

กระบวนการบัดด้วยลูกบิดในแนวแกนราบพร้อมคลื่นอัลตราโซนิกเพื่อการ
สังเคราะห์วัสดุไททาเนียมไดออกไซด์จากแร่ธรรมชาติ



โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต
สาขาวิศวกรรมวัสดุนาโน
วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
พ.ศ. 2559

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ULTRASONIC-ASSISTED PLANETARY BALL MILLING PROCESS FOR
SYNTHESIS TITANIUM DIOXIDE FROM NATURAL MINERAL



A SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENT FOR THE DEGREE OF
BACHELOR OF ENGINEERING
IN NANOMATERIAL ENGINEERING
COLLEGE OF NANOTECHNOLOGY
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG
2016

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



COPYRIGHT 2016

COLLEGE OF NANOTECHNOLOGY

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาควิชาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี
วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
โครงการพิเศษ

หัวข้อโครงการพิเศษ กระบวนการการบดด้วยลูกบดในแนวแกนราบพร้อมคลื่นอัลตราโซนิกเพื่อการสังเคราะห์วัสดุไททาเนียมไดออกไซด์จากแร่ธรรมชาติ

Special Project Title Ultrasonic-assisted Planetary Ball-milling process for synthesis Titanium dioxide from Natural mineral

นักศึกษา นาย ชญณันต์ แก้วแสงอินทร์
รหัสประจำตัว 56110009
ปริญญา วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต
ภาควิชา นาโนวิทยาและนาโนเทคโนโลยี
สาขาวิชา วิศวกรรมวัสดุนาโน
ปีการศึกษา 2559
อาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.ดร. วณิชยา เมฆประสาท
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม -

คณะกรรมการสอบโครงการพิเศษ	ลายมือชื่อ
รศ.ดร. วิษณุ เพชรภา	
ผศ.ดร ทศพล เมลืองนนท์	
ผศ.ดร. วณิชยา เมฆประสาท	

ภาควิชาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบังอนุมัติให้
โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา หลักสูตรวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิศวกรรมวัสดุนาโน
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

ศ. ชญณันต์
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุธี ชุติไพจิตร)
หัวหน้าภาควิชาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี
วันที่.....3.....เดือน.....กรกฎาคม.....พ.ศ. 2560

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงการพิเศษเรื่อง	กระบวนการการบำบัดด้วยลูกบดในแนวแกนราบพร้อมคลื่นอัลตราโซนิกเพื่อการสังเคราะห์วัสดุไททาเนียมไดออกไซด์จากแร่ธรรมชาติ
นักศึกษา	นายชญณันต์ แก้วแสงอินทร์
รหัสประจำตัว	56110009
ปริญญา	วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต
สาขาวิชา	วิศวกรรมวัสดุนาโน
พ.ศ.	2559
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผศ.ดร. วณิชยา เมฆประสาธ

บทคัดย่อ

เนื่องจากวัสดุไททาเนียมไดออกไซด์มีความสำคัญในการใช้งานทางด้านสิ่งแวดล้อม และพลังงาน ในโครงการนี้จึงสนใจศึกษากระบวนการสังเคราะห์ที่ง่ายพร้อมทั้งปรับปรุงผลิตภัณฑ์ไททาเนียมไดออกไซด์จากแร่ธรรมชาติด้วยกระบวนการบดพร้อมคลื่นอัลตราโซนิก เพื่อช่วยให้ผลิตภัณฑ์มีขนาดลดลงและมีความบริสุทธิ์เพิ่มมากขึ้น ในการทดลองนี้ได้ศึกษาผลกระทบของสารละลายในกระบวนการบดและเวลาในการปล่อยคลื่นอัลตราโซนิกที่มีต่อการเกิดผลิตภัณฑ์ การวิเคราะห์ผลของขนาดอนุภาค และลักษณะทางกายภาพของผลิตภัณฑ์หลังสังเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่าคลื่นอัลตราโซนิกช่วยให้เรามีขนาดเล็กและกระจายตัวดีมากขึ้น และลดการเกาะกลุ่มกัน ในขณะเดียวกันการศึกษาโครงสร้างผลึกของผลิตภัณฑ์หลักจากการสังเคราะห์จากแร่โอลิเมไนต์และลูโคซีน ด้วยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์พบว่า ผลิตภัณฑ์มีความบริสุทธิ์เพิ่มขึ้นรวมทั้งขนาดผลึกมีขนาดเล็กลง ซึ่งสอดคล้องกับการคำนวณจากสมการของเชียวเรอ ส่วนสารละลายที่ได้จากกระบวนการสังเคราะห์จะนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องยูวีวิสสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ซึ่งยืนยันว่า ปริมาณของธาตุเหล็กถูกชะออกมาในสารละลายมากขึ้นเมื่อทำการบดในสารละลายกรดและเพิ่มเวลาในการอัลตราโซนิก ส่วนการตรวจสอบปริมาณของธาตุไททาเนียมและเหล็กในผลิตภัณฑ์ด้วยวิธีวิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงานพบว่า ปริมาณไททาเนียมต่อเหล็กในผลิตภัณฑ์จากแร่โอลิเมไนต์และลูโคซีนมีค่าเพิ่มมากขึ้น โดยผลิตภัณฑ์จากแร่ลูโคซีนจะมีปริมาณของไททาเนียมประมาณ 50 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งแสดงให้เห็นว่า แร่ลูโคซีนมีความเหมาะสมต่อการนำมาสังเคราะห์เป็นผลิตภัณฑ์ไททาเนียมไดออกไซด์ในรูปแบบผสมระหว่างเฟสอนาเทสและรูไทล์ ส่วนผลิตภัณฑ์จากแร่โอลิเมไนต์พบว่าจะยังคงเป็นเฟสของโอลิเมไนต์เช่นเดิม แต่จะมีความบริสุทธิ์เพิ่มขึ้นหลังจากผ่านกระบวนการบดพร้อมคลื่นอัลตราโซนิก

คำสำคัญ การบำบัดด้วยลูกบดพร้อมคลื่นอัลตราโซนิก โอลิเมไนต์ ลูโคซีน ไททาเนียมไดออกไซด์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Special project Title	Ultrasonic assisted planetary ball milling process for synthesis Titanium dioxide from natural mineral
Student	Chayanan Keawsangin
Student ID	56110009
Degree	Bachelor of Engineering
Program	Nanomaterial Engineering
Year	2559
Advisor	Asst. Prof. Dr. Wanichaya Mekprasart

Abstract

Titanium dioxide has emerged as a main material in energy and environment fields. This project, modified titanium dioxide product was facially prepared by ultrasonic-assisted ball-milling method in sulfuric acid relating to high effective in size decreasing and purification. Effect of solvent in milling process and ultrasonic irradiated were significantly investigated. Microstructure morphology observed by scanning electron microscope exhibited good particle distribution and high porosity after ultrasonic-assisted ball-milling process. Meanwhile, crystalline structure of leached Ilmenite and leucoxene product characterized by X-ray diffraction revealed high purification and size reduction corresponding to the decrease of crystallite calculated by Scherrer's equation. Absorbance spectra of solution after milling process were analyzed by UV-VIS spectrophotometer. This result confirmed high Fe content might be leached after increasing ultrasonic-assisted time. Elemental composition monitored by energy dispersive X-ray spectrometer revealed that the increase of Ti:Fe ratio from Ilmenite and leucoxene sample obtained by ultrasonic-assisted process. Moreover, Ti composition in leached leucoxene product was approximately 50% in the product. From this process, leucoxene mineral was suitable for upgraded titanium dioxide product in mix phase anatase and rutile, whilst, Ilmenite mineral was only purification after ultrasonic-assisted ball-milling method in sulfuric acid.

Keyword: Ultrasonic-assisted ball-milling, Ilmenite, Leucoxene, Titanium dioxide

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

สำหรับความสำเร็จของโครงการพิเศษนี้ ข้าพเจ้าขอขอบพระคุณ อาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.ดร. วณิชา เมฆประสาท และ รศ. ดร. วิชญ์ เพชรภา สำหรับแนวทางและคำแนะนำที่เป็นส่วนสำคัญในการทำโครงการพิเศษ ขอขอบคุณอาจารย์ รุ่งพี และเพื่อนๆในวิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบังทุกท่านที่คอยให้คำปรึกษาและความรู้ รวมทั้งคำแนะนำในการแก้ไขปัญหาต่างๆ ตลอดจนความช่วยเหลืออันอำนวยความสะดวกในการทำโครงการนี้ ขอขอบคุณวิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบังที่อำนวยความสะดวกด้านอุปกรณ์และเครื่องมือวิเคราะห์ต่างๆ ที่สำคัญในการดำเนินโครงการพิเศษ ขอขอบคุณงานวิจัย หนังสือที่เกี่ยวข้อง รวมทั้งเอกสารและสื่ออ้างอิงต่างๆ ที่ข้าพเจ้าใช้ศึกษาหาความรู้เกี่ยวกับการทำโครงการพิเศษครั้งนี้

สุดท้ายคุณงามความดีอันใดที่เกิดจากโครงการพิเศษฉบับนี้ ข้าพเจ้าขอมอบให้แก่บิดามารดาที่เคารพที่คอยให้การสนับสนุน ตลอดจนครูอาจารย์ที่เคารพทุกท่านที่ได้ถ่ายทอดประสิทธิประสาทวิชาความรู้ให้แก่ข้าพเจ้า

ชญนันต์ แก้วแสงอินทร์

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย.....	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	II
กิตติกรรมประกาศ.....	III
สารบัญ.....	IV
สารบัญตาราง.....	VII
สารบัญรูป.....	VIII
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ที่มาและความสำคัญของงาน.....	1
1.1.1 การนำไททาเนียมไดออกไซด์ไปใช้ประโยชน์.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการ.....	4
1.3 ขอบเขตและแผนการดำเนินงานโครงการ.....	4
บทที่ 2 ทฤษฎีและหลักการ.....	5
2.1 สมบัติพื้นฐานของไททาเนียมไดออกไซด์.....	5
2.1.1 สมบัติความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาดำวยแสงของไททาเนียมไดออกไซด์.....	6
2.2 สมบัติพื้นฐานของแร่โอลิเมนไนต์และลูโคซีน.....	8
2.3.1 แหล่งกำเนิดแร่โอลิเมนไนต์และลูโคซีน.....	8
2.4 กระบวนการสังเคราะห์โลหะออกไซด์จากแร่ธรรมชาติ.....	9
2.4.1 การผลิตโลหะจากสินแร่.....	9
2.4.2 การสกัดโลหะออกจากแร่.....	9
2.5 กระบวนการเตรียมแร่โดยการบด.....	10
2.5.1 แรงกระทำที่เกิดขึ้นภายในกระบวนการบด.....	11
2.5.2 ความเร็วรอบไม่บด.....	12
2.5.3 ปริมาณของลูกบดที่ใช้ในหม้อบด.....	13
2.5.4 ชนิดของลูกบดที่ใช้ในหม้อบด.....	14
2.5.5 ขนาดของลูกบดและสัดส่วนที่ใช้เติมลงในหม้อบด.....	15
2.6 คลื่นอัลตราโซนิก.....	16
2.6.1 หลักการทำงานของคลื่นอัลตราโซนิก.....	16
2.7 เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติเฉพาะทาง.....	17

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

2.7 เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติเฉพาะทาง.....	17
2.7.1 การวิเคราะห์เชิงโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์.....	17
2.7.2 การวิเคราะห์เชิงพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด.....	20
2.7.3 การวิเคราะห์ปริมาณและชนิดธาตุจากพลังงานที่ปลดปล่อยเมื่อให้รังสีเอกซ์.....	21
2.7.4 การวิเคราะห์การดูดกลืนของแสงด้วยเครื่องยูวีวิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์.....	22
2.8 การทบทวนวรรณกรรม/สารสนเทศ (information) ที่เกี่ยวข้อง.....	23
บทที่ 3 วิธีดำเนินงาน.....	25
3.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง.....	25
3.1.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....	25
3.1.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง.....	25
3.2 สถานที่ทำการทดลอง.....	26
3.3 วิธีการดำเนินงาน.....	26
3.3.1 ขั้นตอนการเตรียมแร่และสารละลาย.....	28
3.3.2 ขั้นตอนการบด.....	28
3.3.3 ขั้นตอนการชะล้างแร่และลูกบด.....	28
3.3.4 ขั้นตอนการชะล้างลูกบด.....	28
3.4 ขั้นตอนการวิเคราะห์ผล.....	32
3.4.1 การวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด.....	32
3.4.2 การวิเคราะห์เชิงโครงสร้างด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์.....	32
3.4.3 การวิเคราะห์การดูดกลืนแสงของสารละลายผลิตภัณฑ์ด้วยเครื่องยูวีวิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์.....	33
3.4.4 การวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบของสารด้วยเทคนิควิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน.....	33
บทที่ 4 ผลการทดลอง.....	34
4.1 ผลของคลื่นอัลตราโซนิกต่อการบดแร่โอลิเมนต์ด้วยลูกบดในแนวแกนราบ.....	34
4.1.1 การวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด.....	36
4.1.2 การวิเคราะห์เชิงโครงสร้างด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์.....	37
4.1.3 การวิเคราะห์การดูดกลืนแสงของสารละลายผลิตภัณฑ์ด้วยเครื่องยูวีวิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์.....	37
4.1.4 การวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบของสารด้วยเทคนิควิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน.....	38

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

4.2 ผลของคลื่นอัลตราโซนิกต่อการบัดแร่ลูโคซีนด้วยลูกบดในแนวแกน.....	39
4.2.1 การวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด.....	39
4.2.2 การวิเคราะห์เชิงโครงสร้างด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์.....	41
4.2.3 การวิเคราะห์มวล ปริมาณ และชนิดของธาตุในสารละลายที่ได้จากการบัด.....	43
4.2.4 การวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบของสารด้วยเทคนิควิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน.....	43
บทที่ 5 สรุปผลการดำเนินงานและข้อเสนอแนะ.....	45
5.1 สรุปผลการทดลอง.....	45
5.2 ปัญหาและแนวทางแก้ไขปัญหา.....	46
5.3 ข้อเสนอแนะ.....	46
บรรณานุกรม.....	47
ประวัติผู้เขียน.....	49

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
1.1 ตารางเปรียบเทียบขนาดพื้นที่ผิวต่อปริมาตร.....	3
2.1 สมบัติทั่วไปของโททานิยมไดออกไซด์.....	6
2.2 สมบัติทางกายภาพของลูกบดชนิดต่างๆ.....	14
3.1 ความเร็วรอบที่สัมพันธ์กับลักษณะการตกของลูกบด.....	27
4.1 ขนาดผลึกของแร่โอลิเมไนต์ที่บดในกรดซัลฟิวริกที่เวลาเสริมคลื่นอัลตราโซนิกต่างกัน.....	36
4.2 ชนิดและสัดส่วนของธาตุในแร่โอลิเมไนต์ที่ได้จากการบด.....	39
4.3 ขนาดและอัตราส่วนของผลึกโททานิยมไดออกไซด์ที่เวลาเสริมคลื่นอัลตราโซนิกต่างกัน.....	42
4.4 ชนิดและสัดส่วนของธาตุในแร่ลูโคซีนที่ได้จากการบด.....	44



สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
1.1 การเปรียบเทียบปริมาณการผลิตไททาเนียมไดออกไซด์โดยใช้กรดซัลฟิวริกและคลอไรด์.....	2
2.1 โครงสร้างผลึกของไททาเนียมไดออกไซด์.....	5
2.3 การเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงของไททาเนียมไดออกไซด์.....	7
2.4 โครงสร้างผลึกของแร่โอลิเมนต์แบบไตรโกนอล.....	8
2.5 กระบวนการที่เกิดขึ้นขณะบด.....	11
2.6 การเคลื่อนที่ของลูกบดภายในโม่บดที่มีความเร็วรอบที่แตกต่างกัน ที่ความเร็วรอบต่ำ ความเร็วรอบ ปานกลาง และความเร็วรอบใกล้ความเร็ววิกฤติ ตามลำดับ.....	12
2.7 เปรียบเทียบกลไกของแร่ที่ชะด้วยวิธีปกติเทียบกับการใช้คลื่นอัลตราโซนิกช่วย.....	16
2.8 กฎของ Bragg.....	17
2.9 ตัวอย่างรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์.....	19
2.10 แผนภาพส่วนประกอบของเครื่อง SEM ที่เป็นจุดกำเนิดภาพ.....	22
2.11 ลักษณะโครงสร้างพื้นผิวของไททาเนียมไดออกไซด์หลังจากการเผาที่ อุณหภูมิ 600 องศา เซลเซียส (a,b,c) อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส (d,e,f) และอุณหภูมิ 950 องศาเซลเซียส.....	23
2.12 ผลของความถี่และเวลาที่มีผลต่อขนาดของอนุภาค.....	24
2.13 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์และลักษณะทางกายภาพของผลิตภัณฑ์จากแร่โอลิเมนต์.....	24
3.1 ลูกบดเซอร์โคเนียหลายขนาด.....	25
3.2 เครื่องบดพร้อมระบบปล่อยคลื่นเสียงอัลตราโซนิก และตัวควบคุมการปล่อยคลื่นอัลตราโซนิก.....	26
3.3 แร่โอลิเมนต์และลูโคซีนจากธรรมชาติตามลำดับ.....	26
3.4 แผนภาพการดำเนินการ.....	29
3.5 แร่โอลิเมนต์และลูโคซีนที่ได้หลังจากกระบวนการบดด้วยลูกบดพร้อมคลื่นอัลตราโซนิก.....	30
3.6 สารละลายที่เก็บหลังจากแร่โอลิเมนต์ตกตะกอนที่เงื่อนไข บดในน้ำไร้ประจุ บดในกรดซัลฟิวริก บดใน กรดซัลฟิวริกโดยเสริมคลื่นอัลตราโซนิกเป็นเวลา 1 ชั่วโมง และ 3 ชั่วโมง ตามลำดับ.....	30
3.7 สารละลายที่เก็บหลังจากแร่ลูโคซีนตกตะกอนที่เงื่อนไข บดในน้ำไร้ประจุ บดในกรดซัลฟิวริก บดใน กรดซัลฟิวริกโดยเสริมคลื่นอัลตราโซนิกเป็นเวลา 1 ชั่วโมง และ 3 ชั่วโมง ตามลำดับ.....	31
3.8 แร่ลูโคซีนที่ค่า pH เท่ากับ 6 ไม่ตกตะกอน.....	31
3.9 แร่ลูโอลิเมนต์ที่ค่า pH เท่ากับ 6 ตกตะกอน.....	32
4.1 ลักษณะของแร่โอลิเมนต์ (ก) ก่อนบด (ข) หลังบด.....	34

สารบัญรูป(ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.2 ลักษณะพื้นผิวของแร่โอลิเมไนต์ (ก) แร่ตั้งต้น (ข) บดในน้ำไร้ประจุ (ค) บดในกรดซัลฟิวริก (ง) บดในกรดซัลฟิวริกโดยเสริมคลื่นอัลตราโซนิกเป็นเวลา 1 ชั่วโมง (จ) บดในกรดซัลฟิวริกโดยเสริมคลื่นอัลตราโซนิกเป็นเวลา 3 ชั่วโมง.....	35
4.3 กราฟการวิเคราะห์ทางโครงสร้างของแร่โอลิเมไนต์ก่อนบด, บดในน้ำไร้ประจุ , บดในกรดซัลฟิวริก บดในกรดซัลฟิวริกและบดในกรดซัลฟิวริกโดยเสริมคลื่นอัลตราโซนิกเป็นเวลา 1 และ 3 ชั่วโมงตามลำดับ.....	37
4.4 กราฟการดูดกลืนแสงของสารละลายที่ได้จากการบดการบดแร่โอลิเมไนต์ที่เงื่อนไขต่างๆ.....	38
4.5 ลักษณะของแร่ลูโคซีน (ก) ก่อนบด (ข) หลังบด.....	39
4.6 ลักษณะพื้นผิวของแร่ลูโคซีน(ก) แร่ตั้งต้น (ข) บดในน้ำไร้ประจุ (ค) บดในกรดซัลฟิวริก (ง) บดในกรดซัลฟิวริกโดยเสริมคลื่นอัลตราโซนิกเป็นเวลา 1 ชั่วโมง (จ) บดในกรดซัลฟิวริกโดยเสริมคลื่นอัลตราโซนิกเป็นเวลา 3 ชั่วโมง.....	40
4.7 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของแร่ลูโคซีน ก่อนบด , บดในน้ำไร้ประจุ ,บดในกรดซัลฟิวริก และบดในกรดซัลฟิวริกโดยเสริมคลื่นอัลตราโซนิก 1 และ 3 ชั่วโมง ตามลำดับ.....	42
4.8 กราฟการดูดกลืนแสงของสารละลายที่ได้จากการบดการบดแร่ลูโคซีน.....	43

บทที่ 1

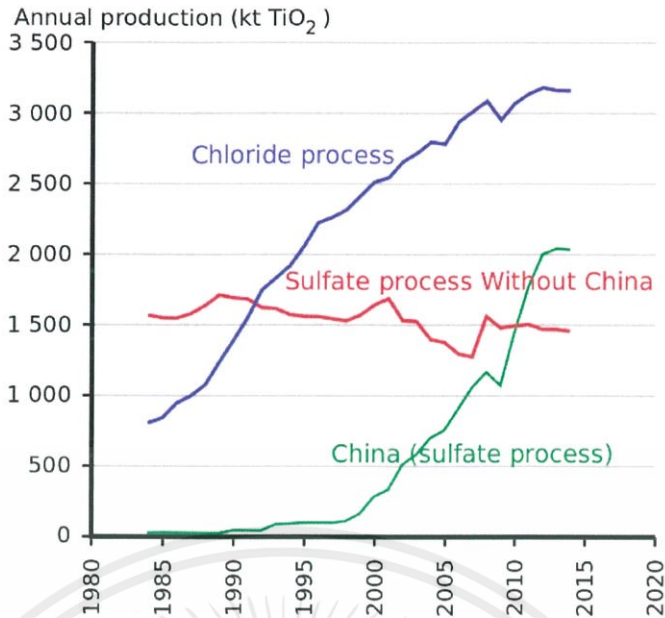
บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญของงาน

ไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) เป็นสารประกอบออกไซด์ของโลหะไททาเนียม มีลักษณะเป็นผงสีขาว ไม่เป็นพิษ นิยมนำมาใช้ในอุตสาหกรรมผลิตเม็ดสีขาว กระจกใส พลาสติก ด้วยสมบัติเด่นมีความแข็งแรงสูง ทนความร้อน น้ำหนักเบา ทนการกัดกร่อนได้ดี และสมบัติความไม่ชอบน้ำ และมีสมบัติการดูดกลืนแสงย่านอัลตราไวโอเล็ต สมบัติการเด่นทางแสงของไททาเนียมไดออกไซด์ คือ ปฏิกริยาการกระตุ้นด้วยแสง (Photocatalyst) เมื่อสารได้รับการกระตุ้นด้วยแสงจะเกิดปฏิกิริยาโดยที่สารจะไม่สลาย หรือหายไป เมื่อปฏิกิริยานั้นเสร็จสิ้นลงเนื่องจากกระบวนการโฟโตแคตตาไลซิสในไททาเนียมไดออกไซด์สามารถทำให้เกิดอนุมูลอิสระไฮดรอกซิลแรดิคัล และออกซิเจนแรดิคัล ซึ่งอนุมูลอิสระเหล่านี้สามารถสลายสารอินทรีย์และอนินทรีย์ รวมทั้งเชื้อโรคบางชนิดได้ ดังนั้นจึงนิยมนำไปประยุกต์ใช้ในงานด้านการบำบัดของเสียในตัวกลางที่เป็นได้ทั้งน้ำ อากาศ รวมทั้งใช้กำจัดเชื้อโรคบางสายพันธุ์

1.1.1 การนำไททาเนียมไดออกไซด์ไปใช้ประโยชน์

การบำบัดหรือกำจัดก๊าซและของเหลว โดยอนุมูลไฮดรอกซิลแรดิคัล (OH^\cdot) ที่เกิดจากไททาเนียมไดออกไซด์ สามารถกำจัดโมเลกุลของสารอินทรีย์ที่ระเหยอยู่ในอากาศ (Volatile Organic Compounds) โดยการทำลายพันธะระหว่างโมเลกุลของสารเหล่านั้น โดยการกำจัดโมเลกุลของสารที่ทำให้เกิดกลิ่นไม่พึงประสงค์และสารประกอบไฮโดรคาร์บอนอีกหลายชนิดในอากาศ ด้วยวิธีการนี้จะทำให้สารอินทรีย์ที่ระเหยอยู่ในอากาศแตกออกเป็นโมเลกุลเดี่ยวจึงไม่สามารถทำอันตราย หรือส่งผลกระทบต่อร่างกายมนุษย์ได้และในส่วนของการบำบัดของเหลวก็สามารถใช้ไททาเนียมไดออกไซด์ในการบำบัดสีย้อม (Dye) และตัวละลายสารเคมีที่ใช้แล้ว การนำไปใช้ประโยชน์ด้านพลังงาน ไททาเนียมไดออกไซด์สามารถนำไปประยุกต์ใช้ในเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง (Dye-Sensitized Solar Cells) โดยทำหน้าที่เป็นตัวรับอิเล็กตรอนจากสีย้อมและนำไปยังขั้วไฟฟ้าและกระบวนการแยกโมเลกุลน้ำ (H_2O splitting reaction) เพื่อผลิตพลังงานไฮโดรเจน เนื่องจากไททาเนียมไดออกไซด์เป็นสารกึ่งตัวนำชนิด n -type จึงมีสมบัติการนำอิเล็กตรอนที่ดี และในปัจจุบันได้มีการนำไททาเนียมไดออกไซด์ไปประยุกต์ใช้งานในการ สร้างวัสดุในโครงสร้างระดับนาโน อย่างแพร่หลาย จากรูปที่ 1.1 จะพบว่าการผลิตไททาเนียมไดออกไซด์จะใช้วิธีการหลักๆในการสังเคราะห์อยู่สองวิธีคือกระบวนการคลอไรด์เหมาะสมกับการสังเคราะห์ไททาเนียมไดออกไซด์จากแร่คุณภาพดีหรือแร่รูไทล์ และกระบวนการซัลเฟตจะเหมาะสมกับการสังเคราะห์ที่มีปริมาณไททาเนียมน้อยกว่าแต่มีต้นทุนที่ต่ำ



รูปที่ 1.1 การเปรียบเทียบปริมาณการผลิตไททาเนียมไดออกไซด์โดยใช้กรดซัลฟิวริกและคลอไรด์ [5]

และพบได้ในไทยเช่นแร่โอลิมีไนต์ แร่ลูโคซีน จะพบว่าสองกระบวนการนี้ใช้สังเคราะห์ไททาเนียมไดออกไซด์ในสัดส่วนใกล้เคียงกันโครงการนี้จึงมีแนวทางในการสังเคราะห์หรือผลิตวัสดุไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีประสิทธิภาพที่ใกล้เคียง โดยเลือกใช้กระบวนการที่ไม่ซับซ้อนที่จะสามารถนำไปต่อยอดในการผลิตเชิงพาณิชย์และผลิตในปริมาณมากได้ โดยใช้วัตถุดิบที่มีอยู่ในประเทศ ได้แก่ แร่ลูโคซีนซึ่งประกอบด้วยไททาเนียมประมาณ 50 เปอร์เซ็นต์และแร่โอลิมีไนต์ที่มีไททาเนียมไดออกไซด์ประมาณ 30 เปอร์เซ็นต์เป็นโลหะออกไซด์ของเหล็กและไททาเนียม มีสูตรทางเคมี $FeTiO_3$ เป็นแร่ที่เกิดเป็นแร่รองในหินอัคนีและหินแปรหลายชนิดโดยเฉพาะหินแกรนิต และหินไดออไรต์ โดยการแยกตัวหรือตกผลึกในช่วงต้นๆ ของหินหนืด มีส่วนสัมพันธ์กับแร่แมกนีไทต์ พบปนอยู่ในทรายร่วมกับแมกนีไทต์ รูไทล์ เซอร์คอน และโมนาไซต์ และแหล่งแร่ ปกติจะแร่โอลิมีไนต์และลูโคซีนมีเนื้อสमानแน่นหรือเป็นเม็ดขนาดเท่าเม็ดทราย มีความวาวคล้ายโลหะหรือกึ่งโลหะ [3]

จะพบว่าแร่โอลิมีไนต์ มีปริมาณไททาเนียมมากพอที่จะใช้สังเคราะห์โดยมี Fe 36.8% Ti 31.6% และ O 31.6% โดยประมาณ อัตราส่วนระหว่างไททาเนียมกับเหล็กแปรเปลี่ยนได้มาก ถ้ามีเหล็กออกไซด์มากไป อาจเพราะมีฮีมาไทต์เป็นมลทิน แมกนีเซียม และแมงกานีสอาจพบในโอลิมีไนต์ สามารถแทนที่แร่เหล็กนี้ได้ และมีแหล่ง แร่โอลิมีไนต์ในประเทศไทย โดยพบขนาดเล็กเท่าเม็ดทรายพบในแหล่งตึกทุกที่ๆไป เช่นที่จังหวัด กาญจนบุรี ประจวบคีรีขันธ์ พังงา ภูเก็ต ระนอง ตะกั่วป่า ฯลฯ สีคล้ายตึกจนทำให้เข้าใจผิดกันมาก พวกทำเหมืองแร่ตึก มักเรียกว่า ขี้แร่ (อามัง) ชนิดที่เป็นแผ่นบางๆ ซ้อนๆ กัน พบในแหล่งพลอยที่จันทบุรี และตราด [3]

เนื่องจากไททาเนียมไดออกไซด์เป็นสารกึ่งตัวนำที่มีค่าแถบพลังงานดูดกลืนกว้างประมาณ 3.2 อิเล็กตรอนโวลต์ จำเป็นต้องอยู่ภายใต้เงื่อนไขการฉายด้วยรังสีอัลตราไวโอเล็ต (Ultraviolet irradiation) จึงจะทำให้ไททาเนียมไดออกไซด์มีสมบัติเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงได้ และการรวมตัวกันของคู่อิเล็กตรอนและโฮลที่เกิดจากการกระตุ้นด้วยแสงที่รวดเร็ว ถือเป็นข้อด้อยหนึ่งของไททาเนียมไดออกไซด์ในการใช้งานเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จึงจำเป็นต้องมีการเพิ่มประสิทธิภาพการทำงาน ด้วยการเจือโลหะที่เหมาะสม การปรับเปลี่ยนเฟสของไททาเนียมไดออกไซด์ การทำให้อยู่ในรูปของวัสดุผสม

ขณะเดียวกันนาโนเทคโนโลยี ได้เข้ามามีบทบาทในการเข้ามาแก้ปัญหาในการเพิ่มประสิทธิภาพของวัสดุ โดยสังเคราะห์ให้อยู่ในรูปโครงสร้างเล็กระดับนาโน เพื่อทำให้มีพื้นที่ผิวสัมผัส (Surface area) เพิ่มขึ้นส่งผลให้มีประสิทธิภาพเพิ่มขึ้นในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดี นาโนเทคโนโลยี มีบทบาทช่วยในการสร้าง สังเคราะห์ และเพิ่มประสิทธิภาพวัสดุต่างๆ นาโนเทคโนโลยี คือ การจัดการ การสร้าง การสังเคราะห์วัสดุ อุปกรณ์และระบบต่างๆ ที่มีขนาดเล็กอยู่ในช่วง 1 - 100 นาโนเมตร ซึ่งจะส่งผลให้วัสดุหรืออุปกรณ์มีสมบัติที่พิเศษขึ้น ทำให้เกิดประโยชน์ต่อผู้ใช้และเพิ่มมูลค่าทางเศรษฐกิจได้ พื้นที่ผิวหน้าต่อปริมาตรและความว่องไวในการปฏิกิริยาเคมี วัสดุที่มีขนาดในระดับนาโนเมตร จะมีอัตราส่วนระหว่างพื้นที่ผิวต่อปริมาตร (Surface-to-volume) สูงมากเมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุชนิดเดียวกันที่มีขนาดใหญ่กว่า วัสดุนาโนจะมีจำนวนอะตอมผิวหน้าจำนวนมากซึ่งอธิบายในตารางที่ 1.2 อยู่ที่บริเวณผิวหน้าจะส่งผลให้เกิดปฏิกิริยาเคมีบนพื้นผิวหน้าวัสดุได้ง่ายและเป็นการเสริมให้เกิดปรากฏการณ์ต่างๆ [1] เนื่องจากอิทธิพลของเคมีผิวหน้า ประโยชน์ที่ได้จากการเพิ่มปริมาณพื้นที่ผิวที่เห็นได้อย่างชัดเจนคือ การนำไปใช้ในการเร่งปฏิกิริยาเคมี และการใช้เพิ่มประสิทธิภาพวัสดุตัวกรอง

ตารางที่ 1.1 ตารางเปรียบเทียบขนาดพื้นที่ผิวต่อปริมาตร

ค่าที่เปรียบเทียบ	ลูกบาศก์แต่ละขนาด			
	1 เมตร	2 เมตร	3 เมตร	4 เมตร
พื้นที่ผิว	6 ตารางเมตร	24 ตารางเมตร	54 ตารางเมตร	96 ตารางเมตร
ปริมาตร	1 ลูกบาศก์เมตร	8 ลูกบาศก์เมตร	27 ลูกบาศก์เมตร	64 ลูกบาศก์เมตร
พื้นที่ผิวต่อปริมาตร	6 : 1	3 : 1	2 : 1	1.5 : 1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการ

1.2.1 เพื่อศึกษาวิธีสังเคราะห์และปัจจัยที่เหมาะสมในการผลิตผลิตภัณฑ์ไททานเนียมไดออกไซด์จากแร่โอลิมีไนต์และลูโคซีนที่ได้จากการบดด้วยลูกบดในแกนราบ พร้อมการปล่อยคลื่นเสียงอัลตราโซนิก

1.2.2 เพื่อศึกษาอิทธิพลของคลื่นอัลตราโซนิกและการใส่กรดซัลฟูริกที่มีผลต่อการสังเคราะห์ผลิตภัณฑ์ไททานเนียมไดออกไซด์จากแร่โอลิมีไนต์และลูโคซีน

1.2.3 เพื่อศึกษากระบวนการวิเคราะห์ทางโครงสร้างและคุณภาพของผลิตภัณฑ์ไททานเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากแร่โอลิมีไนต์และลูโคซีนด้วยกระบวนการบดด้วยลูกบดในแกนราบ พร้อมการปล่อยคลื่นเสียงอัลตราโซนิก

1.3 ขอบเขตและแผนการดำเนินโครงการ

1.3.1 โครงการนี้มุ่งเน้นไปที่การเตรียมวิธีการสังเคราะห์ผลิตภัณฑ์ไททานเนียมไดออกไซด์จากแร่โอลิมีไนต์และลูโคซีนซึ่งเป็นแร่ธรรมชาติที่สามารถหาได้ในประเทศไทย โดยใช้วิธีอย่างง่ายคือ การบดด้วยลูกบดพร้อมการปล่อยคลื่นเสียงอัลตราโซนิก

1.3.2 ทราบถึงความเร็วรอบ กำลังการปล่อยคลื่นเสียงอัลตราโซนิกที่เหมาะสมต่อการสกัดไททานเนียมไดออกไซด์ออกจากแร่โอลิมีไนต์และลูโคซีน ให้ได้ปริมาณและความบริสุทธิ์สูง ด้วยกระบวนการบดในสารละลายกรดซัลฟูริก

1.3.3 สามารถเปรียบเทียบสมบัติทางโครงสร้างและคุณภาพของผลิตภัณฑ์ไททานเนียมไดออกไซด์จากแร่โอลิมีไนต์และลูโคซีนที่ได้จากการบดด้วยลูกบดพร้อมการปล่อยคลื่นเสียงอัลตราโซนิก

1.3.4 ตรวจสอบลักษณะโครงสร้างผลึก ขนาด ของแร่โอลิมีไนต์และลูโคซีน ที่เปลี่ยนแปลงภายหลังการบดด้วยลูกบดพร้อมการปล่อยคลื่นเสียงอัลตราโซนิก

บทที่ 2

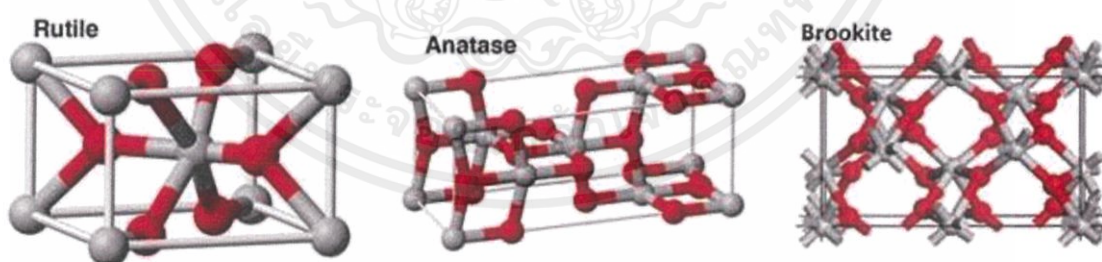
ทฤษฎีที่และหลักการ

2.1 สมบัติพื้นฐานของไททาเนียมไดออกไซด์ (Titanium dioxide)

มีลักษณะเป็นผงสีขาว เป็นสารประกอบออกไซด์ของโลหะไททาเนียม (Ti) มีสูตรโมเลกุลทั่วไปคือ TiO_2 เนื่องจากไททาเนียมสามารถเกิดปฏิกิริยากับธาตุอื่นๆ ได้ง่าย จึงไม่พบ ในรูปโลหะบริสุทธิ์ตามธรรมชาติ แต่จะพบในรูปสารประกอบในแร่ชนิดต่างๆ เช่น แร่รูไทล์ (Rutile) แร่อิลมีไนต์ (Ilmenite) แร่ลูโคซีน (Leucosene) แร่อะ-นาเทส (Anatase) แร่บรูโคท (Brookite) และแร่ไททาเนต (Titanite) นอกจากนี้ยังมีการพบแร่ไททาเนียมอยู่ร่วมกับแร่เหล็กด้วย

ไททาเนียมไดออกไซด์ เป็นสารกึ่งตัวนำประเภท n-type มีสมบัติดูดกลืนแสงในช่วงอัลตราไวโอเล็ต มีแถบพลังงานในช่วง 3.2 อิเล็กตรอนโวลต์ โดยไททาเนียมไดออกไซด์เฟสรูไทล์และเฟสอะนาเทส (Anatase) มีโครงสร้างแบบเตตระโกนอล (Tetragonal) และเฟสบรูโคทมีโครงสร้างแบบออร์ทอโรมบิก (Orthorhombic) แสดงดังรูปที่ 2.1 โดยอะตอมของไททาเนียมจะมีสีแดง และอะตอมของออกซิเจนจะมีสีขาว โครงสร้างแบบเตตระโกนอลของเฟสอะนาเทส มีค่าคงที่ผลึก $a=3.7845 \text{ \AA}$, $c=9.5143 \text{ \AA}$, $Z=4$ และค่าคงที่ผลึกของเฟสรูไทล์คือ $a= 4.5937 \text{ \AA}$, $c= 2.9587 \text{ \AA}$, $Z= 2$ ส่วนโครงสร้างแบบออร์ทอโรมบิกของเฟสบรูโคท มีค่าคงที่ผลึก $a= 5.4558 \text{ \AA}$, $b= 9.1819 \text{ \AA}$, $c= 5.1429 \text{ \AA}$, $Z=8$

ไททาเนียมไดออกไซด์มีสมบัติทางแสงและทางเคมีที่โดดเด่น เหมาะสมต่อการนำไปใช้งานในหลากหลาย โดยปกติจะใช้ทำเป็นเม็ดสี เรียกว่า titanium white และ Pigment white 6 (PW6) เนื่องจากมีค่าดัชนีหักเหของแสงสูงและสีโทนสว่างการประยุกต์ใช้ในเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง (Dye-Sensitized Solar Cells) โดยทำหน้าที่เป็นตัวรับอิเล็กตรอนจากสีย้อมและนำไปยังขั้วไฟฟ้า สำหรับสมบัติอื่นๆของไททาเนียมไดออกไซด์ระบุไว้ในตารางที่ 2.1



รูปที่ 2.1 โครงสร้างผลึกของไททาเนียมไดออกไซด์ [5]

ตารางที่ 2.1 สมบัติทั่วไปของไททาเนียมไดออกไซด์ [5]

สมบัติของไททาเนียมไดออกไซด์	
มวลโมเลกุล	79.886 กรัมต่อโมล
ลักษณะ	ผงสีขาว
กลิ่น	ไม่มีกลิ่น
ความหนาแน่น	4.23 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร (รูไทล์) 3.78 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร (อนาเทส)
จุดหลอมเหลว	1,843 องศาเซลเซียส
จุดเดือด	2,972 องศาเซลเซียส
การละลายในน้ำ	ไม่ละลาย
ดัชนีหักเห (n_D)	2.488 (อนาเทส) , 2.583 (บรูคไคท์) , 2.609 (รูไทล์)
ชนิดของสาร	สารกึ่งตัวนำประเภทเอ็น

2.1.1 สมบัติความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงของไททาเนียมไดออกไซด์

กระบวนการทางแสงในสารกึ่งตัวนำเป็นกระบวนการที่สารกึ่งตัวนำเมื่อได้รับแสงแล้วเกิดกลไกภายในสารกึ่งตัวนำ ซึ่งประกอบไปด้วยการดูดกลืนพลังงานของแสงที่ตกกระทบแล้วทำให้เกิดคู่อิเล็กตรอน-โฮล และการรวมตัวของคู่อิเล็กตรอน-โฮล โดยแสงจะมีสมบัติพื้นฐาน คือ แสงเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าชนิดหนึ่งที่มีความยาวคลื่นแสงแตกต่างกันไป แสงที่ตามนุษย์เรามองเห็นเรียกว่า แสงมองเห็น (Visible light) ซึ่งมีความยาวอยู่ในช่วงประมาณ 400 - 700 นาโนเมตร โดยที่แสงมีทั้งคุณสมบัติที่เป็นทั้ง “คลื่น” และ “อนุภาค” ปรากฏการณ์ที่แสงแสดงลักษณะสมบัติเป็นคลื่นก็คือ การสะท้อน การหักเห การแทรกสอด เป็นต้นในทางฟิสิกส์แบบควอนตัม คลื่นแสงถูกพิจารณาว่ามีลักษณะสมบัติเป็นอนุภาค โดยที่อนุภาคของแสงนี้ถูกเรียกว่าเป็น โฟตอน (Photon) และพลังงานของโฟตอนแปรกับความถี่ของคลื่นแสง ดังสมการที่ 2.1 [6]

$$E_{\text{photon}} = h\nu = \frac{hc}{\lambda} = \frac{1.24}{\lambda} \quad eV \quad (2.1)$$

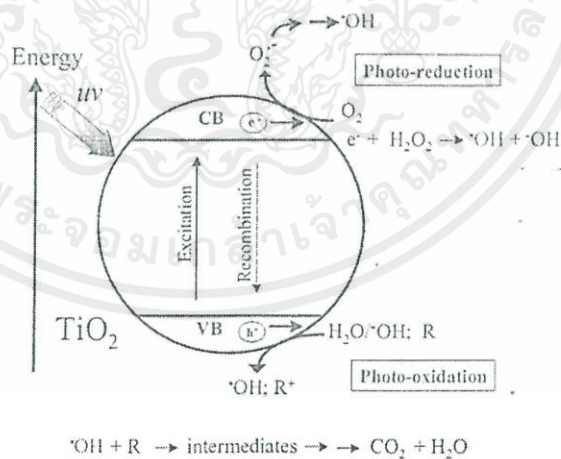
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- โดยที่ V คือ ความถี่ (Hz)
 λ คือ ความยาวคลื่นแสง (μm)
 h คือ ค่าคงที่ของพลังค์ มีค่าเท่ากับ 6.626×10^{-34} J-sec
 c คือ ความเร็วแสง มีค่าเท่ากับ 3×10^8 m/sec

สารกึ่งตัวนำจะดูดกลืนพลังงานแสงและเมื่อพลังงานโฟตอนของแสงมีค่ามากกว่าขนาดของช่องว่างพลังงาน (Energy gap) ของสารกึ่งตัวนำ หรือ $E_{\text{photon}} \geq E_g(\text{semi})$ จะเกิดเป็นคู่อิเล็กตรอน-โฮล ความนำไฟฟ้าจะเพิ่มขึ้นเมื่อได้รับแสง ส่วนกรณีที่ $E_{\text{photon}} < E_g(\text{semi})$ การดูดกลืนแสงจะไม่เกิดขึ้น

ไททาเนียมไดออกไซด์ เป็นสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็นที่มีแถบพลังงานช่องว่าง 3.2 อิเล็กตรอนโวลต์ ซึ่งสารกึ่งตัวนำประเภทนี้จะอิล็กตรอนบรรจุในแถบวาเลนซ์ และในแถบนำไฟฟ้าจะว่าง ซึ่งเมื่อได้รับแสงหรือรังสีอัลตราไวโอเล็ตที่มีพลังงานสูงกว่าแถบพลังงานช่องว่างหรือสูงกว่าประมาณ 3.2 อิเล็กตรอนโวลต์ จะกระตุ้นอิเล็กตรอนที่บรรจุในแถบวาเลนซ์จะย้ายสถานะขึ้นไปยังแถบนำไฟฟ้า และเมื่อแถบวาเลนซ์ว่างจะมีประจุบวกหรืออิเล็กตรอนโฮล (h^+) อยู่ ซึ่งจะให้ประจุไฮดรอกซิลไอออน (OH^-) และทำให้น้ำแตกตัว เมื่อไฮดรอกซิลไอออนได้รับประจุบวก จะกลายเป็นไฮดรอกซิลแรดิคัล (OH^\cdot) สำหรับอิเล็กตรอนที่ถูกกระตุ้นขึ้นไปยังแถบนำจะสามารถให้ออกซิเจนมารับประจุลบและกลายเป็น ออกซิเจนแรดิคัล (O^\cdot)

ซึ่งกระบวนการกระตุ้นอิเล็กตรอนจากแถบวาเลนซ์ขึ้นไปยังแถบนำไฟฟ้า ทำให้เกิดไฮดรอกซิลแรดิคัลนี้ จะทำให้ไททาเนียมไดออกไซด์มีสมบัติเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง ซึ่งปฏิกิริยานี้ขึ้นกับโฟตอนที่จากแสงอัลตราไวโอเล็ต และมีอัตราการตกกลับมายังแถบวาเลนซ์ของอิเล็กตรอนที่ถูกกระตุ้น ในเวลาไม่รวดเร็ว แสดงดังสมการดังรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.3 การเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงของไททาเนียมไดออกไซด์
(ที่มา: <http://lib.znate.ru/docs/index-214874.html>)

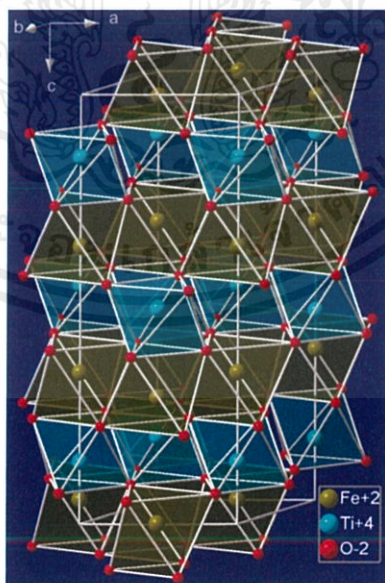
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.2 สมบัติพื้นฐานของแร่โอลิเมไนต์และแร่ลิวโคซีน [3]

แร่โอลิเมไนต์เป็นสารประกอบของไททาเนียมเหล็กออกไซด์ มีสูตรเคมี FeTiO_3 มี Fe 36.8% Ti 31.6% และ O 31.6% อัตราส่วนระหว่างไททาเนียมกับเหล็กแปรเปลี่ยนได้มากถ้ามีเหล็กออกไซด์มากไป อาจจะเป็นเพราะมีฮีมาไทต์เป็นมลทิน แมกนีเซียมและแมงกานีสอาจพบในโอลิเมไนต์เนื่องจากสามารถแทนที่เหล็กในแร่นี้ได้สำหรับแร่ลูโคซีนจะเป็นผลึกรูโพล์ของไททาเนียมไดออกไซด์เป็นหลักประมาณ 40 ถึง 50 เปอร์เซ็นต์และมีสิ่งเจือปนเช่นเดียวกับแร่โอลิเมไนต์ มีลักษณะเป็นแผ่นหนา มีความวาวของซิลิกอนที่เจือปน มีสีน้ำตาลรูปผลึกระบบเฮกซะโกนอลจะเป็นแผ่นหนาหรือเป็นชั้นผลึกมักจะใกล้เคียงกับฮีมาไทต์ อาจพบเป็นแผ่นบางๆ ซ้อนๆ กัน ปกติจะมีเนื้อสमानแน่น หรือเป็นมวลเมล็ดเท่าเม็ดทราย แข็ง 5.5-6 ความถ่วงจำเพาะ 4.7 ความวาวคล้ายโลหะหรือกึ่งโลหะ สีดำ แบบเหล็ก สีฝังละเอียดดำหรือแดงน้ำตาล อาจมีคุณสมบัติแม่เหล็กได้สูง โดยไม่ต้องเผาให้ร้อน เนื้ออับแสง (Opaque)

2.3.1 แหล่งกำเนิดแร่โอลิเมไนต์และลูโคซีน [3]

พบได้ที่สายแร่ของหินชนิดเกิดเป็นตัวเคลือบในลักษณะเป็นชั้นหรือรูปเลนส์ในหินไนส์และหินแปร ชนิดอื่นๆ สัมพันธ์กับแมกนีไทต์ปนอยู่ในทรายร่วมกับแมกนีไทต์ รูโพล์ เซอร์คอนและโมนาไซต์พบเสมอ ในแหล่งแร่ดีบุกต่างประเทศพบมากที่ Kragero และแหล่งอื่นๆ ในนอร์เวย์ ฟินแลนด์ ในลักษณะเป็นผลึกพบที่ Miask ในภูเขาโอลิเมน สหพันธรัฐเซีย อินเดีย บราซิล มีการทำเหมืองจากทรายชายฝั่งเป็นปริมาณมาก ในประเทศไทย แร่โอลิเมไนต์ขนาดเล็กเท่าเม็ดทรายพบในแหล่งดีบุกทั่วไป เช่นที่ จ.กาญจนบุรี ประจวบคีรีขันธ์ พังงา ภูเก็ต ระนอง ตะกั่วป่า และบางแหล่งเป็นแร่ลูโคซีนปนกับแร่โอลิเมไนต์ ชนิดที่เป็นแผ่นบางๆ ซ้อนๆ กัน พบในแหล่งพลอยที่จันทบุรี และตราด



รูปที่ 2.4 โครงสร้างผลึกของแร่โอลิเมไนต์แบบไตรโกนอล [5]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.4 กระบวนการสังเคราะห์โลหะออกไซด์จากแร่ธรรมชาติ

2.4.1 การผลิตโลหะจากสินแร่ [7]

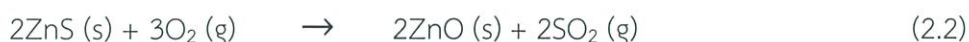
มีกระบวนการหลัก 3 ขั้นตอน ประกอบด้วย การเตรียมสินแร่เป็นการเตรียมแร่ให้เหมาะสมกับการนำไปสกัดโลหะทั้งด้านความสะอาด ขนาด และปริมาณที่พอเหมาะโดยแยกสิ่งแปลกปลอมที่ปะปนอยู่ เช่น ดิน ทราย หรือแร่ธาตุอื่นๆ ที่ไม่ต้องการออกจากแร่ การเตรียมแร่มีขั้นตอนดังนี้

- (1) การบดแร่ (Crushing) สินแร่ที่ได้จากการทำเหมืองอาจมีขนาดใหญ่มากกว่า 1 เมตร ดังนั้น เพื่อให้สามารถสกัดโลหะออกได้ง่ายจึงต้องบดย่อยแร่ให้มีขนาดเล็ก ซึ่งการบดแร่จะใช้เครื่องมือหลายประเภทเช่น Jaw crusher หรือ Gyratory crusher จะใช้บดแร่ให้มีขนาดประมาณ 100-300 มิลลิเมตร Roll crusher จะใช้บดแร่ให้มีขนาด 10-50 มิลลิเมตร และ Ball mill ใช้สำหรับบดแร่ให้มีขนาดละเอียดน้อยกว่า 0.05-10 มิลลิเมตร
- (2) การคัดขนาด (Sizing) เป็นการนำแร่ที่ผ่านการบดในแต่ละขั้นตอนมาร่อนด้วยตะแกรงเพื่อคัดขนาดแร่ให้มีความสม่ำเสมอ
- (3) การแต่งแร่ (Ore dressing) เป็นการกำจัดสารปนเปื้อนหรือสารมลทินออกจากแร่ โดยมีจุดประสงค์เพื่อให้ได้แร่ที่มีปริมาณโลหะมากขึ้นหรือมีความเข้มข้นสูงขึ้น การแต่งแร่มีหลายวิธีขึ้นอยู่กับคุณสมบัติ ของแร่ เช่น การใช้การสั่นสะเทือน เหมาะสำหรับแร่ที่มีความถ่วงจำเพาะสูง แยกด้วยแม่เหล็กเหมาะสำหรับแร่ที่เป็นสารประกอบเฟอร์โรแมกเนติกซึ่งติดกับแม่เหล็ก และการลอยแร่ เป็นการนำสินแร่ที่บดละเอียดมาผสมกับน้ำซึ่งมีน้ำมันและสารเคมีที่ทำให้เกิดฟองปนอยู่ จากนั้นจะตีหรือเป่าให้เกิดฟองสินแร่ซึ่งถูกน้ำมันเคลือบจะลอยขึ้นอยู่ผิวน้ำด้านบนพร้อมกับฟอง ส่วนสิ่งปนเปื้อนหรือกากแร่จะจมอยู่ด้านล่างเมื่อตักเอาฟองขึ้นมาแล้วปล่อยให้แห้งจะได้สินแร่ที่มีความเข้มข้นสูงขึ้น

2.4.2 การสกัดโลหะออกจากแร่ [7]

การสกัดโลหะออกจากแร่เป็นกระบวนการที่สำคัญเพื่อแยกเอาโลหะที่ต้องการออกจากสินแร่โดยส่วนใหญ่ใช้กระบวนการรีดักชัน การสกัดโลหะทำได้หลายวิธีขึ้นอยู่กับสมบัติของโลหะ ได้แก่

- (1) การใช้ความร้อน ประกอบด้วยวิธีการย่าง (Roasting) และวิธีการถลุง (Smelting) วิธีการย่างแร่เป็นการเผาสินแร่ในเตาเพื่อเปลี่ยนโครงสร้างของโลหะในสินแร่ให้อยู่ในรูปสารประกอบออกไซด์เนื่องจากสามารถสกัดเอาโลหะออกมาได้ง่าย เช่น การย่างแร่สังกะสีซัลไฟด์เป็นสังกะสีออกไซด์จะเกิดปฏิกิริยาดังสมการ



ขั้นตอนการสกัดโลหะด้วยวิธีนี้มักเกิดซัลเฟอร์ไดออกไซด์ซึ่งเกิดก๊าซที่เป็นอันตราย ดังนั้น โรงงานย่างแร่จะต้องติดตั้งอุปกรณ์บำบัดก๊าซซัลเฟอร์ที่มีประสิทธิภาพเพื่อลดปัญหามลพิษทางอากาศ

หรือถ้ามีก๊าซซัลเฟอร์เกิดขึ้นปริมาณมากๆ อาจนำไปใช้ผลิตเป็นสารเคมีได้ เช่น กรดซัลฟูริก เป็นต้น วิธีการถลุง เป็นการนำแร่มาสกัดโดยใช้ความร้อนสูงในเตา โดยใช้ตัวรีดิวซ์ เช่น คาร์บอน (นิยมใช้ในรูปของถ่านโค้กหรือถ่านหิน) เหล็ก และอะลูมิเนียม เป็นตัวทำปฏิกิริยารีดักชันเพื่อให้โลหะแยกมาในรูปโลหะหลอมเหลว ในเตาถลุงแต่ละส่วนจะมีอุณหภูมิต่างกันและปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นก็ต่างกันด้วย โดยโลหะที่หลอมเหลวจะอยู่ที่บริเวณส่วนล่างของเตาถลุงและมีชั้นของกากแร่ที่เกิดจากการถลุงหรือตะกรัน (Slag) ลอยอยู่ด้านบน ตะกรันที่ได้จากการถลุงจะเกิดจากการใส่สารเคมีที่เรียกว่าฟลักซ์ (Flux) เช่น CaCO_3 ซึ่งจะรวมตัวกับสิ่งเจือปนประเภทซิลิเกตหรือซิลิกาในแร่เกิดเป็นของแข็ง แยกออกจากโลหะหลอมเหลวได้ชั้นโลหะหลอมเหลวอาจเป็นโลหะชนิดเดียว หรือเป็นสารละลายของโลหะหลายชนิด ส่วนชั้นของตะกรัน ตะกรันจะประกอบด้วยสารประกอบซิลิเกตและสารมลทินของแร่นั้น เช่น อะลูมิเนียมออกไซด์ ฟอสเฟตฟลูออไรด์ เป็นต้น ตัวอย่างปฏิกิริยาการถลุงแสดงดังสมการต่อไปนี้

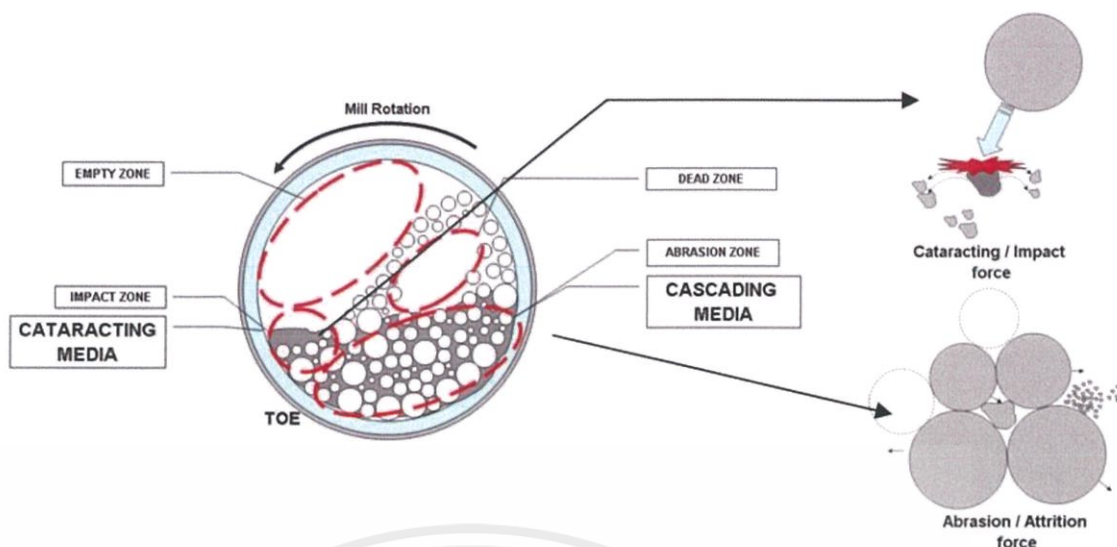


- (2) การสกัดโดยใช้สารละลายเคมี ได้แก่ วิธีการชะละลาย (Leaching) วิธีนี้เป็นการใช้สารเคมีละลายเอาโลหะออกจากแร่ โดยนำแร่ที่ผ่านการบดละเอียดมาทำสมกับสารเคมีในถัง ซึ่งโลหะจะทำปฏิกิริยากับสารเคมีได้สารละลายส่วนกากแร่ก็จะตกตะกอนอยู่ที่ก้นถัง จากนั้นจะนำเอาสารละลายที่ได้ไปแยกเอาโลหะออกต่อไป
- (3) การสกัดโดยใช้กระแสไฟฟ้า ได้แก่ วิธีแยกสลายด้วยไฟฟ้า (Electrolysis) เหมาะสำหรับสกัดโลหะอัลคาไลน์และอัลคาไลน์เอิร์ท เช่น โซเดียม โพแทสเซียม ซีเซียม แมกนีเซียม และอะลูมิเนียม

2.5 กระบวนการเตรียมแร่โดยการบด

กระบวนการลดขนาดของวัสดุให้ลดขนาดลงอยู่ในระดับไมโครเมตรสามารถทำได้ด้วยกระบวนการบดโดยใช้ลูกบด เนื่องจากเป็นวิธีที่ง่าย ไม่ยุ่งยากซับซ้อน แล้วต้นทุนไม่สูงในกระบวนการผลิตผลิตภัณฑ์ในอุตสาหกรรมเซรามิกหรืออุตสาหกรรมอื่นๆ ที่มีความต้องการลดขนาดอนุภาคของวัตถุดิบลงจากวัตถุดิบตั้งต้นขนาด 5 - 250 มิลลิเมตรโดยให้มีขนาดเล็กอยู่ในระดับไมโครเมตรสามารถใช้กระบวนการบดด้วย “Ball Mill” หรือ โม่บดมีการใช้งานที่ไม่ยุ่งยากซับซ้อน โดยทั่วไปโม่บดสามารถบดวัตถุดิบให้มีขนาดเล็กได้ในระดับ 10 ถึง 300 ไมครอน หลักการทั่วไปของการบดย่อยวัตถุดิบด้วยโม่บดคือ การให้วัตถุดิบถูกกระแทก (Catacting/Impact grinding force) และขัดสี (Abrasion/Attrition grinding force) ด้วยลูกบดจนเกิดการแตกและสลายตัวเล็กลงโดยทั่วไปโม่บดสามารถทำการบดได้ใน 2 ลักษณะคือ การบดแบบเปียก (Wet grinding) และการบดแบบแห้ง (Dry grinding) ซึ่งอุตสาหกรรมเซรามิกส่วนใหญ่จะเป็นการบดแบบนี้ และการบดแบบเปียกนั้นมีรายละเอียดปลีกย่อยมากกว่าการบดแบบแห้ง การพิจารณาประสิทธิภาพของโม่บดนั้นต้องทราบปริมาณทั้งหมดของโม่ สามารถใส่ลูกบดได้ประมาณร้อยละ 50 โดย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการทำงานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.5 กระบวนการที่เกิดขึ้นขณะบด [8]

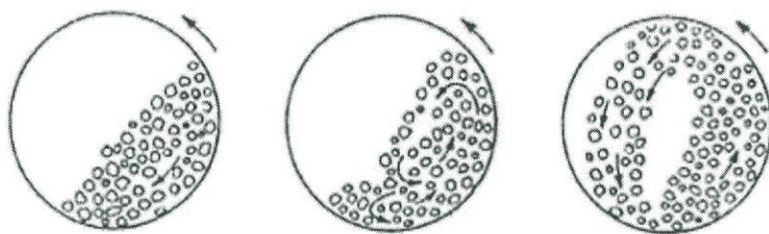
ภายในลูกบดนี้จะส่งผลให้เกิดช่องว่างหรือ Void Fraction โดยอัตราโดยประมาณร้อยละ 40 ดังนั้นจะเหลือพื้นที่ใส่วัสดุบดและน้ำอีกประมาณร้อยละ 30

2.5.1 แรงกระทำที่เกิดขึ้นภายในกระบวนการบด

(1) การบดที่เกิดจากการตกกระทบของลูกบด (Cataracting Media) กับวัสดุบดบริเวณ Impact Zone

(2) การบดที่เกิดจากแรงขัดสีของลูกบด (Cascading Media) กับวัสดุบดป้อนบริเวณ Abrasion Zone นอกจากนี้หากปราศจากตัวแปรอื่น ๆ เช่น ความเข้มข้นของ Slurry และแรงต่างๆ ที่กระทำต่อลูกบดแล้ว ในการบดครั้งหนึ่ง ๆ จะมีส่วนที่เป็นช่องว่างหรือ Dead Zone ซึ่งเป็นจุดที่ไม่เกิดการบดใดๆ โดยอัตราโดยประมาณ ในส่วนของ Empty Zone จะเกิดขึ้นเอง เมื่อพิจารณาที่ความเร็วรอบ 60-80% ของความเร็ววิกฤติ จะมีปริมาณมากหรือน้อยนั้นก็ขึ้นอยู่กับความเร็วรอบของโม่บด เช่น หากให้อัตราส่วนความเร็วรอบต่อความเร็ววิกฤติมากขึ้นก็จะทำให้เกิด Empty Zone ได้น้อยลงเนื่องจากลูกบดสามารถวิ่งขึ้นไปได้สูงกว่าเดิมในขณะเดียวกันจะสามารถเพิ่ม Impact Zone ได้มากขึ้นด้วยเช่นกัน

การแตกตัวของวัสดุที่ลูกบดประกบกันด้วย 2 กลไกคือ Chipping และ Abrasion กล่าวคือ Chipping เป็นการบดที่ทำให้เกิดอนุภาคหยาบหลุดออกมาจากเม็ดวัสดุบดป้อนขนาดใหญ่แต่ Abrasion คือ การบดที่ทำให้เกิดอนุภาคเล็ก ๆ จากอนุภาคหยาบอีกต่อหนึ่งหรืออาจกล่าวรวมกันได้ว่ากระบวนการบดด้วยแรงขัดสีนั้นรวมกันเรียกว่า Attrition



รูปที่ 2.6 การเคลื่อนที่ของลูกบดภายในโม่บดที่มีความเร็วรอบที่แตกต่างกัน ที่ความเร็วรอบต่ำ ความเร็วรอบปานกลาง และความเร็วรอบใกล้ความเร็ววิกฤติ ตามลำดับ

2.5.2 ความเร็วรอบโม่บด (Mill Rotational Speed)

โรงงานอุตสาหกรรมให้ความสำคัญในเรื่องความเร็วรอบมากขึ้น เพราะในปัจจุบันสามารถปรับรักษาความเร็วรอบที่เหมาะสมได้ง่าย ด้วยวิธีการใช้ Variable Speed Drive เข้ามาช่วยทดสอบเพื่อหาความเร็วที่เหมาะสมก่อนการปรับระบบเชิงกลอย่างอื่นโดยใช้ความเร็ววิกฤติเป็นจุดเริ่มในการหาความเร็วที่เหมาะสมการคำนวณค่าความเร็ววิกฤติ ความเร็ววิกฤติหมายถึง ความเร็วรอบที่ทำให้ลูกบดลุดกเหวี่ยงติดไปกับผนังตลอดเวลา ซึ่งจะทำให้ไม่เกิดการบดแบบ Cataracting/Impact Grinding หรือเกิดน้อยมาก ซึ่งสภาพนี้เกิดจากการที่ลูกบดมีความเร็วเท่ากับความเร็วหนีศูนย์กลางหรือ Gravimetric/Centrifuging Speed ดังนั้นจะเรียกความเร็วนี้ว่า ความเร็ววิกฤติ (Critical Speed : V_c) ซึ่งสามารถคำนวณได้ดังนี้ [8]

แรงกระทำเนื่องจากแรงโน้มถ่วง

$$P = mg \quad (2.4)$$

แรงหนีศูนย์กลาง

$$F_c = \frac{mv^2}{R} \quad (2.5)$$

เมื่อกำหนดให้ R คือ เส้นผ่าศูนย์กลางของโม่บด

N คือ จำนวนรอบในการหมุน

P คือ จุดที่แรงกระทำจากแรงโน้มถ่วงเท่ากับแรงหนีศูนย์กลาง

m คือ มวลของลูกบด

เมื่อลูกบดอยู่ในสภาวะของความเร็ววิกฤติ คือ แรงหนีศูนย์กลางเท่ากับ แรงกระทำจากแรงโน้มถ่วงในขณะหมุน

$$\frac{mv^2}{R} = mg \cos \alpha \quad (2.6)$$

ดังนั้น

$$v = \frac{2\pi RN}{60} \quad (\text{m/sec}) \quad (2.7)$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

แทนค่า (2.7) ลงในสมการที่ (2.6) จะได้ความสัมพันธ์

$$\cos\alpha = \frac{4\pi^2 N^2 R}{60^2 g} \quad (2.8)$$

จากสมการที่ (5) สามารถหาค่าคงที่ได้

$$\cos\alpha = 0.0011 N^2 R \quad (2.9)$$

แต่เนื่องจากลูกบดก็มีรัศมีด้วยเช่นกันดังนั้นจึงต้องนำรัศมีของลูกบดมาคิดด้วย แต่เพื่อให้ง่ายต่อการคำนวณ จึงคิดค่า R จากเส้นผ่าศูนย์กลาง คือ $R = D/2$ แทนค่า

$$\cos\alpha = 0.0011 \frac{N^2}{2} (D - d) \quad (2.10)$$

เมื่อ D คือ เส้นผ่าศูนย์กลางของหม้อบด

d คือ เส้นผ่าศูนย์กลางของลูกบด

ที่จุดความเร็ววิกฤต คือ ความเร็วที่ทำให้ลูกบดลัดผนังไปตลอดนั้นคือมุม $\alpha = 0$ หรือ $\cos\alpha = 1$

และ

$N = V_c$ ดังนั้นเมื่อทำการแทนค่าต่าง ๆ ลงในสมการที่ (2.10) จะได้สมการความเร็ววิกฤตดังนี้

$$\text{ความเร็ววิกฤต } (V_c) = \frac{42.3}{(D-d)^{1/2}} \quad (2.11)$$

การเคลื่อนที่ของวัตถุที่เคลื่อนที่ด้วยความเร็ววิกฤตนั้น วัตถุนั้นจะมีความเร็วเท่ากับความเร็ววิกฤต ดังนั้นลูกบดและวัตถุดิบภายในหม้อบด จะไม่เกิดการบดหรือการกระแทกกันขึ้น ความเร็วที่เหมาะสมที่จะทำให้ลูกบดตกกระทบกับวัตถุเพื่อทำให้เกิดแรงตกกระทบกัน (Impact) และทำให้ลูกบดกับวัตถุดิบเกิดการบดระหว่างกันและกัน (Grinding) จะอยู่ที่ 60 - 80 % ของความเร็ววิกฤตขึ้นอยู่กับการบดของเรานั้น ถ้าเป็นการบดเปียกจะใช้ความเร็วที่ 0.7 - 0.8 V_c กรณีที่เป็นการบดแห้งจะใช้ความเร็วที่ 0.6 - 0.7 V_c

2.5.3 ปริมาณของลูกบดที่ใช้ในหม้อบด

การเติมลูกบดลงไปนหม้อบด เพื่อให้ได้ประสิทธิภาพในการบดสูงสุดนั้นจะเติมอยู่ที่ประมาณ 50 - 55 % ของปริมาตรภายในทั้งหมดของหม้อบด ซึ่งจากการทดสอบ พบว่า ช่วงของการเติมลูกบดในช่วงนี้ จะช่วยให้เวลาในการบดน้อยที่สุด และค่าการกระจายตัวของอนุภาค (Particle Distribution) จะดีที่สุด เมื่อเราเติมลูกบดลงไป 55 % ของปริมาตรหม้อบดแล้วนั้น การจัดเรียงตัวของลูกบดในแต่ละขนาดจะยังทำให้เกิดช่องว่างภายในระหว่างลูกบดอยู่ ถึงแม้ว่าเราจะเติมลูกบดหลาย ๆ ขนาดลงไปเพื่อให้การอัดตัว

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ของลูกบดที่ดีที่สุด ปริมาตรของลูกบดที่หักช่องว่าง (Void) ต่าง ๆ ออกไปแล้ว จะอยู่ที่ประมาณ 60 % ของ ปริมาตรรวมทั้งหมด (ที่ 55 % ของ Mill Volume) [9]

$$\text{ปริมาตรของลูกบดที่อยู่ในหม้อบด} = 55 \% \times 60 \%$$

$$= 33 \% \text{ ของปริมาตรหม้อบด}$$

ดังนั้นในหม้อบดจะเหลือช่องว่างที่สามารถเติมวัตถุดิบและน้ำลงไปได้อีกประมาณ 67 %

2.5.4 ชนิดของลูกบดที่ใช้ในหม้อบด

การเลือกใช้ลูกบดชนิดต่าง ๆ ขึ้นอยู่กับสิ่งที่จะบด ถ้าเป็นเนื้อดินของผลิตภัณฑ์ที่ไม่ต้องการเน้นเรื่อง ความขาวของเนื้อผลิตภัณฑ์มาก เช่น เนื้อของกระเบื้องปูพื้น, บุผนัง, เนื้อดินสโตนแวร์, เนื้อดินกระเบื้อง หลังคา อาจเลือกใช้ลูกบดที่มีมลทิน (Impurities) ปนอยู่ในเนื้อของลูกบดได้ราคาของลูกบดก็เป็นสิ่งที่ ต้องคำนึงถึง เนื่องจากบางโรงงานยังมีเงินลงทุนที่ไม่สูงนักจึงมักเลือกใช้ลูกบดที่มีราคาไม่สูงนักมาใช้งาน รวมทั้งประสิทธิภาพในการบดของลูกบดแต่ละชนิดด้วย แต่ถ้าได้มีการคำนวณเปรียบเทียบกับ ประสิทธิภาพในการบดของลูกบดที่มีค่าความหนาแน่นสูงเช่น ลูกบดเนื้ออลูมินาแล้ว อาจจะมีลด งบประมาณการลงทุนรวมลงไปได้เนื่องจากประสิทธิภาพในการบดที่สูงขึ้นทำให้ลดซึ่งโม่บดลงไปได้มาก ซึ่งอาจพบว่าเราไม่จำเป็นต้องติดตั้งหม้อบด (ซึ่งมีราคาสูงกว่าราคาลูกบดมาก) เท่ากับตอนที่ศึกษา โครงการในการสร้างโรงงาน แต่สามารถผลิตน้ำดินหรือสีเคลือบได้เท่ากัน ซึ่งจะทำให้งบประมาณในการ ลงทุนลดลงได้โดยจำแนกประเภทและสมบัติของลูกบดดังตารางที่ 2.2 โดยปกติแล้วลูกบดชนิดฟลินท์หรือ อหินเพบเบิลซึ่งเป็นหินที่เกิดขึ้นตามธรรมชาติ ตามชายหาด แม่น้ำ จะใช้บดเนื้อดินที่ไม่ต้องการความขาว มากนัก เพราะลูกบดที่เป็น Pebble จะมีเหล็กเจือปนอยู่เป็นจำนวนมากพอสมควร ราคาของลูกบดชนิดนี้จะ ไม่แพงมากนัก เมื่อเทียบกับลูกบดชนิดอื่น ๆ เมื่อบดไปเรื่อย ๆ ลูกบดก็จะสึกกร่อนไป ซึ่งสิ่งที่สึกออกมาก็ คือซิลิกอนไดออกไซด์ ซึ่งก็สามารถปนไปกับเนื้อดินได้เลย ไม่ถือว่าเป็นผลหิน

ตารางที่ 2.2 สมบัติทางกายภาพของลูกบดชนิดต่างๆ [9]

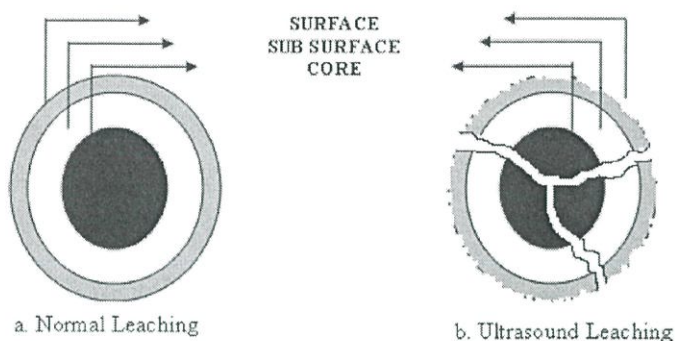
ชนิดของลูกบด	ส่วนประกอบ	ความ ถ่วงจำเพาะ	ประสิทธิภาพ ในการบด	ราคา	% การสึกหรอ
Flint/Pebble Stone	SiO ₂	2.5 - 2.6	ปานกลางถึงต่ำ	ถูก	สูง
Porcelain	Al ₂ O ₃ , SiO ₂	2.3 - 2.6	ปานกลาง	ปานกลาง	สูง
Steatite	SiO ₂ , MgO, Al ₂ O ₃	2.6 - 2.8	ปานกลาง	ปานกลาง	ปานกลาง
Alumina	Al ₂ O ₃	3.5 - 3.7	สูง	สูง	น้อย
Zirconia	ZrO ₂	5.8 - 6.0	สูงมาก	สูงมาก	ต่ำ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การบดโดยใช้ลูกบดที่มีเนื้อเดียวกันกับผลิตภัณฑ์ที่เราจะบดว่า Autogenous Milling ลูกบดชนิดเนื้อ Porcelain จะมีราคาสูงกว่า Pebble Stone แต่ถ้าเทียบกับลูกบดอลูมิน่าแล้ว ก็ยังมีราคาต่ำกว่าอยู่มาก ลูกบด Porcelain มีประสิทธิภาพในการบดที่ดีกว่า Pebble Stone และมีมลทินปนลงไปในตัวผลิตภัณฑ์ต่ำกว่าด้วย การสึกหรอของลูกบดแบบ Porcelain ยังสูงกว่าลูกบดอลูมิน่าอยู่มากสำหรับลูกบดเนื้อ Steatite นั้นจะมีราคาสูงกว่าเนื้อ Porcelain แต่ประสิทธิภาพในการบดจะดีกว่าเล็กน้อย การสึกหรอจะต่ำกว่าเนื้อ Porcelain เนื่องจากกระบวนการผลิตที่เผาที่อุณหภูมิสูงกว่า (Porcelain เผาที่ 1250-1300 °C Steatite เผาที่ 1350 °C) เนื้อของลูกบดจะมีความแข็งกว่า มีความหนาแน่นสูงกว่า มีรูปร่างทรงกลมที่แน่นอนเนื่องจากใช้กระบวนการขึ้นรูปแบบอัดด้วยแรงดันสูง ข้อดีอีกอย่างของการใช้ลูกบดเนื้อ Steatite คือในการบดจะมีอุณหภูมิของน้ำสลิบต่ำกว่า Alumina ในระหว่างการบดลูกบดชนิดเนื้ออลูมิน่าจะมีราคาสูงกว่า เนื้อ Porcelain และเนื้อ Steatite แต่ประสิทธิภาพในการบดจะดีกว่ามาก เนื่องจากมีค่าความถ่วงจำเพาะสูงกว่า ลูกบด Porcelain และ Steatite รวมทั้งการสึกหรอก็จะน้อยกว่าด้วย ซึ่งถ้าคำนวณถึงต้นทุนค่าไฟฟ้าที่สามารถลดได้เนื่องจากสามารถลดชั่วโมงบดลงได้ ค่ารวม % การสึกหรอของลูกบดที่ลดลง ต้นทุนของการใช้ลูกบดแบบอลูมิน่า จะถูกกว่า การใช้ลูกบดแบบ Pebble Stone และลูกบดเนื้อ Porcelain ในระยะยาว เพียงแต่ตอนลงทุนครั้งแรกนั้นอาจจะต้องลงทุนสูงกว่า อลูมิน่าจะสามารถบดโดยใช้ชั่วโมงบดเป็นครึ่งหนึ่งของลูกบดแบบ Pebble Stone หรือเราอาจเติมลูกบดเนื้ออลูมิน่าปนลงไปกับลูกบดแบบ Pebble stone เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการบดของหม้อบดได้สำหรับลูกบดเนื้อเซอร์โคเนียนั้น จะใช้ทำให้อนุภาคที่ต้องการบดนั้นมีขนาดเล็กมาก โดยสามารถบดได้โดยมีขนาดต่ำกว่า 1 ไมโครเมตร และมีการกระจายตัวของอนุภาคเกาะกลุ่มดี มีการสึกหรอต่ำมาก มีประสิทธิภาพในบดสูงมากเนื่องจากมีความหนาแน่นและมีความแข็งสูงกว่าลูกบดชนิดอื่น แต่มีราคาแพงกว่าลูกบดอื่นๆ สำหรับลูกบดที่ทำมาจากโลหะนั้น ไม่ค่อยเป็นที่นิยมสำหรับการผลิตในอุตสาหกรรมเซรามิกเนื่องจากมีความแข็งต่ำกว่าวัตถุดิบทางเซรามิกที่ต้องการบดทำให้เกิดมลทินที่มาจาก การสึกหรอของลูกบดเนื้อโลหะซึ่งจะทำให้เกิดตำหนิบนเนื้อผลิตภัณฑ์เซรามิกได้ ถึงแม้ว่าลูกบดโลหะจะมีค่าความหนาแน่นที่สูงทำให้มีน้ำหนักมาก ซึ่งจะช่วยในแง่การเพิ่มประสิทธิภาพในการบดก็ตาม

2.5.5 ขนาดของลูกบดและสัดส่วนที่ใช้เติมลงในหม้อบด

ขนาดของลูกบดที่ใช้เติมในหม้อบดนั้นขึ้นอยู่กับขนาดของหม้อบดที่เราใช้งาน ขนาดของวัตถุดิบที่เติมลงไป ในหม้อบดและความละเอียดของน้ำที่ต้องการบด โดยลูกบดขนาดใหญ่จะทำหน้าที่บดย่อย วัตถุดิบที่มีขนาดใหญ่ให้เล็กลงและลูกบดขนาดเล็กจะเป็นตัวทำให้วัตถุดิบเล็กลงได้ตามที่เราต้องการ ลูกบดขนาดเล็กนั้นจะบดวัตถุดิบให้มีขนาดการกระจายตัวของอนุภาคได้แคบกว่าลูกบดขนาดใหญ่เนื่องจากมีพื้นที่ผิวสัมผัสมากกว่า การเติมลูกบดที่มีขนาดแตกต่างกันลงไป ในหม้อบดนั้น จะช่วยให้การเรียงตัวของลูกบดดีขึ้น เนื่องจากมีช่องว่างลดลง ทำให้เราสามารถเติมวัตถุดิบลงไป ในหม้อบดได้มากขึ้น นอกจากนี้การเติมลูกบดหลายๆขนาดจะช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการบดให้ดีขึ้นด้วย



รูปที่ 2.7 เปรียบเทียบกลไกของแร่ที่ชะด้วยวิธีปกติเทียบกับการใช้คลื่นอัลตราโซนิกช่วย [11]

2.6 คลื่นอัลตราโซนิก

มีการใช้คลื่นอัลตราโซนิกสำหรับกำจัดของเสียหรือ Waste อย่างแพร่หลายในงานวิจัยที่ศึกษาเกี่ยวกับการสังเคราะห์สารด้วยคลื่น (Sonochemical) คลื่นอัลตราโซนิกสำหรับการชะถ่านหิน ลินแร่ เพื่อกำจัดซัลไฟด์ หมูซัลเฟอร์ โดยคลื่นอัลตราโซนิกจะช่วยให้มีการการขัดสีกันระหว่างอนุภาคในสารละลาย ซึ่งจะช่วยให้กำจัดฝุ่นหรือสิ่งสกปรกที่ติดมากับแร่หรือถ่านหิน และช่วยเสริมการชะของแร่ออกจากสิ่งเจือปนได้ดีกว่าการชะทั่วไป

2.6.1 หลักการทำงานของคลื่นอัลตราโซนิก [10]

คลื่นเสียงอัลตราโซนิกทำให้เกิดและสลายฟองอากาศขนาดเล็ก จำนวนมากอย่างรวดเร็วเรียกกระบวนการนี้ว่า cavitation ฟองอากาศที่เกิดขึ้นมีขนาดแตกต่างกัน มีทั้งชนิดที่เกิดขึ้นแล้วแตกทันที (Temporary bubble) และชนิดที่เป็นฟองอยู่ระยะเวลาหนึ่งแล้วจึงแตกจะทำให้เกิดแรงดันต่อพื้นผิวทำให้สิ่งสกปรกหลุดออกจากผิววัสดุที่เราต้องการชะ ปรากฏการณ์นี้แบ่งออกได้เป็น 3 ระยะ คือ

- (1) ระยะเริ่มต้น (Initial phase) หรือ bubble phase เป็นระยะสร้างฟองอากาศขนาดใหญ่และขนาดเล็กซึ่งเกิดจากคลื่นเสียงอัลตราโซนิกทำให้เกิดความดัน 2 ทิศทาง(dielectric pressure) ที่ตรงกันข้ามทำให้เกิดฟองสุญญากาศ(vacuum bubble)เนื่องจากมีนิวเคลียสซึ่งอาจเป็นไอน้ำที่เกิดจากโครงสร้างโมเลกุลของน้ำถูกทำลาย หรือเป็นแก๊สที่เกิดขึ้นเนื่องจากความร้อน หรือเป็นอนุภาคขนาดเล็กอยู่ใน ตัวกลาง (5×10^{-5} ถึง 10^3 เซนติเมตร)
- (2) ระยะทำลายฟองขนาดใหญ่ (catastrophic phase) โดยคลื่นเสียงอัลตราโซนิก ทำให้เกิดฟองอากาศขนาดเล็กไม่กี่ไมครอนจนถึงหลายร้อยไมครอน จำนวนนับล้านฟอง
- (3) ระยะสุดท้าย (final phase) เป็นระยะสร้างความดันสูง เกิดขึ้นเนื่องจากฟองอากาศยุบตัวแตกออก (Collapse) แล้วเกิดแรงดันของของเหลว (hydrostatic pressure) พุ่งออกมาเป็นลำจากฟองอากาศแต่ละฟองที่เรียกว่าเซนทรัลเจต(central jet) ซึ่งมีความดันสูงถึง 1,800 atm ดังนั้นถ้าใช้ความถี่ 40 กิโลเฮิร์ตซ์จะมีแรงดันกระทำต่อผิวอนุภาคและสิ่งสกปรกในความเร็ว 40,000 ครั้งต่อวินาที และถ้าวัดอุณหภูมิภายในฟองอากาศแต่ละฟองพบว่ามีความร้อนสูงถึง 2,000-5,000 องศาเซลเซียส

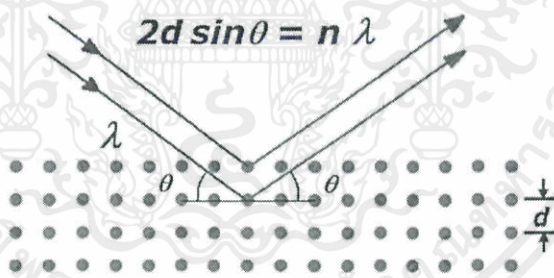
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

แต่อย่างไรก็ตามจำนวนฟองอากาศ และแรงระเบิดของฟองอากาศซึ่งนอกจากจะขึ้นอยู่กับความถี่และความแรงของคลื่นเสียงอัลตราโซนิกแล้ว ยังขึ้นอยู่กับอุณหภูมิของตัวกลาง กล่าวคือถ้าอุณหภูมิสูงกว่าจำนวนฟองอากาศจะเกิดมากแต่แรงดันของของเหลวจะน้อยกว่าที่อุณหภูมิต่ำกว่านอกจากนี้ยังขึ้นอยู่กับความดันและปริมาณแก๊สในตัวกลาง ซึ่งถ้ามีมากจะทำให้เกิดฟองอากาศได้น้อยลง และความเร่งของของเหลว (Acceleration of cleaning fluid) ผลดังกล่าวเกิดจากคลื่นเสียงอัลตราโซนิก และแรงดูดตามรูเล็ก (Capillary suction) ทำให้ของเหลวซึ่งเป็นตัวกลางเกิดความเร่งกระทำต่อผิวอนุภาคและสิ่งสกปรกสุดท้ายจากความร้อน (Thermal effect) ความร้อนที่เกิดขึ้นในตัวกลางจะทำให้สิ่งสกปรกซึ่งส่วนใหญ่ละลายได้มากขึ้นเนื่องจากอุณหภูมิสูงขึ้นจะเร่งการเกิดปฏิกิริยาเคมี

2.7 เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติเฉพาะทาง

2.7.1 การวิเคราะห์เชิงโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffractometer: XRD)

เครื่องมือวิเคราะห์สารโดยไม่ทำลายสารตัวอย่าง (Non – destructive method) โดยใช้หลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบหน้าผลึก ของสารตัวอย่างที่มุ่มต่างๆกัน ผลการวิเคราะห์ที่ได้จะถูกนำไปเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐาน เพื่อระบุวิฤภาคองค์ประกอบของสารตัวอย่าง ซึ่งวัสดุที่เป็นผลึกคือวัสดุที่มีการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในโครงสร้างอย่างเป็นระเบียบ การจัดเรียงตัวของอะตอมภายในผลึกจะมีลักษณะเป็นระนาบเส้นตรงขนานกัน แต่ละระนาบจะอยู่ห่างกันเป็นระยะ d ดังแสดงในรูปที่ 2.9 ซึ่งค่าระยะห่าง d จะมีค่า แตกต่างกันไปขึ้นกับธรรมชาติของผลึก จะเป็นไปตามกฎของ Bragg ดังสมการที่ 2.11



รูปที่ 2.8 กฎของ Bragg

$$2d\sin\theta = n\lambda \quad (2.12)$$

สมการที่ (2.12) เรียกว่า กฎของแบรกก์ในทางผลึกวิทยา (Crystallography) สามารถมองผลึกว่าประกอบด้วยระนาบของอะตอมต่างๆ โดยการระบุระนาบจะใช้สัญลักษณ์ $(h k l)$ ซึ่งค่า hkl เรียกว่า ดัชนี มิลเลอร์ (Miller indices) เป็นเลขจำนวนเต็มตั้งแต่ 0,1,2,... ระยะห่างระหว่างระนาบในชุดเดียวกันขึ้นอยู่กับดัชนี มิลเลอร์ $(h k l)$ และค่าคงที่ของโครงผลึก $(a, b, c, \alpha, \beta, \gamma)$ ความสัมพันธ์ระหว่าง

ระยะห่างของระนาบกับค่าคงที่ของโครงผลึกจะมีต่างกันไปตามระบบผลึกแบบต่างๆในกรณีอย่างง่าย เมื่อพิจารณาผลึกที่มีโครงสร้างแบบคิวบิก (Cubic) ซึ่งมีค่าคงที่โครงผลึกดังนี้ $a = b = c$, $\alpha = \beta$

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}} \quad (2.13)$$

จากสมการ 2.12 เมื่อ $n = 1$ แทนใส่ในสมการ 2.13 จะได้ความสัมพันธ์ระหว่างระยะห่างของระนาบกับค่าคงที่ของโครงผลึกดังสมการที่ 2.14

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4\sin^2\theta}{\lambda^2} = \frac{h^2+k^2+l^2}{a^2} \quad (2.14)$$

เมื่อ a คือ ค่าคงที่แลตทิซ

λ คือ ค่าความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์

θ คือ มุมของการเลี้ยวเบน

ระนาบต่างๆในผลึกไม่ได้ก่อให้เกิดการเลี้ยวเบนเสมอไป ระนาบใดที่รังสีเอกซ์ตกกระทบแล้วกระเจิงออกมาสอดคล้องกับกฎของแบรกก์ เรียกว่า ระนาบแบรกก์ (Bragg plane) มุมที่รังสีสะท้อนทำกับระนาบที่ขนานกับรังสีตกกระทบ เรียกว่า มุมเลี้ยวเบน (Diffraction angle) ซึ่งมีค่าเป็น 2 เท่าของมุมสะท้อน เมื่อนำตัวอย่างที่เตรียมขึ้นมาไปวัดด้วยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ด้วยเครื่อง X-Ray Diffractometer ความเข้มของรังสีเอกซ์ที่เลี้ยวเบนและมุมเลี้ยวเบนต่างๆจะถูกตรวจหา ค่าทั้งสองจะนำไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของตัวอย่าง กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มและมุมเลี้ยวเบนที่ได้เรียกว่า แบบอย่างการเลี้ยวเบน (Diffraction pattern) ซึ่งจะมีลักษณะเฉพาะสำหรับธาตุหรือสารประกอบชนิดเดียวกัน เมื่อได้ข้อมูลที่กล่าวมาแล้วก็จะสามารถคำนวณหาค่าคงที่ของโครงผลึกรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์แสดงดังรูปที่ 2.10

จากสมการที่ 2.15 Sherrer's equation สามารถหาค่าขนาดของผลึก (Crystalline) ได้ดังนี้

$$D = \frac{K\lambda_x}{\beta \cos\theta} \quad (2.15)$$

เมื่อ D คือ ขนาดของเม็ดผลึก

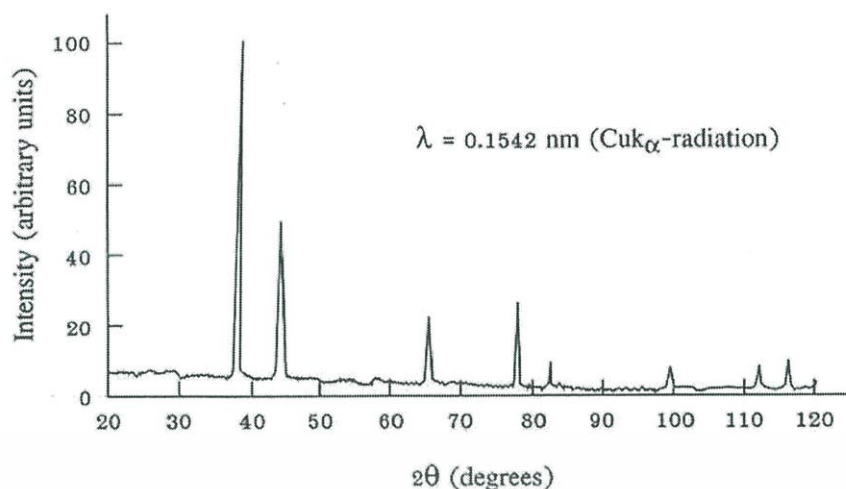
K คือ ค่าคงที่ซึ่งขึ้นกับขนาดและรูปร่างของเม็ดผลึก ($0.89 \leq K \leq 0.94$)

θ คือ มุมของการเลี้ยวเบน

β คือ ค่าครึ่งหนึ่งของความกว้างสูงสุดของยอดการเลี้ยวเบน
(Full Width at Half-Maximum of the diffraction peak: FWHM)

λ_x คือ ค่าความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.9 ตัวอย่างรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

อัตราส่วนความเข้มอ้างอิง (RIR) [19,20] เป็นวิธีการที่ใช้สำหรับกาวิเคราะห์เชิงปริมาณโดยใช้รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในตัวอย่างแบบผงโดยเทียบข้อมูลการเลี้ยวเบนกับวัสดุอ้างอิงมาตรฐานคือคอรันดัมที่ใช้เป็นวัสดุอ้างอิงมาตรฐานของทั้งโลก และเทียบสัดส่วนโดยใช้ความเข้มสัญญาณผลึกที่วิเคราะห์ต่อความเข้มสัญญาณของคอรันดัม (I/I_c) ซึ่งค่านี้ได้ทดลองกับคอรันดัมและวัสดุอ้างอิงที่รู้น้ำหนักโดยเทียบอัตราส่วน 50 ต่อ 50 และบริสุทธิ์สูง ซึ่งจากเอกสารอ้างอิง The International Centre for Diffraction Data ได้ทำการทดลองเพื่อหาค่า I/I_c ของวัสดุไว้ถึง 10,000 ชนิดและได้จากการคำนวณกว่า 170,000 ชนิด ซึ่งได้สมการสำหรับวิเคราะห์เชิงปริมาณดังนี้

$$I_a = \frac{K_a X_a}{\rho_b \mu}, \quad I_c = \frac{K_c X_c}{\rho_c \mu} \quad (2.16)$$

เมื่อ I คือ ความเข้มของเฟส (โดยที่ a คือข้อมูลของเฟสสารวิเคราะห์ และ C คือข้อมูลเฟสของคอรันดัม

K คือ ค่าคงที่ของโครงสร้าง

μ คือ สัมประสิทธิ์การลดลงเชิงเส้น

ρ คือ ความหนาแน่นของเฟสนั้นๆ

X คือ สัดส่วนน้ำหนักของเฟสนั้นๆ

นำ I_a และ I_c เทียบสัดส่วนได้สมการที่ (2.17)

$$\frac{I_a}{I_c} = \frac{\frac{K_a X_a}{\rho_a \mu}}{\frac{K_c X_c}{\rho_c \mu}} \quad (2.17)$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เมื่อนำหนักของทั้งสองเฟส X_a และ X_c เท่ากัน จะได้ค่าคงที่ของสัดส่วนคือค่า k เป็นค่าคงที่ของ $\frac{I_a}{I_c}$ ในวัสดุใดๆ

$$\frac{I_a}{I_c} = \frac{K_a X_a \rho_c}{K_c X_c \rho_a} = k \frac{X_a}{X_c} \quad (2.18)$$

ในการหาสัดส่วนของเฟสอานาเทสต่อเฟสรูไทล์

$$\frac{\left(\frac{I_{anatase}}{I_c}\right)}{\left(\frac{I_{rutile}}{I_c}\right)} = \frac{\frac{K_a \rho_c}{K_c \rho_a}}{\frac{K_r \rho_c}{K_c \rho_r}} \quad (2.19)$$

เทียบความสัมพันธ์กับสมการ (2.17) แทนค่า $\frac{I}{I_c}$ แต่ละเฟสในสมการ (2.20)

$$\frac{I_{anatase}}{I_{rutile}} = \frac{\frac{K_a}{\rho_a} \times \frac{X_a}{\mu}}{\frac{K_r}{\rho_r} \times \frac{X_r}{\mu}} = \frac{\left(\frac{I_{anatase}}{I_c}\right)}{\left(\frac{I_{rutile}}{I_c}\right)} \times \frac{X_{anatase}}{X_{rutile}} \quad (2.20)$$

จะได้สมการหาอัตราส่วนดังนี้

$$\frac{X_{anatase}}{X_{rutile}} = \frac{I_{anatase}}{I_{rutile}} \times \frac{\left(\frac{I_{rutile}}{I_c}\right)}{\left(\frac{I_{anatase}}{I_c}\right)}$$

2.7.2 การวิเคราะห์เชิงพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด [6]

(Scanning Electron Microscope: SEM)

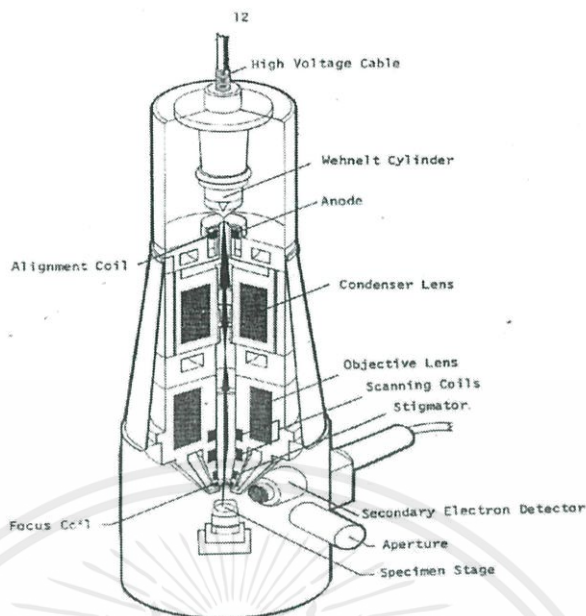
Scanning Electron Microscope เรียกโดยย่อว่า SEM หรือในภาษาไทยเรียกว่า กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ใช้อิเล็กตรอนในการสร้างภาพขยายเช่นเดียวกับเครื่อง Transmission Electron Microscopy (TEM) แต่มีความแตกต่างในรายละเอียดของกระบวนการในการสร้างภาพอย่างมาก เครื่อง SEM เครื่องแรกประดิษฐ์ขึ้นในช่วงทศวรรษที่ 1960 จากนั้น เครื่อง SEM ก็ค่อยๆ กลายเป็นเครื่องมือที่นำไปประยุกต์ใช้แพร่หลายทั่วไป ทั้งในด้านวิทยาศาสตร์เทคโนโลยี การแพทย์ อุตสาหกรรม นิติวิทยาศาสตร์ โบราณคดี และอื่นๆอีกหลายด้าน ซึ่งอิเล็กตรอนจะถูกสร้างขึ้นโดยใช้ Electron Gun จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะถูกโฟกัสให้เข้มข้นและเส้นผ่านศูนย์กลางเล็กกลงโดย Condenser Lens จากนั้นจะถูกโฟกัสให้ตกลงบนผิวตัวอย่าง โดย Objective Lens ซึ่ง ณ ตอนนี้ อิเล็กตรอนที่ตกลงบนผิวตัวอย่างจะเป็นเพียงจุดที่เล็กมาก Scan Coil จะควบคุมการกวาดของลำอิเล็กตรอนให้กวาดจากซ้ายไปขวา เมื่อสุดก็เลื่อนลงอีกชั้นและกวาดจากซ้ายไปขวาอีกครั้ง เป็นเช่นนี้จนครบแฟรม การกวาดลำอิเล็กตรอนเช่นนี้เรียกว่า Raster scan และเมื่อครบแฟรม แล้วก็จะไปเริ่มสแกนที่จุดแรกใหม่ ในการกวาดลำอิเล็กตรอนในแต่ละแฟรม จะถูกกำหนดจำนวนจุดและแถวไว้อย่างแน่นอน โดยในภาพตัวอย่าง 1 แฟรม ตามเส้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตามแนวนอนจะประกอบด้วยจุด 1000 จุด และมีทั้งหมด 1000 เส้น ที่ผิวตัวอย่างที่อิเล็กตรอนตกใส่ จะเกิดสัญญาณอิเล็กตรอนขึ้นหลายรูปแบบซึ่งคล้ายกับการที่แสงตกกระทบวัตถุและสะท้อนออกจากผิววัตถุ ในที่นี้ถ้ากล่าวอย่างง่าย ๆ ว่าถ้าผิวตัวอย่างเรียบก็จะให้สัญญาณสะท้อนอิเล็กตรอนได้ดี แต่ถ้าผิวตัวอย่างเป็นหลุมลึกก็จะไม่ให้สัญญาณหรือให้ได้น้อย ซึ่งเราสามารถรับสัญญาณได้โดยใช้ตัวตรวจจับที่เหมาะสมกับชนิดของสัญญาณ สัญญาณที่ได้จะนำมาขยายให้มีความแรงที่เหมาะสมแล้วนำมาสร้างเป็นภาพ ถ้าเราใช้หลอดรังสีแคโทด (Cathod ray tube, CRT) เพื่อแสดงภาพ ในหลอดรังสีแคโทดจะมีการสร้างลำอิเล็กตรอนและถูกบีบให้เป็นลำเล็กๆ แต่มีเส้นผ่านศูนย์กลางใหญ่กว่าในกล้องของเครื่อง SEM มาก กล่าวคือในเครื่อง SEM ลำอิเล็กตรอนมีขนาดศูนย์กลางในระดับนาโนเมตร แต่ในจอภาพมีขนาดศูนย์กลางประมาณ 0.1 เซนติเมตร เมื่อพิจารณาอัตราส่วนของลำอิเล็กตรอนของเครื่อง SEM ต่อจอภาพจะพบว่าห่างกันถึง 20000 เท่า ทำให้เกิดเป็นอัตราส่วนของกำลังขยายที่จะให้ภาพที่มีรายละเอียดได้ดีซึ่งจะได้กล่าวต่อไป การสแกนในจอภาพจะถูกควบคุมให้มีการสแกนแบบ Raster scan พร้อม ๆ กับการสแกนของลำอิเล็กตรอนในกล้อง ขณะเดียวกันความสว่างของจุดอิเล็กตรอนในจอภาพจะขึ้นอยู่กับความแรงของสัญญาณจาก Amplifier ที่ขยายสัญญาณจากตัวตรวจจับ รับสัญญาณอิเล็กตรอนในกล้อง ถ้าสัญญาณแรงก็จะให้ความสว่างของลำอิเล็กตรอนมาก เมื่อส่งลงบนจอภาพก็จะปรากฏเป็นจุดสว่าง ในทางกลับกันถ้าสัญญาณเบา ก็จะจุดที่มีความสว่างน้อย บนจอก็จะปรากฏเป็นจุดสว่างน้อยด้วย บนจอภาพจะทำการเรียงจุดของสัญญาณที่ได้นี้เป็นแถวจนครบแฟรมก็จะได้เป็นภาพออกมา ถ้าบนจอภาพมีขนาดกว้างและยาวเป็น 20 เซนติเมตร และเรากำหนดการกวาดลำอิเล็กตรอนในกล้อง ให้ 1 แฟรมมีพื้นที่ขนาด กว้างยาวเป็น 20 เซนติเมตรด้วย อัตราส่วนการขยายของภาพก็จะ เป็น 1 เท่า แต่ถ้าเราให้การกวาดลำอิเล็กตรอนในกล้องเป็นพื้นที่ 1×1 เซนติเมตร ก็จะขยายภาพเป็น 20 เท่า แต่ในความเป็นจริงขนาดของการสแกน 1 แฟรมในกล้องอาจควบคุมให้เล็กมากถึงระดับไมโครเมตรโดยที่การสแกนบนหน้าจอยังเท่าเดิม ดังนั้นการขยายจึงได้ถึงระดับหมื่นเท่าอิเล็กตรอนจาก Column ของเครื่อง SEM เราเรียกว่า Primary Electron เมื่อตกกระทบผิวตัวอย่างจะมีสัญญาณหลายอย่างเกิดขึ้น แต่พอจะแบ่งเป็นกลุ่มได้สองกลุ่มคือ Inelastic scattering และ Elastic scattering ซึ่งมีส่วนประกอบพื้นฐานของ SEM ดังรูปที่ 2.11

2.7.3 เครื่องวิเคราะห์ปริมาณและชนิดธาตุจากพลังงานที่ปลดปล่อยเมื่อให้รังสีเอกซ์ (Energy Dispersive X-ray Spectrometer: EDX)

เป็นเครื่องวิเคราะห์หาธาตุด้านรังสีเอกซ์สามารถวิเคราะห์ได้ตั้งแต่ ธาตุคาร์บอนถึงธาตุยูเรเนียม นำไปใช้งานได้กว้างขวาง ทดสอบได้ทั้งของแข็ง ของเหลว หรือเป็นผง สามารถวิเคราะห์ได้ตั้งแต่ธาตุโซเดียมจนถึงธาตุยูเรเนียมทั้งในเชิงภาพและเชิงปริมาณหลัก การของเทคนิคนี้ คือ ให้รังสีเอกซ์จากแหล่งกำเนิดเข้าไปชนสารตัวอย่าง รังสีเอกซ์จะทำให้อิเล็กตรอนในวงในสุดของอะตอมของธาตุหลุดออกไป อิเล็กตรอนในวงถัดมาจะเข้ามาแทนที่ และคายพลังงานส่วนเกินออกมาในลักษณะของเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนส์ ซึ่งจะมีค่าพลังงานเป็นค่าเฉพาะของตัวของธาตุนั้นเป็นพื้นฐานการวิเคราะห์ เชิงคุณภาพ และความเข้มข้นของเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนส์ที่เกิดขึ้นจะเป็นพื้นฐานการ วิเคราะห์เชิงปริมาณ



รูปที่ 2.10 แผนภาพแสดงส่วนประกอบของเครื่อง SEM ที่เป็นจุดกำเนิดภาพ

2.7.4 การวิเคราะห์การดูดกลืนของแสงด้วยเครื่องยูวีวิซีเบิลสเปกโตรสโคป [6] (UV - VIS - Spectrophotometer)

การวิเคราะห์สมบัติทางแสงโดยใช้เทคนิคการดูดกลืนด้วยเครื่อง UV-VIS Spectrophotometer จะเป็นการวิเคราะห์เชิงปริมาณของตัวอย่างในปัจจุบันนิยมใช้กันอย่างแพร่หลายและได้กลายเป็นเครื่องมือวิเคราะห์ที่สำคัญในปัจจุบัน เป็นเทคนิคที่ง่ายมีความรวดเร็วและแม่นยำสูง และใช้ค่าใช้จ่ายไม่สูงอีกด้วยเทคนิคนี้เลือกใช้แสงในช่วงอัลตราไวโอเล็ตที่มีความยาวคลื่น 380 นาโนเมตรลงมา และช่วงแสงที่ตามองเห็นความยาวคลื่น 380 - 700 นาโนเมตร อาศัยกระบวนการดูดกลืนแสงบางส่วนไว้และแสงที่ถูกดูดกลืนก็จะสามารถผ่านตัวอย่างออกมาได้ ซึ่งช่วงแสงที่ถูกตัวอย่างดูดกลืนไว้จะเป็นการแสดงถึงสมบัติทางแสงของตัวอย่างนั้น กล่าวคือตัวอย่างแต่ละชนิดจะมีความสามารถในการดูดกลืนแสงในช่วงที่ไม่เท่ากัน ดังนั้นข้อมูลที่ได้ออกมาจะเป็นสมบัติเฉพาะของตัวอย่างนั้นด้วย เทคนิคนี้ก็สามารถยืนยันตัวอย่างได้เบื้องต้น องค์ประกอบของเครื่อง UV-VIS แบ่งออกเป็น

- (1) Source หรือแหล่งกำเนิดแสงซึ่งให้กำเนิดแสงในช่วง UV และ visible โดยแหล่งกำเนิดแสงในช่วง UV ได้แก่ deuterium หรือ hydrogen lamps ให้แสงในช่วง 160 - 375 นาโน เมตร ส่วนแหล่งกำเนิดแสงในช่วง visible จะนิยมใช้ tungsten filament lamp หรือ tungsten/halogenlamp ซึ่งจะให้แสงในช่วง 350 - 2500 นาโนเมตร
- (2) Monochromator (Wavelength Selector) ทำหน้าที่แยกลำแสงจากแหล่งกำเนิดแสง โดยแสงจะผ่านเข้าที่ entrance slit และจะถูกแยกด้วย grating หรือ prism จากนั้นแสงที่มีความยาวคลื่นหนึ่งๆเท่านั้นจะออกจาก Monochromator โดยผ่านทาง exit slit

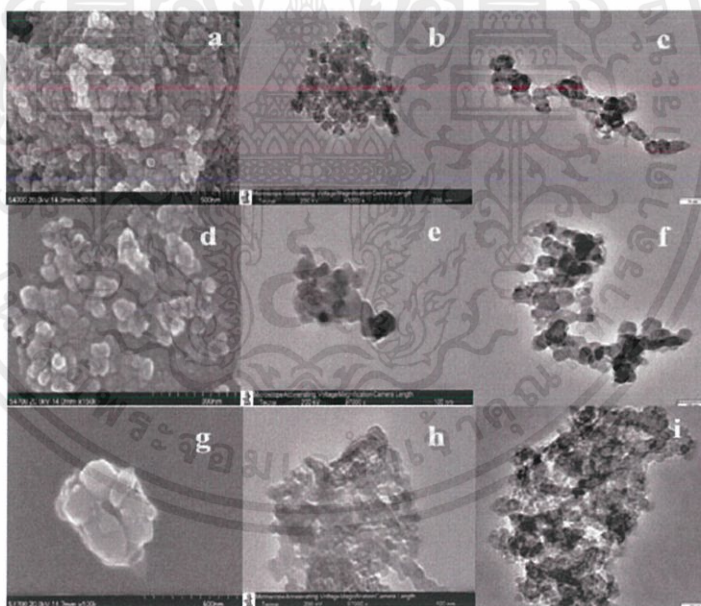
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

(3) Detector เป็นอุปกรณ์สำหรับตรวจวัดแสงที่ผ่านสารตัวอย่างออกมา โดย detector ที่ใช้มีได้แก่ Photomultiplier tube เป็น detector ที่ไวต่อแสงทั้งในช่วง UV และ visible โดยสามารถตรวจวัดได้อย่างรวดเร็ว และตรวจวัดสารที่มีปริมาณต่างๆ ได้ดี ในช่วงความยาวคลื่น 190 ถึง 900 นาโนเมตร Photodiode array detector เป็น detector ที่สามารถตรวจวัดในทุกความยาวคลื่นของแสงได้ในเวลาเดียวกัน โดยมีราคาถูกและตรวจวัดได้ตั้งแต่ช่วง 190 – 1100 นาโนเมตร

2.8 การทบทวนวรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง

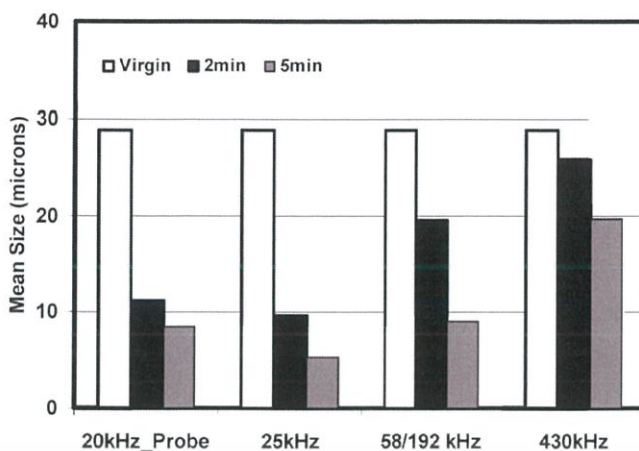
ในงานวิจัยปัจจุบันและในอุตสาหกรรม มีการสังเคราะห์ไททาเนียมไดออกไซด์ โดยใช้กรดซัลฟิวริก (Sulphate process) และใช้คลอไรด์ (chloride process) เป็นวิธีการส่วนใหญ่ในการสังเคราะห์ ดังนั้นงานวิจัยส่วนใหญ่จึง นำวิธีการเหล่านี้มาปรับปรุงให้มีประสิทธิภาพดียิ่งขึ้น ลดต้นทุน หรือทำได้ง่ายขึ้น โดยสามารถหาวิธีการเสริมมาปรับปรุงวิธีการดั้งเดิมในการปรับปรุงคุณภาพแร่ ตัวอย่างเช่น

Zenghe Li และคณะ [14] ได้ศึกษาวิธีการสังเคราะห์ไททาเนียมไดออกไซด์จากแร่โอลิมีไนต์ด้วยวิธีการ ใช้กรดซัลฟิวริกสลายโครงสร้างในกระบวนการที่เป็นเฟสของเหลว โดยใช้อุณหภูมิในการเผา (Annealing) ที่อุณหภูมิ 600, 850 และ 950 องศาเซลเซียส ได้ผลการสังเคราะห์แร่เป็นไททาเนียมไดออกไซด์เฟสผสมดังรูปที่ 2.11



รูปที่ 2.11 ลักษณะโครงสร้างพื้นผิวของไททาเนียมไดออกไซด์หลังจากการเผาที่ อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส (a,b,c) อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส (d,e,f) และอุณหภูมิ 950 องศาเซลเซียส (g,h,i) [14]

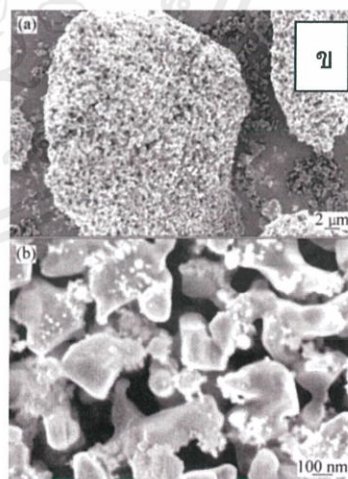
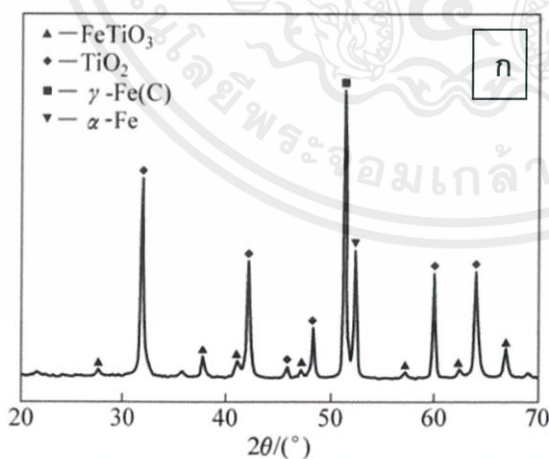
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.12 ผลของความถี่และเวลาที่มีผลต่อขนาดของอนุภาค

B. Ambedkar และคณะ [11] ได้ทำการใช้คลื่นเสียงช่วยในการ ลดขนาดอนุภาค และการชะ หลังจากการบดถ่านหินลิกไนต์ด้วยการบดโดยใช้ลูกบด ได้ทำการศึกษาคความถี่ที่มีผลต่อการชะถ่านหิน ลิกไนต์ ที่ความถี่และรูปแบบการให้แบบต่างๆคือ แหล่งให้ความถี่แบบหัว (probe) ที่ความถี่ 20 กิโล เฮิร์ต แบบอ่าง 25 และ 430 กิโลเฮิร์ต และแบบความถี่สลับกันแบบอ่างที่ 58 สลับกับ 92 กิโลเฮิร์ต ได้ผลของความถี่ต่อขนาดอนุภาคดังรูปที่ 2.12

Tao T. และคณะ [21] ได้ทำการใช้กรดไฮโดรคลอริกในการชะแร่โอลิเมไนต์คุณภาพดีที่มีปริมาณไท ทาเนียมสูงและ ได้ทำการศึกษาอุณหภูมิและความเข้มข้นขณะทำการชะแร่โอลิเมไนต์ หลังจากนั้นนำไป เเผาที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส ได้ผลลิกไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์สูงจากรูปแบบการ เลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ดังรูปที่ 2.18 และได้ขนาดอนุภาคระดับ 10-200 นาโนเมตร ดังรูปที่ 2.17



รูปที่ 2.13 (ก) รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (ข) ลักษณะทางกายภาพของผลิตภัณฑ์แร่โอลิเมไนต์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

วิธีดำเนินงาน

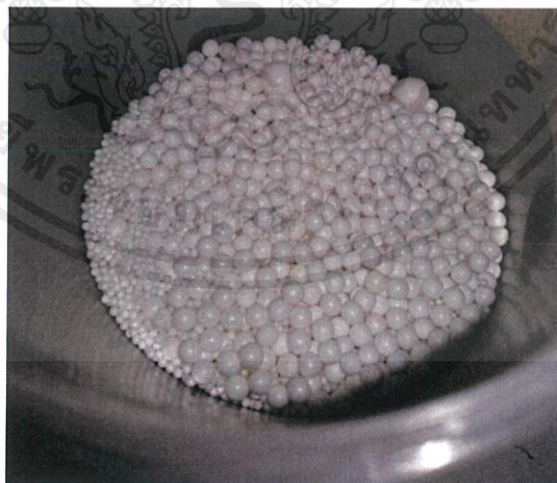
3.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- (1) กรดซัลฟิวริก (Sulfuric acid 98%)
- (2) น้ำไร้ประจุ (Deionized water)

3.1.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

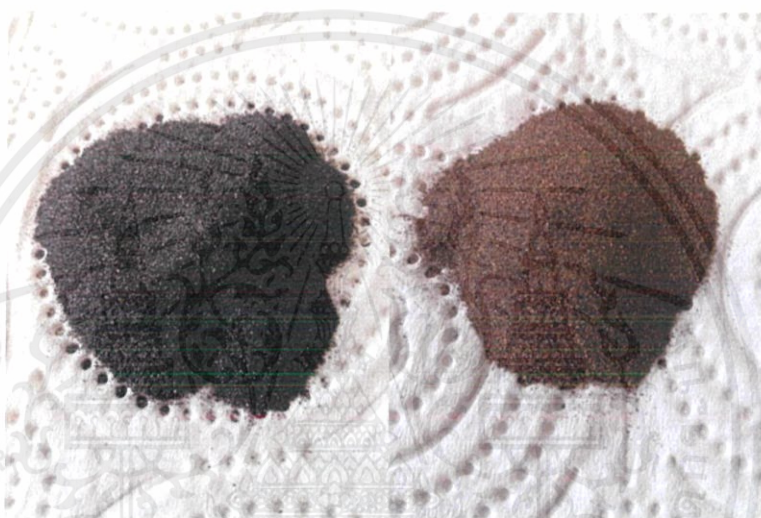
- (1) เครื่องบดแบบแกนราบเสริมระบบอัลตราโซนิก (Ultrasonic-assisted Planetary Ball-milling)
- (2) ลูกบดเซอโคเนียขนาด 1, 3 และ 5 มิลลิเมตร (1, 3 and 5 mm zirconia ball)
- (3) หม้ออบพลาสติก (Polypropylene batch)
- (4) เตาอบลมร้อน (Hot air oven)
- (5) เครื่องอัลตราโซนิก (Ultrasonic cleaner)
- (6) ปีกเกอร์ (Beaker)
- (7) ตะแกรงกรอง (Sieve plate)
- (8) เครื่องชั่งมวลดิจิทัลต่อนิยม 4 ตำแหน่ง (Digital weighting scale)
- (9) กระบอกตวง (Cylinder)
- (10) ขวดวัดปริมาตร (Volumetric flask)
- (11) กระดาษวัดค่าความเป็นกรดเบส (pH Indicator)



รูปที่ 3.1 ลูกบดเซอโคเนียหลายขนาด



รูปที่ 3.2 เครื่องบดพร้อมระบบปล่อยคลื่นเสียงอัลตราโซนิก และตัวควบคุมการปล่อยคลื่นอัลตราโซนิก



รูปที่ 3.3 แร่โอลิเมไนต์และลูโคชินจากธรรมชาติตามลำดับ

3.2 สถานที่ทำการทดลอง


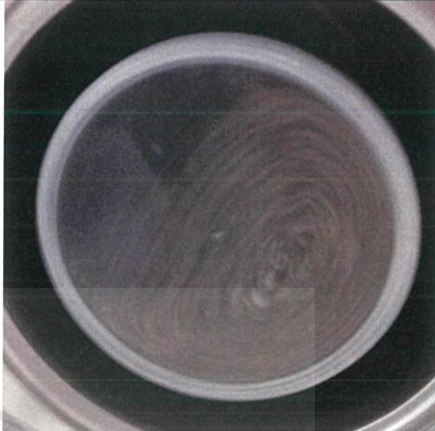



อาคารวิจัยนาโนเทคโนโลยีสิริธร วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง จังหวัดกรุงเทพมหานคร

3.3 วิธีการดำเนินงาน

ในขั้นแรกต้องหาความเร็วในการบดที่เหมาะสมสำหรับใช้บดให้ได้ประสิทธิภาพที่ดีที่สุด โดยอาจสังเกตจากการตกของลูกบอลขณะบดที่ความเร็วต่างๆ ดังนั้นตารางที่ 3.1 จะพบว่าที่ความเร็วรอบ 130 รอบต่อนาทีเหมาะสมที่สุดซึ่งนำไปใช้ใช้ความเร็วในโครงการนี้เพราะเป็นความเร็วที่มีรูปแบบการตกของลูกบอลได้สูงที่สุดโดยที่ไม่เปลี่ยนเป็นความเร็ววิกฤติและที่ความเร็ว 120 มีการตกของลูกบอลที่ต่ำกว่าที่ความเร็ว 135 และ 140 รอบต่อนาทีที่มีการตกที่สูงที่สุดแต่เมื่อเวลาผ่านไปจะทำให้เป็นความเร็ววิกฤติทำให้ไม่เหมาะในการใช้งาน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 3.1 ความเร็วรอบที่สัมพันธ์กับลักษณะการตกของลูกบด

ความเร็วรอบที่สัมพันธ์กับรูปลักษณะการตกของลูกบด (รอบต่อนาที)	
	
120 รอบต่อนาที เมื่อเริ่มบด	130 รอบต่อนาที เมื่อเริ่มบด
	
135 รอบต่อนาที เมื่อเริ่มบด	140 รอบต่อนาที เมื่อเริ่มบด
	
135 รอบต่อนาที เมื่อเวลาผ่านไป 30 นาที และ 140 รอบต่อนาที เมื่อเวลาผ่านไป 3 นาที	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.1 ขั้นตอนการเตรียมแร่และสารละลาย

- (1) นำแร่ไปอบไล่ความชื้นในเตาอบไอร้อนอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 นาที
- (2) นำแร่ที่อบเสร็จมาชั่งน้ำหนักปริมาณ 200 กรัม
- (3) ใส่ลูกบดปริมาตรครึ่งหนึ่งของหม้อบดโดยใช้ลูกบดหลายขนาด
- (4) เตรียมสารละลายกรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 10 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร จำนวน 750 มิลลิลิตร
- (5) ใส่สารละลายที่เตรียมได้และแร่ลงในหม้อบด ปิดฝาและผนึกไม่ให้ของเหลวรั่วออกจากหม้อบด

3.3.2 ขั้นตอนการบด

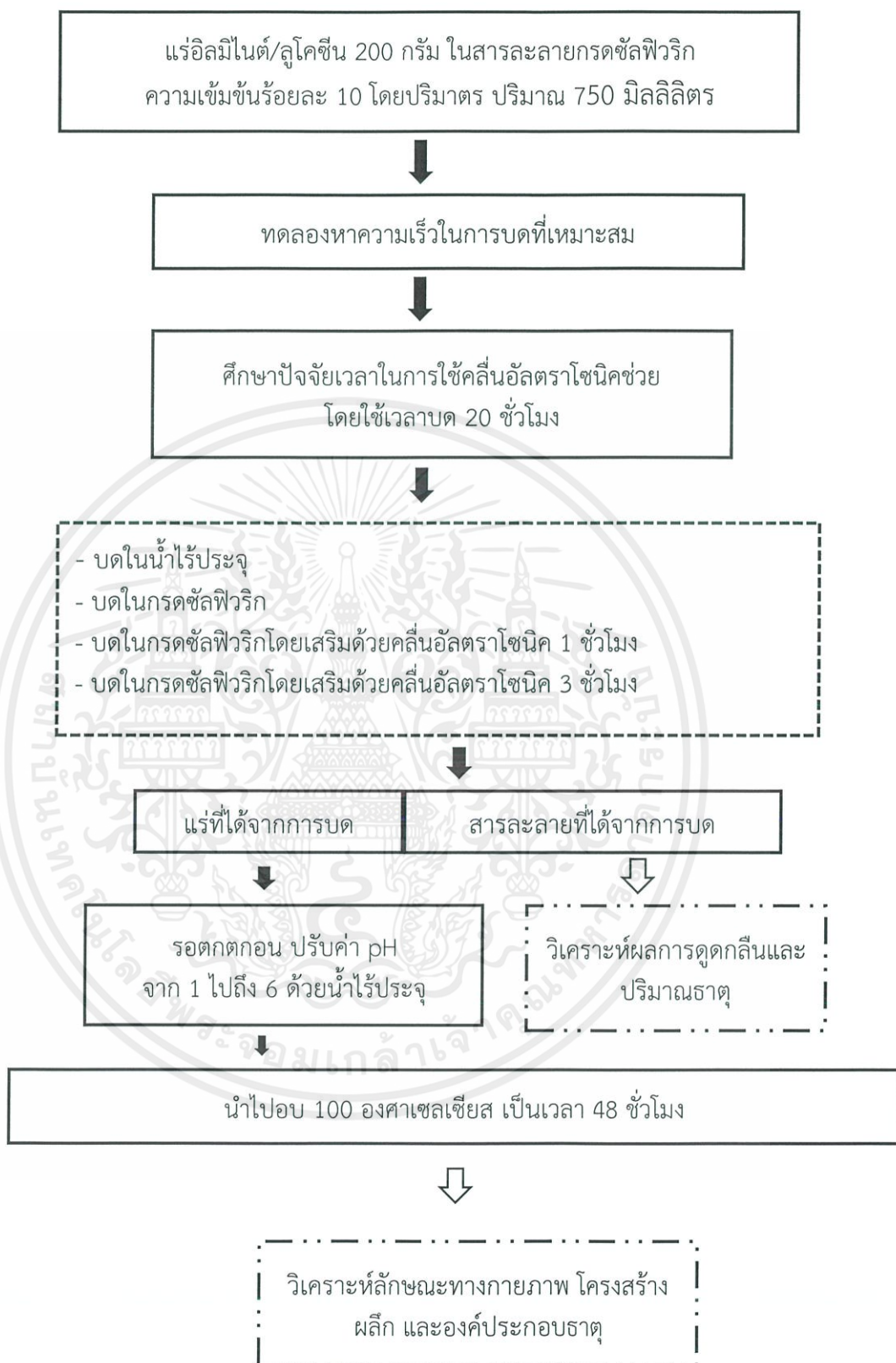
- (1) เริ่มศึกษาความเร็วที่เหมาะสมต่อการบดโดยหาความเร็วที่ทำให้การตกเหมาะสมโดยเพิ่มกำลังของเครื่องบดและสังเกตการตกที่เหมาะสมตามตารางที่ 3.1
- (2) เมื่อได้ความเร็วที่เหมาะสม ใช้ความเร็วที่ปรับได้ ในการบดตามปัจจัยอื่นๆที่ศึกษา
- (3) เปิดเครื่องอัลตราโซนิกพร้อมกับเครื่องบด ใช้เวลาตามปัจจัยเวลาที่ศึกษาดังรูปที่ 3.4

3.3.3 ขั้นตอนการชะล้างแร่และลูกบด

- (1) หลังจากบดเสร็จเปิดฝาม้อบดและเทสารละลายออกใส่บีกเกอร์โดยใช้ตะแกรงกรองลูกบดออก
- (2) รอให้สารละลายพร้อมแร่ตกตะกอน แล้วเทสารละลายใส่ขวดดังรูปที่ 3.8 และ 3.9 โดยระวังไม่ให้แร่ลงไปปน
- (3) เติมน้ำไร้ประจุลงในบีกเกอร์ที่มีแร่ที่เทสารละลายกรดออกแล้วเพื่อล้างแร่
- (4) รอให้แร่ตกตะกอนและล้างแร่ซ้ำจนค่า pH เท่ากับ 6 โดยใช้กระดาษวัดค่าความเป็นกรดเบสดัง
- (5) นำบีกเกอร์ที่ปรับค่า pH เท่ากับ 6 นำมาอบไล่ความชื้นในเตาอบไอร้อนอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 48 ชั่วโมง
- (6) รอให้แร่ตกตะกอนและล้างแร่โดยใช้วิธีในข้อ 3 ซ้ำจำนวน 4 ครั้ง จนน้ำตกตะกอนใส

3.3.4 ขั้นตอนการชะล้างลูกบด

- (1) นำลูกบดที่บดเสร็จมาแช่ในสารละลายกรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 10 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตรเป็นเวลา 24 ชั่วโมง
- (2) นำลูกบดที่แช่กรดเป็นเวลา 24 ชั่วโมงแล้ว มาล้างสารละลายกรดด้วยน้ำไร้ประจุ
- (3) หลังจากล้างสารละลายกรดออกแล้ว ใส่น้ำไร้ประจุให้เลยปริมาตรลูกบดและนำไปล้างในเครื่องอัลตราโซนิกเป็นเวลา 10 นาที จำนวน 8-10 รอบ จนไม่สังเกตเห็นฝุ่นหรือสิ่งเจือปน
- (4) นำลูกบดที่ล้างสะอาดแล้วมาเทน้ำที่ใช้ล้างออก และนำไปอบในเตาอบไอร้อนอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส



รูปที่ 3.4 แผนภาพการดำเนินการ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.5 แร่โอลิเมนิต์และลูโคซีนที่ได้หลังจากกระบวนการบดด้วยลูกบดพร้อมคลื่นอัลตราโซนิค



รูปที่ 3.6 สารละลายที่เก็บหลังจากแร่โอลิเมนิต์ตกตะกอนที่เงื่อนไข (ก) บดในน้ำไร้ประจุ (ข) บดในกรดซัลฟิวริก (ค) บดในกรดซัลฟิวริกโดยเสริมคลื่นอัลตราโซนิคเป็นเวลา 1 ชั่วโมงและ (ง) 3 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.8 สารละลายที่เกิดขึ้นหลังจากแร่ลูโคซีนตกตะกอนที่เจือไน (ก) บดในน้ำไร่ประจุ (ข) บดในกรดซัลฟิวริก (ค) บดในกรดซัลฟิวริกโดยเสริมคลื่นอัลตราโซนิกเป็นเวลา 1 ชั่วโมงและ (ง) 3 ชั่วโมง



รูปที่ 3.9 แร่ลูโคซีนที่ค่า pH เท่ากับ 6 ไม่ตกตะกอน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.10 แร่โอลิเมนไนต์ที่ค่า pH เท่ากับ 6 ตกตะกอน

3.4 ขั้นตอนการวิเคราะห์ผล

3.4.1 การวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด

การวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวเป็นการตรวจสอบลักษณะ อนุภาคและขนาดของตัวอย่างของแร่ที่ได้จากกระบวนการบดพร้อมคลื่นอัลตราโซนิก ได้จากการบังคับอิเล็กตรอนให้กวาดไปบนพื้นผิวแล้วแสดงผลบนจอ (Cathode Ray Tube) มีลักษณะของภาพเป็นภาพขาวดำ มีกำลังขยาย 10 – 300,000 เท่า ขึ้นอยู่กับชนิดของตัวอย่าง หลักการทำงาน คือ อันตรกิริยาของอิเล็กตรอนกับตัวอย่าง ทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electron: SE) และจับสัญญาณโดยตัวตรวจจับสัญญาณ (Detector) นำสัญญาณที่ได้ไปขยายและสร้างภาพบนจอ

3.4.2 การวิเคราะห์เชิงโครงสร้างด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์

การตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยระบบวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) คือระบบที่ใช้หลักการเลี้ยวเบนตามกฎของแบรกก์ กราฟที่ได้จากการตรวจสอบอนุภาคเป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์ต่อมุมเลี้ยวเบนภายในผลึก ซึ่งธาตุหรือสารประกอบแต่ละชนิดมีมุมและลักษณะการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่แตกต่างกันออกไป ดังนั้นจึงสามารถบอกลักษณะโครงสร้างและชนิดของอนุภาค ในงานวิจัยนี้เราตรวจสอบโครงสร้างของฟิล์มบางโดยระบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ด้วยเครื่อง XRD และใช้ $\text{CuK}\alpha$ เป็นแหล่งกำเนิดคลื่นรังสีเอกซ์และมีความยาวคลื่น 1.5046 อังสตรอม นำค่าระนาบ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ของผลึกที่วัดได้มาเทียบกับข้อมูลอ้างอิง JCPDS เพื่อระบุชนิดและระนาบของโครงสร้างผลึกนำค่าสัญญาณหลักของโครงสร้างผลึกที่ได้ไปคำนวณหาขนาดของผลึกด้วย Scherrer equation และหาอัตราส่วนของเฟสอานาเทสต่อรูไทล์ด้วยวิธีเทียบความเข้มสัญญาณอ้างอิง (RIR)

3.4.3 การวิเคราะห์สารละลายที่ได้จากการบดด้วยผลการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องวิวิซีเบิลสเปกโตรสโคปี

อาศัยกระบวนการดูดกลืนและการส่งผ่านของแสงโดยเมื่อแสงผ่านไปยังตัวอย่างที่เตรียมโดยนสารละลายที่ได้จากการบดมาแยกตะกอน และเจือจางที่ความเข้มข้น 1 และ 5 เปอร์เซ็นต์สำหรับแร่โอลิเมนไนต์และลูโคซินตามลำดับตัวอย่างจะมีการดูดกลืนแสงบางส่วนไว้และแสงที่ไม่ถูกดูดกลืนก็จะสามารถผ่านตัวอย่างออกไปได้ ซึ่งช่วงแสงที่ถูกตัวอย่างดูดกลืนไว้จะเป็นการแสดงถึงสมบัติทางแสงของตัวอย่งนั้น จึงใช้เพื่อยืนยันปริมาณเหล็กที่ถูกชะเบื้องต้น

3.4.4 การวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบของสารด้วยเทคนิควิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน

เป็นเครื่องวิเคราะห์หาธาตุด้าน X – Ray สามารถวิเคราะห์ได้ตั้งแต่ ธาตุคาร์บอนถึงธาตุยูเรเนียม นำไปใช้งานได้กว้างขวาง ทดสอบได้ทั้งของแข็ง ของเหลว หรือเป็นผง สามารถวิเคราะห์ได้ตั้งแต่ธาตุโซเดียมจนถึงธาตุยูเรเนียมทั้งในเชิงภาพและเชิงปริมาณหลัก การของเทคนิคนี้ คือ ให้รังสีเอ็กซ์จากแหล่งกำเนิดเข้าไปชนสารตัวอย่าง รังสีเอ็กซ์จะทำให้อิเล็กตรอนในวงในสุดของอะตอมของธาตุหลุดออกไป อิเล็กตรอนในวงถัดมาจะเข้ามาแทนที่ และคายพลังงานส่วนเกินออกมาในลักษณะของเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนส์ ซึ่งจะมีค่าพลังงานเป็นค่าเฉพาะของตัวของธาตุนั้นเป็นพื้นฐานการวิเคราะห์ เชิงคุณภาพ และความเข้มข้นของเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนส์ที่เกิดขึ้นจะเป็นพื้นฐานการ วิเคราะห์เชิงปริมาณ จะได้องค์ประกอบของธาตุหลัก มาคำนวณสัดส่วนเพื่อวิเคราะห์คุณภาพแร่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

ผลและการอภิปรายผลการทดลอง

4.1 ผลของคลื่นอัลตราโซนิกต่อการบดแร่โอลิเมไนต์ด้วยลูกบดในแนวแกนราบ

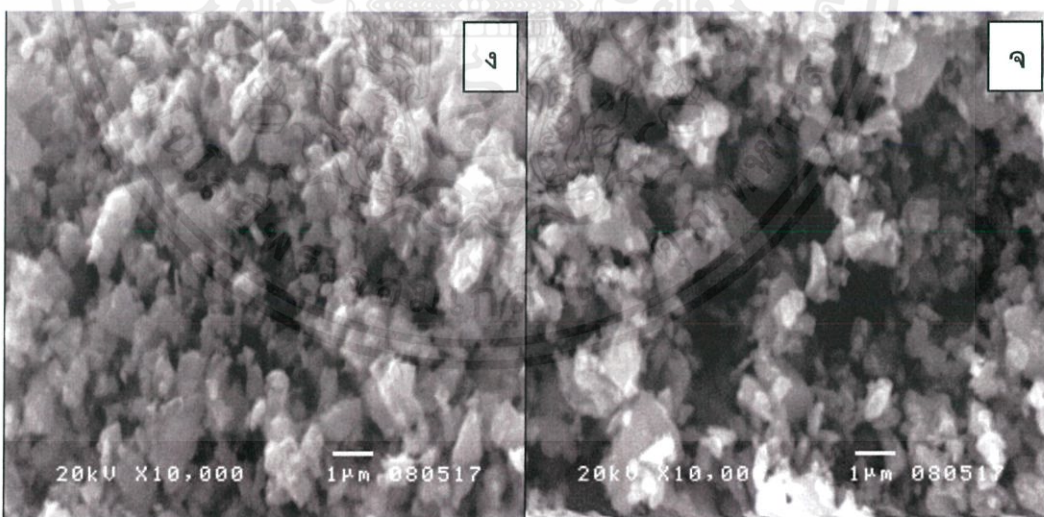
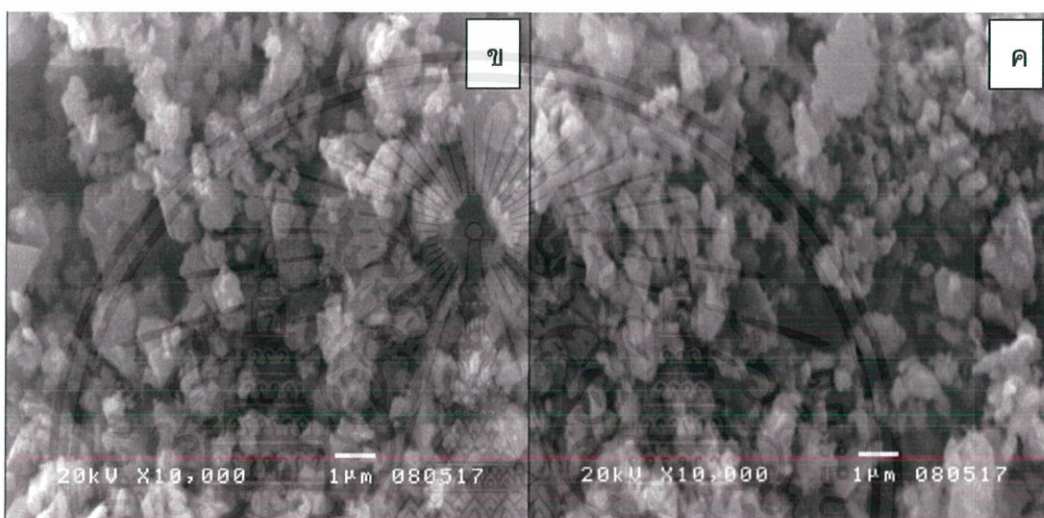
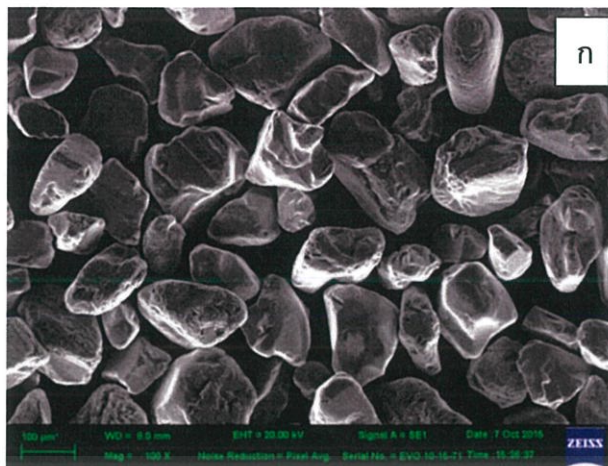
4.1.1 การวิเคราะห์ทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

รูปถ่ายลักษณะพื้นผิวทางกายภาพของแร่โอลิเมไนต์ที่บดด้วยลูกบดในแนวราบในน้ำไร้ประจุและกรดซัลฟิวริก โดยเสริมคลื่นอัลตราโซนิกที่เวลาต่างกันดังแสดงในรูปที่ 4.2 ทำการบดด้วยลูกบดในแนวแกนราบเป็นเวลา 20 ชั่วโมง ปรับค่าพีเอชเท่ากับ 6 ก่อนนำไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส พบว่ามีลักษณะทางกายภาพของแร่โอลิเมไนต์หลังบดทุกตัวอย่างมีลักษณะคล้ายกันคือเป็นเม็ดและเกร็ดขนาดเล็ก และมีเม็ดขนาดใหญ่จำนวนเล็กน้อย โดยรูปที่ 4.1(ก) แสดงลักษณะของแร่โอลิเมไนต์ที่บดในน้ำไร้ประจุ พบว่าแร่ที่บดในน้ำไร้ประจุจะยังมีแร่ขนาดใหญ่อยู่มากและแร่โอลิเมไนต์ที่บดในกรด ดังรูปที่ 4.2(ข) จะมีขนาดเล็กจำนวนมากกว่าและมีความละเอียดมากกว่า เมื่อเปรียบเทียบแร่ที่บดในกรดซัลฟิวริกที่ไม่เสริมคลื่นอัลตราโซนิกกับเสริมคลื่นอัลตราโซนิกที่เวลา 1 และ 3 ชั่วโมง ดังรูปที่ 4.2(ค) และ 4.2(ง) พบว่าแร่ที่มีขนาดเล็กมีมากขึ้นและแร่ที่เป็นก้อนใหญ่ลดลงแต่ยังมีอยู่เล็กน้อย เมื่อเพิ่มเวลาที่เสริมคลื่นอัลตราโซนิก แร่ขนาดเล็กมีการกระจายตัวดี และมีรูพรุนระหว่างบริเวณที่จับกันเป็นก้อนเพิ่ม แสดงให้เห็นว่าการบดแร่ในกรดซัลฟิวริกโดยเสริมคลื่นอัลตราโซนิกมีผลทำให้แร่มีขนาดสม่ำเสมอ มีการกระจายตัวอยู่ห่างกันมากขึ้นเล็กน้อยรวมทั้งทำให้แร่มีลักษณะคล้ายกันเป็นทรงกลมมากขึ้น เมื่อสังเกตโดยใช้เครื่องมือจะพบว่าแร่ที่ยังไม่ได้บดจากรูป 4.1(ก) มีลักษณะดำมันวาว และเป็นเม็ดทรายขนาดเท่าๆกัน เมื่อผ่านกระบวนการบดจากรูป 4.1(ข) แร่มีลักษณะเป็นผงสีดำเทา และละเอียดเล็กลงมาก



รูปที่ 4.1 ลักษณะของแร่โอลิเมไนต์ (ก) ก่อนบด (ข) หลังบด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.2 ลักษณะพื้นผิวของแอมอร์ฟัสซิลิกา (ก) แร่ตั้งต้น (ข) บดในน้ำไร้ประจุ (ค) บดในกรดซัลฟิวริก (ง) บดในกรดซัลฟิวริกโดยเสริมคลื่นอัลตราโซนิกเป็นเวลา 1 ชั่วโมง และ (จ) บดในกรดซัลฟิวริกโดยเสริมคลื่นอัลตราโซนิกเป็นเวลา 3 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

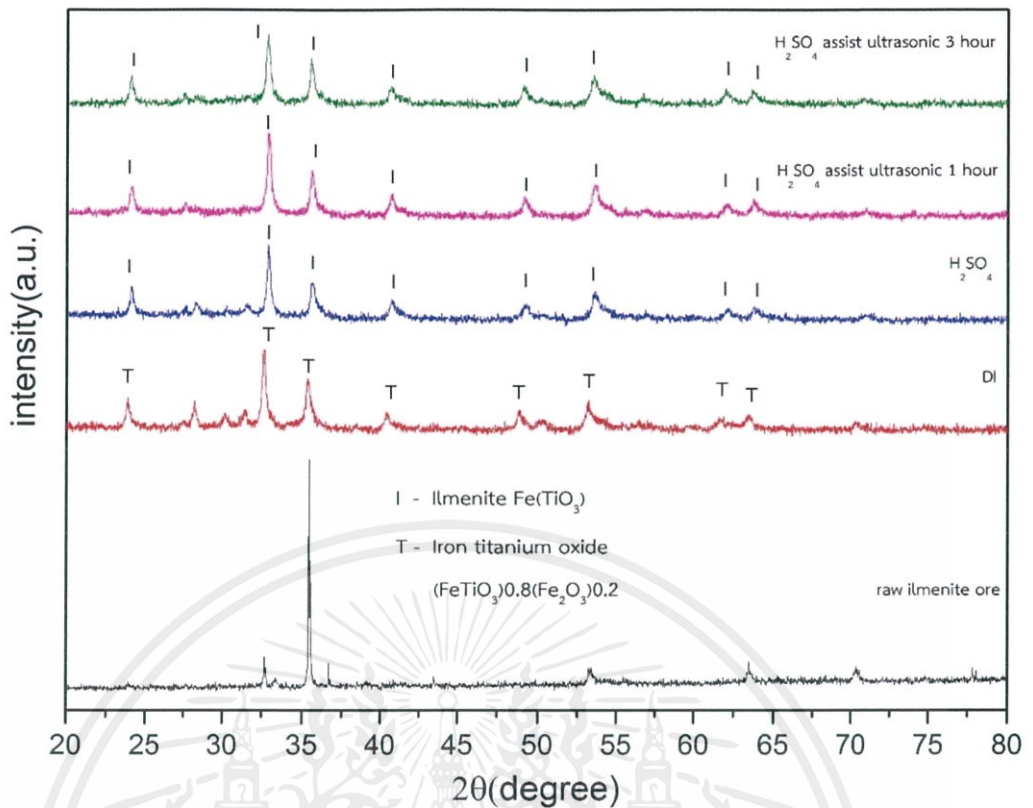
4.1.2 การวิเคราะห์เชิงโครงสร้างด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

ผลการวิเคราะห์เชิงโครงสร้างของแร่โอลิเมไนต์ที่บดด้วยลูกบดในแนวราบในน้ำไร่ประจุและกรดซัลฟิวริกภายใต้เงื่อนไขการเสริมคลื่นอัลตราโซนิกที่เวลา 1 และ 3 ชั่วโมง โดยปรับค่าพีเอชของแร่หลังบดเท่ากับ 6 ก่อนนำไปบดที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส จากกราฟการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์แสดงในรูปที่ 4.3 พบว่าแร่ที่บดในน้ำไร่ประจุจะมีสัญญาณที่ตำแหน่ง 23.8° 32.6° 35.3° 40.4° 48.8° 53.2° 61.7° และ 63.4° สัมพันธ์กับโครงสร้างแบบไตรโกนอลของไอรอนไททาเนียมออกไซด์กับระนาบ (012) (104) (110) (11-3) (024) (205) (12-4) และ (300) ตามลำดับ โดยอ้างอิงจากกราฟวิเคราะห์มาตรฐาน JCPDS No. 01-070-6223 และปรากฏสัญญาณที่ตำแหน่งสำหรับแร่ที่บดในกรดซัลฟิวริกพบว่ามีสัญญาณที่ตำแหน่ง 23.9° 32.7° 35.5° 40.6° 49.2° 53.5° 62.1° และ 63.7° สัมพันธ์กับโครงสร้างแบบไตรโกนอลของโอลิเมไนต์กับระนาบ (012) (104) (110) (11-3) (024) (205) (12-4) และ (300) ตามลำดับ โดยอ้างอิงจากกราฟวิเคราะห์มาตรฐาน JCPDS No. 01-075-9542 แสดงให้เห็นถึงการเปลี่ยนแปลงของเฟสเมื่อเปลี่ยนตัวกลางในการบดจากน้ำไร่ประจุเป็นกรดซัลฟิวริก เป็นผลมาจากกรดซัลฟิวริกชะเหล็กออกไซด์ออกทำให้มีความเป็นผลึกของโอลิเมไนต์มากขึ้นเมื่อบดในกรดซัลฟิวริกโดยใช้คลื่นเสียงช่วย มีลักษณะสัญญาณเช่นเดียวกับบดในกรดซัลฟิวริกโดยไม่ใช้ โดยเกิดเป็นโครงสร้างแบบไตรโกนอลของโอลิเมไนต์ซึ่งมีสัญญาณของพีคโดยรวมที่ชัดเจนและมีความเข้มสูงขึ้น แต่มีสัญญาณของผลึกที่ตำแหน่ง 28.1° 30.1° 31.3° ลดลงและตำแหน่ง 30.1° และ 31.3° หายไป และจากตารางที่ 4.1 เมื่อเพิ่มเวลาในการปล่อยคลื่นเสียงส่งผลให้ขนาดผลึกของแร่โอลิเมไนต์ที่คำนวณจาก Sherrer equation โดยใช้ระนาบ(110) มีขนาดลดลง จากการลดลงของขนาดผลึกแสดงให้เห็นถึงการเสริมประสิทธิภาพการบดด้วยคลื่นอัลตราโซนิกเช่นกันเพราะการที่แร่กระจายตัวจากผลของคลื่นอัลตราโซนิกทำให้ลูกบดบดแร่ได้ทั่วถึงดีขึ้น และมีผลในการช่วยให้กรดทำปฏิกิริยากับแร่โอลิเมไนต์ได้ดีในระนาบของตำแหน่ง 28.1°

ตารางที่ 4.1 ขนาดผลึกของแร่โอลิเมไนต์ที่บดในกรดซัลฟิวริกที่เวลาเสริมคลื่นอัลตราโซนิกต่างกัน

เวลาที่ใช้คลื่นอัลตราโซนิกเสริมการบด(ชั่วโมง)	ขนาดของผลึกที่คำนวณโดยสมการของเชียร์เรอจากระนาบ(110) (นาโนเมตร)
0	69
1	58
3	57

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



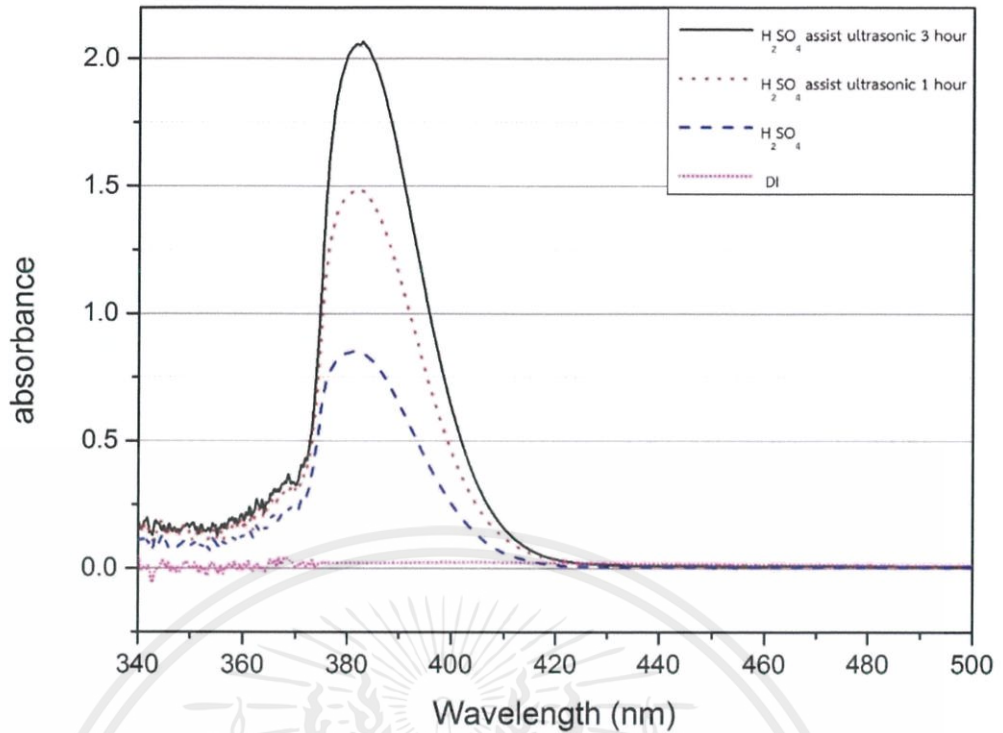
รูปที่ 4.3 กราฟการวิเคราะห์ทางโครงสร้างของแร่โอลิเมไนต์ก่อนบด , บดในน้ำไร้ประจุ , บดในกรดซัลฟิวริกและบดในกรดซัลฟิวริกโดยเสริมคลื่นอัลตราโซนิคเป็นเวลา 1 และ 3 ชั่วโมง ตามลำดับ

4.1.3 ผลการดูดกลืนแสงของสารละลายผลิตภัณฑ์ด้วยเครื่องยูวีวิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

การวิเคราะห์ประสิทธิภาพเบื้องต้นของการทำปฏิกิริยาของกรดซัลฟิวริกกับแร่โอลิเมไนต์ โดยใช้สารละลายที่ได้จากการบดนำมาเจือจางด้วยความเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตรในสารละลายกรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 10 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตรมาการวัดการดูดกลืนทางแสงด้วยเครื่องอัลตราไวโอเลตและวิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์แสดงดังรูปที่ 4.4 จากผลการดูดกลืนของแสงที่ความยาวคลื่น 340 ถึง 500 นาโนเมตร พบว่ามีการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 382 นาโนเมตรซึ่งอยู่ในช่วงของการดูดกลืนผลิตภัณฑ์จากแร่โอลิเมไนต์กับกรดซัลฟิวริก [22] ทุกเงื่อนไขยกเว้นการบดในน้ำไร้ประจุ แสดงให้เห็นว่าเป็นการดูดกลืนของสารผลิตภัณฑ์ที่เกิดจากกรดซัลฟิวริกทำปฏิกิริยากับแร่โอลิเมไนต์ และมีค่าการดูดกลืนเพิ่มขึ้นมากเมื่อใช้คลื่นอัลตราโซนิคช่วย และมีค่าการดูดกลืนมากที่สุดที่การเสริมด้วยคลื่นอัลตราโซนิคที่เวลา 3 ชั่วโมง ซึ่งคาดว่าในสารละลายสารผลิตภัณฑ์เหล็กซัลเฟตและไททาเนียมออกซีซัลเฟตที่สามารถเกิดขึ้นได้จากสมการการทำปฏิกิริยาระหว่างแร่โอลิเมไนต์กับกรดซัลฟิวริก [17] ดังสมการที่ 4.1



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.4 กราฟการดูดกลืนแสงของสารละลายที่ได้จากการบดการบดแร่โอลิเมไนต์ที่เงื่อนไขต่างๆ

4.1.4 ผลการวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบของสารด้วยเทคนิควิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน

จากการวิเคราะห์แร่ที่บดด้วยการยิงรังสีเอกซ์ลงบนตัวอย่างในบริเวณที่ส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ดังรูปที่ 4.2 และสารตัวอย่างจะคายพลังงานแสงเอกซ์เรย์ฟลูออเรสเซนส์ออกมา พบสเปกตรัมหลักเฉพาะตัวของ ออกซิเจน ไททาเนียม และเหล็ก และได้สัดส่วนเปอร์เซ็นต์ของธาตุจากความเข้มของสัญญาณของแต่ละธาตุ แสดงในตารางที่ 4.2 ซึ่งในเงื่อนไขที่บดในน้ำไร้ประจุมีสัดส่วนของไททาเนียมน้อยที่สุดเมื่อเทียบกับธาตุอื่นซึ่งสัมพันธ์กับโครงสร้างของไอรอนไททาเนียมออกไซด์จากกราฟการเลี้ยวเบนในรูปที่ 4.2 ที่มีสูตรทางเคมีเป็น $\text{FeTiO}_3(0.8)\text{Fe}_2\text{O}_3(0.2)$ เทียบกับการบดในกรดซัลฟิวริกพบว่าสัดส่วนไททาเนียมมากขึ้นสัมพันธ์กับโครงสร้างของโอลิเมไนต์ตามสูตรเคมี FeTiO_3 ที่มีสัดส่วนไททาเนียมต่อเหล็กประมาณ 1 ต่อ 1 เมื่อทำการบดในกรดซัลฟิวริกและเสริมด้วยคลื่นอัลตราโซนิกพบว่าปริมาณของเหล็กลดลง ซึ่งสอดคล้องกับผลการดูดกลืนของสารละลายจากรูปที่ 4.3 ซึ่งพิสูจน์ว่าความเข้มของการดูดกลืนสอดคล้องกับแร่ที่ปริมาณเหล็กลดลง เป็นผลมาจากเหล็กในแร่ที่ถูกชะไปในสารละลายกรดซัลฟิวริก แสดงให้เห็นว่าการทำปฏิกิริยาของกรดซัลฟิวริกกับแร่ที่ดีขึ้นจากผลของคลื่นอัลตราโซนิก ที่ทำให้เกิดความร้อนจากการบีบและขยายในของเหลวทำให้อุณหภูมิที่บริเวณนี้สูงขึ้น และคลื่นอัลตราโซนิกช่วยชะบริเวณผิวแร่ที่เกิดสารผลิตภัณฑ์จากการชะของกรด ขวางไม่ให้กรดทำปฏิกิริยากับแร่ส่วนที่เหลือ และช่วยทำลายชั้น Triple layer ของสารประกอบออกไซด์ที่ขวางอยู่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

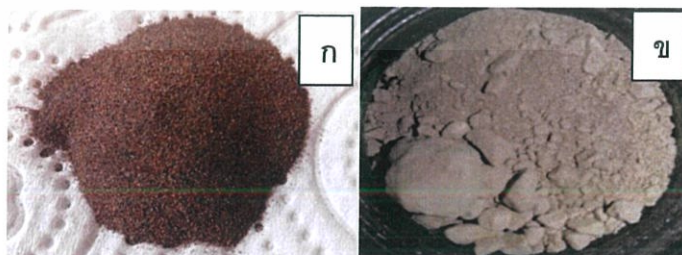
ตารางที่ 4.2 ชนิดและสัดส่วนของธาตุในแร่โอลิเมนไนต์ที่ได้จากการบด

เงื่อนไข	สัดส่วนของธาตุ(เปอร์เซ็นต์)			อัตราส่วนของ ไททานเนียมต่อเหล็ก
	ออกซิเจน	ไททานเนียม	เหล็ก	
น้ำไร้ประจุ	37.69	26.41	35.90	0.74
กรดซัลฟิวริก	34.32	34.17	31.51	1.08
เสริมด้วยคลีน อัลตราโซนิก 1 ชั่วโมง	45.55	29.00	25.45	1.14
เสริมด้วยคลีน อัลตราโซนิก 3 ชั่วโมง	41.14	30.96	27.90	1.11

4.2 ผลของคลื่นอัลตราโซนิกต่อการบดแร่ลูโคซีนด้วยลูกบดในแนวแกนราบ

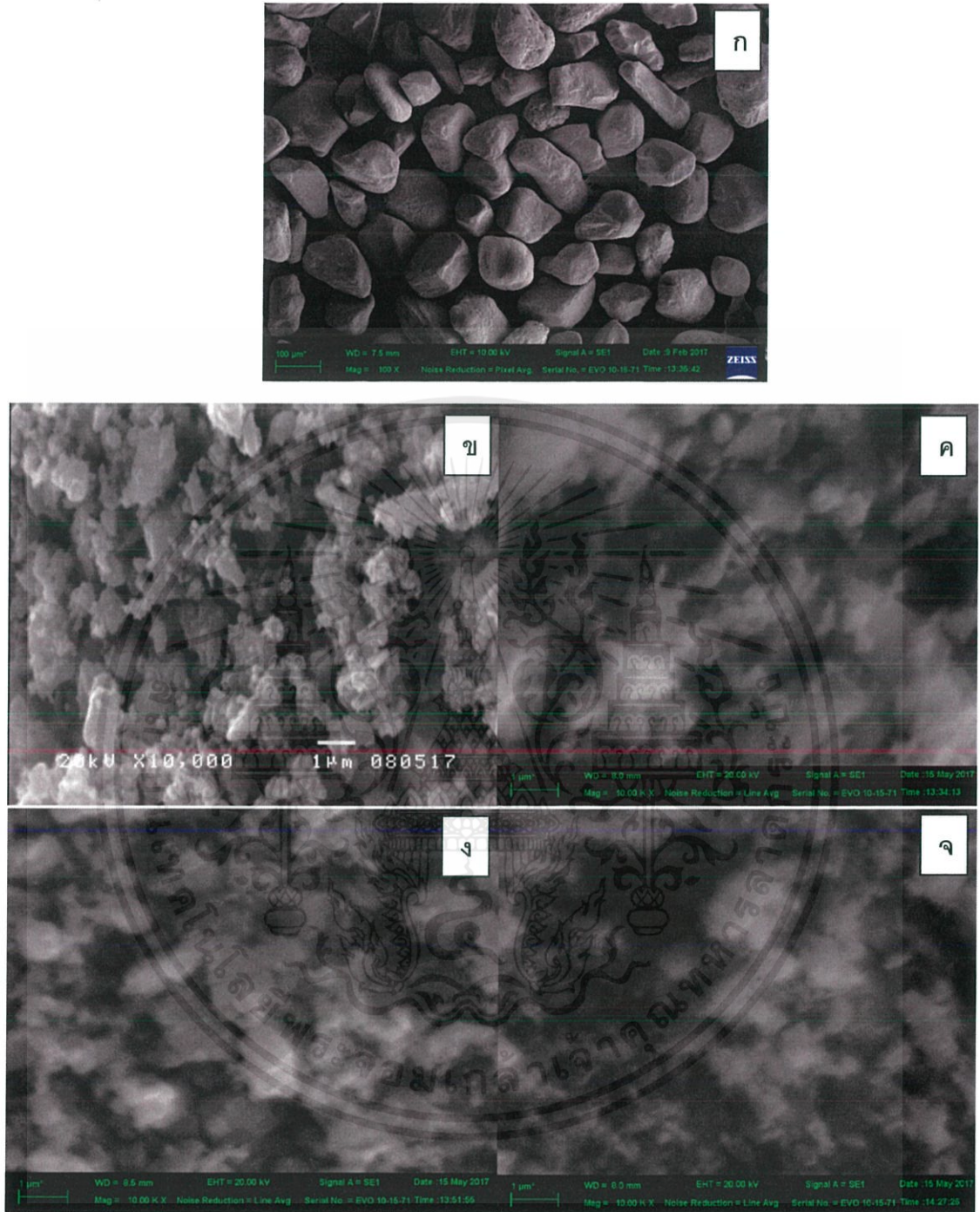
4.2.1 การวิเคราะห์ทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

รูปถ่ายลักษณะพื้นผิวทางกายภาพของแร่ลูโคซีนที่บดด้วยลูกบดในแนวราบในน้ำไร้ประจุและกรดซัลฟิวริก โดยเสริมคลื่นอัลตราโซนิกที่เวลาต่างกันดังแสดงในรูป 4.6 ทำการบดด้วยลูกบดในแนวแกนราบเป็นเวลา 20 ชั่วโมง ปรับค่าพีเอชเท่ากับ 6 ก่อนนำไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส พบว่ามีลักษณะทางกายภาพของลูโคซีนหลังบดทุกตัวอย่างมีลักษณะคล้ายกันคือเป็นเม็ดกลมและแท่ง และมีเม็ดขนาดใหญ่ปนด้วย โดยรูปที่ 4.6 (ก) แสดงลักษณะของแร่ลูโคซีนบดในน้ำไร้ประจุพบว่าแร่ที่บดในน้ำไร้ประจุจะยังมีแร่ขนาดใหญ่อยู่มากและแร่ลูโคซีนที่บดในกรด ดังรูปที่ 4.6 (ข) จะมีขนาดเล็กจำนวนมากกว่าและมีความละเอียดมากกว่าแต่มีการรวมกลุ่มกัน และแร่ขนาดใหญ่ส่วนหนึ่ง เมื่อเปรียบเทียบแร่ที่บดในกรดซัลฟิวริกที่ไม่เสริมคลื่นอัลตราโซนิกกับเสริมคลื่นอัลตราโซนิกที่เวลา 1 และ 3 ชั่วโมง แสดงในรูป 4.6 (ค) และ ง พบว่าแร่ที่มีขนาดเล็กมีขนาดไม่ต่างกันมากและแร่ที่เป็นก้อนใหญ่ลดลงแต่ยังมีอยู่บางส่วนเมื่อเพิ่มเวลาที่เสริมคลื่นอัลตราโซนิก แร่ขนาดเล็กมีการกระจายตัวดีและมีจำนวนมากขึ้น แสดงให้เห็นว่าการบดแร่ในกรดซัลฟิวริกโดยเสริมคลื่นอัลตราโซนิกมีผลทำให้แร่มีขนาดสม่ำเสมอ และทำให้ได้แร่ที่มีขนาดเล็กจำนวนมากกว่าบดโดยไม่เสริมคลื่นอัลตราโซนิก และช่วยลดการเกาะกลุ่มแร่เมื่อสังเกตโดยไม่ใช้เครื่องมือจะพบว่าแร่ที่ยังไม่ได้บดจากรูป 4.5(ก) มีลักษณะน้ำตาลมนัวว และเป็นเม็ดทรายขนาดเท่าๆกัน เมื่อผ่านกระบวนการบดจากรูป 4.5(ข) แร่มีลักษณะเป็นผงสีเหลืองอ่อนออกขาว และละเอียดเล็กลงมาก



รูปที่ 4.5 ลักษณะของแร่ลูโคซีน (ก)ก่อนบด (ข)หลังบด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.6 ลักษณะพื้นผิวของแร่ลูโคซีน (ก)แร่ตั้งต้น (ข)บดในน้ำไร้ประจุ (ค)บดในกรดซัลฟิวริก (ง)บดในกรดซัลฟิวริกโดยเสริมคลื่นอัลตราโซนิกเป็นเวลา 1 ชั่วโมงและ (จ)บดในกรดซัลฟิวริกโดยเสริมคลื่นอัลตราโซนิกเป็นเวลา 3 ชั่วโมง

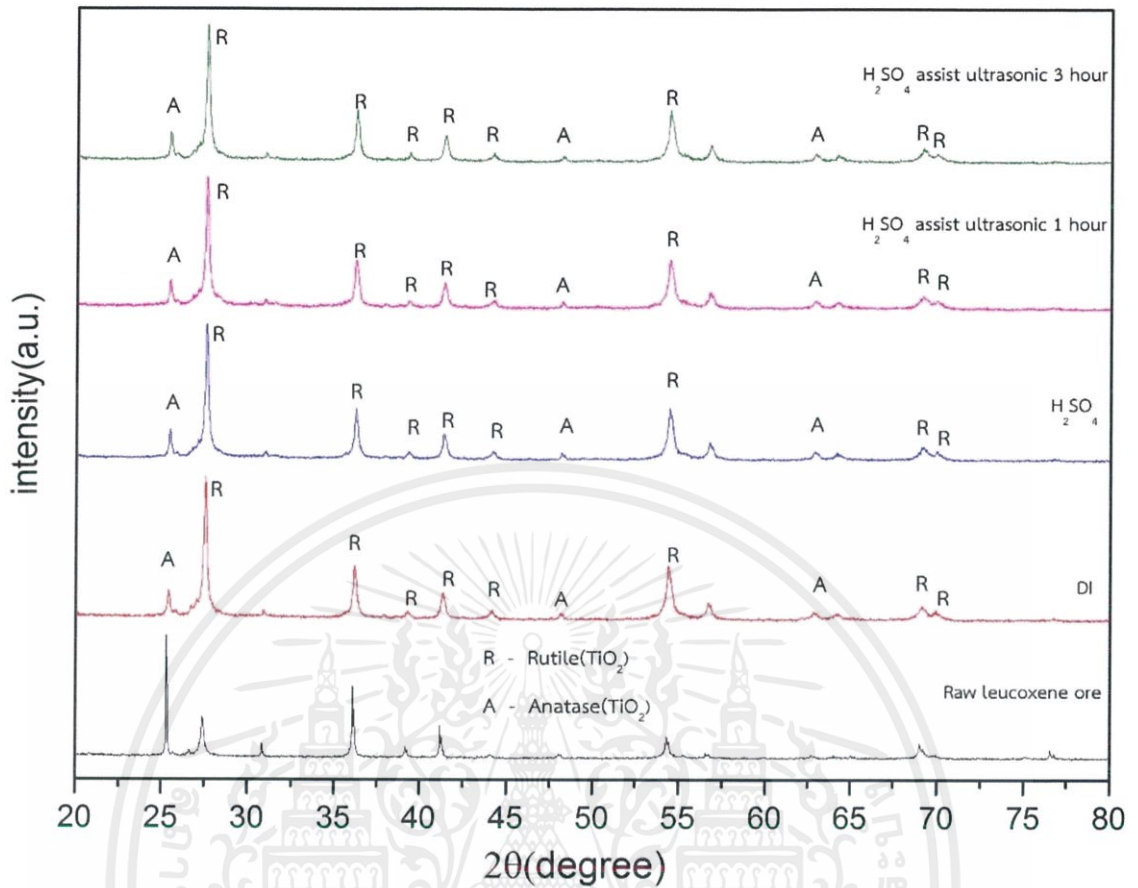
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.2 การวิเคราะห์เชิงโครงสร้างด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

ผลการวิเคราะห์เชิงโครงสร้างของแร่ลูโคซีนที่บดด้วยลูกบดในแนวราบในน้ำไร้ประจุและกรดซัลฟิวริกภายใต้เงื่อนไขการเสริมคลื่นอัลตราโซนิกที่เวลา 1 และ 3 ชั่วโมง โดยปรับค่าพีเอชของแร่หลังบดให้ถึง 6 ก่อนนำไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส จากกราฟการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ทุกเงื่อนไขปรากฏลักษณะสัญญาณของสองเฟสแสดงในรูปที่ 4.7 ที่ตำแหน่ง 25.3 48 สัมพันธ์กับโครงสร้างแบบเตตระโกนอลของไททาเนียมไดออกไซด์เฟสอานาเทสกับระนาบ (101) และ (200) โดยอ้างอิงจากกราฟวิเคราะห์มาตรฐาน JCPDS No. 01-075-2544 และปรากฏสัญญาณที่ตำแหน่ง 27.4° 36.1° 39.2° 41.4° 44.2° 54.3° และ 56.6° สัมพันธ์กับโครงสร้างแบบเตตระโกนอลไททาเนียมไดออกไซด์เฟสรูไทล์กับระนาบ (110) (101) (200) (111) (210) (211) และ (220) ตามลำดับ โดยอ้างอิงจากกราฟวิเคราะห์มาตรฐาน JCPDS No. 01-079-5680

จากตารางที่ 4.3 เมื่อเปรียบเทียบการปล่อยคลื่นเสียงขณะบดในกรดซัลฟิวริก ส่งผลให้ขนาดผลึกของแร่ลูโคซีนที่คำนวณจาก Sherrer equation ในระนาบ(101) มีขนาดลดลง ลักษณะสัญญาณแต่ละตำแหน่งชัดเจนขึ้น จากผลการลดลงของขนาดผลึกแสดงให้เห็นถึงการเสริมประสิทธิภาพการบดด้วยคลื่นอัลตราโซนิกเพราะการที่แร่กระจายตัวจากผลของคลื่นอัลตราโซนิกทำให้ลูกบดบดแร่ได้ทั่วถึงดีขึ้น แต่มีขนาดผลึกใกล้เคียงกันเมื่อเพิ่มเวลาการปล่อยคลื่นอัลตราโซนิก เนื่องจากแร่ลูโคซีนมีเพียงปริมาณไททาเนียมไดออกไซด์เป็นหลักและเหลือที่มากในรูปสิ่งเจือปนเล็กน้อยไม่มีเหลืออยู่ในโครงสร้างแบบแร่โอลิเมนไนต์ ซึ่งเมื่อดูจากกราฟการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์จะพบเพียงโครงสร้างของไททาเนียมไดออกไซด์เป็นหลัก จึงได้รับผลจากการทำปฏิกิริยาของกรดซัลฟิวริกน้อยกว่า

ผลการคำนวณหาอัตราส่วนของเฟสรูไทล์และอานาเทส ด้วยวิธีหาอัตราส่วนจากความเข้มที่เทียบกับข้อมูลอ้างอิง (RIR : Reference Intensity Ratio) [19,20] โดยใช้ค่า ($I_{\text{rutile,anatase}}/I_{\text{corundum}}$) จากกราฟวิเคราะห์มาตรฐาน JCPDS ของแต่ละเฟสใช้ความเข้มหลักของสัญญาณโครงสร้างอานาเทสที่ระนาบ (101) และโครงสร้างรูไทล์ที่ระนาบ (110) ได้อัตราส่วนของเฟสอานาเทสต่อเฟสรูไทล์แสดงในตารางที่ 4.3 พบว่ามีอัตราส่วนใกล้เคียงกัน และมีค่าที่เพิ่มขึ้นและลดลงสอดคล้องกับขนาดของผลึก แสดงให้เห็นว่าผลของคลื่นอัลตราโซนิกให้พลังงานความร้อนที่เกิดจากยุบขยายจนแตกตัวของฟองน้ำยังไม่เพียงพอในการก่อตัวหรือเปลี่ยนแปลงทางผลึก

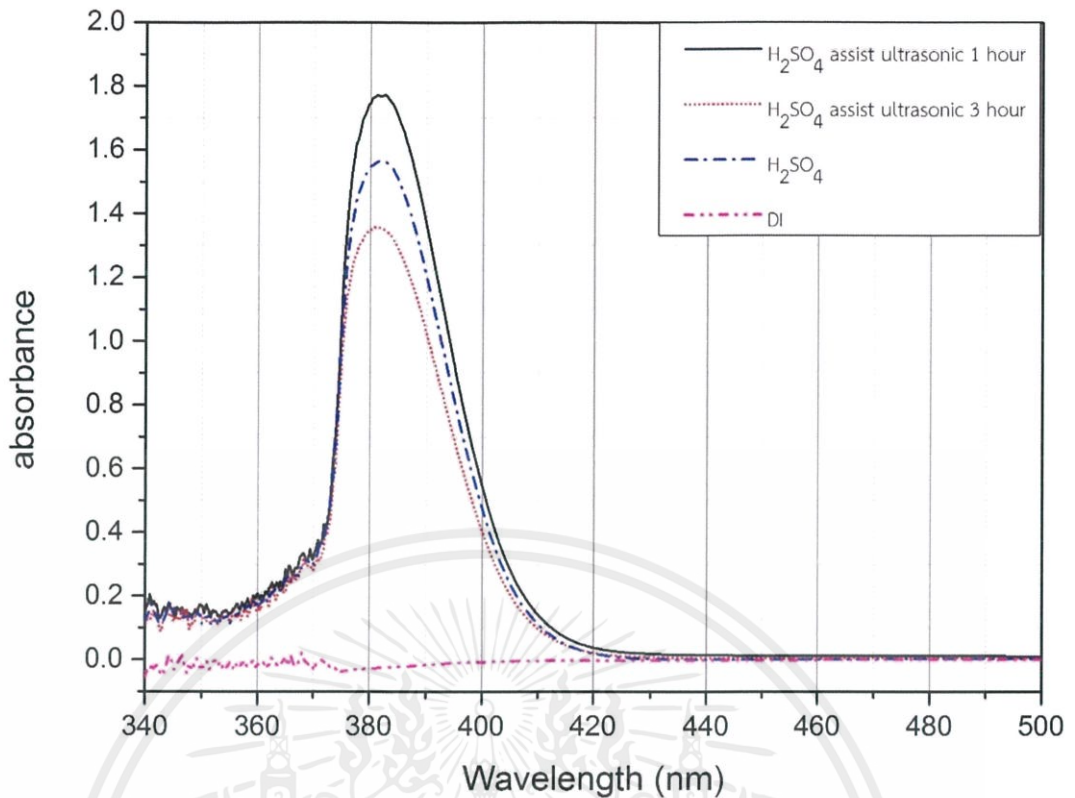


รูปที่ 4.7 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของแร่ลูโคซีน ก่อนบด , บดในน้ำไร้ประจุ , บดในกรดซัลฟิวริกและบดในกรดซัลฟิวริกโดยเสริมคลื่นอัลตราโซนิกเป็นเวลา 1 และ 3 ชั่วโมง ตามลำดับ

ตารางที่ 4.3 แสดงขนาดและอัตราส่วนของผลึกไททาเนียมไดออกไซด์ที่เวลาเสริมคลื่นอัลตราโซนิกต่างๆ

เวลาที่ใช้คลื่นอัลตราโซนิกเสริมการบดในกรดซัลฟิวริก (ชั่วโมง)	ขนาดของผลึกไททาเนียมไดออกไซด์ที่คำนวณโดยสมการของเชียวเรอจากระนาบ(110) (นาโนเมตร)	อัตราส่วนของผลึกอนาเทสต่อผลึกรูไทล์
0	75	0.10
1	69	0.09
3	70	0.11

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.8 กราฟการดูดกลืนแสงของสารละลายที่ได้จากการบดการบดแร่ลูโคซีน

4.2.3 ผลการดูดกลืนแสงของสารละลายผลิตภัณฑ์ด้วยเครื่องยูวีลิสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

การวิเคราะห์ประสิทธิภาพเบื้องต้นของการทำปฏิกิริยาของกรดซัลฟิวริกกับแร่โอลิเมไนต์ โดยใช้สารละลายที่ได้จากการบดนำมาเจือจางด้วยความเข้มข้น 5 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตรในสารละลายกรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 10 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตรมาการวัดการดูดกลืนทางแสงด้วยเครื่องอัลตราไวโอเล็ตและลิสเปกโตรโฟโตมิเตอร์แสดงดังรูปที่ 4.8 จากผลการดูดกลืนของแสงที่ความยาวคลื่น 340 ถึง 500 นาโนเมตร พบว่ามีการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 382 นาโนเมตรทุกเงื่อนไขการบดในน้ำไร้ประจุที่ไม่พบการดูดกลืน แสดงให้เห็นว่าเป็นการดูดกลืนของสารผลิตภัณฑ์ที่เกิดจากกรดซัลฟิวริกทำปฏิกิริยากับเหล็กที่เจือปนมาในแร่ลูโคซีน และมีค่าการดูดกลืนใกล้เคียงกันเมื่อเปรียบเทียบกับกรบดในกรดซัลฟิวริกโดยใช้คลื่นอัลตราโซนิกช่วย

4.2.4 ผลการวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบของสารด้วยเทคนิควิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน

จากการวิเคราะห์ที่บดด้วยการยิงรังสีเอกซ์ลงบนตัวอย่างในบริเวณที่ส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ดังรูปที่ 4.6 และสารตัวอย่างจะคายพลังงานแสงเอกซ์เรย์ฟลูออเรสเซนส์ออกมา พบสเปกตรัมหลักเฉพาะตัวของ ออกซิเจน ไททาเนียม และเหล็กเล็กน้อย และได้สัดส่วน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เปอร์เซ็นต์ของธาตุจากความเข้มข้นของสัญญาณของแต่ละธาตุ แสดงในตารางที่ 4.4 ซึ่งในเงื่อนไขที่บดในน้ำ ไร่ประจุมีสัดส่วนของไททาเนียมเทียบกับเหล็กน้อยที่สุด แต่มีปริมาณไททาเนียมต่อธาตุทั้งหมดใกล้เคียงกัน ในทุกๆเงื่อนไข โดยที่การเสริมคลิ่นอัลตราโซนิคทำให้ได้ปริมาณไททาเนียมเพิ่มมากขึ้น และที่การเสริมด้วยคลิ่นอัลตราโซนิคเป็นเวลา 1 ชั่วโมงได้ปริมาณไททาเนียมมากที่สุด

ตารางที่ 4.4 ตารางแสดงชนิดและสัดส่วนของธาตุในแร่ลูโคซีนที่ได้จากการบด

เงื่อนไข	สัดส่วนของธาตุ(เปอร์เซ็นต์)			อัตราส่วนของไททาเนียมต่อเหล็ก
	ออกซิเจน	ไททาเนียม	เหล็ก	
น้ำไร่ประจุ	45.13	53.16	1.71	31.09
กรดซัลฟิวริก	52.85	45.69	1.46	31.29
เสริมด้วยคลิ่นอัลตราโซนิค 1 ชั่วโมง	47.11	51.25	1.64	31.25
เสริมด้วยคลิ่นอัลตราโซนิค 3 ชั่วโมง	48.08	50.65	1.27	39.88

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5

สรุปผลการดำเนินงานและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

โครงการนี้ทำการศึกษาการสังเคราะห์วัสดุไททาเนียมไดออกไซด์ จากแร่โอลิเมไนต์ และลูโคซีน จากธรรมชาติ และปรับปรุงคุณภาพของแร่โอลิเมไนต์ ด้วยกระบวนการบัดด้วยลูกบดในแนวราบพร้อมคลื่นอัลตราโซนิก พร้อมการชะด้วยกรด โดยศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการสกัดไททาเนียมไดออกไซด์ อาทิ ความเร็วรอบ เวลาในการใช้คลื่นอัลตราโซนิกช่วย ที่มีผลต่อโครงสร้าง ขนาดผลึก สัณฐานวิทยา องค์ประกอบของแร่ และศึกษาสมบัติทางแสงของสารละลายที่ได้จากการบดเพื่อดูผลของการชะเบื้องต้น

จากผลของการบดด้วยลูกบดที่ความเร็ว 130 รอบต่อนาที ทำให้ขนาดแร่จาก 100 ไมโครเมตร ลดลงต่ำกว่า 1 ไมโครเมตร และทำให้แร่ทั้งสองชนิดมีความเป็นผลึกชัดเจนขึ้นจากกราฟการเลี้ยวเบน และเมื่อเปลี่ยนตัวกลางในการบดจากน้ำไร้ประจุเป็นกรดซัลฟิวริกพบว่าแร่โอลิเมไนต์มีผลึกแมกนีไมต์ (Fe_2O_3) หายไปจากโครงสร้างโอลิเมไนต์ สำหรับแร่ลูโคซีนพบว่าการบดทำให้พบโครงสร้างผลึกของไททาเนียมไดออกไซด์เฟสรูไทล์และอนาเทสชัดเจนขึ้นโดยพบเฟสรูไทล์เป็นหลัก ผลของคลื่นอัลตราโซนิกที่มีต่อแร่ทั้งแร่โอลิเมไนต์และลูโคซีนทางสัณฐานวิทยาพบว่าการบดทำให้มีการเกาะกลุ่มของแร่ลดลง และแร่ขนาดเล็กจำนวนมากขึ้นและเป็นรูพรุนเล็กน้อยและผลของคลื่นอัลตราโซนิกในการชะแร่โอลิเมไนต์พบว่าปริมาณเหล็กที่ตรวจสอบจากการดูดกลืนแสงของสารละลาย มีมากขึ้นตามเวลาการปล่อยคลื่นอัลตราโซนิก สอดคล้องกับผลการตรวจสอบองค์ประกอบของธาตุพบว่าอัตราส่วนไททาเนียมต่อเหล็กมีมากขึ้น และขนาดของผลึกมีค่าลดลงเมื่อเพิ่มเวลาการปล่อยคลื่นเสียง จึงสรุปได้ว่าคลื่นอัลตราโซนิกมีผลทางกลในการทำให้แร่กระจายตัวและแตกตัวได้ดีขณะบด และทำให้เกิดความร้อนสนับสนุนการเกิดปฏิกิริยาเคมีของกรดซัลฟิวริกกับแร่ ในส่วนของแร่ลูโคซีนพบว่าการปล่อยคลื่นเสียงขณะบดในกรดซัลฟิวริก ส่งผลให้ขนาดผลึกของแร่ลูโคซีนมีขนาดลดลง ผลของความเป็นผลึกจากความชัดเจนของสัญญาณดีขึ้น จากผลการลดลงของขนาดผลึกแสดงให้เห็นถึงการเสริมประสิทธิภาพการบดด้วยคลื่นอัลตราโซนิกเพราะการที่แร่กระจายตัวจากผลของคลื่นอัลตราโซนิกทำให้ลูกบดบดแร่ได้ทั่วถึงดีขึ้น แต่มีขนาดผลึกใกล้เคียงกันเมื่อเพิ่มเวลาการปล่อยคลื่นอัลตราโซนิก เนื่องจากแร่ลูโคซีนมีเพียงปริมาณเหล็กที่มาในรูปสิ่งเจือปนไม่ได้อยู่ในโครงสร้าง และไททาเนียมไดออกไซด์มีความแข็งแรงกว่าแร่โอลิเมไนต์ ซึ่งเมื่อดูจากกราฟการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์จะพบเพียงโครงสร้างของไททาเนียมไดออกไซด์เป็นหลัก จึงได้รับผลจากการทำปฏิกิริยาของกรดซัลฟิวริกน้อยกว่าและจากสมการการทำปฏิกิริยาของไททาเนียมไดออกไซด์กับกรดซัลฟิวริก ผลของอัตราส่วนของเฟสอนาเทสต่อเฟสรูไทล์ พบว่ามีอัตราส่วนใกล้เคียงกัน และมีค่าที่เพิ่มขึ้นและลดลง สอดคล้องกับขนาดของผลึก สรุปได้ว่ากระบวนการนี้ใช้ปริมาณความเข้มข้นกรดเพียงเล็กน้อยสามารถสกัดไททาเนียมไดออกไซด์จากแร่ลูโคซีนได้ดีว่า แร่โอลิเมไนต์ซึ่งมีเพียงความบริสุทธิ์ขึ้น จากกระบวนการบดด้วยลูกบดพร้อมคลื่นอัลตราโซนิก

5.2 ปัญหาและแนวทางการแก้ไขปัญหา

5.2.1 ในกระบวนการสังเคราะห์ ด้วยคลื่นอัลตราโซนิกจะเกิดความร้อนแก่ระบบ ทำให้แหล่งจ่ายอาจเสียหาย และทำให้ค่าอาจคลาดเคลื่อน ควรเปิดใช้งานและวัดอุณหภูมิสม่ำเสมอเพื่อหาเวลาเปิดและพักที่เหมาะสมป้องกันอุปกรณ์เสียหาย

5.2.2 ในกระบวนการล้างตะกอนที่ค่ากรด-เบสต่ำ ใช้เวลาและน้ำปลอดประจุในปริมาณมาก ควรปรับปรุงการล้างตะกอนเพื่อลดเวลาในการศึกษา

5.2.3 ผงแร่ที่ผ่านกระบวนการสังเคราะห์เมื่อเวลาผ่านไปจะดูดซับไอน้ำและเกิดการรวมตัวทำให้การตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานตรวจสอบได้ยาก และตรวจสอบขนาดอนุภาคได้ยาก ควรปรับปรุงการเก็บตัวอย่างหรือเตรียมก่อนวิเคราะห์

5.3 ข้อเสนอแนะ

5.3.1 เพื่อยืนยันพื้นที่ผิวสัมผัสและขนาดของรูพรุนและอนุภาค ควรวิเคราะห์พื้นที่ผิวและขนาดของรูพรุนด้วยเทคนิค Brunauer-Emmett-Teller (BET) จะทำให้ทราบขนาดของรูพรุนและพื้นที่ผิวที่เพิ่มมากขึ้นจากผลของคลื่นอัลตราโซนิก

5.3.2 เพื่อยืนยันปริมาณธาตุโลหะที่ถูกชะ ควรวิเคราะห์สารละลายด้วย การวัดพลังงานแสงที่เกิดจากการคายพลังงานในช่วงคลื่นเฉพาะตัวของอะตอมของธาตุที่ถูกทำให้อยู่ในสภาวะกระตุ้นจากพลาสมา (ICP) จะทำให้ทราบปริมาณที่แน่นอนและยืนยันผลการดูดกลืนแสงจากเครื่องยูวีวิสสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (UV-VIS)

5.3.3 การทดลองประสิทธิภาพของคลื่นอัลตราโซนิกที่มีผลต่อการชะอาจชัดเจนมากขึ้นหากเพิ่มความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก หรือเพิ่มเวลาในการปล่อยคลื่นอัลตราโซนิกและ บดเพื่อข้อมูลเปรียบเทียบที่มากขึ้น

5.3.4 อาจมีการเปลี่ยนหม้อบดจากโพลีโพรพิลีนเป็นเซอโรโคเนียเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพการบดด้วยลูกบด และทำให้คลื่นอัลตราโซนิกส่งผลได้ดีขึ้นจากการผ่านตัวกลางที่ยึดหยุ่นน้อยกว่า

บรรณานุกรม

- [1] ณัฐพันธ์ ศุภกา. 2006. นาโนเทคโนโลยีคืออะไร. [Online]. Available : <http://www.vcharkarn.com/varticle/324>
- [2] นวพันธ์ ชัยนกิจ. Titanium dioxide properties and application. [Online]. Available : http://www.nano.kmitl.ac.th/files/nano_innovation/2557/training/04-วัสดุนาโนไททาเนียมไดออกไซด์.pdf
- [3] อิลเมไนต์. [Online]. Available : <http://www.dmr.go.th/main.php?filename=ilmenite>
- [4] 2550. อิลเมไนต์. [Online]. Available : http://www.dmr.go.th/ewt_news.php?nid=582&filename=m
- [5] 2559. Titanium dioxide. [Online]. Available : https://en.wikipedia.org/wiki/Titanium_dioxide
- [6] กฤษณะ ช่องศรี. 2554. การเตรียมฟิล์มบางซิงค์ออกไซด์แมกนีเซียม (ZnO:Mg) ด้วยวิธีการหมุนเคลือบและเพิ่มประสิทธิภาพทางแสงด้วยการเจือไนโตรเจน (N) และอะลูมิเนียม (Al). วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
- [7] การผลิตโลหะจากสินแร่. [Online]. Available : <http://lc.dpim.go.th/kb/1086>
- [8] วิรัช เลิศพรหม. ปัจจัยที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพการบัดด้วยไม้บัด. [Online]. Available : eng.sut.ac.th/ceramic/old/article/20.pdf
- [9] คชินท์ สายอินทวงศ์. 2008. การบดละเอียด. [Online]. Available : www.thaiceramicsociety.com/pc_pre_grindmore.php
- [10] ชูชาติ อาริจิตรานุสรณ์. เครื่องล้างอัลตราโซนิก. [Online]. Available : <http://home.kku.ac.th/chuare/12/ultrasoniccleaner.pdf>
- [11] B. Ambedkar, R. Nagarajan, and S. Jayanti, "Investigation of High-Frequency, High-Intensity Ultrasonics for Size Reduction and Washing of Coal in Aqueous Medium", *Industrial and Engineering Chemistry Research*, Vol. 50 (2011), pp. 13210–13219
- [12] Inductively coupled plasma. [Online]. Available : https://th.wikipedia.org/wiki/Inductively_coupled_plasma
- [13] เครื่องมือวิเคราะห์ปริมาณธาตุพร้อมกันหลายชนิด [Online]. Available : <http://www.env.eng.chula.ac.th/?q=content/inductively-coupled-plasma-icp>
- [14] Zenghe Li, Zhencui Wang, Ge Li, "Preparation of nano-titanium dioxide from ilmenite Using sulfuric acid-decomposition by liquid phase method", *Powder Technology*, Vol. 287 (2016), pp. 256–263

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [15] Y. Iida, K. Yasui, T. Tuziuti, M. Sivakumar, “Sonochemistry and its dosimetry”, *Microchemical Journal*, Vol. 80 (2005), pp. 159–164
- [16] G.K. Das , Y. Pranolo, Z. Zhu, C.Y. Cheng “Leaching of ilmenite ores by acidic chloride solutions”, *Hydrometallurgy*, Vol. 133 (2013), pp. 94–99
- [17] K.H. Han , T. Rubcunitara, M.C. Fuersteneu “Leaching Behavior of Ilmenite with Sulfuric Acid”,*Metallurgical Transaction B* , Vol. 18B (1987), pp. 94–99 Acid—
- [18] K.H. Han , T. Rubcunitara, M.C. Fuersteneu “Behaviour of Titanium in Sulphuric Application to DSAs —”,*Journal of New Materials for Electrochemical Systems*, Vol. 9 (2016), pp. 221-232
- [19] The International Centre for Diffraction Data. **Quantitative Analysis Reference Intensity Ratio (RIR)** [Online]. Available : <http://www.icdd.com/resources/tutorial/pdf/Quantitative%20Analysis%20RIR.pdf>
- [20] Cullity,B.D “**Elements Of X Ray Diffraction**”, Addison-Wesley Publishing Company , Inc. (1956)
- [21] T. Tao, C. Qi-yuan, H. Hui-ping, YIN Zhou-lan, C. Ying “TiO₂ nanoparticles prepared by hydrochloric acid leaching of mechanically activated and carbothermic reduced ilmenite ”, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, Vol . 22 (2012), pp. 1232-1238
- [22] I.Szilagyi, E.onigsberger and Peter M. May “Spectroscopic characterisation of weak interactions in acidic titanyl sulfate–iron(II) sulfate solutions”, *Dalton Transactions*, (2009), pp. 7717-7724

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ	นายชญนนต์ แก้วแสงอินทร์
วัน เดือน ปี เกิด	วันที่ 22 สิงหาคม พ.ศ. 2537
ประวัติการศึกษา	สำเร็จการศึกษาระดับชั้นมัธยมศึกษาตอนปลาย ในปีการศึกษา 2555
ผลงานทางวิชาการ	เข้าร่วมงานประชุมเชิงวิชาการระดับนานาชาติ งาน The 3 rd International Conference on Applied Physics and Material Applications โดยนำเสนอโพสเตอร์ ในหัวข้อ “Activated Natural Ilmenite Ore prepared by Sulfuric acid Leaching-Assisted Ultrasonic Ball-milling”



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้