 26 แสดงกราฟมาตรฐานของ Fe ที่ได้จากการคำนวณ โดย
โปรแกรม EDXRF version 1.31

1.9 ผลการเตรียมเม็ดสารตัวอย่างของ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 400, 500, 600 และ 700 °C

การวิเคราะห์เชิงปริมาณด้วยเครื่อง EDXRF ตัวอย่างจะถูกเตรียมที่นได้หลายรูปแบบ (สัมผัส วงศ์นาวา, 2535 : 105-117) สำหรับตัวอย่าง TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ครั้งนี้ได้เตรียมให้อยู่ในรูปแผ่นกลมประเภทหนาที่สุด และให้แห้งทั่วโพบริสุทธิ์ 100 % เป็นสารยึดเหนี่ยวโดยการผสมลงในตัวอย่าง ทำให้เม็ดสารตัวอย่างที่เตรียมขึ้นแข็งแรงดี ไม่แตกร้าวและผ่นผิวหน้าเม็ดสารจะเรียบดี โดยที่ TiO_2 จะถูกเจือจางลงจากเดิมเหลือประมาณ 10-20% ผลการเตรียมเม็ดสารตัวอย่างสำหรับ TiO_2 ดังแสดงไว้ในตารางต่อไปนี้

ตาราง 31 แสดงน้ำหนักแห้ง TiO_2 และเม็ดสารตัวอย่างของ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 400 °C

| ครั้งที่ | หน. แห้ง (g) | หน. TiO_2 (g) | หน. รวม (g) | น้ำหนักเม็ดสาร (g) | ความเข้มข้นของ TiO_2 ในเม็ดสาร (%) |
|----------|-------------------|----------------------|------------------|-------------------------|---|
| 1. | 5.0143 | 0.7305 | 5.7448 | 4.0057 | 12.72 |
| 2. | 5.0251 | 0.8916 | 5.9167 | 4.0101 | 15.07 |
| 3. | 5.0312 | 0.9747 | 6.0059 | 4.0023 | 16.23 |
| 4. | 5.0377 | 0.9945 | 6.0322 | 4.0134 | 16.49 |
| 5. | 5.0482 | 0.9804 | 6.0286 | 4.0119 | 16.26 |

ตาราง 32 แสดงน้ำหนักแห้ง TiO_2 และเม็ดสารตัวอย่างของ TiO_2 ที่ได้
จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ $500^\circ C$

| ครั้งที่ | นน. แห้ง (g) | นน. TiO_2 (g) | นน. รวม (g) | น้ำหนักเม็ดสาร (g) | ความเข้มข้นของ TiO_2 ในเม็ดสาร (%) |
|----------|-------------------|----------------------|------------------|-------------------------|---|
| 1. | 5.0214 | 1.2166 | 6.2290 | 4.0455 | 19.53 |
| 2. | 5.0376 | 1.1506 | 6.1882 | 4.0446 | 18.59 |
| 3. | 5.0574 | 1.0372 | 6.0946 | 4.0482 | 17.02 |
| 4. | 5.0183 | 0.8412 | 5.8596 | 4.0367 | 14.36 |
| 5. | 5.0454 | 1.2211 | 6.2675 | 4.0594 | 19.48 |

ตาราง 33 แสดงน้ำหนักแห้ง TiO_2 และเม็ดสารตัวอย่างของ TiO_2 ที่ได้
จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ $600^\circ C$

| ครั้งที่ | นน. แห้ง (g) | นน. TiO_2 (g) | นน. รวม (g) | น้ำหนักเม็ดสาร (g) | ความเข้มข้นของ TiO_2 ในเม็ดสาร (%) |
|----------|-------------------|----------------------|------------------|-------------------------|---|
| 1. | 5.0058 | 1.0850 | 6.0903 | 4.0462 | 17.82 |
| 2. | 5.00127 | 1.1354 | 6.1481 | 4.0474 | 18.47 |
| 3. | 5.0426 | 1.2115 | 6.2541 | 4.0467 | 19.37 |
| 4. | 5.0244 | 1.2839 | 6.3083 | 4.0461 | 20.35 |
| 5. | 5.0483 | 1.0602 | 6.1085 | 4.0382 | 17.37 |

ตาราง 34 แสดงน้ำหนักแห้ง TiO_2 และเม็ดสารตัวอย่างของ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ $700\text{ }^{\circ}C$

| ครั้งที่ | น.แห้ง (g) | น. TiO_2 (g) | น.รวม (g) | น้ำหนักเม็ดสาร (g) | ความเข้มข้นของ TiO_2 ในเม็ดสาร (%) |
|----------|-----------------|---------------------|----------------|-------------------------|---|
| 1. | 5.0354 | 0.9539 | 5.9893 | 4.0532 | 15.93 |
| 2. | 5.0448 | 1.2488 | 6.2936 | 4.0509 | 19.84 |
| 3. | 5.0490 | 1.2820 | 6.3312 | 4.0231 | 20.25 |
| 4. | 5.0560 | 1.2432 | 6.2992 | 4.0490 | 19.74 |
| 5. | 5.0370 | 1.2084 | 6.2454 | 4.0329 | 19.35 |

1.10 ผลการวิเคราะห์ปริมาณ Fe ใน TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 400, 500, 600 และ $700\text{ }^{\circ}C$

คุณภาพของ TiO_2 ที่สังเคราะห์ขึ้นจากผง TiO_2 บริสุทธิ์ จะขึ้นกับธาตุที่เป็นสารเจือปนมากับปฏิกิริยา ธาตุที่เป็นสารเจือปน Fe ก็คือ Fe ซึ่งจะพบได้ทั้งในผง TiO_2 บริสุทธิ์ และผงคาร์บอนกัมมันต์ที่ใช้เป็นสารรีดิวซ์ในการสังเคราะห์ครั้งนี้โดยในผงคาร์บอนกัมมันต์พบ Fe ค่อนข้างมาก ส่วนผลิตภัณฑ์จากปฏิกิริยาคอลอไรนเนชันจะมีปริมาณ Fe ที่แตกต่างกันตามอุณหภูมิที่ทำการสังเคราะห์ดังผลการวิเคราะห์ตามตารางต่อไปนี้

ตาราง 35 แสดงความเข้มข้นของ Fe ในผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จากการ
สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ $400\text{ }^{\circ}C$

| ครั้งที่ | ผลิตภัณฑ์ TiO_2 | | ความเข้มข้นของ Fe (ppm) |
|-----------|-------------------|------------------|----------------------------|
| | น้ำหนัก (g) | ร้อยละโดยน้ำหนัก | |
| 1. | 0.7305 | 48.78 | 626 |
| 2. | 0.8916 | 59.54 | 526 |
| 3. | 0.9747 | 64.47 | 444 |
| 4. | 0.9945 | 65.94 | 410 |
| 5. | 0.9804 | 64.59 | 292 |
| \bar{X} | 0.9143 | 60.66 | 460 |
| \pm SD. | 0.1104 | 7.08 | 125 |

จากตาราง 35 จะเห็นว่าความเข้มข้นของ Fe ซึ่งเป็นสารเจือปนใน
ผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์จาก TiO_2 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ $400\text{ }^{\circ}C$ จำนวน 5
ครั้ง ได้ค่าเฉลี่ยเป็น 460 ppm

ตาราง 36 แสดงความเข้มข้นของ Fe ในผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จากการ
สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ $500\text{ }^{\circ}C$

| ครั้งที่ | ผลิตภัณฑ์ TiO_2 | | ความเข้มข้นของ Fe (ppm) |
|-----------|-------------------|------------------|------------------------------|
| | น้ำหนัก (g) | ร้อยละโดยน้ำหนัก | |
| 1. | 1.2166 | 80.12 | 334 |
| 2. | 1.1506 | 75.85 | 297 |
| 3. | 1.0372 | 67.42 | 374 |
| 4. | 1.1413 | 75.52 | 211 |
| 5. | 1.2211 | 80.16 | 206 |
| \bar{X} | 1.1534 | 75.83 | 284 |
| \pm SD. | 0.0746 | 6.13 | 75 |

จากตาราง 36 จะเห็นว่าความเข้มข้นของ Fe ซึ่งเป็นสารเจือปนใน
ผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์จาก TiO_2 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ $500\text{ }^{\circ}C$ จำนวน 5
ครั้ง ได้ค่าเฉลี่ยเป็น 284 ppm

ตาราง 37 แสดงความเข้มข้นของ Fe ในผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จากการ
สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ $600\text{ }^{\circ}C$

| ครั้งที่ | ผลิตภัณฑ์ TiO_2 | | ความเข้มข้นของ Fe (ppm) |
|-----------|-------------------|------------------|------------------------------|
| | น้ำหนัก (g) | ร้อยละโดยน้ำหนัก | |
| 1. | 1.0850 | 72.07 | 225 |
| 2. | 1.1354 | 75.03 | 268 |
| 3. | 1.2115 | 81.05 | 211 |
| 4. | 1.2839 | 85.20 | 158 |
| 5. | 1.0602 | 70.32 | 297 |
| \bar{X} | 1.1552 | 76.73 | 232 |
| \pm SD. | 0.0923 | 6.19 | 54 |

จากตาราง 37 จะเห็นว่าความเข้มข้นของ Fe ซึ่งเป็นสารเจือปนใน
ผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์จาก TiO_2 บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ $600\text{ }^{\circ}C$ จำนวน 5
ครั้ง ได้ค่าเฉลี่ยเป็น 232 ppm

ตาราง 38 แสดงความเข้มข้นของ Fe ในผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จากการ
สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ $700\text{ }^{\circ}C$

| ครั้งที่ | ผลิตภัณฑ์ TiO_2 | | ความเข้มข้นของ Fe (ppm) |
|-----------|-------------------|------------------|------------------------------|
| | น้ำหนัก (g) | ร้อยละโดยน้ำหนัก | |
| 1. | 0.9539 | 63.40 | 175 |
| 2. | 1.2488 | 82.53 | 199 |
| 3. | 1.2820 | 84.70 | 213 |
| 4. | 1.2432 | 82.81 | 199 |
| 5. | 1.2048 | 80.51 | 252 |
| \bar{X} | 1.2456 | 82.64 | 208 |
| \pm SD. | 0.0301 | 1.76 | 28 |

จากตาราง 38 จะเห็นว่าความเข้มข้นของ Fe ซึ่งเป็นสารเจือปน
ในผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์จาก TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $700\text{ }^{\circ}C$ จำนวน 5
ครั้ง ได้ค่าเฉลี่ยเป็น 208 ppm

2. ผลการสังเคราะห์ TiO_2 จากส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิเกตที่
อุณหภูมิ 400, 500, 600 และ $700\text{ }^{\circ}C$

ส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิเกตเป็นผงสีขาวอมเหลือง เนื้อสาร
บางส่วนมีดำและเป็นมันวาวเล็กน้อย จากการวิเคราะห์เชิงคุณภาพด้วยเครื่อง
EDXRF พบว่า นอกจากจะมี Fe เป็นธาตุเจือปนหลักแล้ว ยังพบ W Zr และ
Nb อีกด้วย

2.1 ผลการเตรียมตัวอย่างส่วนสกัดหยาบของแร่ซิลิเกตเพื่อทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน

ตาราง 39 แสดงน้ำหนักส่วนผสมของสกัดหยาบของแร่ซิลิเกต และผงคาร์บอนกัมมันต์ที่เตรียมขึ้นเพื่อทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน

| ลำดับที่ | ส่วนผสม นน. ส่วนผสม (g) | องค์ประกอบในส่วนผสม | |
|----------|---------------------------------|------------------------------|------------------------------------|
| | | น้ำหนักส่วนสกัดหยาบ (g) | น้ำหนักของคาร์บอนกัมมันต์ (g) |
| 1. | 2.0313 | 1.5198 | 0.5115 |
| 2. | 2.0502 | 1.5338 | 0.5162 |
| 3. | 2.0438 | 1.5292 | 0.5146 |
| 4. | 2.0269 | 1.5165 | 0.5104 |
| 5. | 2.0443 | 1.5296 | 0.5147 |
| 6. | 2.0406 | 1.5268 | 0.5138 |
| 7. | 2.0209 | 1.5121 | 0.5088 |
| 8. | 2.0250 | 1.5151 | 0.5099 |
| 9. | 2.0379 | 1.5248 | 0.5131 |
| 10. | 2.0484 | 1.5326 | 0.5158 |
| 11. | 2.0486 | 1.5328 | 0.5158 |
| 12. | 2.0199 | 1.5113 | 0.5086 |
| 13. | 2.0327 | 1.5209 | 0.5118 |
| 14. | 2.0588 | 1.5404 | 0.5184 |
| 15. | 2.0293 | 1.5183 | 0.5110 |

จากตาราง 39

ส่วนผสมลำดับที่ 1-5 ใช้ทำปฏิกิริยาก๊าซคลอรีนที่อุณหภูมิ 400 °C

ส่วนผสมลำดับที่ 6-10 ใช้ทำปฏิกิริยาก๊าซคลอรีนที่อุณหภูมิ 500 °C

ส่วนผสมลำดับที่ 11-15 ใช้ทำปฏิกิริยาก๊าซคลอรีนที่อุณหภูมิ 600 °C

2.2 ผลการสังเคราะห์ TiO_2 จากส่วนสัทธิหายของแร่ลิโมนาในดักอุณหภูมิ 400, 500 และ 600 °C

การสังเคราะห์ TiO_2 จากส่วนหายของแร่ลิโมนาในดักได้เลือกสังเคราะห์ที่อุณหภูมิสูงสุดที่ 600 °C เนื่องจากอุณหภูมิสูงกว่านี้ จากการสังเกตพบว่าระหว่างการทดลอง TiO_2 ที่เกิดขึ้นนั้นแรก (ยังไม่ได้ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 900-950 °C) มีสีขาวออกเหลืองอย่างเห็นได้ชัดเมื่อเปรียบเทียบกับ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 600 °C แสดงว่าผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิสูงกว่านี้ ย่อมมีขนาดต่างๆ ตามที่กล่าวข้างต้นเป็นเม็ดสารเจือปนมากขึ้นด้วย ผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ทั้ง 3 อุณหภูมิข้างต้น มีสีขาวออกจะเป็นสีเหลืองเล็กน้อย ซึ่งจะไม่ขาวสะอาดเหมือนกับ TiO_2 บริสุทธิ์ และผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้ทั้ง 3 อุณหภูมิมีสีไม่แตกต่างกันเมื่อมองด้วยตาเปล่า ผลการทดลองแสดงดังตารางต่อไปนี้

ตาราง 40 แสดงผลการหั่งเคราะห์ TiO_2 จากส่วนสกัดหยาบของแร่โอลเมนไนต์
ที่อุณหภูมิ $400\text{ }^{\circ}C$

| ครั้งที่ | นน. ส่วนผสม | | น้ำหนักผลิตภัณฑ์ | | ร้อยละผลิตภัณฑ์ | | เวลาที่ใช้ในการ หั่งเคราะห์ (นาที) |
|-----------|----------------|-----------------|------------------|----------------|-----------------|----------------|--|
| | ตั้งต้น (g) | ที่เหลือ (g) | ก่อนเผา (g) | หลังเผา (g) | ก่อนเผา (%) | หลังเผา (%) | |
| 1. | 2.0313 | 0.5305 | 0.7110 | 0.5798 | 46.78 | 38.15 | 16 |
| 2. | 2.0502 | 0.5203 | 0.9129 | 0.7636 | 59.52 | 49.78 | 17 |
| 3. | 2.0438 | 0.5244 | 0.9858 | 0.8121 | 64.47 | 59.11 | 16 |
| 4. | 2.0269 | 0.4520 | 0.9780 | 0.8009 | 64.49 | 52.81 | 19 |
| 5. | 2.0443 | 0.4958 | 0.9378 | 0.7828 | 61.31 | 51.18 | 19 |
| \bar{X} | 2.0393 | 0.5046 | 0.9536 | 0.7899 | 59.31 | 50.21 | - |
| $\pm SD.$ | 0.0098 | 0.0322 | 0.0343 | 0.0123 | 7.32 | 7.62 | |

จากตาราง 40 จะเห็นว่าผลิตภัณฑ์ TiO_2 ขึ้นสู่ค่าที่หั่งเคราะห์จาก
ส่วนสกัดหยาบที่อุณหภูมิ $400\text{ }^{\circ}C$ จำนวน 5 ครั้งได้น้ำหนักเฉลี่ยเป็น 0.7899 g
คิดเป็นร้อยละ 50.21 เทียบจากส่วนสกัดหยาบตั้งต้น

ตาราง 41 แสดงผลการสังเคราะห์ TiO_2 จากส่วนสกัดหยาบของแร่โอลิเมนต์
ที่อุณหภูมิ $500\text{ }^{\circ}C$

| ครั้งที่ | นน. ส่วนผสม | | น้ำหนักผลิตภัณฑ์ | | ร้อยละผลิตภัณฑ์ | | เวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ (นาที) |
|-----------|-------------|--------------|------------------|-------------|-----------------|-------------|----------------------------------|
| | ตั้งต้น (g) | ที่เหลือ (g) | ก่อนเผา (g) | หลังเผา (g) | ก่อนเผา (%) | หลังเผา (%) | |
| 1. | 2.0406 | 0.3604 | 1.0968 | 0.9145 | 71.84 | 59.90 | 16 |
| 2. | 2.0209 | 0.4178 | 0.9797 | 0.8057 | 64.79 | 53.28 | 16 |
| 3. | 2.0250 | 0.3635 | 1.0089 | 0.8170 | 66.59 | 53.92 | 18 |
| 4. | 2.0379 | 0.4618 | 0.9028 | 0.7519 | 59.21 | 49.31 | 18 |
| 5. | 2.0484 | 0.4327 | 1.0380 | 0.8186 | 67.72 | 53.41 | 19 |
| \bar{X} | 2.0346 | 0.4072 | 1.0052 | 0.8215 | 66.03 | 53.96 | - |
| \pm SD. | 0.0114 | 0.0443 | 0.0714 | 0.0588 | 4.61 | 3.80 | |

จากตาราง 41 จะเห็นว่าผลิตภัณฑ์ TiO_2 มีน้ำหนักที่สังเคราะห์จากส่วนสกัดหยาบที่อุณหภูมิ $500\text{ }^{\circ}C$ จำนวน 5 ครั้งได้น้ำหนักเฉลี่ยเป็น 0.8215 g คิดเป็นร้อยละ 53.96 เทียบจากส่วนสกัดหยาบตั้งต้น

ตาราง 42 แสดงผลการสังเคราะห์ TiO_2 จากส่วนสกัดหยาบของแร่โอลไมนด์
ที่อุณหภูมิ $600\text{ }^{\circ}C$

| ครั้งที่ | ณ. ส่วนผสม | | น้ำหนักผลิตภัณฑ์ | | ร้อยละผลิตภัณฑ์ | | เวลาที่ใช้ในการ สังเคราะห์ (นาท) |
|-----------|----------------|-----------------|------------------|----------------|-----------------|----------------|--|
| | ตั้งต้น (g) | ที่เหลือ (g) | ก่อนเผา (g) | หลังเผา (g) | ก่อนเผา (%) | หลังเผา (%) | |
| 1. | 2.0468 | 0.2397 | 1.0814 | 0.8976 | 70.55 | 58.56 | 15 |
| 2. | 2.0199 | 0.2568 | 0.9770 | 0.8430 | 64.65 | 55.78 | 17 |
| 3. | 2.0327 | 0.3067 | 1.0296 | 0.8482 | 67.70 | 55.77 | 17 |
| 4. | 2.0588 | 0.1935 | 1.0791 | 0.9048 | 70.05 | 58.74 | 17 |
| 5. | 2.0293 | 0.1600 | 1.1147 | 0.9187 | 73.42 | 60.51 | 17 |
| \bar{X} | 2.0375 | 0.2313 | 1.0564 | 0.8825 | 69.27 | 57.87 | - |
| \pm SD. | 0.0153 | 0.0568 | 0.0538 | 0.0345 | 3.29 | 2.06 | |

จากตาราง 42 จะเห็นว่าผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สุกที่ภายหลังสังเคราะห์จาก
ส่วนสกัดหยาบที่อุณหภูมิ $600\text{ }^{\circ}C$ จำนวน 5 ครั้งได้น้ำหนักเฉลี่ยเป็น 0.8825 g
คิดเป็นร้อยละ 57.87 เทียบจากส่วนสกัดหยาบตั้งต้น

2.3 ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือ และผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 °C (ทั้งก่อนและหลังเผาที่อุณหภูมิ 900-950 °C)

1. ภาพประกอบ 27 - 29 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์ส่วนผสมที่เหลือ จากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ TiO_2 จากส่วนสกัดหยาบของแร่โอลเมนไนต์ ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 °C ตามลำดับ
2. ภาพประกอบ 30 - 32 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์จากส่วนสกัดหยาบของแร่โอลเมนไนต์ ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 °C ก่อนเผา
3. ภาพประกอบ 33 - 35 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์ TiO_2 ที่สังเคราะห์จากส่วนสกัดหยาบของแร่โอลเมนไนต์ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 °C หลังเผาที่อุณหภูมิ 900-950 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง
4. ตาราง 43 แสดงผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือ และ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 °C

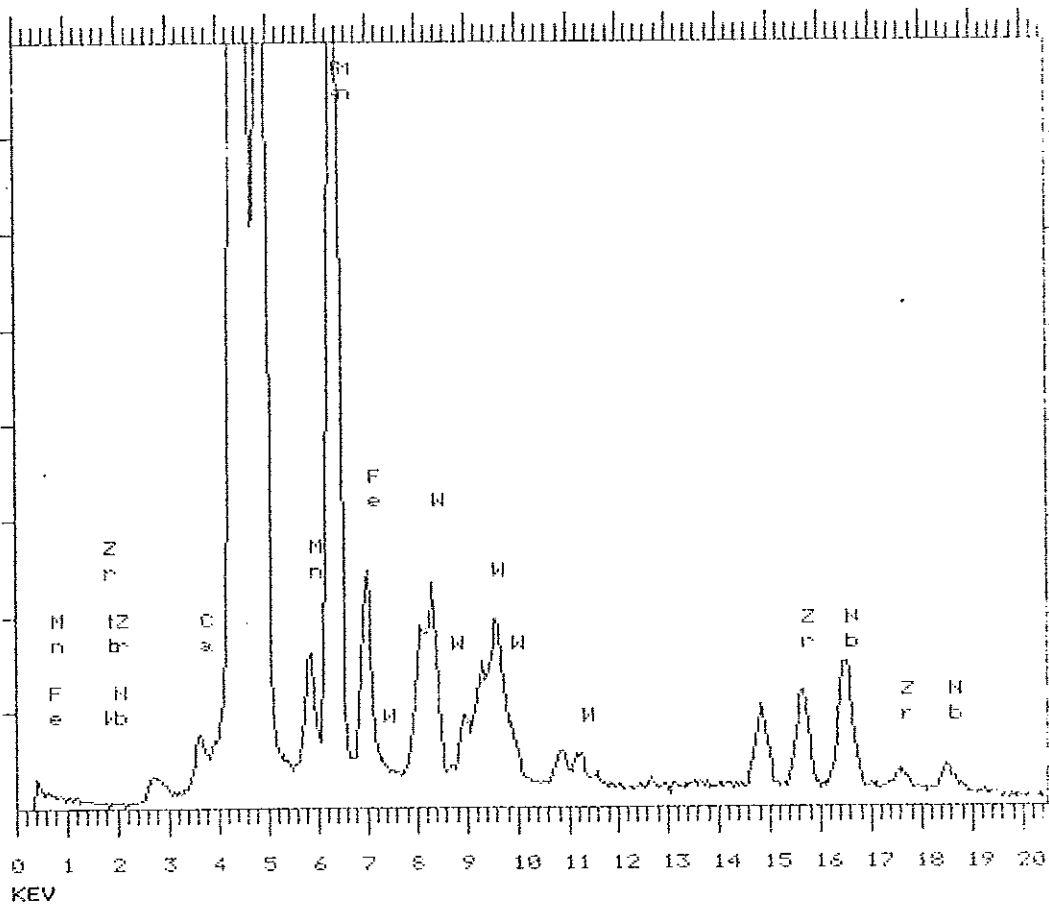
TRACOR-XRAY SPECTRAL DISPLAY

SPECTRUM : R 400

TUBE VOLTAGE : 23 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 mA
 ATMOSPHERE : AIR

FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 50 SEC

F.S. = 2K



ภาพประกอบ 27 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพ ของส่วนผสมที่
 เหลือจากการสังเคราะห์ TiO_2 จากส่วนผสมของแร่
 อิลเมนิต์ที่อุณหภูมิ $400^\circ C$

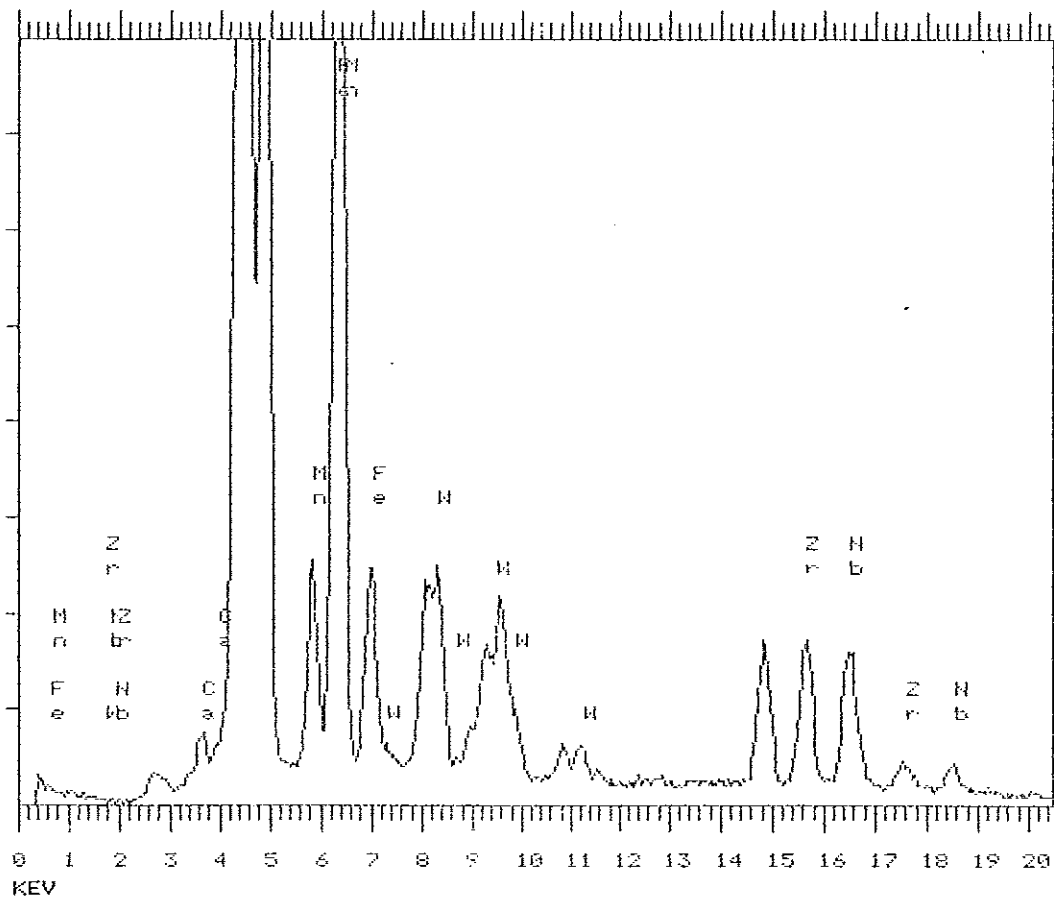
TRACOR-XRAY SPECTRAL DISPLAY

SPECTRUM : R 500

TUBE VOLTAGE : 23 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 mA
 ATMOSPHERE : AIR

FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 50 SEC

F.S. = 2K



ภาพประกอบ 28 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือจากการสังเคราะห์ TiO_2 จากส่วนสกัดหยาบของแร่โอลิเมนต์ ที่อุณหภูมิ $500^\circ C$

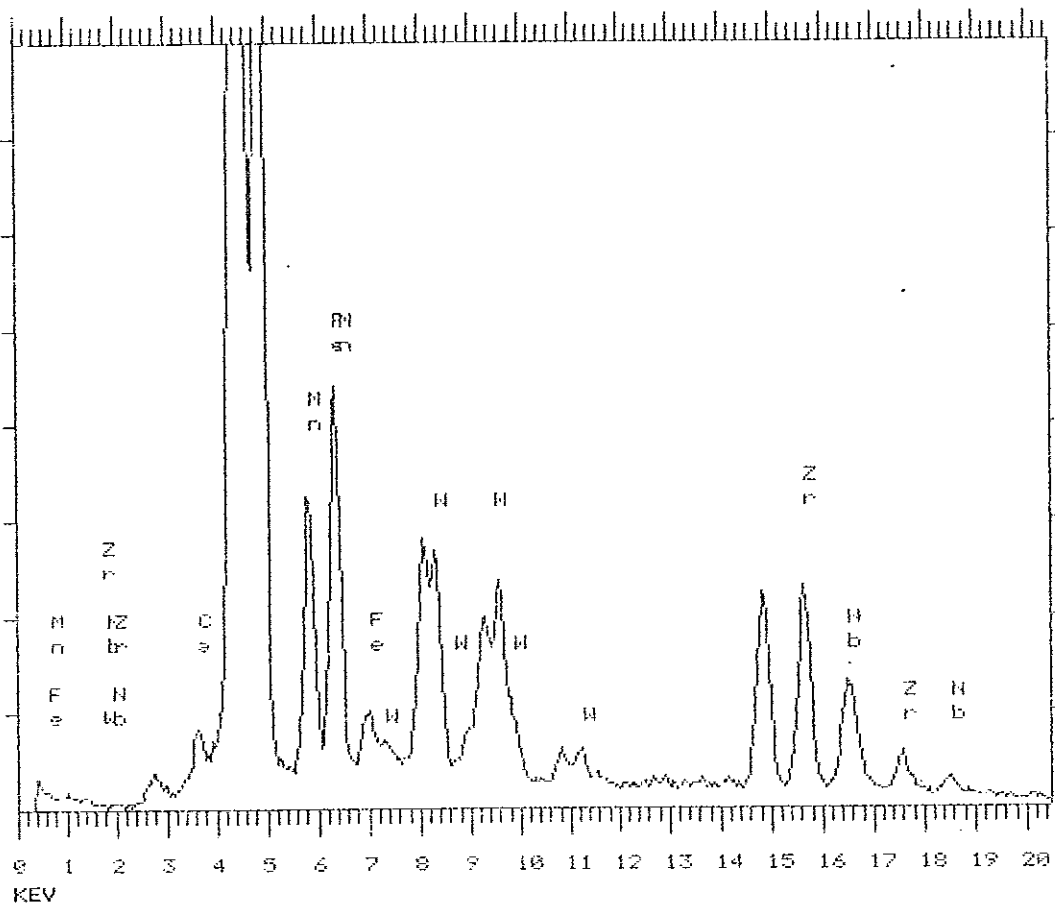
TRACOR-XRAY SPECTRAL DISPLAY

SPECTRUM : R 600

TUBE VOLTAGE : 23 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 mA
 ATMOSPHERE : AIR

FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 50 SEC

F.S. = 2K



ภาพประกอบ 29 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหลือจากการสังเคราะห์ TiO_2 จากส่วนผสมของแร่โอลิเมนไนด์ ที่อุณหภูมิ $600^\circ C$

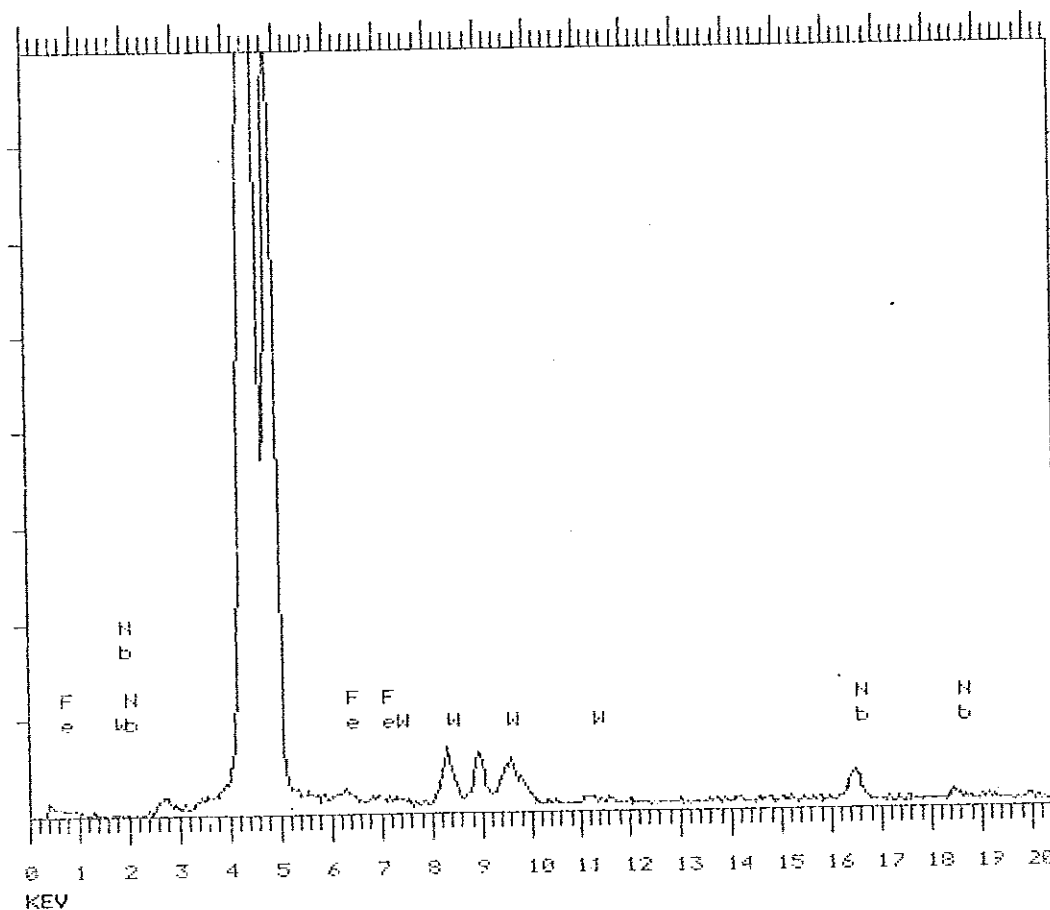
TRACOR-XRAY SPECTRAL DISPLAY

SPECTRUM : P CEI 1

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

FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 50 SEC

F.S. = 2K



ภาพประกอบ 30 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของ TiO_2 ที่
 สังเคราะห์จากส่วนสกัดหยาบของแวลูเมไนต์ที่อุณหภูมิ $400^\circ C$

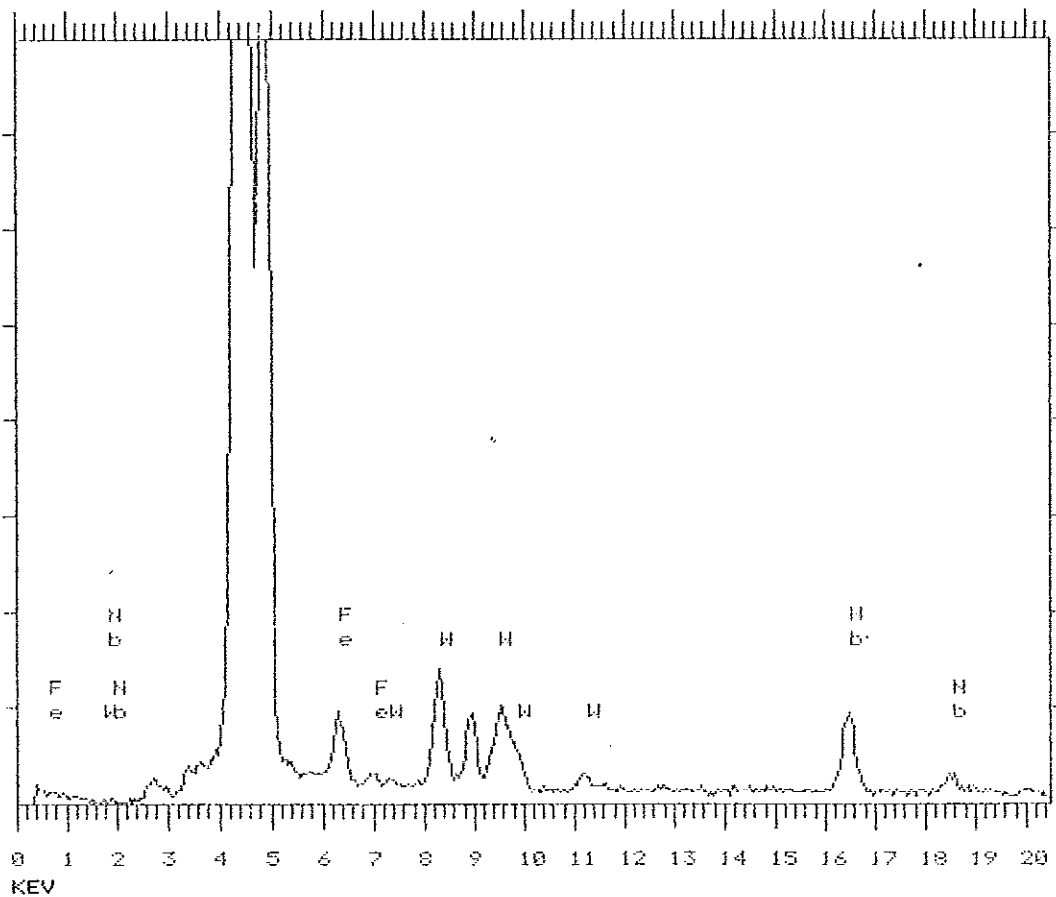
TRACOR-XRAY SPECTRAL DISPLAY

SPECTRUM : P CEI 2

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

FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 50 SEC

F.S. = 2K



ภาพประกอบ 31 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของ TiO_2 ที่
 สังเคราะห์จากส่วนสกัดหยาบของแร่โอลิเวอไรต์ที่อุณหภูมิ $500^\circ C$

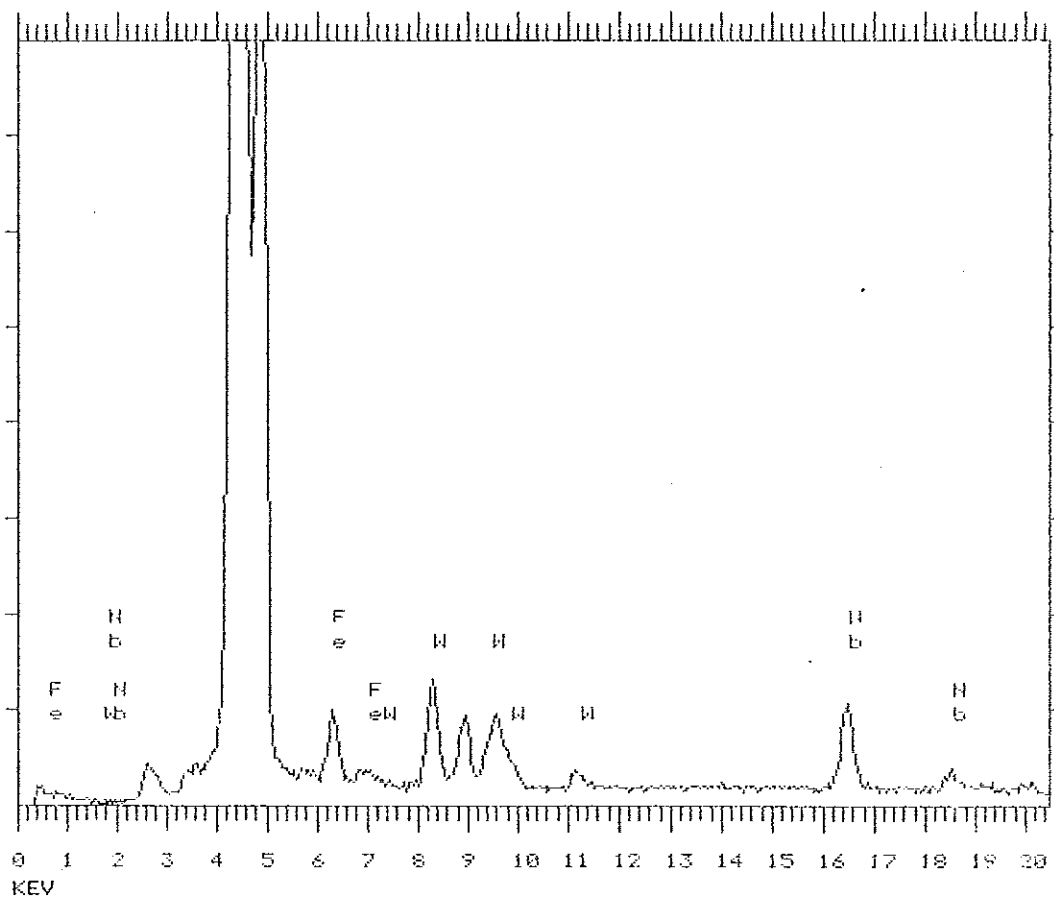
TRACOR-XRAY SPECTRAL DISPLAY

SPECTRUM : P CEI 3

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

FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 50 SEC

F.S. = 2K



ภาพประกอบ 32 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของ TiO_2 ที่
 สังเคราะห์จากส่วนผสมของแร่โอลเมนไนต์ที่อุณหภูมิ $600^\circ C$

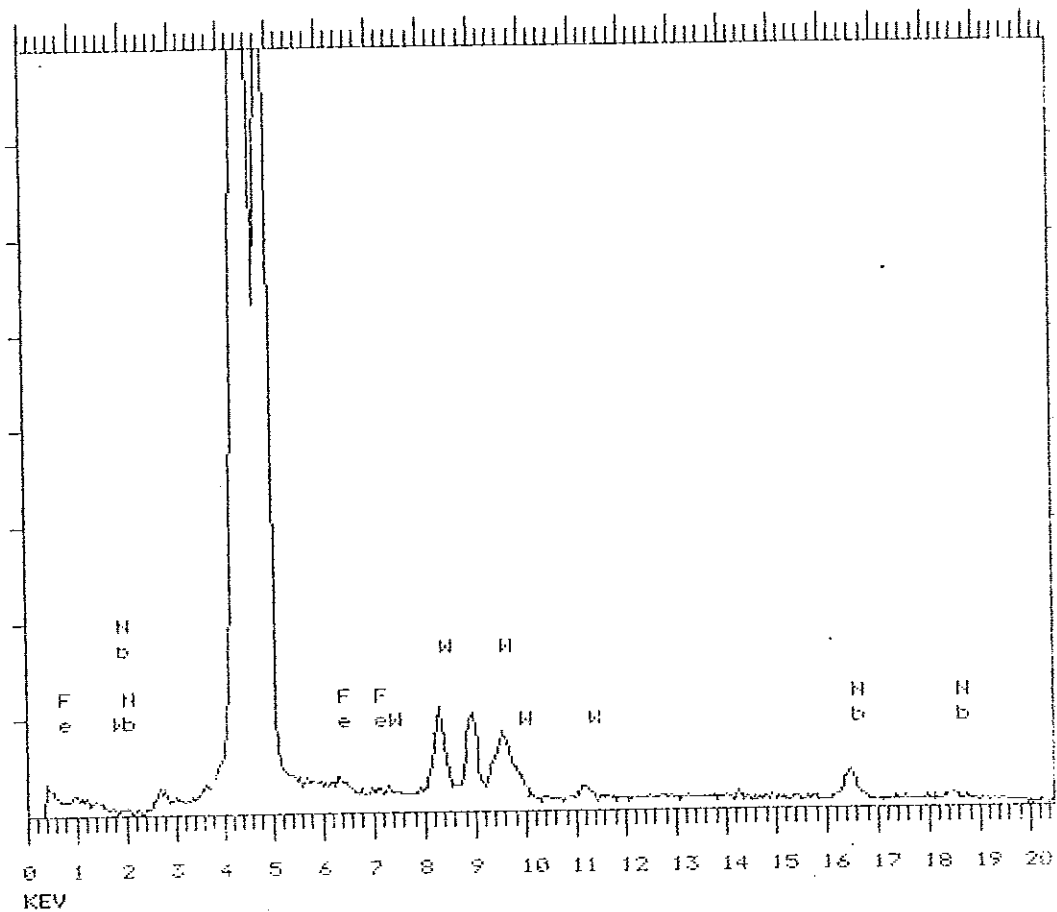
TRACOR-XRAY SPECTRAL DISPLAY

SPECTRUM : P 400

TUBE VOLTAGE : 23 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 mA
 ATMOSPHERE : AIR

FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 50 SEC

F.S. = 2K



ภาพประกอบ 33 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของ TiO_2 ที่
 สังเคราะห์จากส่วนสกัดหยาบของแร่โอลเมนไนต์ที่อุณหภูมิ $400^\circ C$
 หลังเผาที่อุณหภูมิ $900 - 950^\circ C$ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

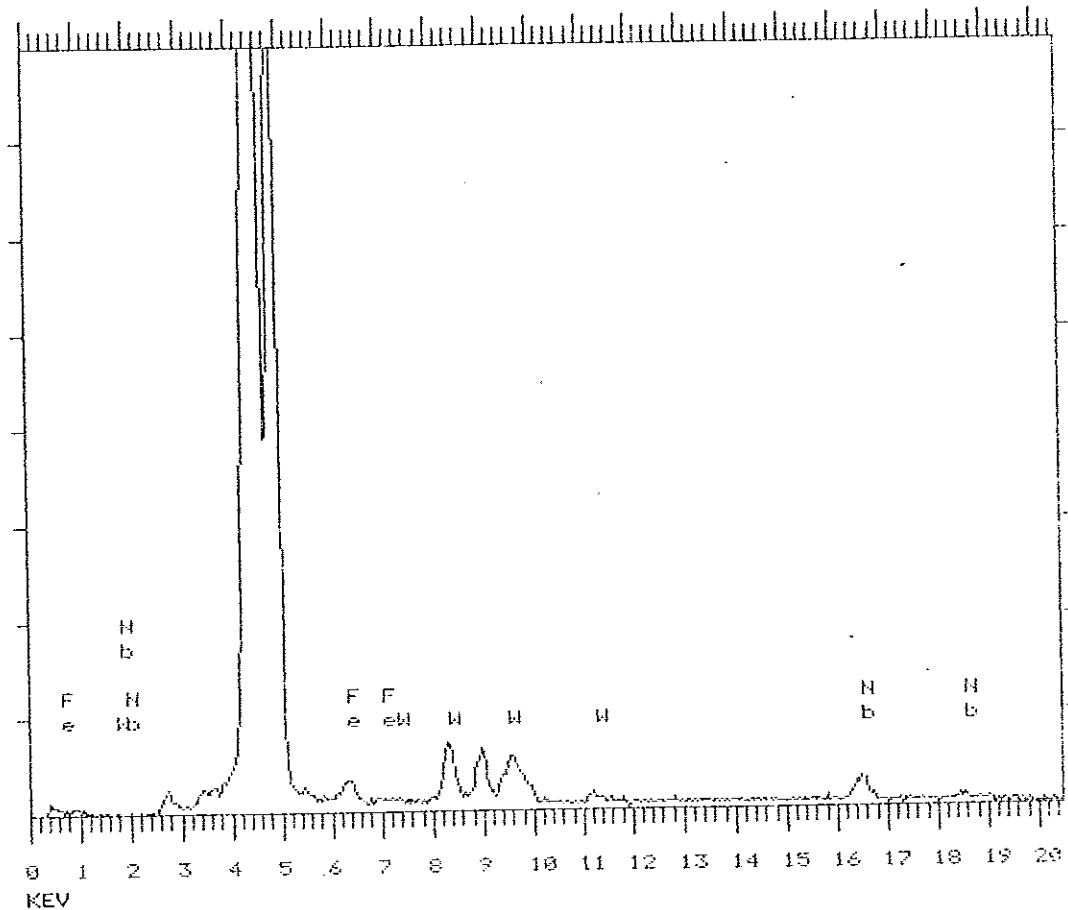
TRACOR-XRAY SPECTRAL DISPLAY

SPECTRUM : P 500

TUBE VOLTAGE : 23 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 mA
 ATMOSPHERE : AIR

FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 50 SEC

F.S. = 2K



ภาพประกอบ 34 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของ TiO_2 ที่
 สกัดได้จากส่วนสกัดเอาบของแร่โอลิเมนไต์ที่อุณหภูมิ $500^\circ C$
 หลังเผาที่อุณหภูมิ $900-950^\circ C$ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

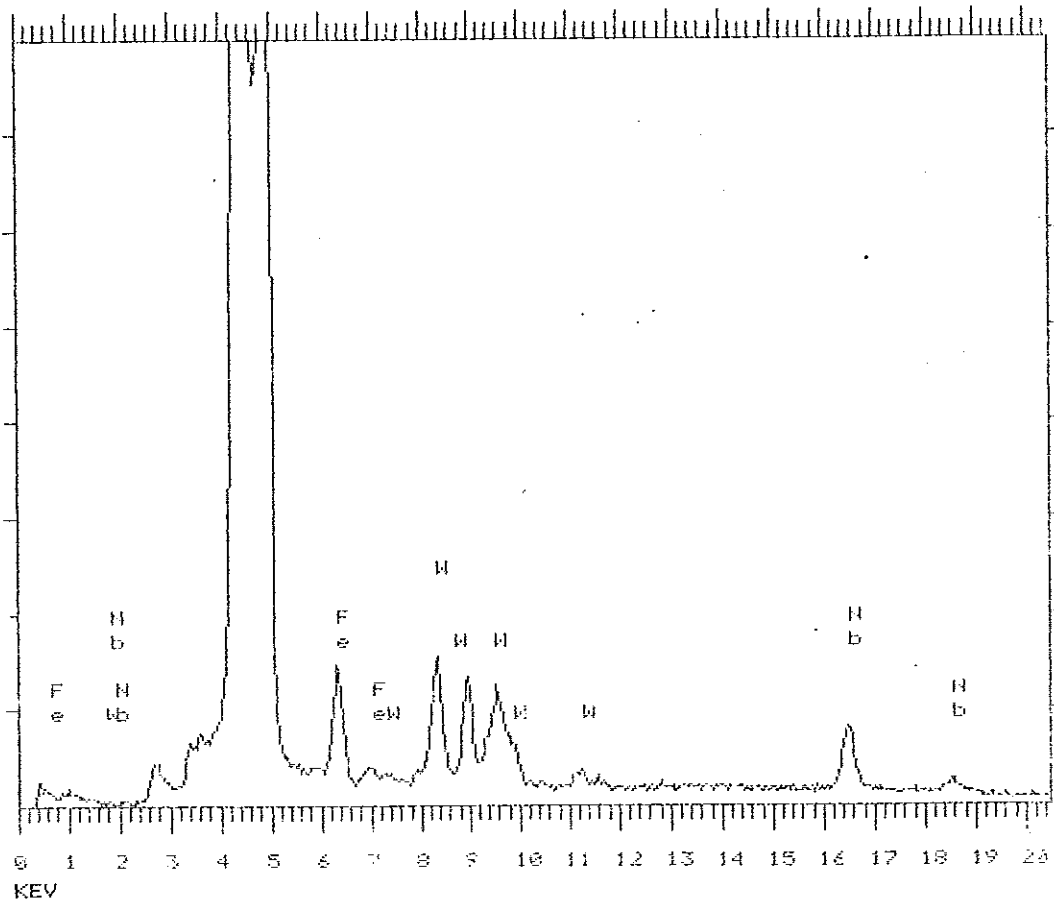
TRACOR-XRAY SPECTRAL DISPLAY

SPECTRUM : P 600

TUBE VOLTAGE : 23 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 mA
 ATMOSPHERE : AIR

FILTER USED : NO FILTER
 LIVETIME : 50 SEC

F.S. = 2K



ภาพประกอบ 35 แสดงสเปกตรัมผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของ TiO_2 ที่
 สังเคราะห์จากส่วนสกัดหยาบของแร่โอลเมนิต์ที่อุณหภูมิ $600^\circ C$
 หลังเผาที่อุณหภูมิ $900-950^\circ C$ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

ตาราง 43 แสดงผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของส่วนผสมที่เหล็และ TiO_2 ที่ได้จากกาการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิประมาณ 400, 500 และ 600 °C

| อุณหภูมิ ที่สังเคราะห์ (°C) | สารเจือปน ในส่วนผสม ที่เหล็ | สารเจือปนที่พบในผลิตภัณฑ์ | | |
|-------------------------------------|-----------------------------------|---------------------------|----------------------------------|----------------------------------|
| | | สี | ก่อนเผาที่อุณหภูมิ 900-950 °C | หลังเผาที่อุณหภูมิ 900-950 °C |
| 400 | Ca, Mn, Fe, W, Zr, Nb | เทาปนแดง | Fe, W, Nb | Fe, W, Nb |
| 500 | Ca, Mn, Fe, W, Zr, Nb | เทาปนแดง | Fe, W, Nb | Fe, W, Nb |
| 600 | Ca, Mn, Fe, W, Zr, Nb | ขาวปนเทา | Fe, W, Nb | Fe, W, Nb |

ผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จากกาการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 3 ค่า จะมีสีขาว
ออกเหลืองเล็กน้อยเป็นผงละเอียดและสีผลิตภัณฑ์ก่อน และหลังเผาที่อุณหภูมิ
900-950 °C พบว่าไม่มีความแตกต่างกัน

2.4 ผลการเตรียมเม็ดสารมาตรฐานสำหรับ Fe W Zr และ Nb

เม็ดสารมาตรฐานที่เตรียมขึ้นแข็งแรงเกาะตัวดี ไม่แตกร้าวและผิว
หน้ามีความสม่ำเสมอและเรียบพอสมควร ผลการทดลองดังแสดงในตาราง 44

ตาราง 44 แสดงความเข้มข้นของ Ti Fe และ Nb ในเม็ดสารมาตรฐาน
ชุดที่ 1

| เม็ด สาร | น้ำหนัก เม็ดสาร(g) | ร้อยละของธาตุที่เติมในเม็ดสาร (โดยน้ำหนัก) | | |
|-------------|-----------------------|--|------------------------------------|------------------------------------|
| | | TiO ₂ (%) | Fe ₂ O ₃ (%) | Nb ₂ O ₅ (%) |
| 1. | 4.0779 | 3.55(2.13) | - | - |
| 2. | 4.0475 | 3.71(2.13) | 0.37(0.26) | 0.37(0.26) |
| 3. | 4.0368 | 3.69(2.21) | 0.74(0.52) | 0.74(0.52) |
| 4. | 4.0446 | 3.70(2.22) | 1.11(0.78) | 1.11(0.78) |

ตาราง 45 แสดงความเข้มข้นของ Ti W และ Zr ในเม็ดสารมาตรฐาน
ชุดที่ 2

| เม็ด สาร | น้ำหนัก เม็ดสาร(g) | ร้อยละของธาตุที่เติมในเม็ดสารมาตรฐาน (โดยน้ำหนัก) | | |
|-------------|-----------------------|---|---------------------|----------------------|
| | | TiO ₂ (%) | WO ₃ (%) | ZrO ₂ (%) |
| 1. | 4.0779 | 3.55(2.13) | - | - |
| 2. | 4.0503 | 3.71(2.22) | 0.39(0.31) | 0.38(0.28) |
| 3. | 4.0269 | 3.72(2.23) | 0.76(0.60) | 0.74(0.55) |
| 4. | 4.0418 | 3.69(2.27) | 1.12(0.89) | 1.11(0.82) |

จากตาราง 44 และ 45 ตัวเลขในวงเล็บเป็นร้อยละของธาตุบริสุทธิ์
 ซึ่งไม่ได้อยู่ในรูปออกไซด์ เนื่องจากการปลดปล่อยรังสีเอกซ์เฉพาะเกิดจากส่วน
 ที่เป็นธาตุ ดังนั้นในการเตรียมสารมาตรฐานสำหรับการวิเคราะห์เชิงปริมาณด้วย
 รังสีเอกซ์ จะคิดร้อยละธาตุบริสุทธิ์ที่ไม่ได้อยู่ในรูปสารประกอบเท่านั้น

ตาราง 46 แสดงความเข้มของพีค Nb ในเน็ตสารมาตรฐานชุดที่ 1 DT
 อยู่ในช่วง 43-46 %

| เม็ด ผลึก | ความเข้มของพีค Nb | | | | |
|--------------|--------------------------------|--------|--------|--------|---------------|
| | จุด 4 จุดห่างกัน ท้าวม 90 องศา | | | | |
| | I_1 | I_2 | I_3 | I_4 | $I_{\bar{x}}$ |
| | (Count) | | | | |
| 1. | 5.32 | 4.20 | 3.26 | 3.40 | 4.05 |
| 2. | 200.40 | 203.90 | 189.46 | 179.46 | 193.31 |
| 3. | 360.64 | 367.20 | 374.38 | 375.08 | 369.33 |
| 4. | 547.70 | 536.10 | 550.18 | 543.04 | 544.26 |
| Blank | 0.00 | 0.00 | 0.00 | 0.00 | 0.00 |

ตาราง 47 แสดงความเข้มของพีค W ในเม็ดสารมาตรฐานชุดที่ 2 DT
อยู่ในช่วง 43-46 %

| เม็ดที่ | ความเข้มของพีค W | | | | |
|-----------|-----------------------------------|--------|---------|--------|---------------|
| | ที่จุด 4 จุดห่างกัน กำหนด 90 องศา | | | | |
| | I_1 | I_2 | I_3 | I_4 | $I_{\bar{x}}$ |
| (Count) | | | | | |
| 1. | 4.36 | 1.08 | 1.88 | 1.72 | 2.26 |
| 2. | 166.78 | 160.82 | 167.16 | 167.64 | 165.60 |
| 3. | 282.76 | 278.76 | 281.18 | 276.28 | 279.75 |
| 4. | 392.20 | 384.74 | 391.548 | 398.34 | 391.71 |
| Blank | 0.00 | 0.00 | 0.00 | 0.00 | 0.00 |

ตาราง 48 แสดงความเข้มของพีค Zr ในเม็ดสารมาตรฐานชุดที่ 2 DT
อยู่ในช่วง 43-46%

| เม็ดที่ | ความเข้มของพีค Zr | | | | |
|-----------|-----------------------------------|--------|---------|--------|---------------|
| | ที่จุด 4 จุดห่างกัน กำหนด 90 องศา | | | | |
| | I_1 | I_2 | I_3 | I_4 | $I_{\bar{x}}$ |
| (Count) | | | | | |
| 1. | 6.14 | 0.42 | 2.70 | 1.94 | 2.8 |
| 2. | 262.60 | 263.80 | 260.26 | 264.00 | 262.69 |
| 3. | 459.66 | 468.80 | 456.16 | 456.16 | 460.20 |
| 4. | 620.26 | 625.00 | 626.328 | 628.84 | 625.11 |
| Blank | 0.00 | 0.00 | 0.00 | 0.00 | 0.00 |

EDXRF ANALYSIS
TRACOR XRAY

PROCEDURE : STD. FE W ZR NB
 FILTER USED : NO FILTER
 ATMOSPHERE : AIR
 COUNT RATE RANGE : MED
 ANALYSIS METHOD : LINEAR

TUBE VOLTAGE : 23 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 MA
 LIVETIME : 50 SEC
 PRESET COUNT : 0 K

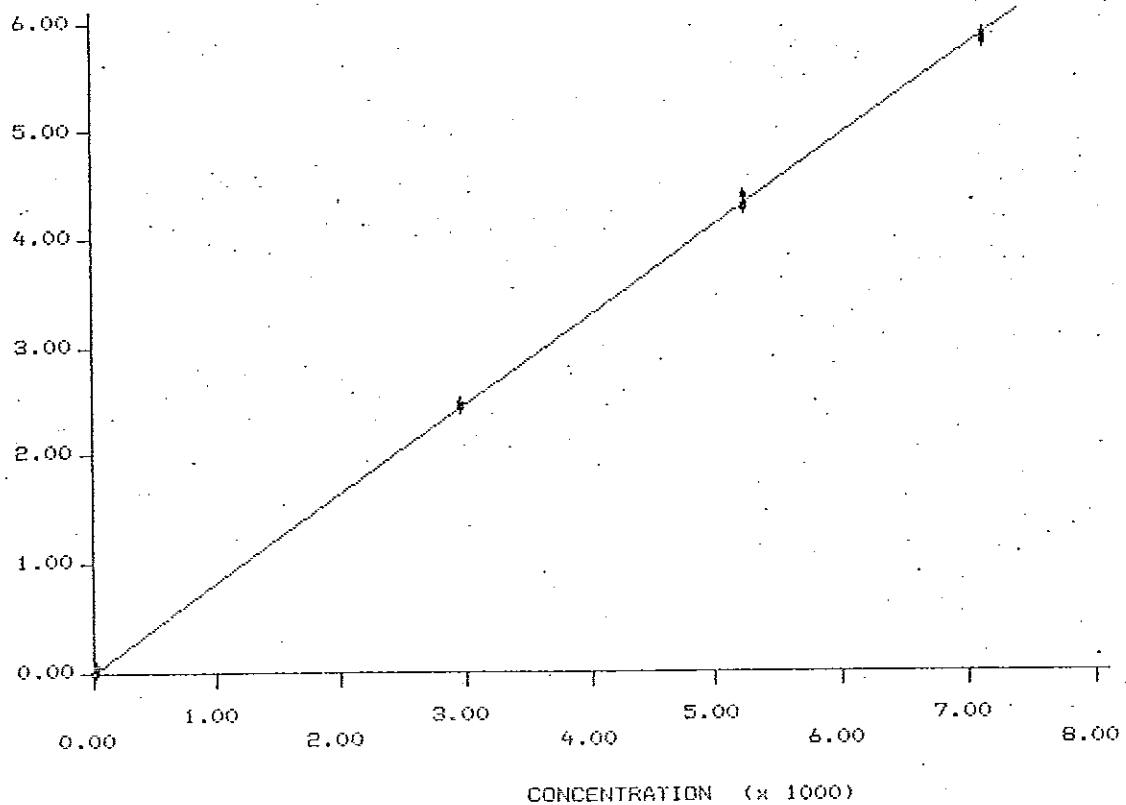
TIME : 10:37 pm

DATE : 1/4/80

INTENSITY FILE NO. : 320
 STANDARD FILE NO. : 320

INTENSITY VS CONCENTRATION
 ELEMENT : ZR

INTENSITY (x 100)



ภาพประกอบ 36 แสดงกราฟมาตรฐานของ Zr ที่คำนวณโดยโปรแกรม

EDXRF version 1.31

EDXRF ANALYSIS
TRACOR XRAY

PROCEDURE : STD. FE W ZR NB
 FILTER USED : NO FILTER
 ATMOSPHERE : AIR
 COUNT RATE RANGE : MED
 ANALYSIS METHOD : LINEAR

TUBE VOLTAGE : 23 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 MA
 LIVETIME : 50 SEC
 PRESET COUNT : 0 K

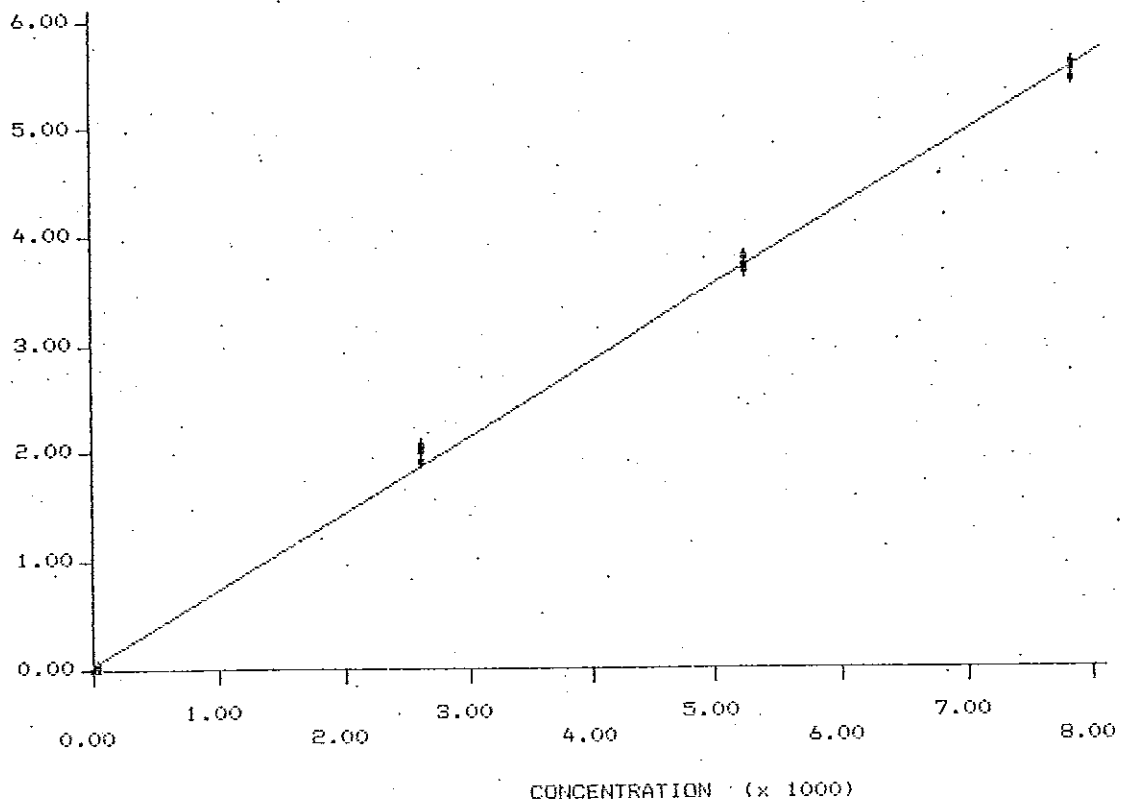
TIME : 3:29 pm

DATE : 1/4/80

INTENSITY FILE NO. : 300
 STANDARD FILE NO. : 300

INTENSITY VS CONCENTRATION
 ELEMENT : NB

INTENSITY (x 100)



ภาพประกอบ 37 แสดงกราฟมาตรฐานของ Nb ที่คำนวณโดยโปรแกรม

EDXRF version 1.31

EDXRF ANALYSIS
TRACOR XRAY

PROCEDURE : STD. FE W ZR NB
 FILTER USED : NO FILTER
 ATMOSPHERE : AIR
 COUNT RATE RANGE : MED
 ANALYSIS METHOD : LINEAR

TUBE VOLTAGE : 23 KV
 TUBE CURRENT : 0.01 MA
 LIVETIME : 50 SEC
 PRESET COUNT : 0 K

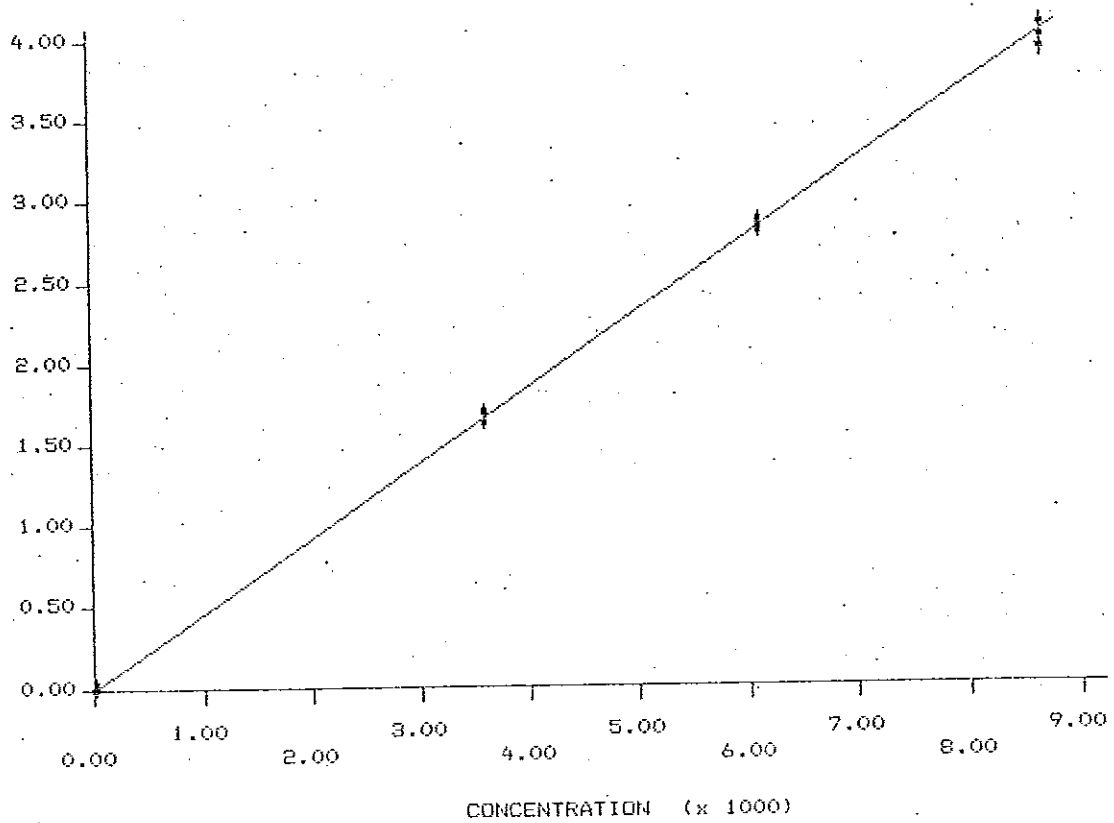
TIME : 11:24 pm

DATE : 1/4/80

INTENSITY FILE NO. : 320
 STANDARD FILE NO. : 320

INTENSITY VS CONCENTRATION
 ELEMENT : W

INTENSITY (x 100)



ภาพประกอบ 38 แสดงกราฟมาตรฐานของ W ที่คำนวณโดยโปรแกรม

EDXRF version 1.31

2.5 ผลการเตรียมเม็ดสารตัวอย่างของส่วนสกัดหยาบของแร่โอลิเมไนต์ และ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 400, 500, และ 600 °C

เม็ดสารตัวอย่างของ TiO_2 ที่สังเคราะห์ที่ส่วนสกัดหยาบของแร่โอลิเมไนต์ ทำให้เป็นแผ่นกลม ขนาดหนาที่สุดมีความหนา 4.40 mm และเจือจางด้วยแป้งลงจากเดิมเหลือประมาณ 10-15% ผลการทดลองดังแสดงในตารางต่อไปนี้

ตาราง 49 แสดงน้ำหนักแป้ง TiO_2 น้ำหนักเม็ดสารตัวอย่างและความเข้มข้นของ TiO_2 ในเม็ดสารตัวอย่างที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 400 °C

| เม็ดสาร ตัวอย่าง | นน. แป้ง (g) | นน. TiO_2 (g) | นน. รวม (g) | น้ำหนักเม็ดสาร ตัวอย่าง (g) | ความเข้มข้นของ TiO_2 (%) |
|---------------------|-------------------|----------------------|------------------|----------------------------------|---------------------------------|
| 1. | 5.0737 | 0.5798 | 5.6535 | 4.0142 | 10.26 |
| 2. | 5.0865 | 0.7636 | 5.8501 | 4.0768 | 13.06 |
| 3. | 5.0315 | 0.8121 | 5.8436 | 4.0761 | 13.90 |
| 4. | 5.0718 | 0.8009 | 5.8727 | 4.1135 | 13.64 |
| 5. | 5.0779 | 0.7828 | 5.8607 | 4.0592 | 13.36 |
| 6* | 5.0881 | 1.0133 | 5.1014 | 4.0348 | 16.61 |

* ตัวอย่างของส่วนสกัดหยาบของแร่โอลิเมไนต์ เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณ Fe Zr Nb และ W ที่เป็นสารเจือปน

ตาราง 50 แสดงน้ำหนักแห้ง TiO_2 น้ำหนักเม็ดสารตัวอย่างและความเข้มข้น
ของ TiO_2 ในเม็ดสารตัวอย่าง ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ
500 °C

| เม็ดสาร ตัวอย่าง | นน.แห้ง (g) | นน. TiO_2 (g) | นน.รวม (g) | น้ำหนักเม็ดสาร ตัวอย่าง (g) | ความเข้มข้นของ TiO_2 (%) |
|---------------------|------------------|----------------------|-----------------|----------------------------------|---------------------------------|
| 1. | 5.0478 | 0.9145 | 5.9623 | 4.0282 | 15.34 |
| 2. | 5.0309 | 0.8057 | 5.8366 | 4.0763 | 13.81 |
| 3. | 5.0308 | 0.8170 | 5.8478 | 4.0706 | 13.97 |
| 4. | 5.0820 | 0.7519 | 5.8339 | 4.0521 | 12.89 |
| 5. | 5.0909 | 0.8186 | 5.9095 | 4.1023 | 13.84 |

ตาราง 51 แสดงน้ำหนักแห้ง TiO_2 น้ำหนักเม็ดสารตัวอย่างและความเข้มข้น
ของ TiO_2 ในเม็ดสารตัวอย่าง ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ
600 °C

| เม็ดสาร ตัวอย่าง | นน.แห้ง (g) | นน. TiO_2 (g) | นน.รวม (g) | น้ำหนักเม็ดสาร ตัวอย่าง (g) | ความเข้มข้นของ TiO_2 (%) |
|---------------------|------------------|----------------------|-----------------|----------------------------------|---------------------------------|
| 1. | 5.0578 | 0.8976 | 5.9554 | 4.0722 | 15.07 |
| 2. | 5.0947 | 0.8430 | 5.9377 | 4.0580 | 14.20 |
| 3. | 5.0470 | 0.8482 | 5.8952 | 4.0060 | 14.39 |
| 4. | 5.0177 | 0.9048 | 5.9225 | 4.1251 | 15.28 |
| 5. | 5.0265 | 0.9178 | 5.9443 | 4.0315 | 15.44 |

2.6 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณ Fe Zr Nb และ W ในส่วนสกัดหยาบของแร่โอลเมนไนด์ และใน TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์จากส่วนสกัดหยาบของแร่โอลเมนไนด์ ที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 °C

ตาราง 52 แสดงความเข้มข้นของ Fe W Zr และ Nb ในส่วนสกัดหยาบของแร่โอลเมนไนด์ที่นำมาใช้ในการทดลอง

| ธาตุที่เป็นสารเจือปน | ความเข้มข้น* (ppm) | ขีดจำกัดขั้นต่ำของการตรวจวัด** (ppm) |
|----------------------|-----------------------|---|
| Fe | 4141 | 25 |
| Zr | 1037 | 50 |
| Nb | 5193 | 71 |
| W | 16583 | 99 |

* ตัวอย่างการคำนวณได้แสดงไว้ในภาคผนวก ก. หน้า 151

** ตัวอย่างการคำนวณได้แสดงไว้ในภาคผนวก ก. หน้า 151

ตาราง 53 แสดงความเข้มข้นของ Fe W และ Nb ใน TiO_2 ที่ได้จาก การสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ $400\text{ }^{\circ}C$

| ครั้งที่ | นน. ผลิตภัณฑ์ (g) | ร้อยละผลิตภัณฑ์ (%) | ความเข้มข้นของธาตุที่เป็นสารเจือปน (ppm) | | |
|-----------|-------------------|---------------------|--|-----|------|
| | | | Fe | Nb | W |
| 1. | 0.5798 | 38.15 | 893 | 753 | 1610 |
| 2. | 0.7636 | 49.78 | 718 | 690 | 1689 |
| 3. | 0.8121 | 59.11 | 619 | 653 | 1659 |
| 4. | 0.8009 | 52.81 | 665 | 603 | 1620 |
| 5. | 0.7828 | 51.18 | 726 | 672 | 1661 |
| \bar{X} | 0.7899 | 50.21 | 724 | 674 | 1648 |
| \pm SD. | 0.0213 | 7.62 | 104 | 55 | 33 |

จากตาราง 53 จะเห็นว่าความเข้มข้นของ Fe Nb และ W ซึ่งเป็นสารเจือปนในผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์จากส่วนสกัดหยานที่อุณหภูมิ $400\text{ }^{\circ}C$ จำนวน 5 ครั้ง ได้ค่าเฉลี่ยเป็น 724 674 และ 1648 ppm ตามลำดับ

ตาราง 54 แสดงความเข้มข้นของ Fe W และ Nb ใน TiO_2 ที่ได้จากการ
สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 500 °C

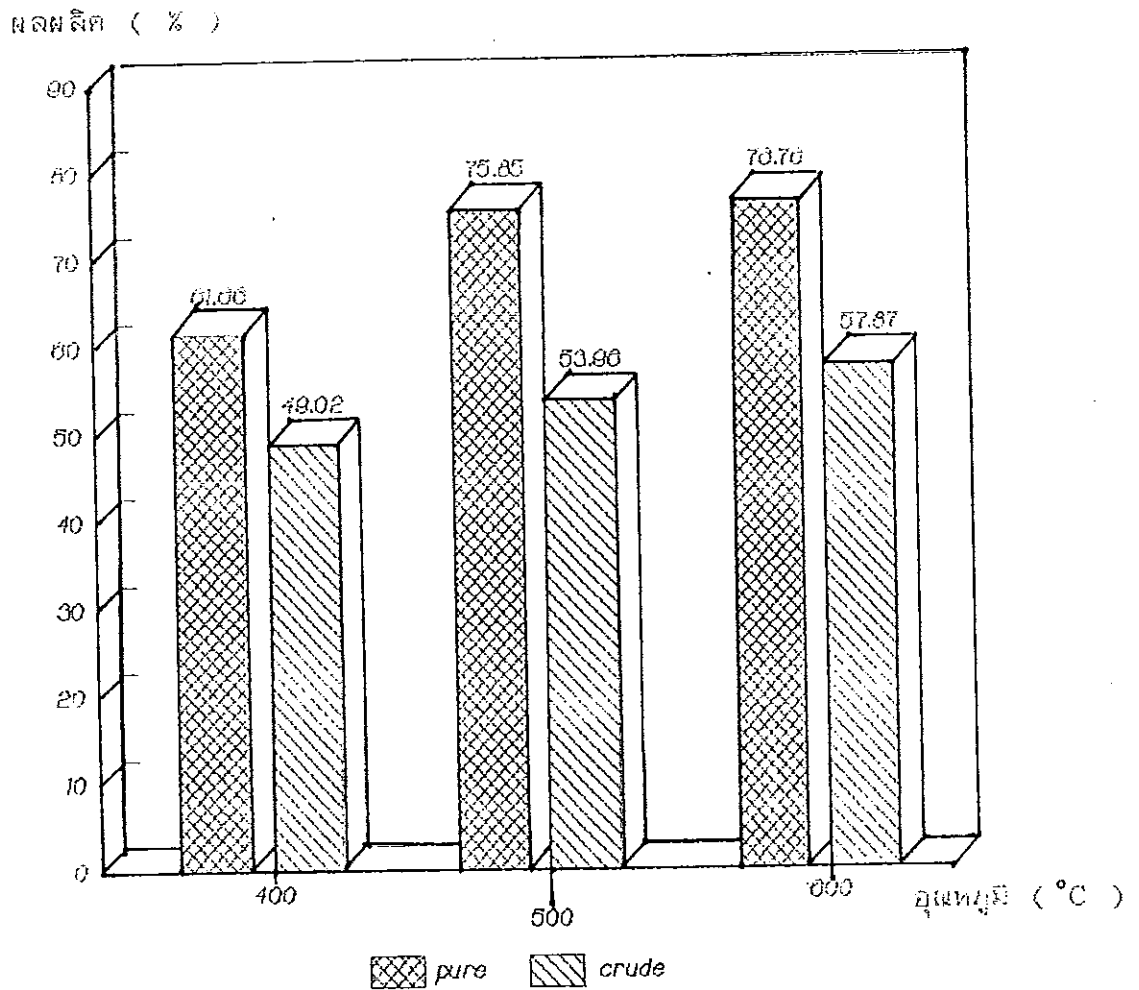
| ครั้งที่ | เน. ผลิตภัณฑ์ (g) | ร้อยละผลิตภัณฑ์ (%) | ความเข้มข้นของธาตุที่เป็นสารเจือปน (ppm) | | |
|-----------|------------------------|--------------------------|--|------|-------|
| | | | Fe | Nb | W |
| 1. | 0.9145 | 59.90 | 1654 | 3501 | 10979 |
| 2. | 0.8057 | 53.28 | 1883 | 3967 | 12503 |
| 3. | 0.8170 | 53.92 | 1537 | 3175 | 10962 |
| 4. | 0.7519 | 49.31 | 1604 | 4117 | 13311 |
| 5. | 0.8186 | 53.41 | 1655 | 3778 | 10298 |
| \bar{X} | 0.8215 | 53.96 | 1666 | 3708 | 11611 |
| + SD. | 0.0588 | 3.80 | 131 | 376 | 1248 |

จากตาราง 54 จะเห็นว่าความเข้มข้นของ Fe Nb และ W ซึ่งเป็น
สารเจือปนในผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์จากส่วนสัณฐานที่อุณหภูมิ 500 °C
จำนวน 5 ครั้ง ได้ค่าเฉลี่ยเป็น 1666 3708 และ 11611 ppm ตามลำดับ

ตาราง 55 แสดงความเข้มข้นของ Fe W และ Nb ใน TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ $600\text{ }^{\circ}C$

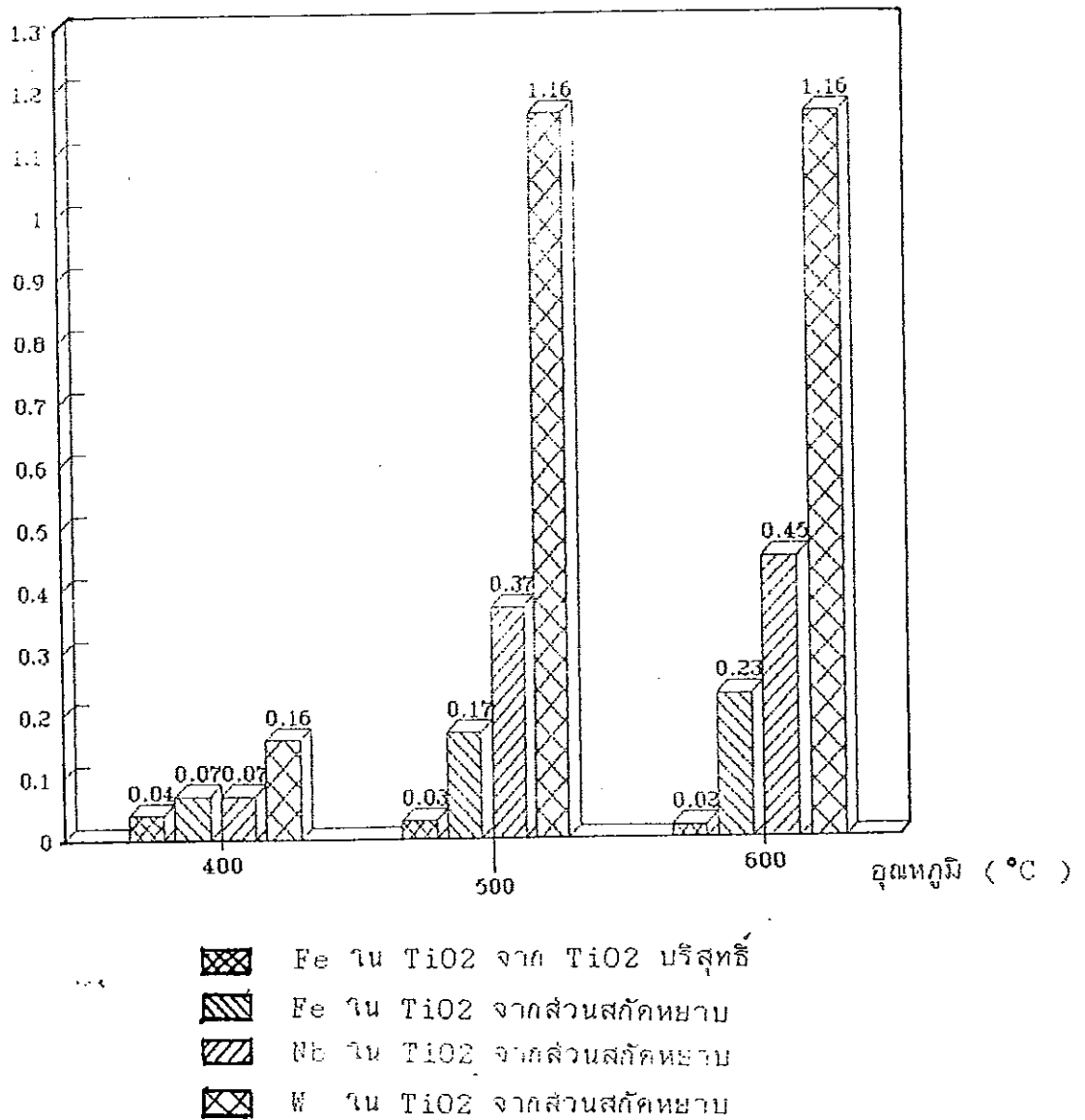
| ครั้งที่ | น.ผลิตภัณฑ์ (g) | ร้อยละผลิตภัณฑ์ (%) | ความเข้มข้นของธาตุที่เป็นสารเจือปน (ppm) | | |
|-----------|-------------------|-----------------------|--|------|-------|
| | | | Fe | Nb | W |
| 1. | 0.8976 | 58.56 | 2955 | 5000 | 13381 |
| 2. | 0.8436 | 55.78 | 3159 | 4527 | 10915 |
| 3. | 0.8482 | 55.77 | 3199 | 4793 | 11794 |
| 4. | 0.9087 | 58.74 | 2444 | 4276 | 10710 |
| 5. | 0.9187 | 60.51 | 2578 | 3908 | 11409 |
| \bar{X} | 0.8825 | 57.87 | 2867 | 4501 | 11642 |
| \pm SD. | 0.0345 | 2.06 | 341 | 429 | 1061 |

จากตาราง 55 จะเห็นว่าความเข้มข้นของ Fe Nb และ W ซึ่งเป็นสารเจือปนในผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์จากส่วนสัณฐานที่อุณหภูมิ $600\text{ }^{\circ}C$ จำนวน 5 ครั้ง ได้ค่าเฉลี่ย 2867 4501 และ 11642 ppm ตามลำดับ



ภาพประกอบ 39 แสดงกราฟแท่งเปรียบเทียบร้อยละ TiO_2 ที่สังเคราะห์จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ และจากส่วนสกัดหยาบของแร่โอลเมนไนต์ที่อุณหภูมิต่างๆ

ความเข้มข้นของสารเจือปน (%)



ภาพประกอบ 40 แสดงกราฟแท่งเปรียบเทียบความเข้มข้นของธาตุที่เป็นสารเจือปนต่างๆใน TiO₂ ที่สังเคราะห์จากผง TiO₂ บริสุทธิ์ และจากส่วนสกัดหยาบของแร่ลิลเมนไนต์ที่อุณหภูมิต่างๆ

วิจารณ์และสรุป

การสังเคราะห์สารประกอบ TiO_2 ด้วยวิธีคลอรีเนชันจำเป็นต้องดำเนินการทดลองที่อุณหภูมิสูง ๆ เพื่อให้ Ti ในส่วนผสมตั้งต้น สามารถทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีนได้อย่างสมบูรณ์และทั่วถึง นอกจากการควบคุมอุณหภูมิแล้วสารตัวชี้ที่ใช้ผสมกับสารตั้งต้นก็มีความสำคัญ จะต้องใช้สารตัวชี้ที่เหมาะสมกับลักษณะของปฏิกิริยา การควบคุมอัตราการไหลของก๊าซคลอรีนให้พอเหมาะไม่เร็วและช้าเกินไป ภายในขอบเขตของการออกแบบอุปกรณ์แล้วแล้วแต่จะทำให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีความบริสุทธิ์ปราศจากธาตุที่เป็นสารเจือปนและได้ปริมาณมากพอ

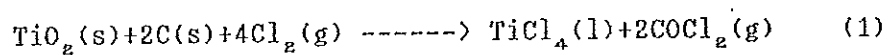
1. ก๊าซคลอรีนสำหรับระบบการทดลอง

ก๊าซคลอรีนที่เตรียมขึ้นโดยวิธีธรรมดาทั่วไป ใช้ MnO_2 ทำปฏิกิริยากับกรด HCl เข้มข้นจัดการจัดชุดอุปกรณ์ในภาพประกอบ 8 การควบคุมอัตราการไหลของก๊าซคลอรีนระหว่างการทดลองจำเป็นมาก จะต้องติดตามอย่างใกล้ชิด เพื่อให้ได้อัตราการไหลที่เหมาะสม การอุ่น MnO_2 ที่อุณหภูมิประมาณ $60^\circ C$ ก่อนที่จะค่อย ๆ หยดกรด HCl เข้มข้น พบว่านอกจากจะเป็นการประหยัด MnO_2 และกรด HCl แล้ว ยังทำให้ปฏิกิริยาการเกิดก๊าซคลอรีนเกิดได้อย่างสมบูรณ์และยังสามารถควบคุมอัตราการไหลของก๊าซได้สะดวกอีกด้วย การหยดกรด HCl ลงใน MnO_2 จนมีปริมาณกรด HCl มากก่อน แล้วทำการอุ่นสารละลายที่หลังไม่ควรทำเป็นอย่างยิ่ง เนื่องจากก๊าซคลอรีนจะเกิดในปริมาณมากและรวดเร็วไม่สามารถควบคุมได้ อัตราการไหลของก๊าซคลอรีนที่ช้าเกินไป จะส่งผลต่อเวลาในการทดลองซึ่งจะต้องให้มากเพื่อให้ส่วนผสมตั้งต้น ทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีนจะสิ้นสุดปฏิกิริยา (ไม่เห็นละอองขาวของ TiO_2 ออกจากหลอดแก้วควอร์ตซ์) การใช้เวลานานสำหรับปฏิกิริยาที่อุณหภูมิสูง จากการสังเกตระหว่างการทดลองพบว่าไม่เป็นผลดีกับชุดอุปกรณ์ที่ได้เตรียมขึ้น โดยเฉพาะจุกคลอรีน (ให้อุณหภูมิ)

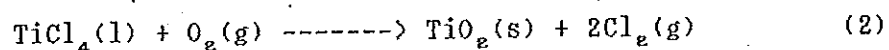
ทั่วไปหรือจุดพลาสติกที่มีส่วนผสมของยางไม่ได้ เนื่องจากจุดที่มีส่วนผสมของยาง จะทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีน) ที่ใช้เป็นข้อต่อระหว่างหลอดแก้วควอร์ตซ์กับหลอด แก้วนำก๊าซคลอรีนจะไหม้เกรียมก่อนสิ้นสุดปฏิกิริยา การปรับอัตราการไหลของ ก๊าซคลอรีนให้เร็วกว่านี้จะไม่เกิดผลดี เนื่องจากสารเจือปนต่าง ๆ ในส่วนผสม ตั้งแต่จะถูกพัดพาโดยก๊าซคลอรีนไปพร้อมกับละอองขาวของ TiO_2 มีผลให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีสารเจือปนมากขึ้น นอกจากนี้จะทำให้ก๊าซคลอรีนที่มากเกินไปไหลเข้าสู่ ผนวดยังเกิดผลิตภัณฑ์และออกมาในระบบมาก ซึ่งมีผลต่อสุขภาพของผู้ทดลองและ บุคคลข้างเคียงมาก จากรายงานของ Jolly, W.L. (1970 : 543-546) ระบุว่าอัตราการไหลของก๊าซคลอรีนที่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์ $TiCl_4$ อยู่ในช่วง 3-4 ฟองต่อวินาทีโดยนับจากช่องก๊าซคลอรีนที่เกิดขึ้นในขวด druchsel ที่บรรจุกรด H_2SO_4 ขวดสุดท้ายก่อนเข้าทำปฏิกิริยา ซึ่งในการทดลองครั้งนี้ได้ ใช้อัตราการไหลของก๊าซคลอรีนข้างต้นเป็นแนวทางปฏิบัติเนื่องจากการจัดอุปกรณ์ สำหรับการทดลองคล้าย ๆ กัน และทำให้ผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่เกิดขึ้นมีมากพอสมควร

2. การสังเคราะห์ TiO_2

การใช้ผงคาร์บอนกัมมันต์เป็นสารรีดิวซ์ผสมกับสารตั้งต้น (ส่วนสีกัดหยาบ หรือ TiO_2 บริสุทธิ์) ในสัดส่วนประมาณ 1 ต่อ 3 โดยน้ำหนักตามลำดับ นับเป็น อัตราส่วนที่เหมาะสม เมื่อผ่านก๊าซคลอรีนเข้าไปในหลอดแก้วควอร์ตซ์ที่มีอุณหภูมิ สูงก็จะเกิดปฏิกิริยาดังต่อไปนี้ (Jolly , W.L , 1970 : 463)



$TiCl_4$ ที่เกิดขึ้นตามสมการ (1) จะทำปฏิกิริยากับน้ำหรืออากาศใน หลอดแก้วควอร์ตซ์อย่างรวดเร็วและให้ TiO_2 ดังปฏิกิริยาต่อไปนี้ (Considine, D.H. , 1974 : 1102)



จากการทดลองพบว่า ปฏิกิริยา (2) จะเริ่มเห็นและองศาของ TiO_2 ออกจากหลอดแก้วควอร์ตซ์ที่อุณหภูมิประมาณ $260^\circ C$ แต่มีปริมาณน้อยมากไม่สามารถที่จะเก็บและรวบรวมผลิตภัณฑ์ได้ จากการรายงานของ West, R.C. (1969 : 13-54) โทเทเนียมจะรวมกับก๊าซออกซิเจนที่อุณหภูมิสูงๆ และจะเกิดปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีนที่อุณหภูมิประมาณ $500^\circ C$ ในการทดลองครั้งนี้นำปฏิกิริยา (1) และ (2) อาจถือได้ว่าจะเกิดเกือบจะพร้อม ๆ กันในระบบที่ได้ออกแบบนี้ เนื่องจากเมื่อเกิดปฏิกิริยา (1) ระบบการทดลองยังมีน้ำและอากาศช่วยออกซิไดซ์ $TiCl_4$ ให้เป็น TiO_2 ได้ทันทีและจะเห็นเป็นและองศาของ TiO_2 ที่อุณหภูมิ $400^\circ C$ เป็นอุณหภูมิที่ต่ำที่สุดได้ผลิตภัณฑ์ TiO_2 มากพอที่จะเก็บและรวบรวมได้ ที่อุณหภูมิต่ำกว่าปฏิกิริยาเกิดช้ามากและได้ผลิตภัณฑ์ TiO_2 น้อย ซึ่งจะมีผลต่อชุดอุปกรณ์การทดลองถึงได้กล่าวมาแล้วข้างต้น

ได้พยายามกำจัด Fe เพื่อให้มีผลต่อปฏิกิริยาการสังเคราะห์ TiO_2 ที่น้อยที่สุด โดยเฉพาะการลดปริมาณ Fe ในผงคาร์บอนกัมมันต์ เช่น การแยก Fe ออกจากผงคาร์บอนกัมมันต์โดยใช้ตัวทำละลายกรด HCl หลังจากผ่านการออกซิไดซ์ Fe โดยใช้ H_2O_2 ใน NH_3 แต่ก็ไม่สามารถกระทำได้อีกเนื่องจากผงคาร์บอนกัมมันต์ผ่านวิธีการนี้ เมื่อนำไปผสมกับสารตั้งต้น (ส่วนสัทธิดยาหรือ TiO_2 บริสุทธิ์) และทำการสังเคราะห์ TiO_2 ตามวิธีการที่กล่าวมาแล้ว เมื่อผ่านก๊าซคลอรีน อุณหภูมิที่ทดลองแล้วจะไม่ให้ผลิตภัณฑ์ TiO_2 ออกมาเหมือนกับใช้ผงคาร์บอนทั่วไปแต่อย่างใด นอกจากนี้ยังได้ใช้วิธีการกำจัดสิ่งเจือปนและความชื้นในส่วนผสมตั้งต้นด้วยการเผาที่อุณหภูมิประมาณ $500^\circ C$ และผ่านก๊าซไนโตรเจนเข้าไปในหลอดแก้วควอร์ตซ์ที่มีส่วนผสมตั้งต้นกำลังร้อนแดงอยู่ ก่อนที่จะผ่านก๊าซคลอรีนเข้าไปตามวิธีการของ Jolly, W.L. (1970 : 454) ก็ยังมีข้อจำกัดเช่นกัน ซึ่งพบว่าผลิตภัณฑ์ $TiCl_4$ ที่เกิดขึ้นก็มีปริมาณน้อย เมื่อเปรียบเทียบกับคาร์บอนปล่อยให้ $TiCl_4$ เกิดปฏิกิริยาจนได้ ผลิตภัณฑ์ TiO_2 ในขั้นสุดท้าย จากการสังเกตสีของส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาจากการสังเคราะห์ TiO_2 จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ พบว่าที่อุณหภูมิ $400^\circ C$ สีของส่วนผสมที่เหลือมีสีเทาคล้ายกับสีของส่วนผสมก่อนทำปฏิกิริยา ส่วนที่อุณหภูมิ 500, 600 และ

700 °C สี่ของส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาจะคล้ายกันมาก คือขาวออกเทา ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพโดยเครื่อง EDXPF ดังภาพประกอบ 14 - 17 ซึ่งพบว่ามีธาตุที่เป็นสารเจือปนเหมือน ๆ กันคือเป็นธาตุที่เป็นสารเจือปนในผงคาร์บอนกัมมันต์และผง TiO_2 บริสุทธิ์ เนื่องจากธาตุที่เป็นสารเจือปนโดยเฉพาะ Fe มีปริมาณน้อย ซึ่งจะทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีนเกิดเป็นสารประกอบคลอไรด์ของ Fe ไปรวมกับผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่เกิดขึ้นในปริมาณที่ค่อนข้างจำกัด ทำให้ผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิสูงมีความเข้มมันของ Fe ต่ำลงดังผลการทดลองที่ปรากฏข้างต้น

ส่วนผสมของส่วนสกัดหยาบของคาร์บอนไมเคิล และผงคาร์บอนกัมมันต์ที่เหลือจากปฏิกิริยาพบว่าที่อุณหภูมิ 400 และ 500 °C จะมีสีเทาปนแดงคล้ายกับสีเงินอย่างเห็นได้ชัด โดยเฉพาะส่วนที่เหลือจากปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 500 °C ซึ่งแสดงถึงปริมาณ Fe และธาตุอื่นที่เป็นสารเจือปนหลงเหลืออยู่มาก แสดงว่าธาตุที่เป็นสารเจือปนเหล่านี้จะทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีนไปรวมกับผลิตภัณฑ์ TiO_2 ได้น้อยกว่า แต่ส่วนผสมที่เหลือจากปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 600 °C จะมีสีขาวปนเทา แสดงให้เห็นว่าธาตุต่าง ๆ ที่เป็นสารเจือปนจะทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีนไปรวมอยู่กับผลิตภัณฑ์ TiO_2 ได้มากนั่นเอง ซึ่งก็สอดคล้องกับผลการวิเคราะห์หาปริมาณธาตุที่เป็นสารเจือปนในผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่อุณหภูมิสูง ๆ มันจะมีธาตุที่เป็นสารเจือปนมากขึ้น

ผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์แต่ละครั้ง เมื่อเผาในอากาศที่ช่วงอุณหภูมิ 900 - 950 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง พบว่าน้ำหนักจะหายไปโดยเฉลี่ยประมาณ 20 % ของน้ำหนักเดิม ผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ผ่านการเผาขึ้นจะมีโครงสร้างเป็นแบบอะนาเทส ดังภาพประกอบ 45 ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผลิตภัณฑ์ TiO_2 ทั้งก่อนและหลังเผาที่อุณหภูมิ 900-950 °C แสดงให้เห็นว่าธาตุที่เป็นสารเจือปนต่างๆ ยังคงปรากฏให้เห็นอยู่เหมือน ๆ กันดังภาพประกอบ 30 - 35 นอกจากนี้ยังพบว่าเวลาในการเกิดปฏิกิริยา โดยเฉลี่ยก็จะลดลงเล็กน้อย เมื่อทำการทดลองที่อุณหภูมิสูงขึ้น

3. ผลึกภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์จากผง TiO_2 บริสุทธิ์

ผลึกภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 400, 500, 600 และ 700 °C ดังผลการทดลองในตาราง 23 - 26 มีลักษณะเนื้อสารและสีไม่แตกต่างกันกล่าวคือ เนื้อสารเป็นผงละเอียดบางส่วนเป็นเม็ดขาวมีสีขาว ปริมาณผลึกภัณฑ์ TiO_2 โดยเฉลี่ยที่อุณหภูมิข้างต้นคิดเป็น 60.66 75.83 76.73 และ 82.64 % โดยน้ำหนักตามลำดับเทียบกับ TiO_2 ตั้งต้น ในขณะที่ผลึกภัณฑ์ TiO_2 ก่อนเผาที่อุณหภูมิ 900-950 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง คิดเป็น 78.56 90.50 91.40 และ 92.83 % โดยน้ำหนักตามลำดับ ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพของผลึกภัณฑ์ TiO_2 ทั้งก่อนและหลังเผาที่อุณหภูมิ 900-950 °C พบว่า ยังคงปรากฏผลของธาตุที่เป็นสารเจือปนอยู่คือ Fe เหมือน ๆ กัน ดังภาพประกอบ 18 - 25

ผลการวิเคราะห์ความบริสุทธิ์ของผลึกภัณฑ์ TiO_2 ดังแสดงในตาราง 35 - 38 จะเห็นว่าที่อุณหภูมิ 400, 500, 600 และ 700 °C ผลึกภัณฑ์ที่ได้ประกอบด้วย TiO_2 ถึง 99.95 99.97 99.98 และ 99.98 % โดยน้ำหนักตามลำดับ ที่อุณหภูมิสูง ๆ แยกจากจะให้ผลึกภัณฑ์ TiO_2 ในปริมาณมากแล้ว ยังมีความบริสุทธิ์สูงอีกด้วย เป็นไปได้ว่าส่วนผสมตั้งต้นมีธาตุที่เป็นสารเจือปนปริมาณน้อย โดยเฉพาะ Fe มักจะมาจากผงคาร์บอนกัมมันต์เป็นส่วนใหญ่ (ประมาณ 0.21 % โดยน้ำหนัก) ดังนั้นการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิสูงขึ้นปริมาณผลึกภัณฑ์ TiO_2 ได้มากขึ้น ในขณะที่ Fe ซึ่งเป็นสารเจือปนมากับปฏิกิริยาในปริมาณน้อย จึงทำให้ปริมาณ Fe ซึ่งเป็นสารเจือปนในผลึกภัณฑ์ TiO_2 มีความเข้มข้นน้อยลงเพื่อเทียบกับ การเพิ่มขึ้นของผลึกภัณฑ์ TiO_2 ที่อุณหภูมิสูง

4. ผลึกภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์จากส่วนสกัดของแร่ซิลิเกต

การสังเคราะห์ TiO_2 จากส่วนสกัดของแร่ซิลิเกตในเตาด้วยวิธีการและภายใต้ภาวะเดียวกันกับการสังเคราะห์จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ แต่เลือกทดลองเพียงแก่ 3 ช่วงอุณหภูมิ คือ 400, 500 และ 600 °C เนื่องจากการสังเกตระหว่างพบว่าที่อุณหภูมิสูงกว่าผลึกภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้มีสี (ตอนที่

ละอองออกจากหลอดแก้วควอร์ตซ์) เป็นสีขาวออกน้ำตาล ซึ่งแสดงให้เห็นว่ามีธาตุเป็นสารเจือปนมากับปฏิกิริยาในปริมาณที่น้อย (แต่ละองของ TiO_2 ที่สังเคราะห์จากผง TiO_2 บริสุทธิ์จะมีสีขาวสะอาด) จากผลการทดลองในตาราง 40 - 42 ผลผลิตของ TiO_2 ที่ได้มีลักษณะเนื้อสารและสีไม่แตกต่างกันเมื่อสังเกตด้วยตาเปล่า กล่าวคือเนื้อสารเป็นผงละเอียด เป็นเม็ดวาวเล็กน้อย สีขาวออกเหลืองกว่าเมื่อเทียบกับผลผลิตของ TiO_2 ที่สังเคราะห์จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ ปริมาณผลผลิตของ TiO_2 ที่สังเคราะห์ได้โดยเฉลี่ยที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 °C คิดเป็น 50.21, 53.96 และ 57.87 % โดยน้ำหนักตามลำดับเทียบกับส่วนสัทธิยาตั้งต้น ผลผลิตของ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ทั้งก่อนและหลังเผาที่อุณหภูมิ 900-950 °C ยังปรากฏสีของธาตุที่เป็นสารเจือปนอยู่เหมือนกัน คือ Fe Nb และ W ดังภาพประกอบ 30 - 35

ความบริสุทธิ์ของผลผลิตของ TiO_2 ที่ได้ดังแสดงในตาราง 53 - 55 ซึ่งที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 °C จะให้ผลผลิตที่ประกอบด้วย TiO_2 ถึง 99.70 98.30 และ 98.10 % โดยน้ำหนักตามลำดับ ในขณะที่ผลผลิตของ TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์จากผง TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิสูงขึ้น ผลผลิตจะประกอบด้วย TiO_2 สูงตามด้วย (มีความเข้มข้นของธาตุที่เป็นสารเจือปนน้อยลง) แต่เนื่องจากส่วนสัทธิยาของแร่โอลเมนไนด์ มี TiO_2 เป็นองค์ประกอบประมาณ 97.24 % โดยน้ำหนัก ส่วนที่เหลือเป็นธาตุที่เป็นสารเจือปน เช่น Fe Nb Zr และ W ดังแสดงในตาราง 52 (บทที่ 3) สารเจือปนเหล่านี้มีค่อนข้างสูง ทั้งนี้การสังเคราะห์ TiO_2 ที่อุณหภูมิสูงนั้น สารเจือปนในส่วนผสมตั้งต้นมีมากอยู่แล้ว ก็มีโอกาสทำปฏิกิริยากับก๊าซคลอรีนไปรวมกับผลผลิตของ TiO_2 ที่สังเคราะห์ได้มากขึ้น ทำให้ผลผลิตของ TiO_2 ที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิสูง มีปริมาณธาตุที่เป็นสารเจือปนข้างต้นสูงนั่นเอง ผลอันเนื่องมาจากปริมาณธาตุที่เป็นสารเจือปนในส่วนผสมตั้งต้นมีสูงนี้ นอกจากจะให้ผลผลิตของ TiO_2 ที่ไม่บริสุทธิ์เท่าที่ควรแล้ว ยังพบว่าทำให้เวลาที่ใช้ในปฏิกิริยาการเกิด TiO_2 ที่สังเคราะห์จากส่วนสัทธิยามากกว่าเวลาที่ใช้ในปฏิกิริยาการสังเคราะห์ TiO_2 จากผง TiO_2 บริสุทธิ์อีกด้วย

5. การวิเคราะห์ความบริสุทธิ์ของผลิตภัณฑ์ TiO_2

ผลการวิเคราะห์หาปริมาณธาตุที่เป็นสารเจือปนในผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์ได้ทีละชุดๆ มีความถูกต้องอยู่ในระดับที่น่าพอใจ เม็ดสารมาตรฐานและเม็ดสารตัวอย่างแต่ละเม็ดทำการวิเคราะห์ 4 ครั้งที่จุดที่ต่างกัน 4 จุด ซึ่งห่างกันทำมุม 90° นับว่าครอบคลุมพื้นผิวของเม็ดสารที่ถูกกระตุ้นด้วยรังสีเอกซ์เพียงพอสำหรับการวิเคราะห์เม็ดสารแต่ละเม็ด และค่าการนับสุทธิ (Net count) ที่ได้แต่ละครั้ง ก็ไม่แตกต่างกันมาก ในการวิเคราะห์เชิงปริมาณแต่ละครั้งได้ติดตามค่า % DT อย่างใกล้ชิดเพื่อไม่ให้ค่า DT ของการวิเคราะห์แต่ละครั้งมีความแตกต่างกันมาก ซึ่งจะมีผลต่อค่าการนับที่ได้ด้วย แม้ว่าเครื่อง EDXRF มีข้อเสียเปรียบอยู่บ้าง เช่น 灵敏度 (Sensitivity) ในการตรวจวัดค่าคือถ้าต้องการตรวจวัดสารที่มีปริมาณน้อยมาก (Trace) อาจตรวจวิเคราะห์ได้ไม่ต่ำมากนัก แต่ก็ยังมีข้อได้เปรียบของเครื่องในการใช้งานเมื่อเทียบกับเครื่องมืออื่น ๆ อยู่หลายประการ เช่น ตรวจวิเคราะห์เชิงคุณภาพได้ในเวลาอันรวดเร็ว ตรวจได้คราวละหลายธาตุพร้อมกัน ไม่ทำให้สารตัวอย่างสูญเสียสภาพเดิม (non-destructive method) ปัจจุบันได้มีการพัฒนาเทคนิคการวิเคราะห์ด้วยรังสีเอกซ์ เพื่อเพิ่มขีดความไวในการวิเคราะห์ให้ดีขึ้นโดยอาศัยข้อได้เปรียบของระบบ EDXRF เรียกว่า Total Reflection X-Ray Fluorescence เทคนิคนี้สามารถลดสัญญาณรบกวนเนื่องจากสัญญาณหลังให้ลดลง ทำให้สามารถวิเคราะห์ธาตุปริมาณน้อย ๆ ได้

6. สรุป

จากการสังเคราะห์ TiO_2 จากส่วนสกัดหยาบของแร่อีลเมไนต์ที่อุณหภูมิ 400 500 และ 600 °C ด้วยวิธีคลอริเนชัน ผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้คิดเป็น 50.21 53.96 และ 57.87 % โดยน้ำหนักเทียบกับน้ำหนักของส่วนสกัดหยาบที่ใช้ตั้งต้น สีของผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่สังเคราะห์ได้จะไม่ขาวสะอาดเหมือนกับผง TiO_2 บริสุทธิ์จากขวดในห้องปฏิบัติการ ความบริสุทธิ์ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ที่ 3 ช่วงอุณหภูมิข้างต้นประกอบด้วย TiO_2 คิดเป็น 99.70 98.30 และ

98.10 % โดยน้ำหนักตามลำดับ ในขณะที่ส่วนสกัดหยาบตั้งต้นที่ยังไม่ได้ผ่านกระบวนการสังเคราะห์ด้วยวิธีคลอรีนนั้นนี้ ประกอบด้วย TiO_2 คิดเป็นประมาณ 97.24 % โดยน้ำหนัก ส่วนธาตุที่เป็นสารเจือปนได้แก่ Fe Nb และ W สกเวิน Zr พบแต่ในส่วนสกัดหยาบตั้งต้นเท่านั้น ธาตุที่เป็นสารเจือปนเหล่านี้มีผลต่อความขาวสะอาดของผลิตภัณฑ์ TiO_2 อย่างไรก็ตามวิธีการคลอรีนนั้นนี้ ก็นับเป็นวิธีการหนึ่งที่มีประสิทธิภาพในหลายวิธีที่สามารถกำจัดธาตุที่เป็นสารเจือปนออกจากส่วนสกัดหยาบของแร่โอลเมนได้ตั้งต้นได้ ทำให้ผลิตภัณฑ์ TiO_2 ที่ได้มีคุณภาพของการสังเคราะห์ที่มีความบริสุทธิ์และขาวสะอาดยิ่งกว่าสารตั้งต้นเดิม

บรรณานุกรม

- ทัสวัตน์ เจนวานิชย์. 2525. สารานุกรมธาตุ. กรุงเทพฯ : สำนักพิมพ์
โตเดียนส์โตว์.
- สาญตรงค์ นาคเรือง. 2535. "การวิเคราะห์ธาตุด้วยการเรืองรังสีเอกซ์",
Newsletter. 3 (ก.ค.- ก.ย. 2535), 12-16.
- ธีระจิตต์ สลิโรตมวงศ์. 2534. "แนะรัฐวางแนวทางให้ผลิตไทเทเนียม
ไดออกไซด์", กรุงเทพธุรกิจ. 12 มี.ค. 2534, หน้า 15.
- ประกาศสำนักนายกรัฐมนตรี เรื่อง การบัญญัติชื่อธาตุ และเรื่องศัพท์บัญญัติใหม่
2524 กรุงเทพฯ : สำนักเลขาธิการนายกรัฐมนตรี.
- ศัพท์วิทยาศาสตร์ ฉบับราชบัณฑิตยสถาน. พิมพ์ครั้งที่ 2 2529 กรุงเทพฯ :
คุรุสภาการพิมพ์.
- สัมพันธ์ วงศ์นาวา. 2523. "สีของสารเชิงซ้อนที่ได้จากการผสม Fe^{3+} กับ
 $KSCN$ ", ว.เคมีสัมพันธ์. 1 (ม.ค. 2523), 14-15.
- สัมพันธ์ วงศ์นาวา. 2535. การเรืองรังสีเอกซ์แบบกระจายพลังงานเบื้องต้น.
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ หาดใหญ่.
- สมรรัตน์ วัฒนธรรม และชาติรี ตันคุณากร. 2526. "การผลิตไทเทเนียม
ไดออกไซด์จากแร่โอลเมนไทไทย", ว.สงขลานครินทร์. 3 (ก.ค.-
ก.ย. 2526), 197-200.

- Biswas, R.K., Habib, 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.
- Bonsak, L.P. 1992. "Entrained flow Chlorination of Ilmenite to Produce Titanium Tetrachloride and Metallic Iron", Metal. Trans.B. 23 B(June, 1992), 261-266.
- Clark, R.J.H. 1968. The Chemistry of Titanium and Vanadium. Amsterdam : Elsevier Publishing Company.
- Clesceri, L.S. , Greenberg, A.E. and Trussell, R.R. 1980. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 17th ed. Washington : American Public Health Association.
- Conidine, D.M. 1974. Chemical and Process Technology Encyclopedea. McGraw-Hill, Inc. USA.
- Davis, K.A. 1982. "Titanium Dioxide", J. of. Chem. Ed. 59 (February 1982), 158-159.
- Freundlich, W. and Bichara, M. 1954. Compt. Rend. 238(1954) 1324

- Giarque, D.R., Gastrett, R.B. and Godal, L.Y. 1979. Anal Chem. 15, 511.
- Girgin, I. 1990. "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 Ressorcinol on Leaching of Ilmenite with HCl-CH₃OH and HCl-C₂H₅OH solution ", Int. J. Miner. Process. 32(1991), 147-159.
- Grayson, M. 1985. Kirt Othermer : Concise Encyclopedea of Chemical Technology. 3rd Ed. New York : John-Wilay & Sons, Inc.
- Hampel, C.A. 1968. The Encyclopedea of the Chemical Elements. N.Y : Reinhold book corperation, USA.
- Jolly, W.L. 1970. The Synthesis and Characterization of Inorganic Compounds. Englewood Cliffs, N.J : Prentice Hall, Inc.
- Judd, B. and Palmer, E.R. 1973. "Production of Titanium dioxide from Ilmenite of the west Cost South Island, New Zealand " , Proc. Australas. Inst. Min. Metall. 247(1973), 23-33.

Kroll, W. 1965. J. Less-Common. Metals. 8(1965), 361.

Lee, C.T. and Sohn, H.Y. 1989. " Recovery of Synthetic Rutile and Iron oxide from Ilmenite ore by Sulfation with Ammonium Sulfates " , 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. 2d Ed. Vol 20. New York : John Wilay & sons, Inc.

Markowicz, A. and Haselberger, N. 1992. "A Modification of the Emission-transmission Method for the Determination of Trace and Minor Elements by XRF", Appl.Radiat.Isot. 43(1992) , 777-779.

Morook, S. ; Korbata, A. ; Umeda, T. and KusaKabe, K. 1989. " Average Size and Rutile Constant of TiO_2 Particles Produced by Oxidation of $TiCl_4$ without Additives in Aerosol Reactors " , J. of Chem. Eng. of Japan. 12(1989), 94-96.

Partington, J.R. 1965. A Text-Book of Inorganic Chemistry. 6th Ed. London : The English Language Book Society and Mcmillan & Co ltd.

- Pass, G. and Sutcliff, H. 1974. Practical Inorganic Chemistry. 2nd Ed. Barcle and London : William Clowes & Sons Ltd.
- Patton, T.C. 1973. " Properties and Economics " , Pigment Handbook. Vol. 1. New York : A Wilay-Interscience Publication.
- Rhee, K.I. and Sohn, H.Y. 1990. " The Selective Chlorination of Iron from Ilmenite Ore by CO-Cl_2 Mixtures : Part I. Instrinsic Kinetice " , Metall. Trans. B. 21 B (1990), 321-330.
- Sivalingam, P.M. 1986. " Advances in Total Reflection X-Ray Fluorescence Analysis for Trace Elements " , Regional Symposium on Advances in Analytical Instrumentation and Their Application. Kualalumpur, Malaysia, 17-20 Nov, 1-11.
- Tertain, R. and Claisse, F. 1982. Principles of Quantitative X-Ray Fluorescence Analysis, London : Heyden & Sons Ltd.
- Tracor X-Ray Spectrace 5000. Operators Mannual. 1985.
Tracor X-Ray, Mauntain View, California.

- Walton, H.F. 1984. Inorganic Preparations. Englewood Cliffs, New Jersey : Prentice-Hall, Inc.
- Weast, R.C. 1969. Handbook of Chemistry and Physics. Colleged. Cleveland, Ohio : The Chemical Rubber Co.
- Week, M.E. and Leicester, H.M. 1968. Discovery of Elements. 7th. Clevelan : Mack Printing Company.
- Yamada, S. 1976. " Ilmenite Beneficiation and Implications for Titanium Dioxide Manufacture " , Ind. Miner. 1(1976), 33-40.
- Yap, C.T. 1988. " X-Ray Total Reflection Fluorescence Analysis of Iron, Copper Zine and Bromine in Human Serum" , Appl. Spectro. 42(1988), 1250-1253.
- Yap, C.T. , Wongnawa, S. and Tang, S.M. 1987. "Simultaneous Multi-elemental Quantitative Analysis of Chinese Pharmacopoea by EDXRF Technique for Sample of - Intermedeate Thickness", Intern J. Enviromental Studies. 30(1987), 271-276.

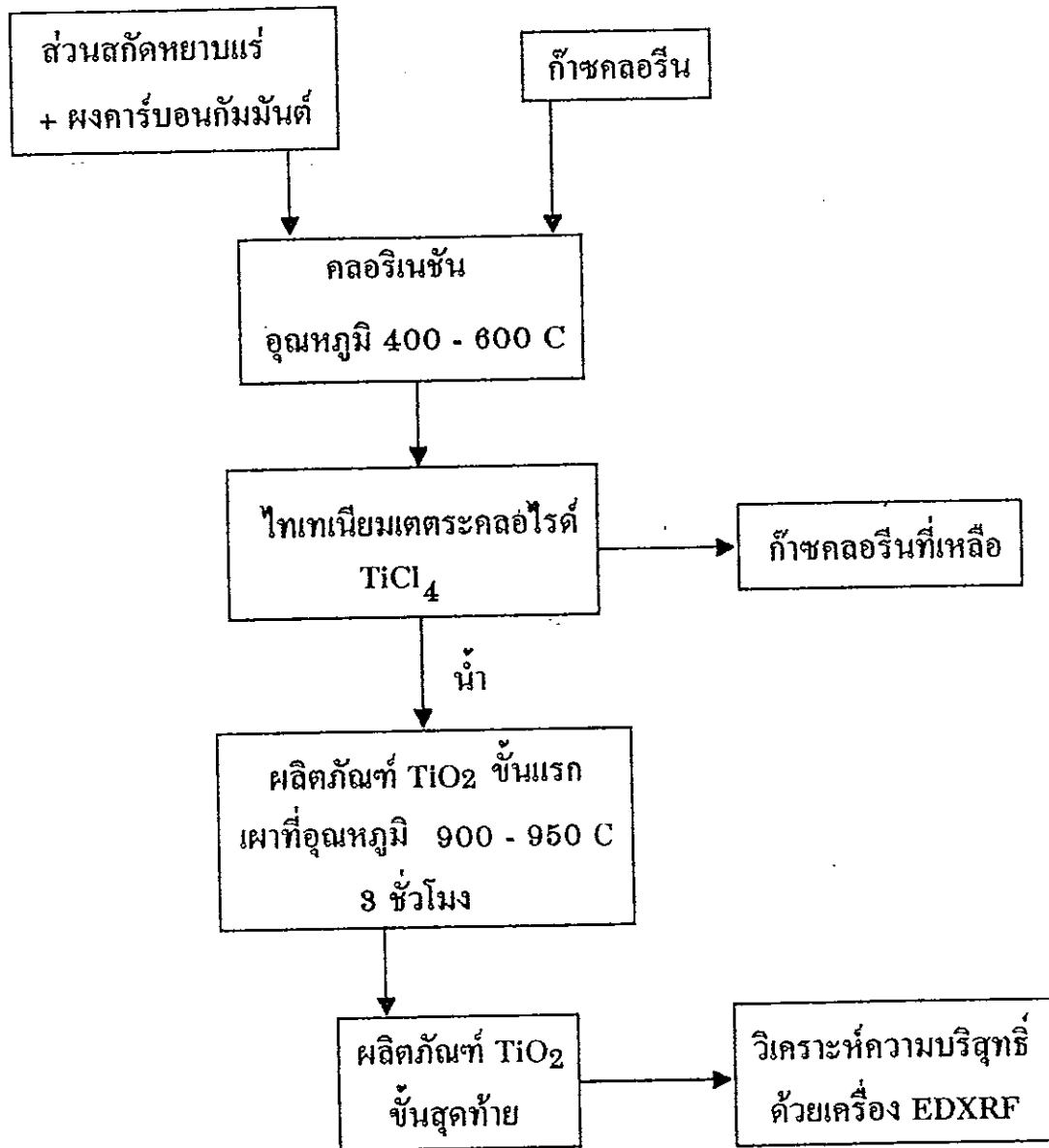
Yap, C.T. , Ayala, R.E. and Wobrauschec, P. 1988.

" Quantitative Trace Element Determination in Thin Samples by Total Reflection x-Ray Fluorescence Using the Scattered Radiation Method " , X-Ray Spectrom. 17(1988), 171-174.

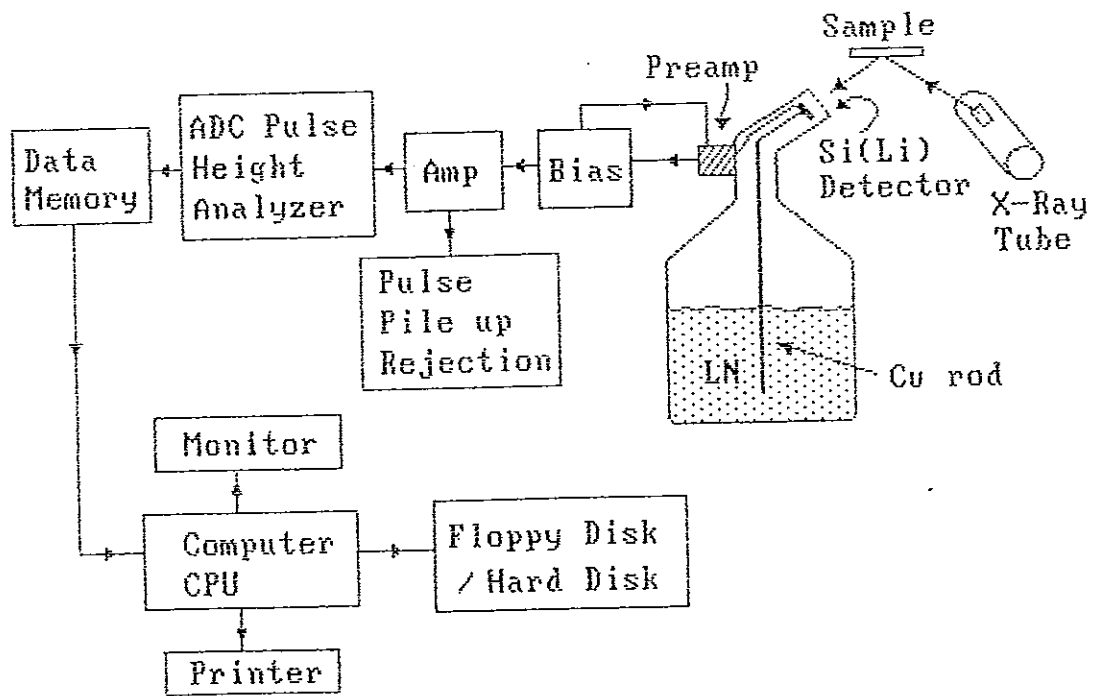
Yap, C.T., Tang, S.M. and Wongnawa, S. 1987. "A Method for - Quantitative Multi- elemental Analysis of Specimens of Low-Z Matrix by Photon-Excited X-Ray Fluorescence", Appl. Spectros. 41(1987) 1335-1358.

ภาคผนวก ก

ขั้นตอนการทดลองสรุปแสดงได้ดังนี้

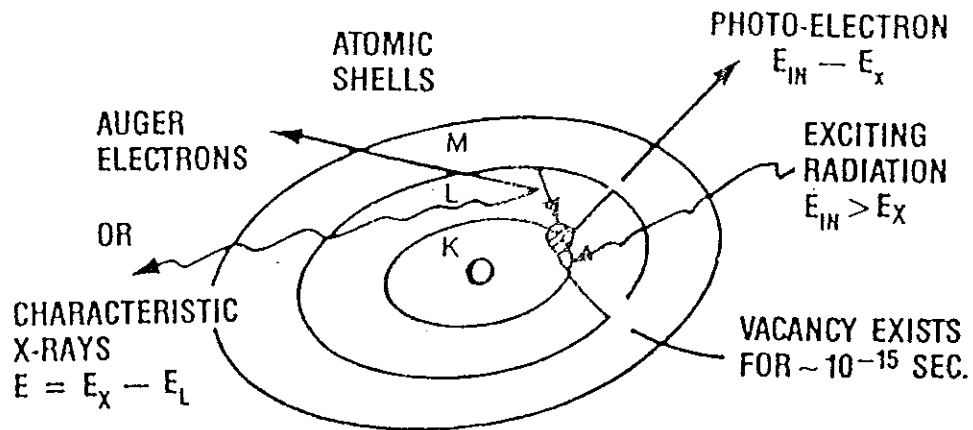


ภาพประกอบ 41 แสดงขั้นตอนการสังเคราะห์ TiO_2 โดยสรุป

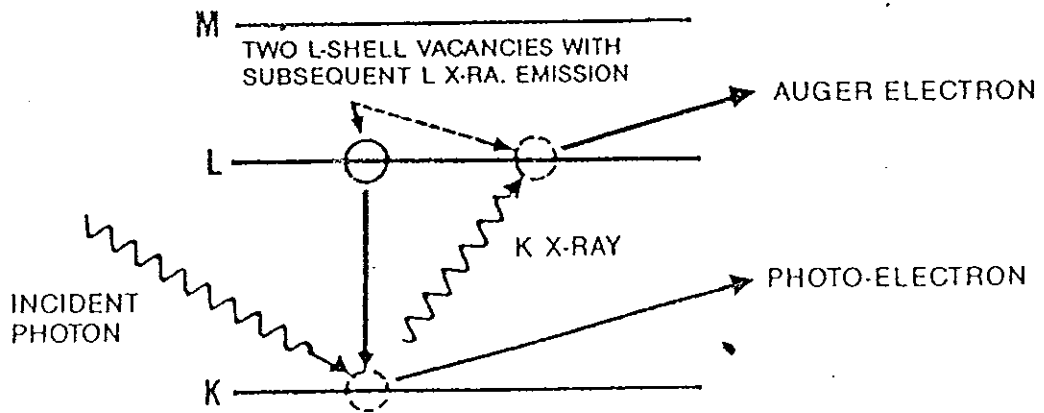


ภาพประกอบ 42 แสดงองค์ประกอบของเครื่อง EDXRF ที่ใช้สำหรับการวิเคราะห์ดังต่อไปนี้

ที่มา : สัมพันธ์ วงศ์นาวา, 2535 : 78

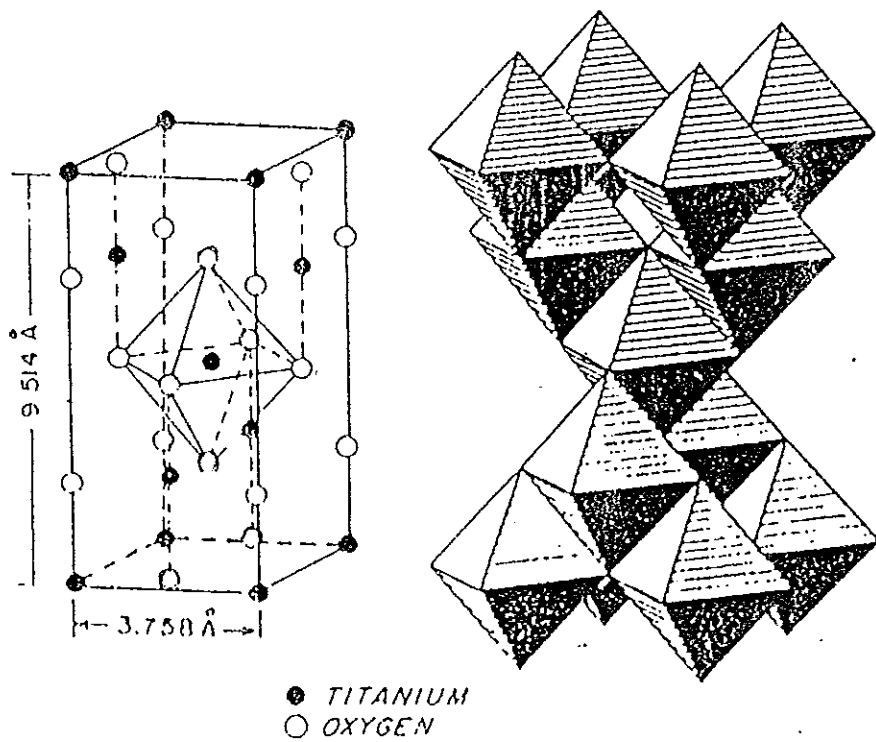


$$\text{FLUORESCENCE YIELD} = \frac{\text{NO. OF X-RAYS EMITTED}}{\text{NO. OF VACANCIES PRODUCED}}$$



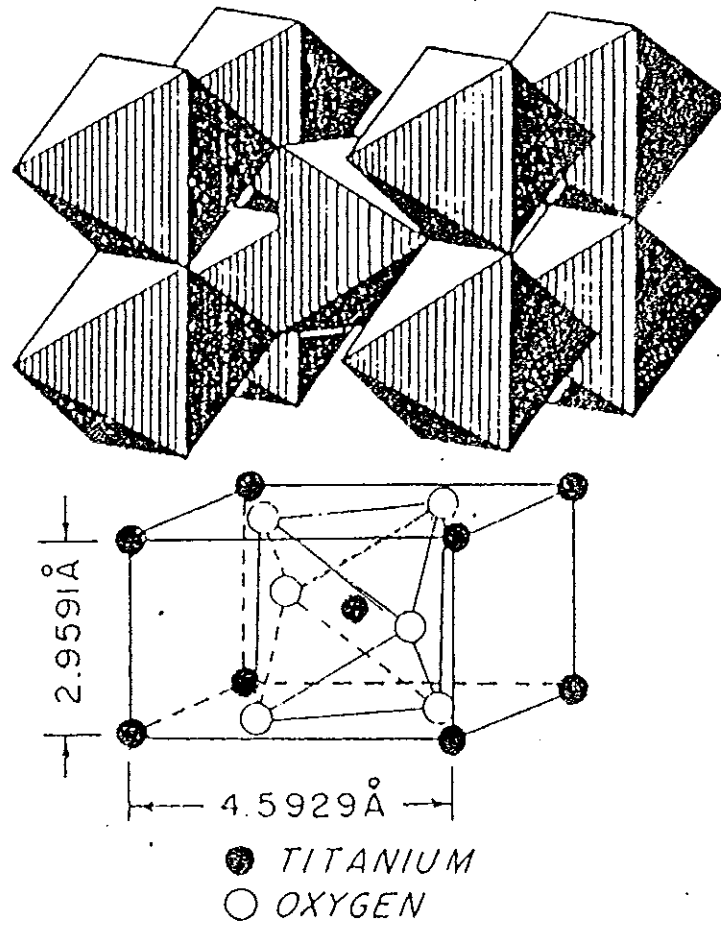
ภาพประกอบ 43 แสดงการเกิดรังสีเอกซ์เฉพาะตัวของธาตุ

ที่มา : ช่างยนต์ ภาควิชา, 2535 : 13



ภาพประกอบ 44 แสดงโครงสร้างร่างของผลึกไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เป็นแบบ
อะนาเทส

ที่มา : Patton, T.C., 1973 : 3



ภาพประกอบ 45 แสดงโครงสร้างของผลึกไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เป็นแบบ
รูไทล์

ที่มา : Patton, T.C., 1973 : 4

ตาราง 56 เปรียบเทียบปัจจัยหลายด้านระหว่างเครื่องมือวิเคราะห์บางชนิด

| เครื่องมือ | ปัจจัยที่นำมาพิจารณา | | | | |
|------------|----------------------|-----|-----|-----|-----|
| | M | S | A | C | SC |
| ICPES | + | + | + | + | +/- |
| AAS | - | + | + | + | +/- |
| XRF | + | - | + | + | + |
| PIXE | + | +/- | +/- | - | + |
| INAA | + | + | + | +/- | + |

ICPES = Induction coupled plasma emission spectroscopy

AAS = Atomic absorption spectroscopy

XRF = X-ray fluorescence analysis

PIXE = Charged particle induced emission analysis

INAA = Instrumental Neutron activation analysis

M = multi-element capability

S = sensitivity

A = accuracy and precision

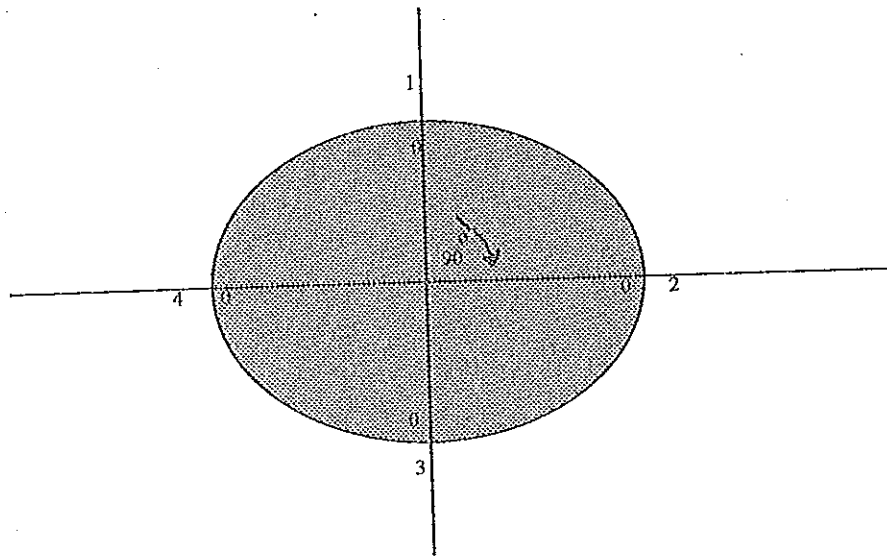
C = analysis costs

SC = sample characteristics

+ หมายถึง ดี หรือ เหมาะสม หรือ ได้เปรียบ

- หมายถึง ไม่ดี หรือ ไม่เหมาะสม หรือ เสียเปรียบ

ที่มา : สัมภาษณ์ วงศ์นาวา, 2535 : 7-8



ภาพประกอบ 46 แสดงจุดต่าง ๆ 4 จุดบนเส้นสาร ซึ่งเป็นจุดที่รังสีเอกซ์ผ่าน
สำหรับการวิเคราะห์เชิงปริมาณด้วยเครื่อง EDXRF

ตัวอย่างการคำนวณ

1. การคำนวณขีดจำกัดขั้นต่ำของการตรวจวัด เช่น

สำหรับธาตุ Fe ในตัวอย่างส่วนสกัดหยาบของแร่โอลิเมไนต์ ดังในตาราง
52 ใช้สูตร

$$D_{LLM} = \frac{3(I_b)^{1/2}}{I_p - I_b} \times \text{Conc. (ppm)}$$

จากตาราง 62 จะได้

$$I_b = 4049, \quad I_p - I_b = 5271, \quad \text{Conc. (ppm)} = 688$$

แทนค่าต่างๆ ลงในสูตรจะได้

$$D_{LLM} = \frac{3(4049)^{1/2}}{5270.75} \times 688$$

$$= 25 \text{ ppm}$$

2. การคำนวณความเข้มข้นของธาตุที่เป็นสารเจือปนในส่วนสกัดหยาบของ
แร่โอลิเมไนต์ เช่น Fe

จากตาราง 62 ความเข้มข้นของ Fe ที่ตรวจวิเคราะห์ได้ในเม็ดตัวอย่างคือ
688 ppm เนื่องจากส่วนสกัดหยาบถูกเจือจางด้วยแป้งลงเหลือ
16.61 % (ตามตาราง 49) ดังนั้นส่วนสกัดหยาบตั้งต้นที่ไม่ได้
เจือจางด้วยแป้ง จะมี Fe ที่เป็นสารเจือปนอยู่

$$\frac{(688 \text{ ppm}) (100 \%)}{(16.61 \%)} = 4142 \text{ ppm}$$

ภาคผนวก ข

ตาราง 57 แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณ Fe ในเม็ดสารตัวอย่าง TiO_2 ที่
สังเคราะห์จาก TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $400\text{ }^{\circ}C$

| เม็ดสาร ตัวอย่างที่ | จุดที่ วิเคราะห์ | ความเข้มพีค K_{α} ของ Fe (count)* | ความเข้มของสัญญาณ พื้นหลัง (count)* | ความเข้มข้นของ Fe (ppm) |
|------------------------|---------------------|---|--|----------------------------|
| 1 | 1 | 769 | 4898 | 98 |
| | 2 | 702 | 5270 | 90 |
| | 3 | 579 | 5626 | 73 |
| | 4 | 454 | 5316 | 57 |
| 2 | 1 | 587 | 5192 | 75 |
| | 2 | 656 | 4960 | 84 |
| | 3 | 638 | 5223 | 81 |
| | 4 | 614 | 5208 | 78 |
| 3 | 1 | 614 | 4758 | 78 |
| | 2 | 554 | 4774 | 70 |
| | 3 | 571 | 4743 | 72 |
| | 4 | 535 | 4898 | 68 |
| 4 | 1 | 445 | 5022 | 56 |
| | 2 | 669 | 4851 | 85 |
| | 3 | 590 | 5006 | 75 |
| | 4 | 432 | 5006 | 54 |
| 5 | 1 | 434 | 4216 | 55 |
| | 2 | 278 | 4278 | 34 |
| | 3 | 355 | 4123 | 44 |
| | 4 | 458 | 4231 | 58 |

* ความเข้มของพีคที่ได้จากการวิเคราะห์ที่มีหน่วยเป็น count ในเวลา 50 วินาที

ตาราง 58 แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณ Fe ในเม็ดสารตัวอย่าง TiO_2 ที่
สังเคราะห์จาก TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $500\text{ }^{\circ}C$

| เม็ดสาร ตัวอย่างที่ | จุดที่ วิเคราะห์ | ความเข้มพีค $K\alpha$ ของ Fe(count) | ความเข้มของสัญญาณ พื้นหลัง(count) | ความเข้มข้นของ Fe (ppm) |
|------------------------|---------------------|--|--------------------------------------|----------------------------|
| 1 | 1 | 487 | 4681 | 61 |
| | 2 | 457 | 4712 | 58 |
| | 3 | 784 | 4324 | 100 |
| | 4 | 334 | 4851 | 41 |
| 2 | 1 | 225 | 3487 | 27 |
| | 2 | 486 | 3844 | 61 |
| | 3 | 614 | 3906 | 78 |
| | 4 | 434 | 3921 | 54 |
| 3 | 1 | 490 | 4061 | 62 |
| | 2 | 526 | 4402 | 67 |
| | 3 | 604 | 4185 | 77 |
| | 4 | 397 | 4355 | 50 |
| 4 | 1 | 195 | 3394 | 23 |
| | 2 | 270 | 2418 | 33 |
| | 3 | 117 | 2092 | 13 |
| | 4 | 416 | 3441 | 53 |
| 5 | 1 | 320 | 4185 | 40 |
| | 2 | 267 | 4293 | 33 |
| | 3 | 351 | 4092 | 44 |
| | 4 | 579 | 3952 | 73 |

ตาราง 59 แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณ Fe ในเมล็ดสารตัวอย่าง TiO_2 ที่
สังเคราะห์จาก TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $600\text{ }^{\circ}C$

| เมล็ดสาร ตัวอย่างที่ | จุดที่ วิเคราะห์ | ความเข้มขีด $K\alpha$ ของ Fe(count) | ความเข้มของสัญญาณ พื้นหลัง(count) | ความเข้มข้นของ Fe (ppm) |
|-------------------------|---------------------|--|--------------------------------------|----------------------------|
| 1 | 1 | 225 | 3952 | 27 |
| | 2 | 324 | 3983 | 40 |
| | 3 | 311 | 3906 | 38 |
| | 4 | 438 | 3813 | 55 |
| 2 | 1 | 466 | 3937 | 59 |
| | 2 | 375 | 4014 | 47 |
| | 3 | 369 | 4014 | 46 |
| | 4 | 372 | 3968 | 46 |
| 3 | 1 | 363 | 3828 | 45 |
| | 2 | 368 | 3968 | 46 |
| | 3 | 321 | 3921 | 40 |
| | 4 | 368 | 3797 | 33 |
| 4 | 1 | 257 | 3844 | 31 |
| | 2 | 467 | 3472 | 59 |
| | 3 | 123 | 3720 | 13 |
| | 4 | 208 | 3642 | 25 |
| 5 | 1 | 433 | 3565 | 54 |
| | 2 | 383 | 3518 | 48 |
| | 3 | 475 | 3596 | 60 |
| | 4 | 358 | 3704 | 45 |

ตาราง 60 แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณ Fe ในเมล็ดสารตัวอย่าง TiO_2 ที่
สังเคราะห์จาก TiO_2 บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิ $700\text{ }^{\circ}C$

| เมล็ดสาร ตัวอย่างที่ | จุดที่ วิเคราะห์ | ความเข้มพีค $K\alpha$ ของ Fe(count) | ความเข้มของสัญญาณ พื้นหลัง(count) | ความเข้มข้นของ Fe (ppm) |
|-------------------------|---------------------|--|--------------------------------------|----------------------------|
| 1 | 1 | 319 | 3441 | 39 |
| | 2 | 115 | 3704 | 13 |
| | 3 | 214 | 3642 | 26 |
| | 4 | 276 | 3580 | 34 |
| 2 | 1 | 379 | 3596 | 47 |
| | 2 | 343 | 3658 | 43 |
| | 3 | 309 | 3627 | 38 |
| | 4 | 247 | 3782 | 30 |
| 3 | 1 | 376 | 3627 | 47 |
| | 2 | 360 | 3704 | 45 |
| | 3 | 194 | 3797 | 23 |
| | 4 | 457 | 3518 | 58 |
| 4 | 1 | 196 | 3906 | 23 |
| | 2 | 402 | 3642 | 50 |
| | 3 | 304 | 3782 | 37 |
| | 4 | 369 | 3658 | 46 |
| 5 | 1 | 439 | 3580 | 55 |
| | 2 | 437 | 3518 | 55 |
| | 3 | 315 | 3689 | 39 |
| | 4 | 370 | 3441 | 46 |

ตาราง 61 แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณ Fe W Zr และNb ในเม็ดสาร
ตัวอย่างของส่วนสกัดของแร่โอลเมนิต์ ที่นำมาใช้ในการ
การทดลอง

| ธาตุที่เป็น สารเจือปน | จุดที่ วิเคราะห์ | ความเข้มขีด $K\alpha$ ของ Fe(count) | ความเข้มสัญญาณ พื้นหลัง(count) | ความเข้มข้น (ppm) |
|--------------------------|---------------------|--|-----------------------------------|----------------------|
| Fe | 1 | 5554 | 4107 | 725 |
| | 2 | 5075 | 3968 | 662 |
| | 3 | 5182 | 4231 | 676 |
| | 4 | 5272 | 3890 | 688 |
| W | 1 | 6799 | 5954 | 2916 |
| | 2 | 6120 | 5837 | 2621 |
| | 3 | 6357 | 6071 | 2724 |
| | 4 | 6428 | 5954 | 2755 |
| Zr | 1 | 834 | 6021 | 181 |
| | 2 | 715 | 5872 | 152 |
| | 3 | 762 | 5940 | 164 |
| | 4 | 882 | 5778 | 192 |
| Nb | 1 | 3724 | 7752 | 1010 |
| | 2 | 3647 | 7437 | 989 |
| | 3 | 3576 | 7560 | 969 |
| | 4 | 3546 | 7595 | 960 |

ตาราง 62 แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณ Fe ในเม็ดสารตัวอย่าง TiO_2 ที่
สังเคราะห์จากส่วนสกัดหยาบที่อุณหภูมิ $400^\circ C$.

| เม็ดสาร ตัวอย่างที่ | จุดที่ วิเคราะห์ | ความเข้มพีค $K\alpha$ ของ Fe(count) | ความเข้มของสัญญาณ พื้นหลัง (count) | ความเข้มข้นของ Fe (ppm) |
|------------------------|---------------------|--|---------------------------------------|----------------------------|
| 1 | 1 | 633 | 4293 | 80 |
| | 2 | 872 | 4247 | 112 |
| | 3 | 625 | 4541 | 80 |
| | 4 | 740 | 4386 | 95 |
| 2 | 1 | 752 | 3859 | 96 |
| | 2 | 584 | 4107 | 74 |
| | 3 | 733 | 3839 | 94 |
| | 4 | 865 | 3844 | 111 |
| 3 | 1 | 546 | 4386 | 69 |
| | 2 | 683 | 3859 | 87 |
| | 3 | 583 | 4045 | 74 |
| | 4 | 889 | 3813 | 114 |
| 4 | 1 | 739 | 3906 | 94 |
| | 2 | 780 | 3859 | 100 |
| | 3 | 623 | 4030 | 79 |
| | 4 | 701 | 4076 | 89 |
| 5 | 1 | 790 | 4231 | 101 |
| | 2 | 805 | 4061 | 103 |
| | 3 | 675 | 4123 | 86 |
| | 4 | 764 | 4138 | 98 |

ตาราง 63 แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณ Nb ในเม็ดสารตัวอย่าง TiO_2
 ที่สังเคราะห์จากส่วนสกัดหยาบที่อุณหภูมิ $400^\circ C$

| เม็ดสาร ตัวอย่างที่ | จุดที่ วิเคราะห์ | ความเข้มพีค $K\alpha$ ของ Nb(count) | ความเข้มของสัญญาณ พื้นหลัง(count) | ความเข้มข้นของ Nb (ppm) |
|------------------------|---------------------|--|--------------------------------------|----------------------------|
| 1 | 1 | 2799 | 7647 | 748 |
| | 2 | 2922 | 7525 | 783 |
| | 3 | 2643 | 7577 | 703 |
| | 4 | 2917 | 7507 | 871 |
| 2 | 1 | 2385 | 8032 | 630 |
| | 2 | 2343 | 8172 | 618 |
| | 3 | 2609 | 7962 | 694 |
| | 4 | 2385 | 8225 | 693 |
| 3 | 1 | 2648 | 7892 | 705 |
| | 2 | 2743 | 7962 | 735 |
| | 3 | 2420 | 7997 | 640 |
| | 4 | 2570 | 7910 | 682 |
| 4 | 1 | 2454 | 7507 | 649 |
| | 2 | 2351 | 7542 | 620 |
| | 3 | 2466 | 7455 | 653 |
| | 4 | 2599 | 7332 | 691 |
| 5 | 1 | 2301 | 7542 | 606 |
| | 2 | 2083 | 7700 | 544 |
| | 3 | 2239 | 7682 | 588 |
| | 4 | 2547 | 7612 | 676 |

ตาราง 64 แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณ W ในเมล็ดสารตัวอย่าง TiO_2
ที่สังเคราะห์จากส่วนสกัดหยาบที่อุณหภูมิ $400^\circ C$

| เมล็ดสาร ตัวอย่างที่ | จุดที่ วิเคราะห์ | ความเข้มพีค $K\alpha$ ของ W (count) | ความเข้มของสัญญาณ พื้นหลัง (count) | ความเข้มข้นของ W (ppm) |
|-------------------------|---------------------|--|---------------------------------------|---------------------------|
| 1 | 1 | 3894 | 5720 | 1636 |
| | 2 | 3732 | 5837 | 1586 |
| | 3 | 3753 | 5824 | 1595 |
| | 4 | 3818 | 5616 | 1623 |
| 2 | 1 | 3806 | 5148 | 1618 |
| | 2 | 3860 | 5226 | 1641 |
| | 3 | 4136 | 5226 | 1761 |
| | 4 | 4083 | 5031 | 1738 |
| 3 | 1 | 3875 | 5122 | 1648 |
| | 2 | 4114 | 4758 | 1751 |
| | 3 | 3867 | 4810 | 1644 |
| | 4 | 3749 | 4875 | 1593 |
| 4 | 1 | 3978 | 4836 | 1692 |
| | 2 | 3608 | 4966 | 1532 |
| | 3 | 3757 | 4875 | 1597 |
| | 4 | 3906 | 4797 | 1661 |
| 5 | 1 | 3800 | 5239 | 1615 |
| | 2 | 3887 | 5226 | 1653 |
| | 3 | 3915 | 5226 | 1665 |
| | 4 | 4020 | 5135 | 1711 |

ตาราง 65 แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณ Fe ในเม็ดสารตัวอย่าง TiO_2
ที่สังเคราะห์จากส่วนสกัดหยาบที่อุณหภูมิ $500^\circ C$

| เม็ดสาร ตัวอย่าง | จุดที่ วิเคราะห์ | ความเข้มฟีด $K\alpha$ ของ Fe(count) | ความเข้มของสัญญาณ พื้นหลัง(count) | ความเข้มข้นของ Fe (ppm) |
|---------------------|---------------------|--|--------------------------------------|----------------------------|
| 1 | 1 | 1970 | 3927 | 254 |
| | 2 | 1904 | 3893 | 242 |
| | 3 | 1983 | 3971 | 268 |
| | 4 | 2015 | 3901 | 251 |
| 2 | 1 | 2053 | 3896 | 253 |
| | 2 | 2045 | 3915 | 268 |
| | 3 | 1944 | 3890 | 252 |
| | 4 | 2054 | 3797 | 267 |
| 3 | 1 | 1574 | 3937 | 204 |
| | 2 | 1787 | 3751 | 232 |
| | 3 | 1544 | 3828 | 200 |
| | 4 | 1722 | 3906 | 223 |
| 4 | 1 | 1524 | 4231 | 197 |
| | 2 | 1561 | 4340 | 202 |
| | 3 | 1461 | 4309 | 183 |
| | 4 | 1882 | 3983 | 244 |
| 5 | 1 | 1735 | 3828 | 225 |
| | 2 | 1673 | 3890 | 217 |
| | 3 | 1847 | 3735 | 240 |
| | 4 | 1814 | 3828 | 236 |

ตาราง 66 แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณ Nb ในเมล็ดสารตัวอย่าง TiO_2 ที่สังเคราะห์จากส่วนสกัดหยาบที่อุณหภูมิ $500\text{ }^{\circ}C$

| เมล็ดสาร ตัวอย่างที่ | จุดที่ วิเคราะห์ | ความเข้มพีค $K\alpha$ ของ Nb(count) | ความเข้มของสัญญาณ พื้นหลัง(count) | ความเข้มข้นของ Nb (ppm) |
|-------------------------|---------------------|--|--------------------------------------|----------------------------|
| 1 | 1 | 2122 | 8241 | 545 |
| | 2 | 2048 | 8131 | 522 |
| | 3 | 2113 | 8405 | 543 |
| | 4 | 1998 | 7994 | 538 |
| 2 | 1 | 2053 | 8141 | 541 |
| | 2 | 2012 | 8302 | 533 |
| | 3 | 2044 | 8137 | 533 |
| | 4 | 2225 | 8207 | 584 |
| 3 | 1 | 1747 | 8260 | 448 |
| | 2 | 1581 | 8400 | 401 |
| | 3 | 1773 | 8277 | 456 |
| | 4 | 1824 | 8190 | 470 |
| 4 | 1 | 2092 | 8802 | 546 |
| | 2 | 1995 | 8505 | 519 |
| | 3 | 1894 | 8697 | 490 |
| | 4 | 2167 | 8522 | 568 |
| 5 | 1 | 2219 | 7717 | 583 |
| | 2 | 1920 | 7945 | 497 |
| | 3 | 1681 | 8242 | 429 |
| | 4 | 2220 | 7682 | 583 |

ตาราง 67 แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณ W ในเมล็ดสารตัวอย่าง TiO_2
ที่สังเคราะห์จากส่วนผสมที่อุณหภูมิ $500\text{ }^{\circ}C$

| เมล็ดสาร ตัวอย่างที่ | จุดที่ วิเคราะห์ | ความเข้มพีค $K\alpha$ ของ W (count) | ความเข้มของสัญญาณ ที่เหลือ (count) | ความเข้มข้นของ W (ppm) |
|-------------------------|---------------------|--|---------------------------------------|---------------------------|
| 1 | 1 | 3997 | 4984 | 1691 |
| | 2 | 4004 | 4883 | 1661 |
| | 3 | 4093 | 5004 | 1704 |
| | 4 | 4002 | 4904 | 1681 |
| 2 | 1 | 4100 | 3411 | 1702 |
| | 2 | 4209 | 3403 | 1752 |
| | 3 | 4018 | 3387 | 1710 |
| | 4 | 4092 | 3395 | 1742 |
| 3 | 1 | 3656 | 3181 | 1553 |
| | 2 | 3449 | 3488 | 1463 |
| | 3 | 3530 | 6769 | 1498 |
| | 4 | 3794 | 6720 | 1613 |
| 4 | 1 | 3951 | 6357 | 1681 |
| | 2 | 4053 | 6428 | 1723 |
| | 3 | 3966 | 5278 | 1687 |
| | 4 | 4156 | 5252 | 1770 |
| 5 | 1 | 3387 | 5122 | 1436 |
| | 2 | 3395 | 4953 | 1440 |
| | 3 | 3181 | 5135 | 1347 |
| | 4 | 3488 | 4997 | 1480 |

ตาราง 68 แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณ Fe ในเม็ดสารตัวอย่าง TiO_2
ที่สังเคราะห์จากส่วนสกัดหยาบที่อุณหภูมิ 600 °C

| เม็ดสาร ตัวอย่างที่ | จุดที่ วิเคราะห์ | ความเข้มพีค $K\alpha$ ของ Fe(count) | ความเข้มของสัญญาณ พื้นหลัง(count) | ความเข้มข้นของ Fe (ppm) |
|------------------------|---------------------|--|--------------------------------------|----------------------------|
| 1 | 1 | 3373 | 3673 | 439 |
| | 2 | 3215 | 3921 | 419 |
| | 3 | 3484 | 3766 | 454 |
| | 4 | 3605 | 3658 | 470 |
| 2 | 1 | 3305 | 3906 | 430 |
| | 2 | 3417 | 3983 | 445 |
| | 3 | 3629 | 3704 | 473 |
| | 4 | 3424 | 3875 | 446 |
| 3 | 1 | 3515 | 3828 | 458 |
| | 2 | 3474 | 3766 | 453 |
| | 3 | 3692 | 3751 | 481 |
| | 4 | 3451 | 3952 | 450 |
| 4 | 1 | 2993 | 3472 | 390 |
| | 2 | 2702 | 3751 | 351 |
| | 3 | 2994 | 3518 | 390 |
| | 4 | 2792 | 3782 | 363 |
| 5 | 1 | 2820 | 3813 | 367 |
| | 2 | 3050 | 3828 | 397 |
| | 3 | 3155 | 3782 | 411 |
| | 4 | 3265 | 3565 | 418 |

ตาราง 69 แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณ Nb ในเม็ดสารตัวอย่าง TiO_2 ที่สังเคราะห์จากส่วนสกัดหนาสที่อุณหภูมิ $600\text{ }^{\circ}C$

| เม็ดสาร ตัวอย่างที่ | จุดที่ วิเคราะห์ | ความเข้มพีค $K\alpha$ ของ Nb(count) | ความเข้มของสัญญาณ พื้นหลัง(count) | ความเข้มข้นของ Nb (ppm) |
|------------------------|---------------------|--|--------------------------------------|----------------------------|
| 1 | 1 | 2799 | 7647 | 746 |
| | 2 | 2922 | 7525 | 783 |
| | 3 | 2643 | 7577 | 703 |
| | 4 | 2917 | 7507 | 781 |
| 2 | 1 | 2385 | 8032 | 630 |
| | 2 | 2343 | 8172 | 618 |
| | 3 | 2609 | 7962 | 694 |
| | 4 | 2385 | 8225 | 630 |
| 3 | 1 | 2648 | 7892 | 705 |
| | 2 | 2743 | 7962 | 732 |
| | 3 | 2420 | 7997 | 640 |
| | 4 | 2570 | 7910 | 682 |
| 4 | 1 | 2454 | 7507 | 649 |
| | 2 | 2351 | 7542 | 620 |
| | 3 | 2466 | 7455 | 653 |
| | 4 | 2599 | 7332 | 691 |
| 5 | 1 | 2301 | 7542 | 606 |
| | 2 | 2083 | 7700 | 544 |
| | 3 | 2239 | 7682 | 588 |
| | 4 | 2547 | 7612 | 676 |

ตาราง 70 แสดงผลการวิเคราะห์ปริมาณ W ในเม็ดสารตัวอย่าง TiO_2
ที่สังเคราะห์จากส่วนสกัดนยาบที่อุณหภูมิ $600\text{ }^{\circ}C$

| เม็ดสาร ตัวอย่างที่ | จุดที่ วิเคราะห์ | ความเข้มพีค $K\alpha$ ของ W(count) | ความเข้มของสัญญาณ พื้นหลัง (count) | ความเข้มข้นของ W (ppm) |
|------------------------|---------------------|---------------------------------------|---------------------------------------|---------------------------|
| 1 | 1 | 4607 | 5057 | 1965 |
| | 2 | 4555 | 5252 | 1943 |
| | 3 | 4679 | 5226 | 1996 |
| | 4 | 5063 | 4927 | 2163 |
| 2 | 1 | 3787 | 5057 | 1610 |
| | 2 | 3614 | 5161 | 1535 |
| | 3 | 3593 | 5161 | 1525 |
| | 4 | 3602 | 5109 | 1529 |
| 3 | 1 | 4046 | 5018 | 1722 |
| | 2 | 4101 | 4836 | 1746 |
| | 3 | 4023 | 4992 | 1712 |
| | 4 | 3785 | 5070 | 1609 |
| 4 | 1 | 3787 | 4797 | 1610 |
| | 2 | 3931 | 5005 | 1672 |
| | 3 | 3603 | 5070 | 1530 |
| | 4 | 4073 | 4888 | 1734 |
| 5 | 1 | 3575 | 5187 | 1518 |
| | 2 | 3831 | 4927 | 1629 |
| | 3 | 3704 | 5005 | 1574 |
| | 4 | 3759 | 5070 | 1597 |

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ นายอัปคณาเชษฐ์ สยามีสาเมาะ

วัน เดือน ปีเกิด 20 เมษายน 2504

วุฒิการศึกษา

| วุฒิ | ชื่อสถาบัน | ปีที่สำเร็จการศึกษา |
|---------------------|--------------------------|---------------------|
| วิทยาศาสตรบัณฑิต | มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ | 2528 |
| วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต | มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ | 2536 |

ทุนการศึกษา

ทุนผู้ช่วยสอน ประจำปีการศึกษา 2535

ตำแหน่งและหน้าที่การงาน

ข้าราชการครู ตำแหน่งอาจารย์ 1 สาขาวิชาเคมี

โรงเรียนวังกลางประชาอนุกุล จังหวัดนครศรีธรรมราช

สังกัดกองการมัธยมศึกษา กรมสามัญศึกษา กระทรวงศึกษาธิการ