

การศึกษากระบวนการสังเคราะห์อนุภาคนาโนไททาเนียมไดออกไซด์จากแร่ธรรมชาติ
ผ่านกระบวนการเชิงกล

SYNTHESIS OF TITANIUMDIOXIDE-BASED NANOMATERIALS DERIVED FROM
NATURAL MINERAL VIA MECHANICAL ROUTE



โครงการพิเศษฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต

สาขาวิศวกรรมวัสดุนาโน

วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยี

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

พ.ศ. 2558

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

SYNTHESIS OF TITANIUMDIOXIDE-BASED NANOMATERIALS
DERIVED FROM NATURAL MINERAL VIA
MECHANICAL ROUTE



A SPECIAL PROJECT SUMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENT FOR BACHELOR DEGREE OF
NANOMATERIAL ENGINEERING
COLLEGE OF NANOTECHNOLOGY
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG
2015

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การศึกษากระบวนการสังเคราะห์อนุภาคนาโนไททาเนียมไดออกไซด์จากแร่ธรรมชาติ
ผ่านกระบวนการเชิงกล



โครงการพิเศษฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต

สาขาวิศวกรรมวัสดุนาโน

วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยี

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

พ.ศ. 2558

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



COPYRIGHT 2015

COLLEGE OF NANOTECHNOLOGY

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

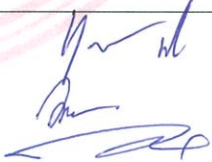
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาควิชานาโนวิทยาและนาโนเทคโนโลยี
วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
โครงการพิเศษ

หัวข้อโครงการพิเศษ การศึกษาการสังเคราะห์หอนาโนภาคนาโนไททาเนียมไดออกไซด์จากแร่ธรรมชาติด้วยกระบวนการเชิงกล

Special Project Title SYNTHESIS OF TITANIUMDIOXIDE-BASED NANOMATERIALS DERIVED FROM NATURAL MINERAL VIA MECHANICAL ROUTE

นักศึกษา นางสาว วาดแวว ยี่มวัน
รหัสประจำตัว 55110045
ปริญญา วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต
ภาควิชา นาโนวิทยาและนาโนเทคโนโลยี
สาขาวิชา วิศวกรรมวัสดุนาโน
ปีการศึกษา 2558
อาจารย์ที่ปรึกษา รศ. ดร. วิษณุ เพชรภา
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม ดร. วณิชยา เมฆประสาท

คณะกรรมการสอบโครงการพิเศษ		ลายมือชื่อ
ผศ.ดร.หุติยาภรณ์ ทิววงศ์		
ดร.วณิชยา เมฆประสาท		
รศ.ดร.วิษณุ เพชรภา		

ภาควิชานาโนวิทยาและนาโนเทคโนโลยี วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบังอนุมัติให้โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา หลักสูตรวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิศวกรรมวัสดุนาโน

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRAKANG

๗๕ ๒๗/๖/๕๘
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุธี ชูดีไพจิตร)

หัวหน้าภาควิชานาโนวิทยาและนาโนเทคโนโลยี
วันที่ ๒๓ เดือน มิถุนายน พ.ศ. 2559

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงการพิเศษ	การศึกษาการสังเคราะห์อนุภาคนาโนไททาเนียมไดออกไซด์จากแร่ธรรมชาติด้วยกระบวนการเชิงกล
นักศึกษา	นางสาว วาดแหว ยิ้มวัน
รหัสนักศึกษา	55110045
ปริญญา	วิศวกรรมศาสบัณฑิต
สาขา	วิศวกรรมวัสดุนาโน
ปีการศึกษา	2558
อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการพิเศษ	รศ.ดร.วิษณุ เพชรภา

บทคัดย่อ

โครงการพิเศษฉบับนี้จะนำเสนอถึงการศึกษาการสังเคราะห์ไททาเนียมไดออกไซด์จากแร่ธรรมชาติโอลิเมไนต์ โดยใช้สองขั้นตอนร่วมกันคือการบดละเอียดด้วยลูกบด (Ball mill) และการสกัดของแข็งด้วยของเหลวหรือการชะ ซึ่งในขั้นตอนการบดละเอียดด้วยลูกบดนั้นจะศึกษาถึงผลกระทบของขนาดอนุภาคของแร่โอลิเมไนต์ที่ส่งผลต่อผลิตภัณฑ์ โดยหลังจากแร่โอลิเมไนต์ผ่านการบดละเอียด จะนำมาผ่านกระบวนการชะ โดยของเหลวที่ใช้ในการชะคือกรดซัลฟิวริก ซึ่งในขั้นตอนนี้จะมีการศึกษาถึงปัจจัยที่อาจส่งผลต่อการทำปฏิกิริยาการชะระหว่างแร่โอลิเมไนต์กับสารละลายกรดซัลฟิวริก คือ ความเข้มข้นของสารละลายกรดซัลฟิวริก อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา เวลา และอัตราส่วนแร่ต่อสารละลายกรด เมื่อเสร็จสิ้นกระบวนการ จึงนำผลิตภัณฑ์ไปตรวจสอบสมบัติของสารตัวอย่าง โดยลักษณะสัญญาณวิทยา จะทำการศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่งกราดและตรวจสอบโครงสร้างผลึก ส่วนประกอบของผลิตภัณฑ์ศึกษาด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ นอกจากนี้จะมีการตรวจสอบสารละลายที่ได้ในกระบวนการสกัดของแข็งด้วยของเหลวด้วยเทคนิค ICP-AES ทำให้ทราบถึงส่วนประกอบที่อยู่ในสารละลายซึ่งธาตุที่จะวิเคราะห์หาปริมาณในสารละลายคือ เหล็กและไททาเนียม ซึ่งเทคนิคเหล่านี้เป็นการตรวจสอบคุณสมบัติ และประสิทธิภาพของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลองในงานวิจัยนี้

Special project Title	Synthesis of titaniumdioxide-based nanomaterials derived from natural mineral via mechanical route
Student	Ms. Wadwaew Yimwan
Student ID	55110045
Dgree	Bachelor of Engineering
Program	Nanomaterial Engineering
Year	2015
Advisor	Assoc.Prof.Dr Wisanu Pecharapa

Abstract

This research represents the studying of the synthesis of titanium dioxide from ilmenite ore. This research was done by two combined-processes that are ball milling and leaching process. Ball milling is the process of crushing by a milling and we also studied about the effects of ilmenite ore's particle size to the products. After that, it reached to the leaching process that used one liquid which is sulfuric acid and we also studied about the factors which could have the affects to the reaction of leaching process of ilmenite ore and sulfuric acid solution that is the ratio of ore per acid solution, time, temperature which was used in the reaction and concentration of sulfuric acid. Then, the product was verified the quality of characterization by scanning electron microscope (SEM) for looking amorphous of products, checking the structure and composition of the product by X-rays diffraction. Moreover, we also verified a solution from the leaching process by using Inductive Couple Plasma Atomic Emission Spectrometer (ICP-AES), which showed the compositions of solution, and the element that we analyzed for the quantity of solution is iron. All in all, these techniques are the verifying of property, efficiency of product which got from an experiment in this research.

กิตติกรรมประกาศ

โครงการพิเศษฉบับนี้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี ด้วยความช่วยเหลือและคอยให้คำปรึกษาจากท่าน อาจารย์ รศ.ดร.วิษณุ เพชรภา และ ดร.วณิชยา เมฆประสาท ข้าพเจ้าขอขอบคุณเป็นอย่างสูง รวมถึงบุคคลใกล้ชิดผู้อยู่เบื้องหลังความสำเร็จ คุณวีรชน ภูหินกอง และ คุณ ธนพนธ์ กาญจนาต ขอขอบคุณทุกท่านที่คอยช่วยเหลือข้าพเจ้าตั้งแต่เริ่มต้นจนโครงการนี้สำเร็จ ทั้งในเรื่องของการให้คำปรึกษา สอนสั่งในสิ่งที่ดีช่วยเหลือการทำงาน และชี้แนะแนวทางอันเป็นประโยชน์แก่ข้าพเจ้าเสมอมา และขอขอบคุณวิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง ที่ให้ความสะดวกในการใช้เครื่องมือในการวิจัย และสถานที่ในการศึกษาและทำวิจัยจนสำเร็จ

ขอขอบคุณท่านอาจารย์ในวิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีทุกท่าน เพื่อน พี่ น้อง ที่คอยช่วยเหลือ ให้คำปรึกษา แนะนำแนวทางต่างๆ หรือแม้กระทั่งช่วยเป็นกำลังใจให้ข้าพเจ้า ถึงจะมากหรือน้อย แต่ความสำเร็จนี้จะมีไม่ได้หากไม่ได้รับการสนับสนุนเหล่านี้จากทุกคน ขอขอบคุณจากใจ นอกจากนี้ข้าพเจ้าขอขอบคุณวิทยาลัยนวัตกรรมและการจัดการข้อมูล ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการใช้เครื่องมือกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด มหาวิทยาลัยราชภัฏราชนครินทร์ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการใช้เครื่องมือ ICP-AES และมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรีที่เอื้ออำนวยให้ใช้เครื่องมือวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) รวมถึงขอบคุณนักวิจัยทุกท่านที่มีผลงานดีๆ ให้ข้าพเจ้าได้ศึกษาเป็นแบบแผน ขอขอบคุณผู้เขียน ผู้ตีแผ่บทความ องค์กรความรู้ที่ได้มาจากแหล่งต่างๆ ที่มีส่วนช่วยให้ข้าพเจ้าผ่านพ้นปัญหาทุกอย่างไปได้ ขอให้สิ่งดีที่ทุกท่านมีต่อข้าพเจ้า ได้ย้อนกลับไปสู่ท่านให้พบเจอแต่ความสุขความสำเร็จ

वादแวว ยิ้มวัน

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย.....	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	II
กิตติกรรมประกาศ.....	III
สารบัญ.....	IV
สารบัญตาราง.....	VII
สารบัญภาพ.....	VIII
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 วัตถุประสงค์งานวิจัย.....	2
1.2 ขอบเขตงานวิจัย.....	2
1.3 ผลที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและหลักการ.....	4
2.1 ไททาเนียมไดออกไซด์.....	4
2.1.1 สมบัติของไททาเนียมไดออกไซด์.....	4
2.1.2 โครงสร้างผลึกของไททาเนียมไดออกไซด์.....	6
2.1.3 ประโยชน์ของไททาเนียมไดออกไซด์.....	7
2.2 แร่อิลเมไนต์.....	8
2.3 การบดละเอียด.....	9
2.3.1 Ball mill.....	9
2.3.2 Attrition mill.....	9
2.3.3 Jet mill.....	10
2.3.4 Vibration mill.....	10
2.3.5 Pendula mill.....	11
2.3.6 Edge Runner,Muller mill.....	11
2.4 การบดด้วยลูกบด.....	12
2.4.1 หลักการทำงานของโม่บด.....	12
2.4.2 ปัจจัยที่มีผลต่อประสิทธิภาพการบดด้วยโม่บด.....	13
2.5 การสกัดของแข็งด้วยของเหลว.....	15

สารบัญ(ต่อ)

	หน้า
2.5.1 ปัจจัยที่ส่งผลต่อการสกัดของแข็งด้วยของเหลว.....	16
2.5.2 การแบ่งลักษณะของการสกัด.....	16
2.5.3 กลไกการเกิดปฏิกิริยาการสกัด.....	17
2.6 เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติเฉพาะทาง.....	18
2.6.1 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์.....	18
2.6.2 การวิเคราะห์เชิงสัณฐานด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	19
2.6.3 การวิเคราะห์ธาตุด้วยหลักการตรวจวัดสเปกตรัม (ICP-AES).....	21
2.7 ทบทวนวรรณกรรม.....	26
บทที่ 3 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย.....	27
3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....	27
3.2 การบดละเอียด.....	28
3.3 กระบวนการสกัดของแข็งด้วยของเหลว.....	28
3.4 เครื่องมือวิเคราะห์.....	30
บทที่ 4 ผลการทดลองและอภิปราย.....	31
4.1 ผลของการศึกษาเงื่อนไขในการทำปฏิกิริยาการชะ.....	31
4.1.1 ผลของอัตราส่วนของแร่โอลิเมนิตกับสารละลายกรดซัลฟิวริก.....	31
4.1.2 ผลของเวลาในการทำปฏิกิริยา.....	32
4.1.3 ผลของอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา.....	34
4.1.4 ผลของความเข้มข้นกรดในเงื่อนไขที่เหมาะสม.....	35
4.2 การวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุในผลึก.....	37
4.3 การวิเคราะห์เชิงลักษณะสัณฐานด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	38
4.3.1 ผลของการบดด้วยวิธี Ball mill.....	38
4.3.2 ผลของการทำปฏิกิริยาการชะที่เงื่อนไขต่างๆ.....	39
4.4 การวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์.....	41

สารบัญ(ต่อ)

	หน้า
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและแนวทางการพัฒนา.....	43
5.1 สรุปผลการทดลอง.....	43
5.2 ปัญหาในการวิจัย.....	44
5.3 ข้อเสนอแนะ.....	44
บรรณานุกรม.....	45
ประวัติผู้เขียน.....	48



สารบัญตาราง

ตารางที่

หน้า

4.1 ปริมาณของธาตุในสารประกอบของแข็งที่สังเคราะห์ได้ในเงื่อนไขต่างๆ.....37



สารบัญภาพ

ภาพที่	หน้า
2.1	กลไกของการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงของสารกึ่งตัวนำไททาเนียมไดออกไซด์.....5
2.2	โครงสร้างผลึกของไททาเนียมไดออกไซด์.....6
2.3	ลักษณะของแร่โอลิเมไนต์ที่สามารถพบได้ในธรรมชาติ.....8
2.4	เครื่องมือการบดด้วยวิธี Ball mill.....9
2.5	เครื่องมือการบดด้วยวิธี Attrition mill.....10
2.6	เครื่องมือการบดด้วยวิธี Jet mill.....10
2.7	เครื่องมือการบดด้วยวิธี Vibration mill.....10
2.8	เครื่องมือการบดด้วยวิธี Pendular mill.....11
2.9	เครื่องมือการบดด้วยวิธี Edge Runner,Muller mill.....11
2.10	แผนภาพแสดงกลไกที่เกิดขึ้นในขณะบดด้วยวิธีการบดด้วยโม่บด(Ball mill).....12
2.11	แผนภาพแสดงทิศทางของแรงที่เกิดกับลูกบดขณะบด.....15
2.12	หลักการ Bragg's law ของเครื่องมือ X-rays Diffractometer.....18
2.13	ส่วนประกอบหลักการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน.....20
2.14	ภาพแสดงเครื่อง ICP-AES.....21
2.15	ภาพแสดงแผนผังการทำงานของเครื่อง ICP-AES.....22
2.16	ภาพแสดงการเกิดพลาสมาใน ICP-AES.....23
2.17	ภาพแสดงการปล่อยคลื่นสเปกตรัมออกมาจากอิเล็กตรอน.....23
2.18	แสดงแผนผังภายในของสเปกโตรมิเตอร์ใน ICP-AES.....24
2.19	ภาพแสดงกราฟการวัดสเปกตรัมของตัวอย่าง.....25
3.1	สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....27
3.2	อุปกรณ์ในการบดละเอียด.....28
3.3	อุปกรณ์ที่ใช้ในขั้นตอนการสกัดของแข็งด้วยตัวทำละลาย.....30
4.1	สารละลายกรดที่ได้หลังจากเสร็จสิ้นปฏิกิริยาการชะในเงื่อนไขของอัตราส่วน.....31
4.2	กราฟแสดงปริมาณของเหล็กในสารละลายที่เงื่อนไขของอัตราส่วนที่แตกต่างกัน.....32
4.3	สารละลายกรดที่ได้หลังจากการเสร็จสิ้นปฏิกิริยาการชะในเงื่อนไขของเวลาที่แตกต่างกัน.....32
4.4	กราฟแสดงปริมาณของเหล็กในสารละลายที่เงื่อนไขของเวลาที่แตกต่างกัน.....33
4.5	สารละลายกรดที่ได้หลังจากการเสร็จสิ้นปฏิกิริยาการชะในเงื่อนไขของอุณหภูมิที่แตกต่างกัน...34

สารบัญญภาพ(ต่อ)

ภาพที่	หน้า
4.6	กราฟแสดงปริมาณของเหล็กในสารละลายหลังการทำปฏิกิริยาการชะที่เงื่อนไขของอุณหภูมิที่แตกต่างกัน.....34
4.7	สารละลายกรดที่ได้หลังจากการเสร็จสิ้นปฏิกิริยาการชะในเงื่อนไขของความเข้มข้นของสารละลายกรดซัลฟิวริกที่แตกต่างกัน.....35
4.8	กราฟแสดงปริมาณเหล็กในสารละลายที่เงื่อนไขของความเข้มข้นกรดที่แตกต่างกัน.....35
4.9	รูปแบบการรวมตัวแบบ triple layer.....36
4.10	ภาพถ่าย SEM ของแร่โอลิเมไนต์ก่อนทำการบดละเอียด (ก) และหลังการบดละเอียด.....38
4.11	ภาพ SEM ของผลึกที่ได้จากการทำปฏิกิริยาที่เงื่อนไขที่แตกต่างกัน.....39
4.12	กราฟการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-rays diffractometer).....41

บทที่ 1

บทนำ

โททาเนียมเป็นแร่ที่ถูกค้นพบครั้งแรกเมื่อปี ค.ศ. 1791 ในเหมืองแร่เหมืองคอร์นวอลล์ ประเทศอังกฤษ โดยนักธรณีวิทยาที่ค้นพบชื่อว่า William Gregor ซึ่งโดยธรรมชาติแล้วโททาเนียมนั้นพบได้น้อยมาก ส่วนใหญ่จะอยู่ในรูปแร่รูไทล์ อิลเมไนต์ และลิโวซีน โดยแร่เหล่านี้จะพบได้ตามแหล่งแร่ธรรมชาติต่างๆ

ในปัจจุบันโททาเนียมไดออกไซด์ถูกนำมาใช้อย่างกว้างขวางโดยใช้เป็นเม็ดสีในอุตสาหกรรมเกี่ยวกับการผลิตสี และกระดาษ เป็นต้น เนื่องจากมีสมบัติให้สีขาวสว่าง มีความเสถียร มีความเป็นมิตรต่อมนุษย์และสิ่งแวดล้อมสูง และสามารถดูดกลืน สะท้อนแสงในช่วงที่ตามองเห็นได้ดี จึงมักถูกนำมาใช้ในผลิตภัณฑ์ ครีมนันแดด เครื่องสำอางอย่างแพร่หลายอีกด้วย โททาเนียมไดออกไซด์ยังถูกนำไปใช้ในอุตสาหกรรมด้านอื่นอีกมาก เช่น การเคลือบผิวผลิตภัณฑ์ อุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์ สารกึ่งตัวนำในการผลิตกระแสไฟฟ้า รวมถึงการใช้โททาเนียมไดออกไซด์มาช่วยบำบัดมลพิษทั้งทางน้ำ และอากาศ เป็นต้น เนื่องจากคุณสมบัติทางแสงที่สามารถเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงที่ดี และมีความเป็นสารกึ่งตัวนำโดยมีค่าของแถบพลังงานต้องห้าม 3.2 อิเล็กตรอนโวลต์ ซึ่งสามารถกระตุ้นให้อิเล็กตรอนเกิดการกระโดดข้ามชั้นพลังงานได้ง่าย จากที่กล่าวมาจะเห็นว่า โททาเนียมไดออกไซด์นั้นมีประโยชน์ในหลายด้าน ซึ่งก็ส่งผลกับความต้องการที่มีมากขึ้นเรื่อยๆในปัจจุบัน

อุตสาหกรรมการผลิตโททาเนียมไดออกไซด์ ส่วนใหญ่จะผลิตจากแร่ธรรมชาติ คือ รูไทล์ และแร่อิลเมไนต์ ซึ่งเป็นแร่ที่มีส่วนผสมของโททาเนียมในปริมาณสูง รวมถึงยังมีส่วนประกอบของเหล็กที่เป็นส่วนประกอบหลักอีกด้วย ในทางการค้าโททาเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากแร่ธรรมชาติจะมีความบริสุทธิ์สูงประมาณ 95-98% โดยในการสังเคราะห์จะใช้วิธีการสกัดของแข็งด้วยตัวทำละลาย (Leaching) โดยใช้สารละลายกรดเป็นตัวทำละลายเพื่อกำจัดแร่เหล็กออก ซึ่งมีกรดสองชนิดที่ใช้กัน คือ กรดซัลฟิวริก และกรดไฮโดรคลอริก ซึ่งกรดจะสามารถทำปฏิกิริยากับแร่อิลเมไนต์ ทำให้เกิดการละลายของเหล็กออกมาเหลือเพียงอนุภาคโททาเนียมไดออกไซด์ที่อยู่ในรูปของแข็ง ซึ่งอุตสาหกรรมการผลิตแร่โททาเนียมไดออกไซด์ในประเทศไทยนั้นได้รับความสนใจค่อนข้างน้อย จึงไม่มีบริษัทอุตสาหกรรมที่สังเคราะห์แร่นี้เกิดขึ้น แร่อิลเมไนต์จึงเป็นแร่ที่มีราคาถูก ด้วยเหตุนี้จึงทำให้เกิดความสนใจจึงจัดทำงานวิจัยนี้ขึ้นมา

ในงานวิจัยฉบับนี้จะอธิบายถึงกระบวนการสังเคราะห์โททาเนียมไดออกไซด์จากแร่อิลเมไนต์ โดยใช้หลายวิธีร่วมกัน ซึ่งวิธีแรกจะเป็นการบดละเอียดด้วยวิธีการบดด้วยโม่บด (Ball mill) ซึ่งจะทำให้แร่อิลเมไนต์มีขนาดอนุภาคที่เล็กลง เพื่อช่วยเพิ่มพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยา และจากนั้นขั้นตอนการสกัดของแข็งด้วยตัวทำละลาย โดยใช้กรดซัลฟิวริกเป็นตัวทำละลาย เนื่องจากในอุตสาหกรรมการผลิตแร่เนียม

ใช้กรดชนิดนี้ และทำการศึกษาถึงปัจจัยต่างๆที่ส่งผลกับผลิตภัณฑ์ เพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมของแต่ละปัจจัยเพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีประสิทธิภาพสูงสุด

1.1 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

- 1.1.1 ศึกษากระบวนการบัดด้วยโมบดเพื่อลดขนาดอนุภาคของแข็ง
- 1.1.2 ศึกษาการสังเคราะห์ไททาเนียมไดออกไซด์จากแร่โอลิเมไนต์
- 1.1.3 ศึกษาวิธีการสกัดของแข็งด้วยตัวทำละลาย เพื่อสกัดไททาเนียมไดออกไซด์จากแร่โอลิเมไนต์
- 1.1.4 ศึกษาปัจจัยต่างๆที่ส่งผลต่อการสกัด ได้แก่
 - 1.1.4.1 อัตราส่วนของแร่โอลิเมไนต์กับกรดซัลฟิวริก
 - 1.1.4.2 ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก
 - 1.1.4.3 อุณหภูมิที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยา
 - 1.1.4.4 เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาที่เหมาะสม

1.2 ขอบเขตงานวิจัย

- 1.2.1 ทำการลดขนาดแร่โอลิเมไนต์ด้วยวิธีการบัดด้วยโมบด และสกัดไททาเนียมไดออกไซด์จากแร่โอลิเมไนต์ ด้วยการชะองค์ประกอบที่เป็นเหล็กออกด้วยกรดซัลฟิวริก
- 1.2.2 ในขั้นตอนการสกัดมีการศึกษาปัจจัยต่างๆที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพการสกัด คือ
 - 1.2.2.1 สัดส่วนของปริมาณแร่ต่อปริมาณกรด
 - 1.2.2.2 ความเข้มข้นกรดซัลฟิวริก
 - 1.2.2.3 อุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยา
 - 1.2.2.4 เวลาในการทำปฏิกิริยา
- 1.2.3 การวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน เพื่อศึกษาลักษณะรูปร่าง รูปร่างและขนาดของตัวอย่าง
- 1.2.4 การวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเครื่อง X-rays Diffractometer เพื่อดูโครงสร้างผลึก และส่วนประกอบของสารตัวอย่าง
- 1.2.5 การวิเคราะห์สารละลายด้วยเครื่อง Inductively coupled plasma-Optical Emission Spectrometer (ICP – OES) เพื่อวิเคราะห์ปริมาณธาตุที่เจือปนอยู่ในสารละลาย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.3 ผลที่คาดว่าจะได้รับ

- 1.3.1 มีความรู้เกี่ยวกับแร่โอลิเมไนต์ และสารไททาเนียมไดออกไซด์เป็นอย่างดี
- 1.3.2 มีความรู้ความเข้าใจในกระบวนการสังเคราะห์ไททาเนียมไดออกไซด์จากแร่โอลิเมไนต์
- 1.3.3 สามารถประยุกต์ใช้ และมีการทดลองวิธีการใหม่ๆ เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพของไททาเนียมไดออกไซด์ได้
- 1.3.4 มีความรู้ความเข้าใจในกระบวนการวิเคราะห์สมบัติทางแสง โครงสร้างผลึก ของไททาเนียมไดออกไซด์ที่ทำการสังเคราะห์ได้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

ทฤษฎีและหลักการ

2.1 ไททาเนียมไดออกไซด์

ไททาเนียมไดออกไซด์ มีสูตรทางเคมีคือ TiO_2 เป็นสารประกอบโลหะออกไซด์ หรือเป็นสารประกอบกึ่งโลหะที่เกิดจากการทำปฏิกิริยาระหว่างโลหะไททาเนียมซึ่งเป็นโลหะทรานซิชันกับอโลหะออกซิเจน สามารถพบได้ในชั้นหินที่ทับถมกันของแร่ที่กระจายอยู่ทั่วไปในเปลือกโลกและธรณีภาค ส่วนใหญ่จะเป็นรูไทล์และอิลเมนไนต์ และยังพบในสิ่งมีชีวิตเกือบทุกชนิด แหล่งน้ำ และดิน ไททาเนียมไดออกไซด์ถูกนำมาประยุกต์ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาแบบใช้แสงในด้านอุตสาหกรรม เนื่องจากมีสมบัติที่สามารถย่อยสลายสารประกอบอินทรีย์เกือบทุกชนิด เมื่ออยู่ภายใต้แสงอาทิตย์ TiO_2 เป็นสารเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงกึ่งตัวนำซึ่งมีแถบช่องว่างพลังงาน 3.2 อิเล็กตรอนโวลต์ ซึ่งเมื่อรังสีจากแสงอาทิตย์ตกกระทบไปยังไททาเนียมไดออกไซด์ส่งผลให้เกิดอนุมูลอิสระไฮดรอกซิล และซูเปอร์ออกไซด์ประจุลบซึ่งมีความสามารถในการเปลี่ยนสารระเหยอินทรีย์ที่มาเกาะอยู่บนผิวหน้าของสารเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงให้กลายเป็นคาร์บอนไดออกไซด์และน้ำ อีกทั้งยังมีความเสถียรทางเคมี ไม่เป็นพิษและราคาถูก จึงถูกนำไปพัฒนาประยุกต์ใช้อย่างกว้างขวาง เช่น การเคลือบอุปกรณ์ต่างๆ เพื่อทำความสะอาด การบำบัดน้ำเสีย การฟอกอากาศ การกำจัดกลิ่น และการทำลายเชื้อจุลินทรีย์ เป็นต้น

2.1.1 สมบัติของไททาเนียมไดออกไซด์

2.1.1.1 สมบัติทางกายภาพและเคมี

ไททาเนียมไดออกไซด์มีสูตรโมเลกุลคือ TiO_2 โดยทั่วไปจะพบเป็นลักษณะของแข็งสีขาว มีน้ำหนัก โมเลกุล 79.87 กรัมต่อโมล และมีความหนาแน่นเท่ากับ 4.23 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ส่วนในคุณสมบัติด้านอุณหภูมิไททาเนียมไดออกไซด์จะมีจุดหลอมเหลวที่ 1870 องศาเซลเซียส และมีจุดเดือด 2927 องศาเซลเซียส สมบัติทางเคมีของไททาเนียมไดออกไซด์คือไม่สามารถละลายน้ำได้ ไม่มีความเป็นพิษ ไม่ลุกติดไฟ และสามารถทนต่อความเป็นกรดต่างได้ดี

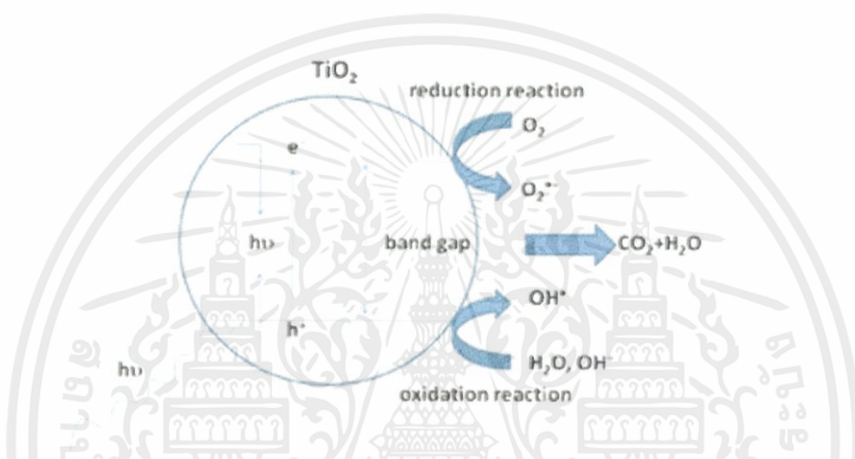
2.1.1.2 สมบัติทางแสง

ไททาเนียมไดออกไซด์มีลักษณะทึบแสง มีความสามารถในการดูดกลืนแสงช่วงยูวีได้ดี เนื่องจากมีค่าดัชนีหักเหของแสงสูงทำให้ไม่เกิดการทะลุผ่านของแสง อีกทั้งยังมีคุณสมบัติเป็นสารกึ่งตัวนำ มีค่าของแถบพลังงานต้องห้ามเท่ากับ 3.2 อิเล็กตรอนโวลต์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.1.1.3 สมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง (Photocatalytic activity)

หลักการของการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงของสารกึ่งตัวนำไททาเนียมไดออกไซด์ คือ ถ้ามีแถบช่องว่างพลังงานที่เหมาะสมกับช่วงความยาวคลื่นที่ให้เข้าไปจะสามารถเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ได้ดี การเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงจะเกิดขึ้นได้ เมื่อได้รับพลังงานแสงในรูปพลังงานโฟตอนมากพอที่จะทำให้ปฏิกิริยาเกิดขึ้นได้ ซึ่งพลังงานนี้เราเรียกว่า พลังงานกระตุ้น เมื่อตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมไดออกไซด์ถูกกระตุ้นด้วยแสงอิเล็กตรอนจากแถบวาเลนซ์ให้เคลื่อนที่ไปยังแถบการนำไฟฟ้า ทำให้เกิดคู่อิเล็กตรอนและโฮลซึ่งจะวิ่งกระจายอยู่ที่ผิวของสารกึ่งตัวนำ ดังรูปที่ 2



ภาพที่ 2.1 กลไกของการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงของสารกึ่งตัวนำไททาเนียมไดออกไซด์ [27]

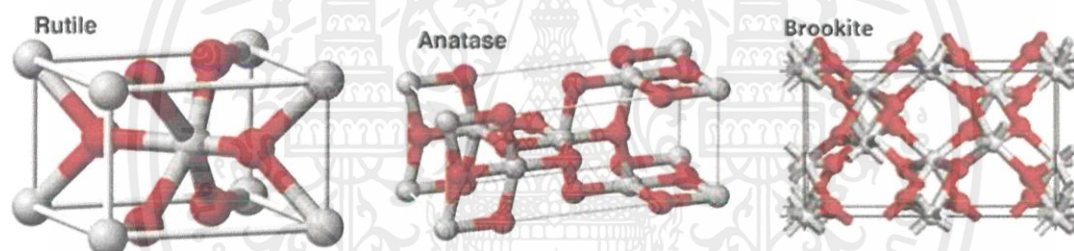
ปฏิกิริยาที่แถบวาเลนซ์ (valence band) ซึ่งมีโฮลอยู่นั้นอธิบายได้ว่าอิเล็กตรอนจากสารละลายหรือเรียกว่า ตัวให้อิเล็กตรอน (electron donor) จะเคลื่อนที่ไปยังโฮลในแถบวาเลนซ์จะเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน (oxidation) โดยที่โฮลจะทำปฏิกิริยากับน้ำ (H₂O) และประจุไฮดรอกไซด์ (OH⁻) เกิดเป็นประจุอิสระของไฮดรอกซิล (hydroxyl radical, OH[•]) ซึ่งเป็นตัวออกซิแดนท์ (oxidant) ที่แรงในกระบวนการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง สามารถย่อยสลายสารอินทรีย์ชนิดต่าง ๆ ได้ อีกทางด้านหนึ่งปฏิกิริยาที่เกิดที่แถบการนำไฟฟ้า (conduction band) คืออิเล็กตรอนจะเคลื่อนจากแถบการนำไฟฟ้าไปยังตัวรับอิเล็กตรอน (electron acceptor) ในปฏิกิริยารีดักชัน ออกซิเจน (O₂) ที่ถูกดูดซับจะเป็นตัวรับอิเล็กตรอน ซึ่งทำให้เกิดเป็นประจุอิสระซูเปอร์ออกไซด์ (O₂^{•-}) และเมื่อประจุอิสระซูเปอร์ออกไซด์ทำปฏิกิริยากับโฮลได้เป็นประจุอิสระของไฮดรอกซิล (HO₂[•]) ในน้ำ ถ้าประจุอิสระของไฮดรอกซิลรวมกัน ผลที่ได้คือ ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H₂O₂) และออกซิเจน (O₂) ซึ่ง ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ สามารถรับอิเล็กตรอนจากแถบการนำ หรือจากประจุอิสระซูเปอร์ออกไซด์ และกลายเป็นประจุอิสระไฮดรอกซิลได้ ดังนั้นประจุอิสระไฮดรอกซิลอาจถูกสร้างขึ้นโดยปฏิกิริยารีดักชัน ซึ่งสามารถย่อยสลายสารประกอบ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

อินทรีย์ในน้ำได้เช่นกัน และผลิตภัณฑ์สุดท้ายจากการย่อยสลายสารอินทรีย์ในน้ำ คือ คาร์บอนไดออกไซด์ และน้ำ

2.1.2 โครงสร้างผลึกของไททาเนียมไดออกไซด์

ไททาเนียมไดออกไซด์มีโครงสร้างผลึกที่แตกต่างกัน 3 รูปแบบ คือ อนาเทส รูไทล์และบรูไคต์ แสดงดังรูปที่ 2.1 โครงสร้างผลึกแบบอนาเทสและรูไทล์มีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอล ส่วนบรูไคต์มีโครงสร้างแบบออร์โธโรมบิก ทุกโครงสร้างประกอบขึ้นจากหน่วยพื้นฐานรูปทรงแปดหน้า อะตอมไททาเนียมหนึ่งอะตอมถูกล้อมรอบด้วยอะตอมออกซิเจนหกอะตอม แต่ละรูปแบบโครงสร้างขึ้นอยู่กับการจัดเรียงรูปทรงแปดหน้าบริเวณขอบ มุม และหน้า ปกติจะพบไททาเนียมไดออกไซด์ในโครงสร้างผลึกแบบอนาเทสและรูไทล์ โดยโครงสร้างผลึกแบบอนาเทสสามารถเปลี่ยนเป็นโครงสร้างผลึกแบบรูไทล์ได้ที่อุณหภูมิสูง



ภาพที่ 2.2 โครงสร้างผลึกของไททาเนียมไดออกไซด์ [28]

สำหรับสมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงของไททาเนียมไดออกไซด์นั้น โครงสร้างผลึกแบบอนาเทสจะให้ประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาสูงกว่าโครงสร้างผลึกแบบรูไทล์ เนื่องจากโครงสร้างผลึกแบบอนาเทสเกิดการรวมตัวกันใหม่ของคู่อิเล็กตรอนและโฮลในอัตราที่ต่ำกว่า เพราะมีแถบช่องว่างพลังงานที่มากกว่ารูไทล์ ยิ่งไปกว่านั้นโครงสร้างผลึกแบบอนาเทสสามารถเตรียมได้ที่อุณหภูมิต่ำทำให้พื้นผิวมีประจุอิสระของไฮดรอกซิลมากกว่าซึ่งสามารถผลิตไฮดรอกซิลเรดิคัลได้มาก สำหรับโครงสร้างผลึกแบบอนาเทสและรูไทล์มีแถบช่องว่างพลังงานเท่ากับ 3.22 และ 3.02 อิเล็กตรอนโวลต์ ตามลำดับ โดยโครงสร้างผลึกแบบอนาเทสสามารถดูดกลืนแสงในช่วงในช่วงความยาวคลื่นต่ำกว่า 384 นาโนเมตร ในขณะที่โครงสร้างผลึกแบบรูไทล์สามารถดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นต่ำกว่า 410 นาโนเมตร ส่งผลโดยตรงต่อประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง อีกทั้งโครงสร้างผลึกแบบอนาเทสยังมีความสามารถในการดูดซับผิวสูงกว่าโครงสร้างผลึกแบบรูไทล์ ในบางปฏิกิริยาโครงสร้างผลึกผสมระหว่างอนาเทสและรูไทล์ให้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาสูงกว่าโครงสร้างผลึกแบบอนาเทสเพียงอย่างเดียว เพราะในระหว่างการกระตุ้นด้วยแสง อิเล็กตรอนจะถูกส่งผ่านจากรูโพลีไปยังอนาเทส ซึ่งเป็นการลดการรวมตัวกันใหม่ของคู่อิเล็กตรอนกับโฮล

2.1.3 ประโยชน์ของไททาเนียมไดออกไซด์

2.1.3.1 ใช้สำหรับสารให้สี

อุตสาหกรรมสีที่เกี่ยวข้อง มักใช้ไททาเนียมไดออกไซด์เป็นส่วนผสมของสีทาบ้าน ด้วยคุณสมบัติให้สารสีขาว สามารถดุดกกลืน และหักเหช่วงแสงที่ตามนุษย์มองเห็นได้สูง มีความยืดหยุ่นสูงทำให้ปกปิดรอยร้าว รอยตำหนิได้ดี และทนต่อสภาพแวดล้อม รวมถึงใช้เป็นส่วนผสมของสีสำหรับงานพิมพ์ งานศิลปะ เนื่องจากมีคุณสมบัติให้สีขาวสว่าง

2.1.3.2 ใช้เป็นสารเคลือบผลิตภัณฑ์

ไททาเนียมไดออกไซด์นิยมใช้เป็นสารเคลือบในหลากหลายอุตสาหกรรม อาทิ อุตสาหกรรมพลาสติก อุตสาหกรรมแก้ว อุตสาหกรรมกระจก อุตสาหกรรมผลิตภัณฑ์เครื่องปั้นดินเผา และเซรามิก อุตสาหกรรมการเคลือบผิวโลหะ อุตสาหกรรมกระดาษสำหรับการเคลือบกระดาษเพื่อลดการทะลุผ่านของแสง ด้วยคุณสมบัติที่สามารถยึดเกาะ และเคลือบติดผิวได้ง่าย มีความทนทานต่อการกัดกร่อน

2.1.3.3 เป็นสารกึ่งตัวนำในเซลล์แสงอาทิตย์

ในกระบวนการผลิตเซลล์แสงอาทิตย์นิยมใช้ไททาเนียมไดออกไซด์เป็นส่วนประกอบในเซลล์แสงอาทิตย์ ทำหน้าที่เปลี่ยนพลังงานแสงอาทิตย์เป็นพลังงานไฟฟ้า

2.1.3.4 ใช้ในอุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์

อุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์ที่เกี่ยวข้องกับวงจรไฟฟ้ามักใช้ไททาเนียมไดออกไซด์เป็นตัวเก็บประจุไฟฟ้า ด้วยคุณสมบัติมีค่าคงที่ทางไฟฟ้า และค่าความต้านทานไฟฟ้าสูง

2.1.3.5 ใช้เป็นส่วนผสมในเครื่องสำอาง และความงาม

เครื่องสำอางบางชนิดมีการใช้ไททาเนียมไดออกไซด์เป็นส่วนผสมสำหรับทำหน้าที่ให้ผิวงlistening ขาว เนื่องจากไททาเนียมไดออกไซด์มีคุณสมบัติทึบแสง สามารถสะท้อน และหักเหแสงได้สูง และสะท้อนรังสียูวีได้ดี ไม่เป็นอันตรายต่อผิว ผลิตภัณฑ์ที่พบใช้เป็นส่วนผสมมาก ได้แก่ ครีมกันแดด แป้งผสมรองพื้น เป็นต้น

2.1.3.6 ใช้ในด้านการบำบัดมลพิษ

ใช้เป็นสารดูดซับ โดยใช้งานในด้านการบำบัดมลพิษทางอากาศ และมลพิษทางน้ำ ทำหน้าที่เป็นสารตัวดูดซับมลพิษ ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาสังเคราะห์แสงไททาเนียมไดออกไซด์เมื่อได้รับแสง และความ

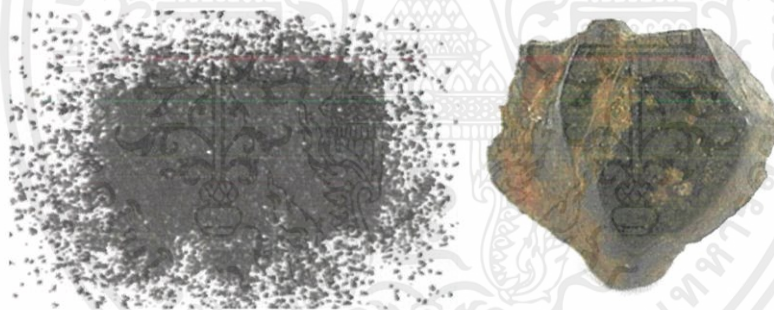
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ร้อน จะแตกตัวให้สาร และรังสีที่มีคุณสมบัติหลายประการที่สามารถกำจัดของเสียหรือมลพิษในน้ำ และอากาศ รวมถึงการกำจัด และต้านเชื้อจุลินทรีย์

2.2 แร่อิลเมไนต์ (ilmenite)

แร่อิลเมไนต์ เป็นแร่ที่พบได้ทั่วไปตามแหล่งดีบุก และในแหล่งพลอยบางแหล่ง โดยขนาดของแร่ที่พบในแต่ละแหล่งจะแตกต่างกันไป โดยในแหล่งดีบุกแร่อิลเมไนต์จะมีขนาดเท่าเม็ดทราย และมักจะถูกเรียกว่าซีแร่ ส่วนในแหล่งพลอยจะมีขนาดใหญ่ เป็นก้อนโต แร่อิลเมไนต์ถูกนำมาใช้ประโยชน์ในการเป็นแหล่งให้ธาตุไททาเนียมที่สำคัญ อีกทั้งยังมีราคาถูก อยู่ในหลักสิบบาทต่อกิโลกรัม

ที่มาของแร่อิลเมไนต์จะเกิดเป็นแร่รองในหินอัคนี และหินแปรหลายชนิดโดยเฉพาะหิน แกบโบร และหินไดออไรต์ โดยเกิดจากการแยกตัวหรือตกผลึกในช่วงต้นๆของหินหนืด และมีส่วนสัมพันธ์กับแร่แมกนีไทต์ สามารถพบปนอยู่ในทรายร่วมกับแมกนีไทต์ รูไทล์ เซอร์คอน และโมนาไซต์ เป็นต้น



ภาพที่ 2.3 ลักษณะของแร่อิลเมไนต์ที่สามารถพบได้ในธรรมชาติ [29]

แร่อิลเมไนต์เป็นหนึ่งในสามของแร่เศรษฐกิจที่สำคัญของโลหะไททาเนียม อีกสองชนิด ได้แก่ รูไทล์ (rutile) และลิวโคซีน (leucoxene) สูตรเคมีของอิลเมไนต์คือ FeTiO_3 มีส่วนประกอบโดยประมาณคือ เหล็ก (Fe) 36.8% ไททาเนียม (Ti) 31.6% ออกซิเจน (O) 31.6% ปริมาณไททาเนียมกับเหล็กอาจแปรเปลี่ยนได้เนื่องจากมลทินของโลหะอื่น แร่อิลเมไนต์มีรูปผลึกระบบเฮกซะโกนอล ผลึกมักจะเป็นแผ่นหนาหรือเป็นชั้น ปกติจะมีเนื้อสमानแน่นหรือเป็นเม็ดขนาดเท่าเม็ดทราย แข็ง 5.5-6 ความถ่วงจำเพาะ 4.7 ความวาวคล้ายโลหะหรือกึ่งโลหะ สีดำ ผงละเอียดสีดำหรือแดงน้ำตาล อาจมีคุณสมบัติแม่เหล็กสูงได้โดยไม่ต้องเผาให้ร้อน และมีที่เนื้อทึบแสงอีกด้วย

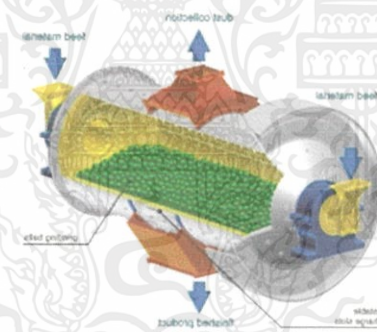
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3 การบดละเอียด

การบดละเอียดเป็นการบดวัตถุที่ผ่านการบดหยาบมาแล้ว ให้มีขนาดของอนุภาคเล็กลงจนถึงขั้นละเอียดมาก โดยใช้การกระทบ กระแทก และการเสียดสีกันระหว่างตัววัตถุดิบ ตัวลูกบด และตัวบุผนังของหม้อบด ความจำเป็นที่จะต้องบดอนุภาคของวัตถุดิบให้มีขนาดละเอียดมาก(ต่ำกว่า 60 ไมครอนลงไป) ก็เพื่อช่วยให้การเกิดปฏิกิริยาดีขึ้น รวดเร็ว และมีความทั่วถึง สมบูรณ์ขึ้น เพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่ต้องการอย่างมีประสิทธิภาพสูงสุด โดยทั่วไปประเภทของการบดสามารถจำแนกได้ตามอุปกรณ์และหลักการในการบด ดังนี้

2.3.1 Ball mill

เป็นการบดวัตถุโดยใช้หลักการหมุนของหม้อบด โดยมีลูกบดอยู่ภายใน สามารถแบ่งได้ เป็นการบดแบบครั้งคราว (batch mill) และการบดแบบต่อเนื่อง (continuous mill) โดยการบดทั้งสองแบบนี้ สามารถบดวัตถุได้ทั้งแบบเปียก (wet milling) และแบบแห้ง (dry milling)

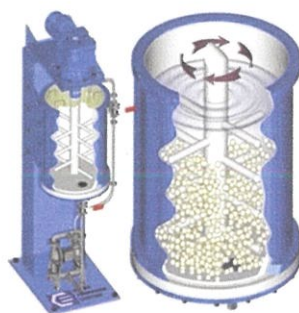


ภาพที่ 2.4 เครื่องมือการบดด้วยวิธี Ball mill [30]

2.3.2 Attrition mill

เป็นการบดให้มีความละเอียดมาก และมีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคต่ำ โดยอนุภาคที่ได้จากการบดโดยใช้ Attrition mill นั้นจะมีขนาดต่ำกว่า 1 ไมครอน (ขึ้นอยู่กับขนาดของวัตถุดิบตั้งต้น, ความแข็งของวัตถุดิบ, ชนิดและปริมาณของลูกบด, เวลาในการบด)

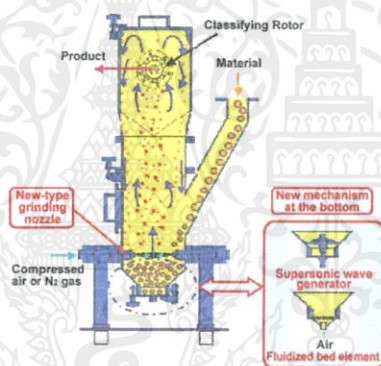
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาพที่ 2.5 เครื่องมือการบดด้วยวิธี Attrition mill [20]

2.3.3 Jet mill

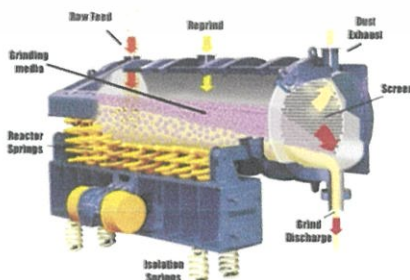
เป็นการบดโดยไม่ใช้ลูกบดแต่อาศัยการบดกันเองของวัตถุดิบที่เคลื่อนที่ด้วยความเร็วสูงมาก



ภาพที่ 2.6 เครื่องมือการบดด้วยวิธี Jet mill [21]

2.3.4 Vibration mill

เป็นเครื่องมือบดที่อาศัยการสั่นให้แท่งเหล็กที่ใช้บด กระแทกเข้ากับวัตถุดิบ รวมทั้งการกระแทกกันเองของวัตถุดิบเองด้วย



ภาพที่ 2.7 เครื่องมือการบดด้วยวิธี Vibration mill [22]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3.5 Pendula mill

เป็นเครื่องบดวัสดุคืบแบบแห้ง โดยมีหัวค้อนตีในแนวนอนขนานกับพื้นโลก และใช้การคัลดขนาดด้วยลม



ภาพที่ 2.8 เครื่องมือการบดด้วยวิธี Pendular mill [23]

2.3.6 Edge Runner,Muller mill

เป็นเครื่องบดที่ใช้ล้อเหล็กหรือล้อหินขนาดใหญ่หมุนไปในถาดขนาดใหญ่ ซึ่งน้ำหนักของล้อจะเป็นตัวกด เพื่อให้วัสดุคืบย่อยเป็นขนาดเล็ก



ภาพที่ 2.9 เครื่องมือการบดด้วยวิธี Edge Runner,Muller mill [24]

สำหรับงานวิจัยนี้ได้เลือกใช้วิธีการบดด้วยลูกบด (Ball mill) เนื่องจากเป็นวิธีที่มีการใช้งานไม่ยุ่งยากซับซ้อน ต้นทุนต่ำ และเป็นวิธีที่ใช้ในอุตสาหกรรมโดยทั่วไปในประเทศไทย

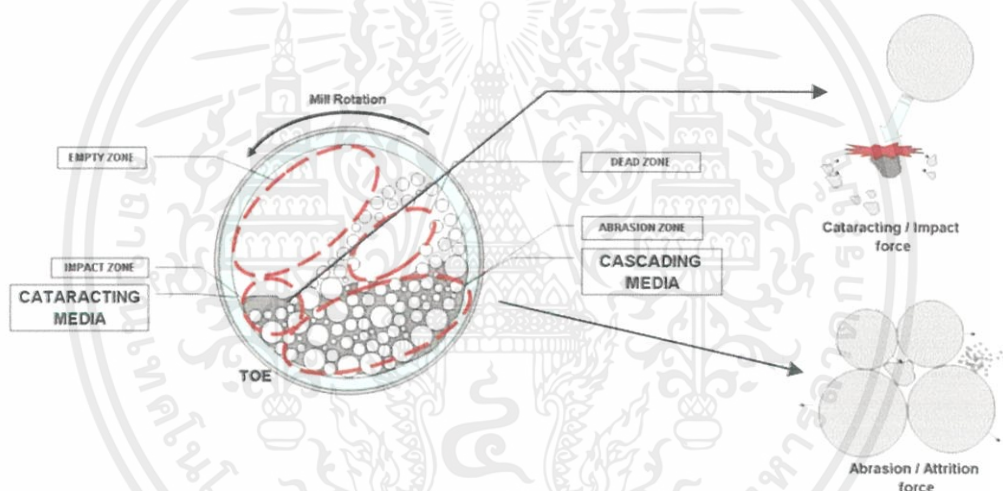
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.4 การบดด้วยลูกบด (Ball mill)

การบดด้วยโม่บด เป็นกระบวนการที่ทำให้เกิดการลดขนาดลงของวัสดุบดตั้งต้นที่มีขนาดอนุภาคระดับมิลลิเมตร ให้ลดขนาดอยู่ในระดับไมโครเมตร โดยเครื่องมือหลักในการบดจะประกอบด้วย โม่บด หรือภาชนะที่ใช้ในการบด ลูกบด และระบบที่ทำให้เกิดการหมุนของโม่บด ซึ่งทุกส่วนประกอบมีความสัมพันธ์กันหมด รวมทั้งยังมีปัจจัยต่างๆที่ส่งผลถึงประสิทธิภาพในการบดที่ต้องพิจารณาอีกด้วย

2.4.1 หลักการทำงานของโม่บด

เมื่อโม่บดทำงาน จะทำให้เกิดกลไกต่าง ๆ ดังภาพที่ 2.9



ภาพที่ 2.10 แผนภาพแสดงกลไกที่เกิดขึ้นในขณะบดด้วยวิธีการบดด้วยโม่บด (Ball mill) [14]

เมื่อโม่บดหมุนจนได้รอบตามที่กำหนดไว้ กระบวนการบดที่เกิดขึ้นภายในประกอบด้วย 2 แรงกระทำคือ 1) การบดที่เกิดจากการตกกระทบของลูกบด (Catacracting Media) กับวัสดุบด บริเวณ Impact Zone 2) การบดที่เกิดจากแรงขัดสีของลูกบด (Cascading Media) กับวัสดุบดบริเวณ Abrasion Zone

นอกจากนี้ยังมีส่วนที่เป็นช่องว่างเกิดขึ้นคือ Dead zone และ Empty zone โดย Dead zone จะเกิดขึ้นโดยอัตโนมัติระหว่างลูกบอลที่กำลังตกลงมาบริเวณ Impact zone กับลูกบอลที่กำลังเคลื่อนที่ตามรอบหมุน และ Empty zone คือช่องว่างบนสุดของโม่บดที่ไม่มีลูกบอลเคลื่อนที่ไปถึง แต่บริเวณ Empty zone นั้นอาจมีขนาดช่องว่างที่เปลี่ยนแปลงเนื่องจากความเร็วรอบของโม่บด ถ้าความเร็วมากลูกบอลจะมีการเคลื่อนที่ที่สูงขึ้นก่อนจะตกลงมาบริเวณ Impact zone จึงทำให้ขนาดพื้นที่บริเวณนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ลดลง แต่ในขณะเดียวกันก็สามารถเพิ่ม Impact zone ได้มากขึ้น แต่อย่างไรก็ตาม ขึ้นอยู่กับความต้องการว่าวัตถุดิบนั้นมีลักษณะอย่างไร ซึ่งต้องพิจารณาปัจจัยอื่นๆร่วมด้วย

2.4.2 ปัจจัยที่มีผลต่อประสิทธิภาพการบดด้วยโม่บด

2.4.2.1 คุณสมบัติเฉพาะตัวของวัตถุดิบ

เช่น แหล่งกำเนิด ขนาด และความสามารถในการแตกตัว แหล่งกำเนิดของวัตถุดิบแต่ละแหล่ง จะให้วัตถุดิบที่มีลักษณะแตกต่างกันแม้เป็นวัตถุดิบชนิดเดียวกันก็ตาม แต่ในส่วนนี้มักไม่ถูกนำมาพิจารณา เนื่องจากไม่ใช่ปัจจัยสำคัญ โดยส่วนใหญ่จะมาพิจารณาในเรื่องขนาดและความสามารถในการแตกตัวมากกว่า โดยทั่วไปขนาดอนุภาคของวัตถุดิบตั้งต้นนั้นควรมีขนาดเล็กกว่า 5 มิลลิเมตร แต่ถ้าขนาดใหญ่กว่าก็ต้องปรับปรุงปัจจัยอื่นแทน

2.4.2.2 ความเร็วรอบของโม่บด

เป็นอีกหนึ่งปัจจัยที่มีความสำคัญ เนื่องจากความเร็วรอบนั้นส่งผลทางด้านการใช้พลังงานและอัตราการสึกหรอของเครื่องจักร ดังนั้นจึงต้องมีการหาค่าความเร็วรอบที่เหมาะสม เรียกว่าความเร็ววิกฤต ความเร็ววิกฤตหมายถึง ความเร็วรอบที่ทำให้ลูกบอลถูกเหวี่ยงติดไปกับผนังตลอดเวลา ซึ่งจะทำให้ไม่เกิดการบดแบบ Cataracting/Impact Grinding หรือเกิดน้อยมาก ซึ่งสภาพนี้เกิดจากการที่ลูกบดมีความเร็วเท่ากับความเร็วหนีศูนย์กลางหรือ Gravimetric/Centrifuging Speed ดังนั้นจะเรียกความเร็วนี้ว่า ความเร็ววิกฤต ซึ่งสามารถคำนวณได้จากสูตร ดังนี้

$$\text{ความเร็ววิกฤต}(N_c) = \frac{42.3}{(D-d)^{1/2}} \quad (2.1)$$

เมื่อ D คือ เส้นผ่านศูนย์กลางของหม้อบด

d คือ เส้นผ่านศูนย์กลางของลูกบด

2.4.2.3 ขนาดของวัตถุดิบต่อลูกบด

ขนาดของวัตถุดิบ (Feeding Size, F) ก็ส่งผลต่อการเลือกใช้น้ำหนักลูกบด การบดอย่างมีประสิทธิภาพนั้น ขนาดของวัตถุดิบควรเล็กกว่าลูกบด สามารถอ้างอิงได้จากสมการ

$$M = \left(\frac{F}{K}\right)^{1/2} \left(\frac{SW_i}{100C_s D^{1/2}}\right)^{1/3} \quad (2.2)$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- เมื่อ M คือ ขนาดของลูกบดที่ใหญ่ที่สุด (Inch)
 F คือ ขนาดของวัตถุบดป้อน (80 %) (Micron)
 K คือ ค่าคงที่ในการบด (บดเปียก 350, บดแห้ง 330)
 S คือ ความถ่วงจำเพาะของวัตถุบดป้อน
 W_i คือ ค่า Working Index ของวัตถุบดป้อน (kWh/Ton)
 C_s คือ สัดส่วนของความเร็วไม่บดต่อความเร็ววิกฤติ (rpm)
 D คือ เส้นผ่าศูนย์กลางของโม่บด (ft)

จากสมการจะเห็นว่าขนาดลูกบดที่ใหญ่ที่สุด (M) นั้นขึ้นอยู่กับขนาดของวัตถุบดตั้งต้น ซึ่งหากวัตถุบดตั้งต้นมีขนาดใหญ่ก็สมควรที่จะใช้ลูกบดขนาดใหญ่ อีกทั้งความสามารถในการบด (W_i) ค่าความถ่วงจำเพาะและอีกหลาย ๆ ปัจจัยก็มีผลด้วยเช่นกัน

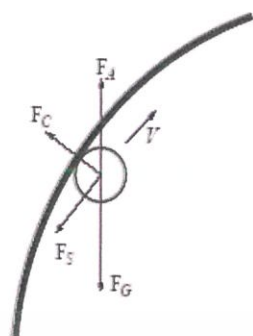
อย่างไรก็ตามการใช้ลูกบดขนาดใหญ่จะทำให้เกิดการบดที่ดีในช่วงแรกที่วัตถุเกิดการลดขนาดจากแรงกระทบระหว่างลูกบดกับวัตถุบริเวณที่ลูกบดตกลงมากระทบ (Impact zone) เท่านั้น แต่หลังจากที่วัตถุบดถูกบดย่อยให้มีขนาดเล็กลงแล้วลูกบดขนาดใหญ่ก็จะลดบทบาทลงไป ดังนั้นนอกจากขนาดลูกบดที่ต้องนำมาพิจารณาแล้ว สัดส่วนของลูกบดขนาดต่าง ๆ ก็ต้องนำมาพิจารณาดูด้วยเช่นกัน

2.4.2.4 ปริมาณลูกบดและการกระจายขนาดอนุภาคของลูกบด

ในกระบวนการบดนั้นสามารถแบ่งออกเป็น 2 ช่วงระยะการบดคือ ช่วงที่ 1 ที่ลูกบดขนาดใหญ่มีความสำคัญ เพื่อก่อให้เกิดการบดแบบ Cataracting Grinding Force แต่หลังจากที่วัตถุบดถูกกระทบจนมีขนาดเล็กลงจนไม่สามารถบดแบบ Cataracting Grinding Force ได้ ซึ่งจะทำให้วัตถุบดดังกล่าวก็จะเข้าสู่ระยะการบดช่วงที่ 2 คือ จะเป็นการบดแบบ Attrition/Abrasion Grinding Force คือ ลูกบดขนาดเล็กกว่าจะมีความสำคัญในช่วงนี้ อย่างไรก็ตามต้องนำความเร็วรอบในการบดมาพิจารณาดู เนื่องจากเมื่อลูกบดใหญ่ขึ้นจำเป็นต้องเพิ่มจำนวนรอบด้วยเช่นกันเนื่องจากทำให้ค่าความเร็ววิกฤติเปลี่ยนไป

2.4.2.5 ค่าความเข้มข้นและความหนืดของส่วนผสมที่ใช้ในการบดสำหรับการบดแบบเปียก

เมื่อส่วนผสมของเหลวกับของแข็งที่บดมีความเข้มข้นสูง จะทำให้กระบวนการบดเกิดขึ้นได้ช้า เนื่องจากมีจำนวนวัตถุบดที่ป้อนต่อจำนวนลูกบดมาก ทำให้ความสามารถในการบดลดลง อีกทั้งความเข้มข้นยังเป็นตัวแปรของความหนืด ซึ่งก็จะให้ผลในทางเดียวกันคือ เมื่อความหนืดของส่วนผสมวัตถุบดที่ป้อนมากขึ้น จะเป็นผลให้ลูกบดต้องเอาชนะแรงโน้มถ่วงจากน้ำหนักของตัวลูกบดและแรงหน่วงอันเนื่องมาจากความหนืดหรือที่เรียกว่าแรงสโตว์ก (Stoke Force, FS) อีกด้วย



F_A คือ แรงพยุงตัว (Buoyancy Force)

F_G คือ แรงโน้มถ่วงกระทำต่อลูกบด (Gravitational Force)

F_C คือ แรงหนีศูนย์กลาง (Centrifugal Force)

F_S คือ แรงสโตว์ก (Stoke Force)

ภาพที่ 2.11 แผนภาพแสดงทิศทางของแรงที่เกิดกับลูกบดขณะบด [14]

จากภาพ แสดงให้เห็นถึงแรงที่กระทำต่อลูกบดในสภาวะการบดเปียก เมื่อลูกบดเคลื่อนที่ไปตามแนวแรง V สิ่งที่ทำให้ลูกบดขึ้นไปในตำแหน่งที่สูงได้ยาก ประกอบด้วยแรงต้าน 2 แรงคือ แรงโน้มถ่วงและแรงสโตว์ก (F_S)

2.4.2.6 อัตราส่วนวัตถุดิบในโม่บด

อัตราส่วนของวัตถุดิบในโม่บดที่เหมาะสม นั้นมีผลต่อประสิทธิภาพการบด โดยทั่วไปอัตราส่วนที่แนะนำไว้จะอยู่ที่ร้อยละ 20 – 25 ของปริมาตรโม่บด ซึ่งเหตุผลที่ควรจะเป็นเช่นนั้น เพราะว่ามีกำหนดอัตราส่วนลูกบดไว้ที่ประมาณร้อยละ 50 และอัตราช่องว่างมีอยู่อีกร้อยละ 20 - 30 ทั้งนี้ก็เพราะว่าต้องการให้เกิดการสัมผัสกัน ระหว่างลูกบดและวัตถุดิบให้มากที่สุด

อย่างไรก็ตามการปรับปรุงประสิทธิภาพการบด ต้องอาศัยการศึกษาพฤติกรรมของโม่บดแต่ละโม่ด้วย เนื่องจากบางครั้งมีการปรับตัวแปรทุกตัวในโม่บดหนึ่งและทำให้ได้ประสิทธิภาพการบดที่ดี แต่อาจใช้ไม่ได้กับอีกโม่ เนื่องจากลักษณะเฉพาะของโม่บดนั้นๆ แตกต่างกัน ทั้งแง่ของความเร็วรอบ การบำรุงรักษาระบบเชิงกล เป็นต้น

2.5 การสกัดของแข็งด้วยของเหลว (leaching)

การสกัดของแข็งด้วยของเหลว หรือการชะ เป็นการสกัดเอาส่วนประกอบที่ต้องการออกมาจากสารประกอบที่มีสถานะเป็นของแข็ง ด้วยการใช้ของเหลวเป็นตัวทำละลายเพื่อให้เกิดปฏิกิริยากัน ซึ่งสิ่งที่ต้องการชะออกมา จะรวมกันอยู่ในรูปสารละลายเมื่อเสร็จสิ้นกระบวนการ ตัวอย่างการชะหรือการสกัดประเภทนี้มีครอบคลุมในหลายๆ ประเภททั้งอาหารและอุตสาหกรรมโลหะ เช่น การสกัดน้ำตาลด้วยน้ำร้อน , การสกัดน้ำมันพืช , การสกัดกาแฟ, การสกัดสินแร่ทองแดง, การสกัดทอง เป็นต้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.5.1 ปัจจัยที่ส่งผลต่อการสกัดของแข็งด้วยของเหลว

2.5.1.1 การเตรียมของแข็ง

ปัจจัยที่มีผลต่อการชะคือ ขนาดของอนุภาค ซึ่งจะส่งผลต่อพื้นที่ผิว ซึ่งส่งผลโดยตรงต่อการเกิดปฏิกิริยา เพราะการทำปฏิกิริยาจะเกิดเฉพาะบริเวณที่มีการสัมผัสของของแข็งกับตัวทำละลายเท่านั้น ดังนั้นถ้าหากขนาดของของแข็งเล็ก จะทำให้มีพื้นที่ผิวในการทำปฏิกิริยามากกว่าของแข็งขนาดใหญ่ จึงส่งผลต่อความว่องไวและอัตราการเกิดปฏิกิริยาโดยตรง

2.5.1.2 อุณหภูมิ

เป็นสิ่งสำคัญที่ส่งผลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยาเช่นกัน เพราะอุณหภูมินั้นมีความสัมพันธ์กับพลังงานจลน์ของอนุภาค เช่น เมื่อเพิ่มอุณหภูมิหรือให้ความร้อนแก่สารในปฏิกิริยา อนุภาคจะมีพลังงานจลน์เพิ่มขึ้น สามารถเคลื่อนที่ได้เร็วขึ้น โอกาสที่จะชนกันแล้วเกิดปฏิกิริยาก็จะมีมากขึ้น เมื่อเกิดปฏิกิริยามากขึ้นอัตราการเกิดปฏิกิริยาก็เพิ่มขึ้นเช่นกัน

2.5.1.3 ความเข้มข้นสารละลาย

ความเข้มข้นของสารละลายส่งผลต่อจำนวนอนุภาคที่จะมาทำปฏิกิริยากับของแข็งที่ต้องการละลาย โดยต้องมีความเข้มข้นที่เหมาะสมจึงจะเกิดปฏิกิริยาได้ดี ถ้ามีความเข้มข้นน้อยอนุภาคของสารละลายอาจไม่เพียงพอต่อจำนวนอนุภาคของแข็ง หรือหากความเข้มข้นมากเกินไปเกินความต้องการ อาจส่งผลข้างเคียงทำให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาเกิดได้ไม่ดี เป็นต้น

2.5.1.4 ระยะเวลาการทำปฏิกิริยา

มีผลต่อปริมาณการเกิดปฏิกิริยา เมื่อมีระยะเวลาที่เพียงพอการเกิดปฏิกิริยาจะทำได้มาก และทั่วถึงยิ่งขึ้น ส่งผลให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีประสิทธิภาพดี

2.5.1.5 อัตราส่วนของแข็งต่อของเหลว

อัตราส่วนของแข็งต่อของเหลวควรมีความเหมาะสม เพื่อการทำปฏิกิริยาที่ทั่วถึง ไม่เกิดการเกาะกลุ่มกันเนื่องจากของแข็งมีมากเกินไป หรือหากของแข็งน้อยเกินไปอาจทำให้ไม่เกิดความคุ้มค่าในการทดลอง

2.5.2 การแบ่งลักษณะของการสกัด

2.5.2.1 การสกัดแบบ stationary solid bed

เป็นการชะแบบไม่มีการเคลื่อนที่ของวัตถุ โดยปล่อยให้ตัวทำละลายไหลผ่านกองของก้อนวัตถุมักทำในกรณีที่ก้อนวัตถุมีขนาดใหญ่ แต่ไม่คุ้มทุนกับการบดให้เป็นผงก่อนการสกัด

2.5.2.2 การสกัดแบบ moving-bed leaching

เป็นการชะแบบก้อนของแข็งจะเคลื่อนที่ผ่านตัวทำละลาย โดยตัวทำละลายจะบรรจุในภาชนะที่สามารถมีการหมุนเวียนเข้าออกของก้อนของแข็งได้

2.5.2.3 การสกัดแบบ dispersed-solid leaching

เป็นการชะแบบผสมของแข็งที่เป็นผงละเอียดกับตัวทำละลายเข้าด้วยกัน และทำให้เกิดการกระจายตัวด้วยการปั่นกววน แล้วกรองของแข็งที่เหลือ หรือทิ้งให้ตกตะกอนเพื่อแยกเอาสิ่งที่ต้องการ

โดยในงานวิจัยนี้ได้เลือกใช้วิธีการชะแบบ dispersed-solid leaching เนื่องจากตัวอย่างที่ใช้เป็นแร่บดละเอียด ซึ่งวิธีการนี้เหมาะสมที่สุด

2.5.3 กลไกการเกิดปฏิกิริยาการสกัด

ในที่นี้จะศึกษากลไกการเกิดปฏิกิริยาการสกัดไททาเนียมไดออกไซด์จากแร่โอลิเมนิต์ ด้วยตัวทำละลายกรดซัลฟิวริก โดยกลไกของปฏิกิริยาการละลายนั้นแบ่งเป็น 3 ขั้นตอนหลักคือ

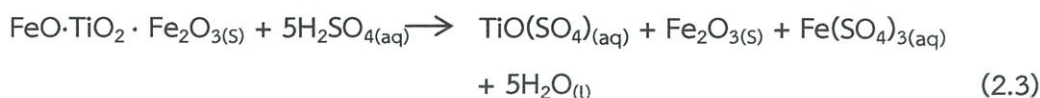
- (1) การขนย้ายตัวทำละลายไปยังพื้นผิวแร่
- (2) การเกิดปฏิกิริยาของตัวทำละลายกับพื้นผิวแร่
- (3) การขนย้ายผลิตภัณฑ์ออกจากพื้นผิวผิวแร่

อัตราการเกิดปฏิกิริยา สำหรับใน ขั้นที่ (1) และ (3) สามารถควบคุมได้โดยระบบการขนส่งมวลหรืออนุภาคตัวทำละลายในระบบ ด้วยเหตุนี้ การขนส่งจะสามารถทำให้ดีขึ้น โดยต้องทำการก่อกวนระบบโดยอาศัยปัจจัยภายนอกเพื่อไปยังจุดที่จะสามารถกำหนดอัตราการเกิดปฏิกิริยาระหว่างสารละลายกับผิวแร่ได้ ซึ่งการก่อกวนนั้นทำได้โดยการเพิ่มอุณหภูมิ เนื่องจากอุณหภูมิจะส่งผลต่อพลังงานจลน์ของอนุภาค เมื่อมีอุณหภูมิที่สูงขึ้นพลังงานจลน์ก็จะมาก ทำให้เกิดการเคลื่อนที่ของอนุภาคที่ว่องไวขึ้น โอกาสการชนกันของอนุภาคกรดกับแร่โอลิเมนิต์ก็เพิ่มขึ้นด้วย

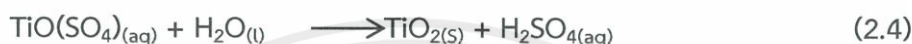
สำหรับในขั้นตอนที่ (2) มีการเกิดปฏิกิริยาระหว่างตัวทำละลายกับพื้นผิวแร่ โดยในสถานะนี้จะมีปัจจัยทางกายภาพที่เกิดจากธรรมชาติของแร่ที่ไม่สามารถควบคุมได้ซึ่งก็คือส่วนประกอบโดยกำเนิดของแร่ แต่จะคำนึงถึงขนาดอนุภาคแทน ซึ่งเป็นสิ่งที่ส่งผลต่อปริมาณการละลายของแร่ อนุภาคเล็กจะละลายได้ดีกว่าอนุภาคขนาดใหญ่ เนื่องจากพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยามากกว่า

กลไกการเกิดปฏิกิริยาเคมีระหว่างแร่โอลิเมนิต์กับกรดซัลฟิวริก (sulfate route) เมื่อพื้นผิวโอลิเมนิต์สัมผัสกับกรดซัลฟิวริกเข้มข้น ผลิตภัณฑ์ที่ได้คือสารละลายไททาเนียมซัลเฟต ซึ่งในภายหลังจะถูกละลายร่วมกับสารละลาย และตกตะกอนในรูปของอนุภาคไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) และส่วนที่เป็นสารละลายส่วนใหญ่จะประกอบไปด้วยเหล็กซัลเฟต อธิบายกลไกการเกิดปฏิกิริยาได้ดังสมการ 2.3

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



หลังจากที่เสร็จสิ้นปฏิกิริยา สารละลายจะถูกทำให้เย็นลง สารประกอบธาตุเหล็กกับซัลเฟตในสารละลายกรดซัลฟิวริกจะทำปฏิกิริยากัน จนเกิดเหล็กซัลเฟตที่เป็นสารละลาย เหลือเพียงไททาเนียมไดออกไซด์ที่ไม่มีการละลาย ตามปฏิกิริยา ดังสมการที่ 2.4 ได้เป็นอนุภาคไททาเนียมไดออกไซด์

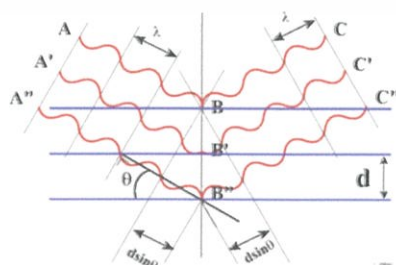


ผลิตภัณฑ์สุดท้ายคือ ไททาเนียมไดออกไซด์ที่ตกตะกอนในรูปแบบคอลลอยด์ และหลังจากการล้างเพื่อที่จะกำจัดเหล็กและสิ่งเจือปนอื่นๆ ส่วนของเนื้อไททาเนียมไดออกไซด์ที่ได้จะนำไปผ่านกระบวนการอบให้ความร้อนเพื่อกำจัดความชื้น จนกระทั่งเหลือเพียงผลึกของไททาเนียมไดออกไซด์เท่านั้น

2.6 เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติเฉพาะทาง

2.6.1 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer) [25]

เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ หรือ X-ray Diffractometer (XRD) เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์สมบัติของวัสดุ โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ โดยสามารถทำการวิเคราะห์ได้ทั้งสารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง และนำมาใช้ศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างผลึกของสารตัวอย่างได้อีกด้วย ในผลึกของตัวอย่างแต่ละชนิด จะมีขนาดของหน่วยเซลล์ที่ไม่เท่ากัน ทำให้รูปแบบของการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ ที่ออกมาไม่เท่ากัน ทำให้สามารถหาความสัมพันธ์ของสารประกอบต่างๆ กับรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ได้ ซึ่งจะช่วยให้ทราบว่า ในตัวอย่างนั้นๆ มีสารประกอบใดบ้าง



ภาพที่ 2.12 หลักการ Bragg's law ของเครื่องมือ X-rays Diffractometer [25]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เครื่อง XRD เป็นเครื่องมือวิเคราะห์เลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ในผลึกของตัวอย่าง โดยอาศัยหลักการของ Bragg's law หรือ แสดงดังสมการ 2.5

$$2d \sin\theta = n\lambda \quad (2.5)$$

ในการคำนวณค่าการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ที่ยิ่งผ่านชั้นผลึกที่อยู่ในตัวอย่าง โดยจะใช้ตัวตรวจจับเพื่อรับความเข้มของรังสีเอกซ์ ที่เกิดจากการเลี้ยวเบนในมุมต่างๆ ของการทดสอบ

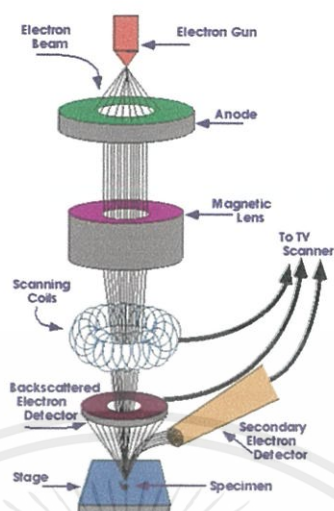
ข้อจำกัดของการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ก็คือ ไม่สามารถทำการวิเคราะห์ตัวอย่าง เพื่อหาปริมาณ หรือ หาดองค์ประกอบตัวอย่าง ที่เป็นอสัณฐานได้ เนื่องจากสารตัวอย่างกลุ่มนี้ จะไม่เกิดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ แต่เราอาจสามารถให้ XRD คำนวณหา ปริมาณของส่วนที่เป็น อสัณฐานในตัวอย่าง ว่ามีสัดส่วนกี่เปอร์เซ็นต์ได้ โดยใช้การเปรียบเทียบกับปริมาณของสารมาตรฐานที่ทราบค่าแน่นอน

เครื่อง XRD สามารถทำการวิเคราะห์ตัวอย่างได้ทั้งในรูปแบบของแข็ง หรือตัวอย่างที่เป็นลักษณะผงละเอียดได้ ในกรณีที่ตัวอย่างเป็นของแข็ง ด้านที่ต้องการทดสอบผิวจะต้องเรียบ ส่วนในกรณีตัวอย่างที่เป็นผง จะต้องมีความหนาอนุภาคเล็กกว่า 325 mesh หรือ ประมาณ 40 ไมครอน (ผงละเอียดคล้ายผงแป้ง) จึงจะให้ผลการทดสอบที่ดี โดยปริมาณที่ต้องใช้ในการทดสอบต่อครั้ง จะอยู่ประมาณ 1-2 กรัม ในกรณีที่ตัวอย่างเป็นก้อน ต้องมีขนาดกว้างยาว ไม่เกิน 10 เซนติเมตร ทั้งนี้ พื้นที่ที่จะทำการทดสอบจะเป็นเพียงบริเวณเล็กๆ ประมาณ 10 มิลลิเมตร เท่านั้น

2.6.2 การวิเคราะห์เชิงสัณฐานด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เป็นกล้องจุลทรรศน์ที่ใช้อิเล็กตรอนเป็นแหล่งกำเนิดแสง เป็นเครื่องมือที่ใช้ศึกษาลักษณะสัณฐานของวัสดุในระดับจุลภาค ซึ่งเป็นรายละเอียดที่เล็กมาก โดยมีกำลังขยายสูงมากกว่า 3000 เท่า จนถึงระดับมากกว่า 100000 เท่า สามารถแยกชัดได้ดีเนื่องจากมีความยาวคลื่นสั้น จึงทำให้กล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราดเป็นที่นิยมใช้กันอย่างกว้างขวางในปัจจุบัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาพที่ 2.13 ส่วนประกอบหลักการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน [40]

2.6.2.1 หลักการทำงาน

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดมีต้นกำเนิดเป็นอิเล็กตรอน โดยต้นกำเนิดอิเล็กตรอนถูกสร้างจากการจ่ายกระแสไฟฟ้าสูงแก่ขดลวดทั้งสแตนท์ ทำให้อิเล็กตรอนหลุดออกจากขดลวด จากนั้นอิเล็กตรอนที่หลุดออกจะถูกควบคุมทิศทางภายใต้สนามแม่เหล็ก ซึ่งอาศัยหลักการการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็กหรือที่เรียกว่าเลนส์แม่เหล็ก ทำให้อิเล็กตรอนปฐมภูมิวิ่งเข้ามากระทบชิ้นงาน เกิดอันตรกิริยาของอิเล็กตรอนต่อชิ้นงานหลายแบบ เนื่องจากลำอิเล็กตรอนที่วิ่งมากระทบชิ้นงานมีพลังงานสูง ทำให้อิเล็กตรอนที่หลุดออกจากชิ้นงานมีหลายระดับพลังงาน แบ่งได้เป็น

(1) อิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electron)

เป็นอิเล็กตรอนที่หลุดออกจากชั้นแถบการนำ (Conduction band) หรือแถบพลังงานวาเลนซ์ (Valence band) ซึ่งไม่ต้องใช้พลังงานสูง สามารถหลุดออกจากผิวชิ้นงานได้ง่าย บางครั้งเรียกอิเล็กตรอนอิสระซึ่งจะมีช่วงพลังงาน 10 ถึง 50 อิเล็กตรอนโวลต์ อิเล็กตรอนชนิดนี้ใช้ในการสร้างภาพที่บริเวณพื้นผิวของชิ้นงานสำหรับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

(2) อิเล็กตรอนแบบกระเจิงกลับ (Back scattered electron)

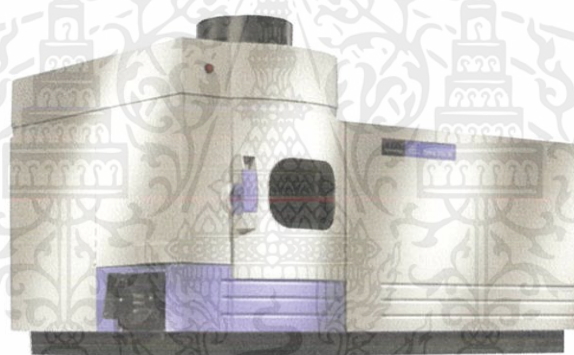
เป็นอิเล็กตรอนที่เกิดจากการที่ ลำอิเล็กตรอนปฐมภูมิวิ่งเข้าชนกับชิ้นงาน โดยสูญเสียพลังงานให้กับอะตอมในชิ้นงานเพียงบางส่วน แล้วเกิดการกระเจิงกลับออกมาจากชิ้นงาน ซึ่งพลังงานของอิเล็กตรอนชนิดนี้จะมีค่าตั้งแต่พลังงานอิเล็กตรอนปฐมภูมิไปจนถึงอิเล็กตรอนทุติยภูมิ ค่าพลังงานต่างๆที่กระเจิงกลับมานั้นจะขึ้นกับเลขมวลอะตอมของธาตุที่เป็นองค์ประกอบในชิ้นงาน ดังนั้นอิเล็กตรอนชนิดนี้จึงสามารถใช้สร้างภาพที่แสดงความแตกต่างของธาตุได้ โดยแสดงในรูปแบบของความเข้ม และความสว่างที่เกิดขึ้นในแต่ละบริเวณ ใช้ในการวิเคราะห์การกระจายตัวของธาตุที่เป็นองค์ประกอบในชิ้นงาน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

นอกจากนี้ยังมีสัญญาณอีกหลายชนิดที่เกิดขึ้น เช่น เอ็กซ์เรย์ (X-rays) คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า (electromagnetic wave) โอเจอร์อิเล็กตรอน (Auger electron) เป็นต้น ซึ่งสัญญาณแต่ละชนิดจะให้ข้อมูลของตัวอย่างแตกต่างกันไป

2.6.3 Inductively Couple Plasma Atomic Emission Spectrometer (ICP-AES)

Inductively coupled plasma (ICP) เป็น เครื่องมือวิเคราะห์ธาตุ โดยการใช้พลาสมาเผา ตัวอย่างให้แตกตัวเป็นอะตอมหรือไอออน ซึ่งจะ ปลดปล่อยแสงสเปกตรัมที่มีความยาวคลื่นเฉพาะตัวออกมา แล้ววัดความเข้มของแสงและคำนวณเป็นความเข้มข้นของปริมาณธาตุในตัวอย่าง ICP นิยมใช้ในการวิเคราะห์ธาตุในสิ่งแวดล้อมและ วิเคราะห์สารพิษหรือธาตุอาหารในอุตสาหกรรมอาหารและการเกษตร สารพิษหรือธาตุอาหารในอุตสาหกรรมอาหารและการเกษตร



ภาพที่ 2.14 ภาพแสดงเครื่อง ICP-AES [26]

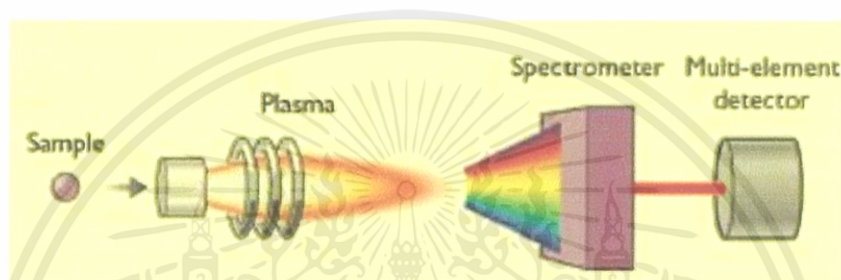
ICP-AES มักจะเรียกเทคนิคกันอย่างสั้นๆว่า ICP โดยเทคนิคนี้เป็น เทคนิคที่สามารถวิเคราะห์ธาตุได้หลายธาตุพร้อมกัน (multi-element) โดยใช้พลาสมาที่มีอุณหภูมิสูงถึง 10,000 องศาเซลเซียส เผาตัวอย่าง ให้แตกตัวเป็นอะตอมหรือไอออน ซึ่งจะปลดปล่อยแสงสเปกตรัมที่มีความยาวคลื่นเฉพาะตัวออกมา แล้ววัดความเข้มของแสงและคำนวณเป็นความเข้มข้นของปริมาณธาตุในตัวอย่าง เทคนิคนี้สามารถวัดได้ในระดับ ppb และสามารถวิเคราะห์ธาตุประเภท refractory element ได้ทุกตัว ICP มี 2 แบบคือ แบบ radial และ แบบ axial โดยแบบ radial จะมีแหล่งกำเนิดพลาสมาอยู่ทางด้านข้างปล่อยผ่านช่องแคบที่อยู่ตรงกลางของพลาสมา ส่วนแบบ axial จะวาง 12 ช่องนี้ในแนวนอน ซึ่งจะทำให้เพิ่ม pathlength และลดสัญญาณรบกวนได้ผลก็คือ จะได้ detection limit ต่ำกว่าแบบ radial ถึง 5-10 เท่า ปัจจุบันมี ICP ชนิด simultaneous ทำให้สามารถวิเคราะห์ธาตุได้พร้อมกันถึง 70 ธาตุ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

(ในทางทฤษฎี) ได้ในตัวอย่างเดียวกัน โดยใช้เวลาเพียงไม่ถึง 1 นาทีโดยไม่ต้องกังวลเกี่ยวกับค่าความแม่นยำ หรือ detection limit ในขณะที่ ICP แบบ Sequential จะสามารถวิเคราะห์ตัวอย่างได้ 5 ธาตุ ต่อนาที

2.6.3.1 หลักการของ ICP-AES

ภาพที่ 2.17 แสดงแผนผังของ ICP-AES โดยในรูปได้แสดงถึงแหล่งกำเนิดพลาสมาที่ใช้ เพื่อทำให้ธาตุชนิดต่างๆ ปล่อยแสงสเปกตรัมออกมา ซึ่งจะมีสเปกโตรมิเตอร์ ทำการแยกแสง เหล่านี้ที่ความยาวคลื่นเฉพาะของแต่ละธาตุเหล่านั้น



ภาพที่ 2.15 ภาพแสดงแผนผังการทำงานของเครื่อง ICP-AES
ที่มา : Bradford T. and M. Nicole Cook (2003)

2.6.3.2 การเตรียมตัวอย่าง

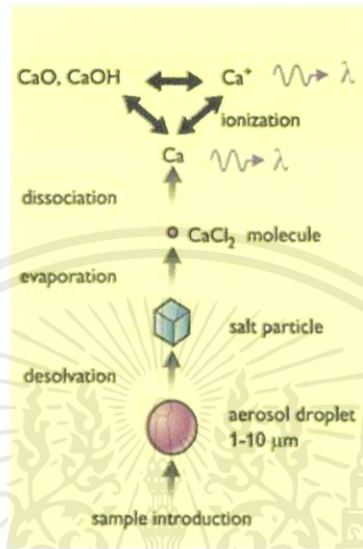
ICP-AES จะสามารถตรวจสอบได้เพียงตัวอย่างที่เป็นของเหลว เท่านั้น ดังนั้น หาก ตัวอย่างเป็นของแข็งจำเป็นต้องนำไปละลายก่อนจากนั้นเมื่อนำตัวอย่างเข้าสู่การวิเคราะห์ โดยเครื่อง ICP ตัวอย่างสารละลายจะถูกเปลี่ยนสภาพเป็นละอองของเหลว (aerosol) โดย nebuliser ซึ่งละอองขนาดใหญ่จะถูกแยกออกจากละอองขนาดเล็กใน spray-chamber โดยที่ ละอองขนาดเล็ก (ประมาณ 1-10 ไมครอน) จะถูกเคลื่อนย้ายโดยก๊าซอาร์กอนและไหลเวียนเข้าสู่ ใจกลางของ ICP-AES (เป็นอาร์กอนพลาสมา) ส่วนละอองขนาดใหญ่กว่า 90% จะถูกปั๊มออกไป เป็นของเสีย

2.6.3.3 พลาสมา

การจะสร้างให้เกิดการปลดปล่อยพลังงานอะตอมออกมาจากธาตุแต่ละชนิดนั้น จำเป็นต้องใช้ อุณหภูมิที่สูงกว่าอุณหภูมิของเปลวไฟโดยปกติทั่วไป โดยอุณหภูมิที่เกิดการ ปลดปล่อยอะตอมที่สูงที่สุด จะอยู่ในช่วงประมาณ 7,000-10,000 เคลวิน โดยวิธีการที่จะทำให้ สามารถกำเนิดอุณหภูมิได้สูงขนาดนี้ ทำโดยการให้กำเนิดพลาสมาของก๊าซเฉื่อย ซึ่งพลาสมาก็คือก๊าซที่มีความเข้มข้นของอิเล็กตรอนอิสระและมีไอออนที่มีประจุมากและถือเป็นตัวกลางที่มี ประสิทธิภาพมากสำหรับการระเหยกลายเป็นไอและการ แตกตัวเป็นอะตอมหรือไอออนของ ละอองของเหลว และเมื่อละอองของเหลวเข้าไปสู่พื้นที่ร้อนของ พลาสมาพวกมันจะถูกปกคลุม ด้วยอนุภาคเกลือโดยกระบวนการ desolvation ซึ่งอนุภาคเกลือเหล่านี้จะ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ถูกแยกออกเป็น โมเลกุลเดี่ยวๆซึ่งจะเกิดภายหลังจากการแยกเป็นอะตอมหรือไอออนแล้ว ธาตุส่วนใหญ่ จะถูก ไอออไนซ์ได้อย่างมีประสิทธิภาพ (กว่า 90%) โดยแทบจะไม่มีโมเลกุลที่อยู่ในสถานะพื้นปรากฏ ใน พลาสมาเลย



ภาพที่ 2.16 ภาพแสดงการเกิดพลาสมาใน ICP-AES
ที่มา : Bradford T. and M. Nicole Cook (2003)



ภาพที่ 2.17 แสดงการปล่อยคลื่นสเปกตรัมออกมาจากอิเล็กตรอน
ที่มา : Bradford T. and M. Nicole Cook (2003)

ในพลาสมา จะมีพลังงานที่ถูกถ่ายเทเข้าสู่อะตอมและไอออนจำนวนมาก ซึ่งเป็นการ ช่วยให้เกิด การกระตุ้นอิเล็กตรอนให้สามารถ เข้าสู่ช่วงระดับพลังงานสูงได้และเมื่ออะตอมและ ไอออนที่ถูกกระตุ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการทำงานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เหล่านี้กลับเข้าสู่สถานะพื้น (ground state) หรือกลับเข้าสู่สถานะพลังงาน กระตุ้นระดับต่ำกว่า พวกมันก็จะปลดปล่อยรังสีคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าในช่วงสเปกตรัมของรังสี เหนือม่วงดังภาพที่ 9 ธาตุที่ถูกกระตุ้นแต่ละชนิดจะปล่อยสเปกตรัมที่มีความยาวคลื่นเฉพาะของ แต่ละธาตุออกมา ความเข้มของการแผ่รังสีจะเป็นสัดส่วนโดยตรงกับความเข้มข้นของธาตุนั้นได้ ปัจจุบันมีธาตุมาตรฐานที่ใช้กับ ICP-AES ซึ่งช่วยให้ สามารถวิเคราะห์ธาตุในปริมาณมากได้และช่วยให้การวิเคราะห์มีความแม่นยำมากขึ้น

2.6.3.4 สเปกโตรมิเตอร์และตัวตรวจวัด

สเปกโตรมิเตอร์เป็นเครื่องมือที่มีองค์ประกอบหลายอย่าง ดังภาพที่ 10 โดยจะประกอบไปด้วยส่วนกระจกหรือปริซึมและตัวตรวจวัด โดยกระจกหรือปริซึมจะใช้เพื่อแยกสเปกตรัม ในช่วงความยาวคลื่นที่สนใจออกมา และเพราะทิศทางของการแผ่รังสีของอะตอมนั้นจะเป็นส่วนที่ แคบมาก จึงจำเป็นต้องมีตัวตรวจวัด (detector) ที่มีความละเอียดสูงเพื่อให้สามารถตรวจวัดได้ อย่างแม่นยำ นอกจากนี้ ยังต้องทำการตรวจวัดหลายๆคลื่น เพื่อให้สามารถวัดปริมาณธาตุทุก ชนิดที่สนใจในเวลาเดียวกันได้ โดยตัวตรวจวัดที่นิยมใช้ในเครื่อง ICP-AES ในปัจจุบันคือตัว ตรวจวัดชนิด CCD เพราะมีคุณสมบัติที่สามารถทำได้ทั้ง 2 อย่าง (ทั้งมีความละเอียดสูงและ ตรวจวัดได้พร้อมกัน)



ภาพที่ 2.18 แสดงแผนผังภายในของสเปกโตรมิเตอร์ใน ICP-AES

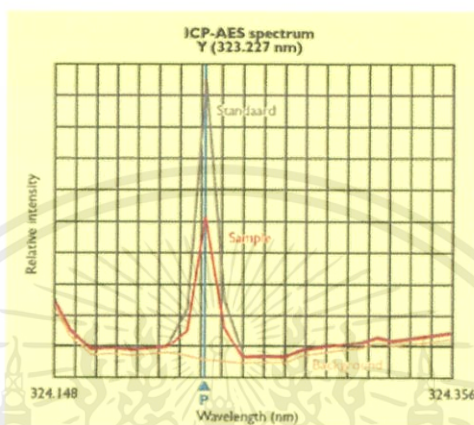
ที่มา: Bradford T. and M. Nicole Cook (2003)

2.6.3.5 การปลดปล่อยสเปกตรัม

การปลดปล่อยสเปกตรัม สามารถนำมาเขียนกราฟของความเข้มของการแผ่รังสี (แกน y) กับความยาวคลื่น (แกน x) ได้ดังภาพที่ 11 โดยจะสังเกตได้ว่า แม้สัญญาณจากพลาสมาไอออนที่ถูกสร้างขึ้นจะมี มากกว่า แต่ก็ยังคงมีอะตอมอิสระปรากฏอยู่บ้าง ซึ่งทั้งคู่จะถูกกระตุ้นและปล่อยรังสีออกมา และเพราะว่ามีการเปลี่ยนแปลงที่แตกต่างกันมากมายเกิดขึ้นระหว่างสถานะกระตุ้นทั้งหลาย เช่น โซเดียมมีสถานะกระตุ้น 6 ชั้นซึ่งจะสามารถให้กำเนิดคลื่นสเปกตรัมได้ถึง 15 ช่วงคลื่น จึงทำให้ยากใน การจะ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตรวจวัดสเปกตรัมที่ถูกปล่อยออกมาว่าเป็นของธาตุชนิดใดและสเปกตรัมที่ถูก ปล่อยออกมา นี้ ยังอาจมี ความยาวคลื่นซ้อนทับกับสเปกตรัมที่ปล่อยมาจากธาตุอื่นได้ แต่สำหรับในธรรมชาติแล้ว สเปกตรัมที่ ถูกปล่อยออกมาของธาตุแต่ละชนิดจะมีลักษณะค่อนข้างคงที่ ดังนั้นการซ้อนทับกันของสเปกตรัมที่ความ ยาวคลื่นต่างๆ จากธาตุที่แตกต่างกันจึง สามารถคาดเดาได้และใช้เก็บเป็นข้อมูลในการวิเคราะห์ผลได้



ภาพที่ 2.19 ภาพแสดงกราฟการวัดสเปกตรัมของตัวอย่าง

ที่มา: Bradford T. and M. Nicole Cook (2003)

2.6.3.6 ข้อดีของ ICP-AES

- (1) ตรวจวัดธาตุได้มากถึง 70 ชนิด (ตามทฤษฎี) ได้ภายในการวิเคราะห์เพียงครั้งเดียว
- (2) เครื่องมือทำงานได้อย่างอัตโนมัติทำให้สามารถปรับปรุงความแม่นยำ ความถูกต้อง และทำงานได้มากในเวลาอันรวดเร็ว
- (3) ให้ผลผลิตสูงและใช้ค่าใช้จ่ายในการวิเคราะห์ที่คุ้มค่างับผลที่ได้รับ
- (4) สามารถส่งข้อมูลเข้าสู่ระบบ LIMS ได้ทันที โดยที่ไม่ต้องกังวลถึงความผิดพลาดระหว่างการใส่ข้อมูลใหม่ด้วยตัวเอง (manual)
- (5) ICP มีช่วงการทำงานที่กว้าง ทำให้สามารถวิเคราะห์ธาตุได้หลายชนิด

2.6.3.7 ข้อจำกัดของ ICP-AES

- (1) เครื่องมือมีความซับซ้อนทำให้ต้องการผู้เชี่ยวชาญในการควบคุมเครื่องมือ
- (2) ช่วงความยาวคลื่นของสเปกตรัมแต่ละธาตุมีความใกล้เคียงกันมากและมีความ ซับซ้อน จึงอาจเกิดสัญญาณรบกวนในการตรวจวัดได้
- (3) เมื่อเปรียบเทียบกับเครื่อง AA แล้วตัวอย่างที่จะใช้กับ ICP จะต้องผ่านการย่อยและทำ ให้เป็นสารละลายก่อนจึงจะนำมาวิเคราะห์ได้
- (4) ต้องควบคุมอุณหภูมิและความชื้นอย่างเข้มงวด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.7 ทบทวนวรรณกรรม

จากการศึกษาเบื้องต้นเกี่ยวกับการสังเคราะห์ไททาเนียมไดออกไซด์จากแร่โอลิเมนิต์ ในงานวิจัยของ Akbar MEHDILO และ Mehdi IRANNAJAD [1] ได้ทำการศึกษาการชะด้วยกรดเพื่อสังเคราะห์ไททาเนียมจากกากแร่ไททาเนียมที่ได้รับจากแร่โอลิเมนิต์ เพื่อเพิ่มคุณภาพเป็นไททาเนียมไดออกไซด์เกรดสูง โดยกากแร่ไททาเนียมตั้งต้นนั้นมีมลทินของสารอื่นเจือปนอยู่มาก จึงทำการชะด้วยกรดเพื่อละลาย กำจัดสิ่งเจือปน ซึ่งผลจากการวิจัยพบว่าทั้งกรดซัลฟิวริกและกรดไฮโดรคลอริกสามารถเพิ่มความบริสุทธิ์ของกากแร่ไททาเนียมได้ดี โดยมีคุณภาพใกล้เคียงกับไททาเนียมที่ได้จากอุตสาหกรรมเลยทีเดียว

การศึกษางานวิจัยของ TAO TAO และคณะ [2] พบว่าได้ทำการศึกษาเกี่ยวกับการสังเคราะห์อนุภาคนาโนของไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธีการชะด้วยกรดซัลฟิวริก โดยมีการนำหลายวิธีมารวมกัน ทั้งการบดละเอียด กระบวนการคาร์โบเทอร์มิกรีตักขึ้น และการชะด้วยกรดไฮโดรคลอริก ซึ่งผลของงานวิจัยพบว่าสามารถสังเคราะห์อนุภาคนาโนของไททาเนียมไดออกไซด์ได้เนื่องวิธีการดังกล่าว และยังพบว่าการบดละเอียดนั้นนำไปสู่การก่อตัวของอนุภาคนาโน และเพิ่มประสิทธิภาพในกระบวนการชะด้วยกรดไฮโดรคลอริกให้เหล็กถูกกำจัดอย่างง่ายตายขึ้น โดยปัจจัยที่ส่งผลกระทบต่อประสิทธิภาพไททาเนียมที่ได้ คือ ความเข้มข้นกรดไฮโดรคลอริก อุณหภูมิ และเวลาในการชะ

งานวิจัยของ Tao Tao, Alexey M และคณะ [3] มีเป้าหมายที่จะสังเคราะห์วัสดุรูพรุนของไททาเนียมไดออกไซด์ โดยใช้ขั้นตอน คือการบดด้วยลูกบิด การอบที่อุณหภูมิสูง 1000 องศาเซลเซียส ตามมาด้วยการชะด้วยกรด และสุดท้ายคือการเผาที่อุณหภูมิ 600 องศา ซึ่งผลลัพธ์ที่ได้คือวัสดุรูพรุนที่ประกอบด้วยอนุภาคนาโนของไททาเนียมไดออกไซด์ โดยรูพรุนเกิดจากการเกาะตัวกันของอนุภาค โดยอาจมีระยะห่างเกิดขึ้นด้วยจึงมีลักษณะเป็นรูพรุน ซึ่งรูพรุนนั้นมีหลายขนาดจากงานวิจัยกล่าวว่า ขนาดของรูพรุนขึ้นอยู่กับเวลาที่ใช้ในขั้นตอนการอบด้วยอุณหภูมิสูง โดยการใช้เวลานานนั้นจะให้ผลลัพธ์ที่ดีกว่า มีความสม่ำเสมอของขนาดอนุภาคไททาเนียม

จากการศึกษางานวิจัยของ G.K. Das และคณะ [4] เป็นงานวิจัยที่มีความน่าสนใจ โดยพวกเขาได้ทำการวิจัยศึกษาการสกัดไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยตัวทำละลายกรดไฮโดรคลอริก และมีการศึกษาเพิ่มเติมคือการทดลองใส่แคลเซียมคลอไรด์เพื่อเพิ่มความเข้มข้นของประจุของคลอไรด์ ซึ่งจากผลการทดลองพบว่าไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีการใส่แคลเซียมคลอไรด์มีคุณภาพที่ดีกว่า การสังเคราะห์โดยการชะด้วยกรดโดยปราศจากตัวเติม โดยจากผลของเปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์ นั้นเพิ่มขึ้นจาก 88.6% เป็น 96.4% เมื่อมีการเพิ่มเกลือคลอไรด์ลงไปในปฏิกิริยาการสกัด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

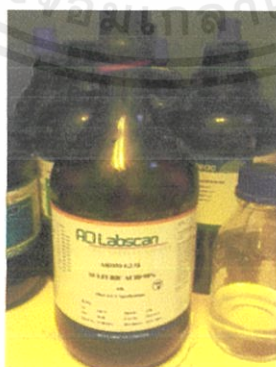
บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัยฉบับนี้เริ่มจาก การศึกษางานวิจัยที่เกี่ยวข้องของการสังเคราะห์ไททาเนียมไดออกไซด์จากแร่โอลิเมนิต โดยเน้นศึกษาในวิธีการสกัดของแข็งด้วยของเหลว (Leaching) ซึ่งของเหลวที่ใช้เป็นตัวทำละลายคือกรดซัลฟูริก ในการดำเนินงานวิจัยต้องใช้หลายขั้นตอนประกอบกันทั้ง การบดด้วยโม่บด การอบร้อน การสกัดของแข็งด้วยของเหลว เพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์ออกมาอย่างมีประสิทธิภาพ โดยในขั้นตอนการสกัด จะมีการศึกษาถึงปัจจัยต่างๆ เช่น ความเข้มข้นกรดซัลฟูริก อุณหภูมิที่ใช้ เป็นต้น เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมที่สุดของการสังเคราะห์ไททาเนียมไดออกไซด์จากแร่โอลิเมนิต

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

สารเคมีที่ใช้ในการทดลองคือ กรดซัลฟูริกเข้มข้น 98% แสดงดังรูปที่ 3.1 โดยนำมาใช้เป็นตัวทำละลายการสกัดเหล็กจากแร่โอลิเมนิต น้ำปilotประจุสำหรับการปรับความเข้มข้นสารละลายกรด รวมถึงสารมาตรฐานที่ใช้ในเทคนิควิเคราะห์ธาตุในสารละลายของเครื่องมือ Inductive Coupled Plasma Optical Emission Spectrometer, ICP-OES โดยสารมาตรฐานที่ใช้คือ โพแทสเซียมไดโครเมต ($K_2Cr_2O_7$) สำหรับวิเคราะห์ธาตุเหล็ก และสารมาตรฐานแอมโมเนียมเพอร์ริกซัลเฟต ($NH_4Fe(SO_4)_2$) สำหรับวิเคราะห์ธาตุไททาเนียม

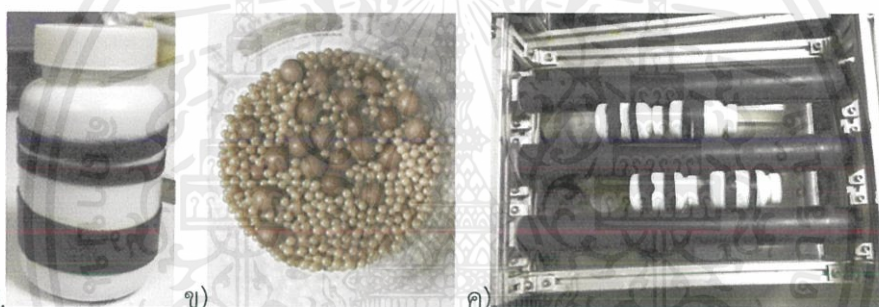


ภาพที่ 3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.2 การบดละเอียด

ในขั้นตอนการบดละเอียดของแร่โอลิเมไนต์ จะใช้วิธีการบดด้วยโม่บด โดยอุปกรณ์ที่ใช้เป็นตัวโม่บด คือขวดพลาสติกสีขาว ทึบแสง มีฝาปิดแบบเกลียว ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5 เซนติเมตร ลูกบด เซอร์โคเนีย สองขนาด คือลูกบดเล็กเส้นผ่านศูนย์กลางมีขนาด 2 มิลลิเมตร และลูกบดใหญ่ขนาด 5 มิลลิเมตร โดยใส่ลูกบด 55% ของปริมาตรขวดบด ในการบดจะเป็นการบดแบบเปียก ในโม่บดนั้น ประกอบด้วยลูกบดทั้งสองขนาด รวมถึงสิ่งที่ต้องการบดคือแร่โอลิเมไนต์ปริมาณ 5 กรัม และน้ำปอดประจุ 50 มิลลิลิตร เครื่องมือในการบดแสดงดังรูปที่ ในการบดจะมีกำหนดความเร็วรอบคือ ใช้เวลา 24 ชั่วโมง หลังจากบดเสร็จจะทำการแยกแร่ออกจากลูกบด แล้วนำไปอบให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เพื่อให้ของเหลวระเหยหมด เหลือเพียงแร่ที่ต้องการ



ภาพที่ 3.2 อุปกรณ์ในการบดละเอียดโดยในภาพ ก) ภาพขณะโม่บดขวดพลาสติกขาวขุ่น ข) ลูกบดเซอร์โคเนียร์ ค) เครื่องหมุนโม่บด

3.3 กระบวนการสกัดของแข็งด้วยของเหลว

การสกัดของแข็งด้วยของเหลว หรือการชะ เป็นขั้นตอนที่ทำให้เกิดการแยกกันของเหล็กและไททานเนียมไดออกไซด์ด้วยปฏิกิริยาเคมี โดยใช้กรดซัลฟิวริกเป็นตัวทำละลาย ผสมกับแร่โอลิเมไนต์ที่ผ่านการบดละเอียดเพื่อเพิ่มพื้นที่ผิวในการทำปฏิกิริยา แล้วทำการให้ความร้อนแก่สารละลาย และทิ้งไว้จนถึงเวลาที่กำหนด จึงหยุดให้ความร้อน แล้วปล่อยให้ของเหลวไหลให้สารละลายเกิดการตกตะกอน หลังจากนั้นจึงทำการแยกสารละลายกับตะกอนออกจากกันเพื่อนำไปตรวจสอบด้วยเทคนิคต่างๆ โดยการชะจะให้ประสิทธิภาพที่ดีหรือไม่ ขึ้นอยู่กับปัจจัยหลายอย่าง ซึ่งในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาในเงื่อนไขต่างๆ ดังนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- อัตราส่วนของแร่อลิเมนต์กับกรดซัลฟูริก

อัตราส่วนของแร่กับกรดซัลฟูริกควรมีความเหมาะสม จึงจะเกิดปฏิกิริยาได้ในอัตราที่พอดี ซึ่งในการทดลองเพื่อหาอัตราส่วนที่เหมาะสมนั้นจะทำการทดลองที่ 3 ค่าอัตราส่วนด้วยกัน โดยกำหนดอัตราส่วน แร่ (กรัม) : กรด (มิลลิลิตร) คือ 2:100, 3:100 และ 4:100 โดยจะทำการทดลองที่ความเข้มข้นกรดซัลฟูริก 50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก (wt%) อุณหภูมิ 70°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง พร้อมทั้งทำการปั่นกวนตลอดเวลา

- เวลา

เวลาที่ใช้ในการชะเหล็กออกจากแร่อลิเมนต์ ก็เป็นปัจจัยที่ส่งผลต่อปริมาณเหล็กที่จะถูกสกัดออกเช่นกัน ทดลองโดยกำหนดเวลา คือ 1 ชั่วโมง 4 ชั่วโมง 6 ชั่วโมง และ 8 ชั่วโมง โดยกำหนดใช้ความเข้มข้นกรดซัลฟูริก 50 wt% ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส ในทุกเงื่อนไข โดยทำการปั่นกวนตลอดเวลา หลังจากนั้นจึงให้เกิดการตกตะกอน แล้วแยกสารละลาย กับตะกอนมาพิจารณา

- อุณหภูมิ

การทดสอบผลของอุณหภูมิ จะทำการทดลองที่อุณหภูมิ 50,60,70, 80 และ 90 องศาเซลเซียส เพื่อหาอุณหภูมิที่เหมาะสมที่ช่วยให้ปฏิกิริยาการชะเกิดได้ดี โดยกำหนดปัจจัยอื่นคือ ใช้กรดซัลฟูริกเข้มข้น 50 wt% เวลาทำปฏิกิริยา 4 ชั่วโมง พร้อมทั้งทำการปั่นกวนด้วยแม่เหล็กตลอดเวลา โดยใช้ความเร็วรอบ 350รอบต่อนาที หลังเสร็จสิ้นกระบวนการแล้ว จึงให้เกิดการตกตะกอน เพื่อนำสารละลายและตะกอนมาพิจารณา

- ความเข้มข้นกรด

ความเข้มข้นกรดเป็นปัจจัยสำคัญ ที่ส่งผลต่อปริมาณของเหล็กที่ถูกสกัดออกมาโดยตรง เนื่องจากค่าของความเข้มข้นส่งผลต่อจำนวนอนุภาคของตัวทำละลาย ในการทดลองจะกำหนดความเข้มข้นกรดที่ต้องการทดสอบที่ความเข้มข้น 10 wt% , 40 wt% , 50 wt% , 60 wt% และ 70 wt% ของกรดซัลฟูริก เพื่อหาความเข้มข้นที่เหมาะสม และกำหนดใช้อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ที่เวลา 4 ชั่วโมง โดยมีการปั่นกวนด้วยแม่เหล็กตลอดเวลา กำหนดความเร็วรอบการกวน 350รอบต่อนาที หลังจากเสร็จสิ้นกระบวนการก็จึงให้เกิดการตกตะกอน แล้วจึงแยกสารละลายกับตะกอนออกมาเพื่อพิจารณา



ภาพที่ 3.3 อุปกรณ์ที่ใช้ในขั้นตอนการสกัดของแข็งด้วยตัวทำละลาย

3.4 เครื่องมือวิเคราะห์

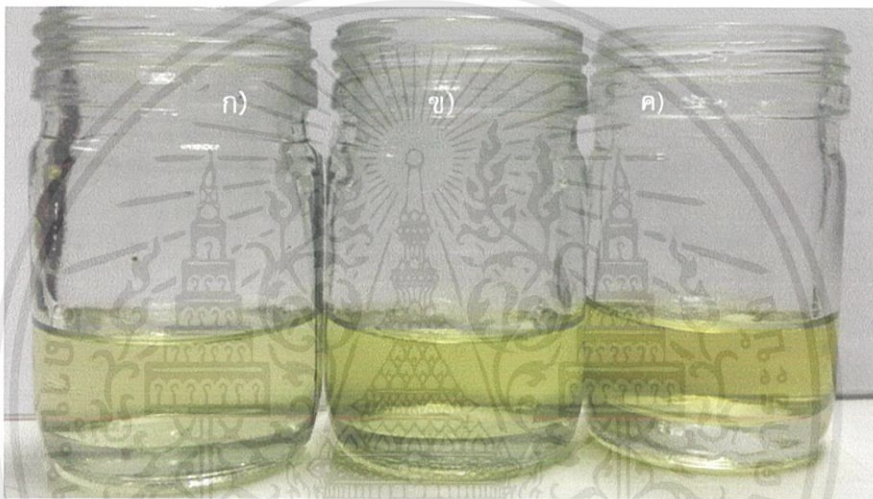
หลังจากทำการสังเคราะห์ไททานเนียมไดออกไซด์จากแร่โอลิเมนไนต์ ด้วยกระบวนการบดแร่โอลิเมนไนต์ด้วยลูกบดแล้วผ่านกระบวนการชะ ซึ่งตะกอนที่ได้จะนำไปล้างด้วยน้ำปลอดประจุจนมีความเป็นกลาง จึงนำไปอบด้วยความร้อนสูง เพื่อให้ได้เป็นผลิตภัณฑ์ออกมา แล้วจึงนำผลิตภัณฑ์มาตรวจสอบลักษณะ สันฐานด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เพื่อดูลักษณะรูปร่างภายนอกของผลิตภัณฑ์ พร้อมทั้งตรวจสอบองค์ประกอบของธาตุเชิงปริมาณ ทำการวิเคราะห์องค์ประกอบภายในผลิตภัณฑ์ ดูรูปแบบผลึก โดยใช้เทคนิคการตรวจวัดด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์(X-rays diffractometer) ส่วนของสารละลายจากขั้นตอนการสกัดของแข็งด้วยของเหลวจะถูกตรวจวัดวิเคราะห์ธาตุ ด้วยเทคนิค ICP-OES

บทที่ 4

ผลการทดลองและอภิปรายผล

4.1 ผลของการศึกษาเงื่อนไขในการทำปฏิกิริยาการชะ

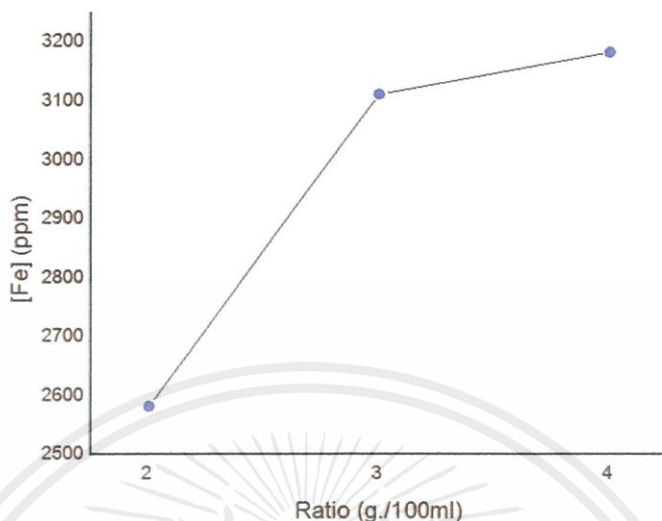
4.1.1 ผลของอัตราส่วนของแร่อิลเมไนต์กับสารละลายกรดซัลฟิวริก



ภาพที่ 4.1 สารละลายกรดที่ได้หลังจากเสร็จสิ้นปฏิกิริยาการชะในเงื่อนไขของอัตราส่วนของ แร่อิลเมไนต์(กรัม) : กรดซัลฟิวริก(มิลลิลิตร) ดังนี้ ก) 2:100 ข) 3:100 และ ค) 4:100

จากภาพที่ 4.1 จะเห็นว่าสีของสารละลายเปลี่ยนไปที่อัตราส่วนต่างๆ โดยสีเหลืองที่เห็นเป็นสีของเหล็กที่ถูกชะออกมาจากแร่อิลเมไนต์แล้วมาอยู่ในรูปสารละลายกับกรดซัลฟิวริก โดยกรดซัลฟิวริกก่อนการทำปฏิกิริยาจะมีสีใส จากทั้งสามอัตราส่วนจะเห็นว่าที่อัตราส่วนแร่ 4 กรัมต่อกรด 100 มิลลิลิตร จะมีเหล็กถูกละลายออกมามากที่สุด และที่อัตราส่วนแร่ 2 กรัมต่อกรด 100 มิลลิลิตร จะมีสีอ่อนที่สุด เนื่องจากปริมาณของแร่น้อย ทำให้ธาตุเหล็กที่จะถูกละลายมีน้อยด้วยเช่นกัน และเมื่อนำไปตรวจวิเคราะห์หาปริมาณของเหล็กในสารละลาย แสดงได้ดังภาพที่ 4.2

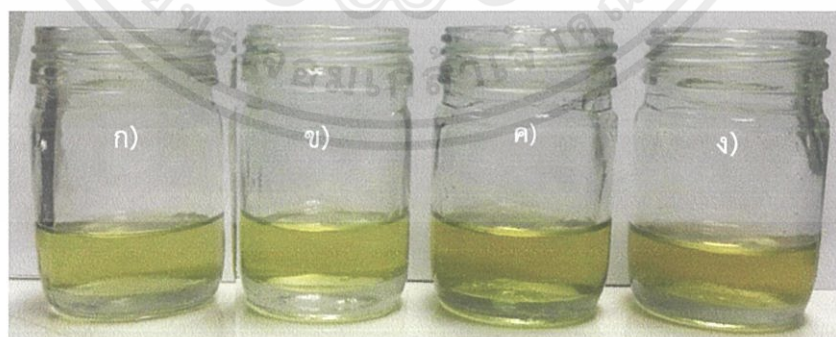
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาพที่ 4.2 กราฟแสดงปริมาณของเหล็กในสารละลายที่เจือปนของอัตราส่วนที่แตกต่างกัน

จากภาพแสดงถึงปริมาณของเหล็กในสารละลายกรดซัลฟิวริก โดยพบว่าปริมาณของเหล็กมีแนวโน้มที่เพิ่มสูงขึ้นตามอัตราส่วนที่เพิ่มมากขึ้นตามลำดับ เนื่องจากว่ายังมีปริมาณของแร่มากขึ้น ปริมาณของธาตุเหล็กที่เป็นส่วนประกอบในแร่โอลิเมนไนต์ก็มากขึ้นด้วยเช่นกัน เมื่อสังเกตที่ความแตกต่างของปริมาณเหล็กของอัตราส่วน 2 กรัมและ 3 กรัม จะพบว่าเหล็กในสารละลายมีความแตกต่างของปริมาณ มากกว่าที่อัตราส่วน 3 กรัมไปยัง 4 กรัมซึ่งอาจเป็นผลเนื่องมาจากการเริ่มเข้าสู่จุดอิ่มตัวที่เหล็กจำนวนหนึ่งจะสามารถละลายได้ในกรดความเข้มข้น 50 wt% ปริมาตร 100 มิลลิลิตร

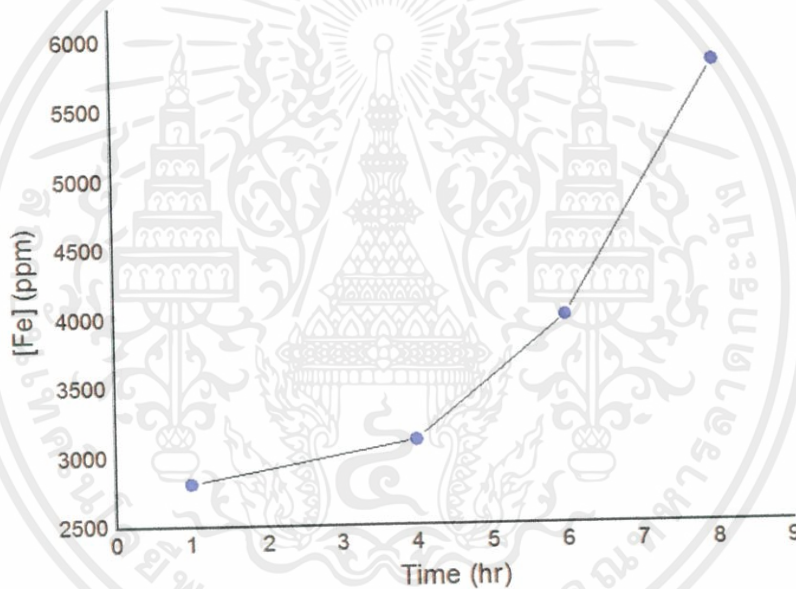
4.1.2 ผลของเวลาในการทำปฏิกิริยา



ภาพที่ 4.3 สารละลายกรดที่ได้หลังจากการเสร็จสิ้นปฏิกิริยาการชะในเจือปนของเวลาที่แตกต่างกัน ดังนี้ ก) 1 ชั่วโมง ข) 4 ชั่วโมง ค) 6 ชั่วโมง และ ง) 8 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ผลของเวลาในการทำปฏิกิริยาก็เป็นปัจจัยสำคัญอีกอย่างหนึ่งต่อการละลายของเหล็ก โดยเมื่อพิจารณาจากภาพจะเห็นว่าสีของสารละลายมีสีเหลืองเข้มขึ้นตามเวลาในการทำปฏิกิริยาที่มากขึ้น ซึ่งเป็นผลมาจากปริมาณของแร่ที่ทำปฏิกิริยาทำได้มากขึ้นเมื่อมีเวลานาน แต่ในการทำปฏิกิริยาในเวลาสั้นๆ แร่อาจไม่ได้ทำปฏิกิริยาทั้งหมดเนื่องจากรูปแบบการทำปฏิกิริยาของกรดกับแร่ จะเป็นการชะจากพื้นผิวภายนอกลึกเข้าไปเรื่อยๆ จึงต้องใช้เวลามากหากต้องการให้มีความทั่วถึง แต่ทั้งนี้ก็ขึ้นอยู่กับคุณสมบัติของแร่ตั้งต้น ทั้งในเรื่องของขนาดและส่วนประกอบของธาตุด้วย แต่โดยส่วนใหญ่จะคำนึงถึงขนาด เพราะเป็นสิ่งที่เรากำหนดได้ ถ้าหากแร่มีขนาดเล็กเพียงพอ พื้นที่ผิวการทำปฏิกิริยาก็จะมาก อาจใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาน้อยกว่าเดิมก็สามารถเกิดปฏิกิริยาได้ทั่วถึงได้ อย่างไรก็ตาม เมื่อนำสารละลายไปพิจารณาหาส่วนประกอบของเหล็ก จะแสดงผลดังภาพที่ 4.4 ดังนี้

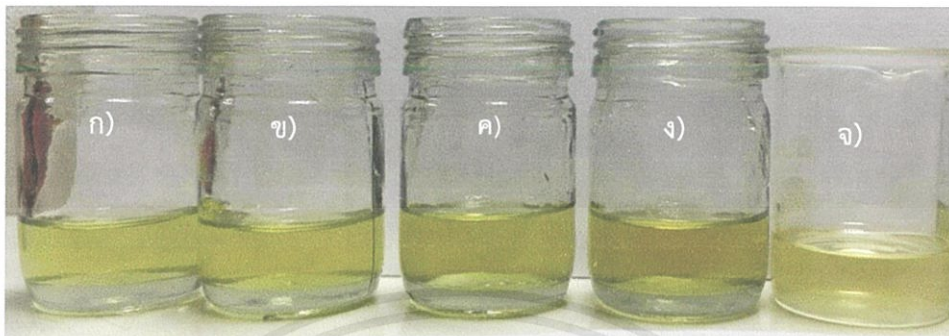


ภาพที่ 4.4 กราฟแสดงปริมาณของเหล็กในสารละลายหลังการทำปฏิกิริยาการชะที่เงื่อนไขของเวลาที่แตกต่างกัน

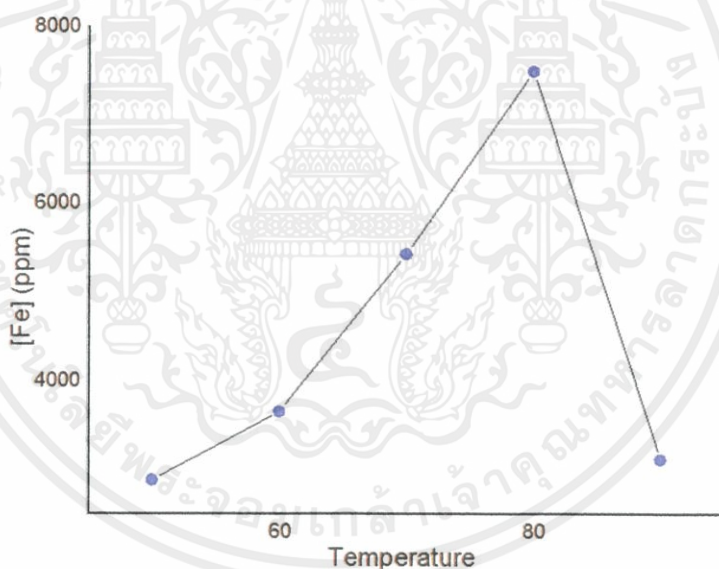
จากภาพที่ 4.4 แสดงปริมาณของเหล็กในสารละลายกรดซัลฟิวริกที่ได้หลังจากการทำปฏิกิริยาการชะ พบว่ายิ่งให้เวลาในการทำปฏิกิริยานานปริมาณของเหล็กในสารละลายยิ่งเพิ่มขึ้น เนื่องจากเวลายิ่งมากโอกาสในการทำปฏิกิริยาก็มีมาก ทำให้เกิดการทำให้ปฏิกิริยาระหว่างกรดซัลฟิวริกกับแร่โอลิเมนได้มากและทั่วถึงกว่าที่เวลาน้อยๆ ซึ่งอาจส่งผลให้เหล็กที่เหล็กมีการเจือปนของธาตุเหล็กน้อยลงไปด้วย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.1.3 ผลของอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา



ภาพที่ 4.5 สารละลายกรดที่ได้หลังจากการเสร็จสิ้นปฏิกิริยาการชะในเงื่อนไขของอุณหภูมิที่แตกต่างกัน คือ ก) 50°C ข) 60°C ค) 70°C ง) 80°C และ จ) 90°C



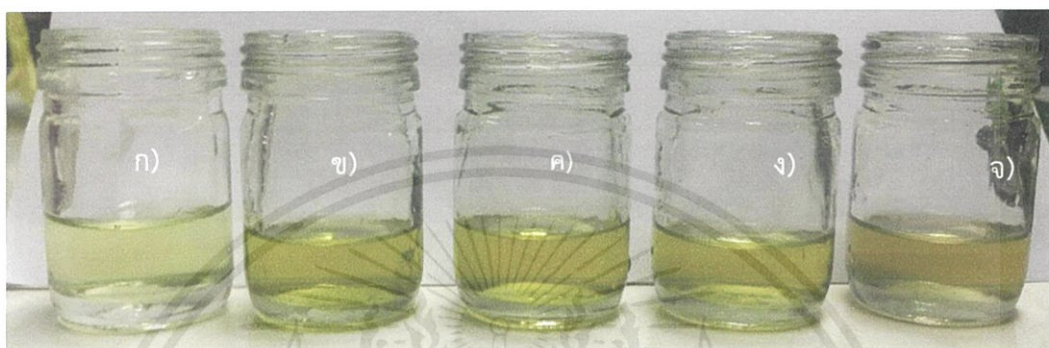
ภาพที่ 4.6 กราฟแสดงปริมาณของเหล็กในสารละลายหลังการทำปฏิกิริยาการชะที่เงื่อนไขของอุณหภูมิที่แตกต่างกัน

จากรูปที่ 4.6 แสดงปริมาณของเหล็กในสารละลายกรดซัลฟิวริกที่ได้หลังจากการทำปฏิกิริยาการชะ พบว่าปริมาณของเหล็กจะเพิ่มมากขึ้นตามอุณหภูมิที่เพิ่มมากขึ้นในช่วง 50-80 องศาเซลเซียส แล้วปริมาณของเหล็กจะลดลงอย่างรวดเร็วที่อุณหภูมิ 80-90 องศาเซลเซียส อาจเนื่องมาจากความไม่เหมาะสมของอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่มากเกินไป โดยจากกราฟอุณหภูมิที่ให้ปริมาณเหล็กออกมา

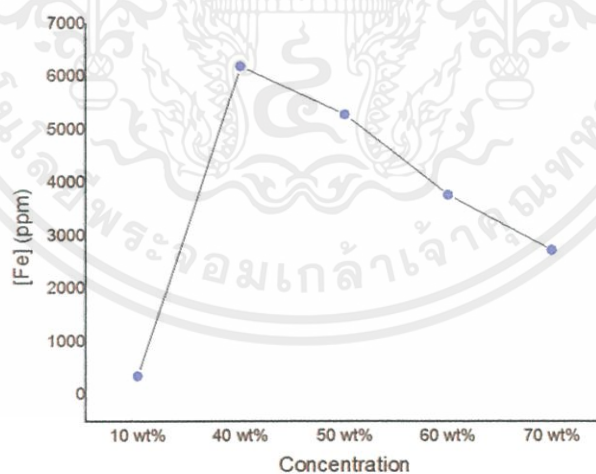
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

มากที่สุดคือที่ 80 องศาเซลเซียส ซึ่งสอดคล้องกับรูปที่ 4.5 สีของสารละลายที่อุณหภูมิ 80 องศา มีสีที่เข้มที่สุด แสดงถึงว่ามีเหล็กเจือปนในสารละลายมากเช่นกัน

4.1.4 ผลของความเข้มข้นกรดในเงื่อนไขที่เหมาะสม



ภาพที่ 4.7 สารละลายกรดที่ได้หลังจากการเสร็จสิ้นปฏิกิริยาการชะในเงื่อนไขของความเข้มข้นของสารละลายกรดซัลฟิวริกที่ต่างกันคือ ก) 10 wt% ข) 40wt% ค) 50 wt% ง) 60 wt% และ จ) 70wt%

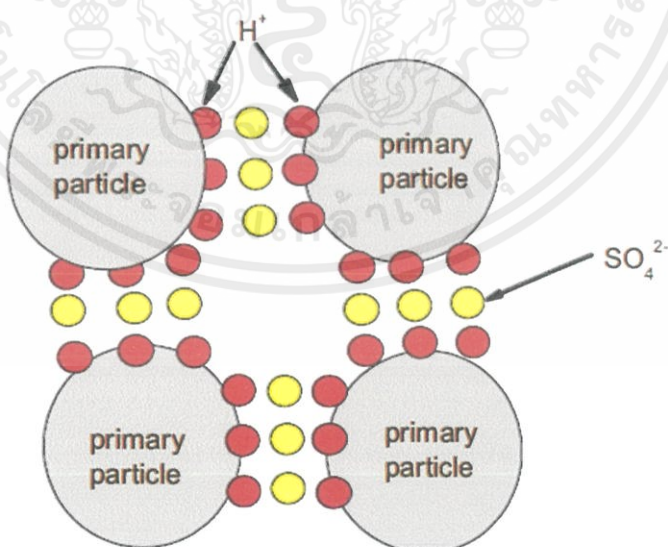


ภาพที่ 4.8 กราฟแสดงปริมาณเหล็กในสารละลายหลังการทำปฏิกิริยาที่เงื่อนไขของความเข้มข้นกรดที่ต่างกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากภาพแสดงให้เห็นว่า ในช่วงกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 10 wt% ถึง 40 wt% ปริมาณของเหล็กที่ถูกชะออกจะมีปริมาณที่เพิ่มขึ้น แต่หลังจากความเข้มข้นกรดซัลฟิวริก 40 wt% ไปจนถึง 70 wt% พบว่าเหล็กที่ถูกชะออกจะมีปริมาณลดลงตามความเข้มข้นกรดที่มีเพิ่มมากขึ้น

กรณีนี้สอดคล้องกับงานวิจัยหนึ่ง คืองานวิจัยของ Linie Jia, Bin Liang และคณะ ซึ่งได้พบเหตุการณ์เช่นเดียวกันนี้ คือยิ่งความเข้มข้นกรดมากปริมาณของเหล็กที่ถูกชะออกจะมีปริมาณน้อยลง โดยได้กล่าวถึงการพิจารณาเกี่ยวกับค่า Point of zero charge (p_{zc}) คือ ค่าความเป็นกรด-ด่าง ที่ทำให้ประจุที่ผิวของตัวดูดซับมีค่าเป็นกลาง ซึ่งค่า P_{zc} ของไททาเนียมไดออกไซด์มีค่าประมาณ 5.2 หากในสารละลายมีค่าความเป็นกรดน้อยกว่า 5.2 ทำให้พื้นผิวที่เป็นออกไซด์จะดูดซับโปรตอนมากกว่าไฮดรอกซิล ดังนั้นหากอยู่ภายใต้เงื่อนไขเหล่านี้ ไททาเนียมไดออกไซด์จะขนส่งเครือข่ายของโปรตอนในที่นี้คือ H^+ ของ H_2SO_4 และหากค่าความเป็นกรด-ด่างยิ่งต่ำกว่าค่า P_{zc} เครือข่ายโปรตอนบนออกไซด์จะมากขึ้น ดังนั้นสิ่งที่จะหยาบยิบมานำเสนอคือ ถ้าหากความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริกมากขึ้น พื้นผิวของไททาเนียมไดออกไซด์จะดูดซับโปรตรอนมากขึ้น ซึ่งอาจเกิดพันธะไฮโดรเจนกับโปรตอน ในขณะที่โปรตรอนก็ดึงดูดไอออนิกมากขึ้น ในที่นี้คือหมู่ซัลเฟต SO_4^{2-} โดยดึงดูดด้วยแรงทางไฟฟ้าสถิตย์ ซึ่งเป็นไปได้ว่าซัลเฟตไอออนอาจรวมตัวกับโปรตรอนที่ทำพันธะกับออกไซด์ของอนุภาคไททาเนียมไดออกไซด์อยู่ เป็นรูปแบบซ้อนกันสามชั้นตามภาพที่... ซึ่งหากเกิดการฟอร์มตัวในลักษณะนี้ของอนุภาคไททาเนียมไดออกไซด์ที่เกิดจากปฏิกิริยาการชะบนพื้นผิวของแร่ที่ยังไม่เกิดปฏิกิริยา ก็จะทำให้ส่วนของแร่นั้นเกิดปฏิกิริยาได้ยากเนื่องจากถูกบดบังจากอนุภาคดังกล่าว



ภาพที่ 4.9 รูปแบบการรวมตัวแบบ triple layer ของสารประกอบออกไซด์ที่มีค่าความเป็นกรด-ด่าง ต่ำกว่า Point of zero charge

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2 การวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุในผลึก

ตารางที่ 4.1 ปริมาณของธาตุในสารประกอบของแข็งที่สังเคราะห์ได้ในเงื่อนไขต่างๆ

ปริมาณธาตุ	O (%)	Ti (%)	Fe (%)	อื่นๆ (%)
Ilmenite	23.46	40.48	34.11	1.95
Ball mill	38.58	26.17	33.28	1.97
10% H ₂ SO ₄ @ 4hr	45.78	33.69	19.70	0.83
50% H ₂ SO ₄ @ 4 hr	46.28	33.54	19.09	1.09
70% H ₂ SO ₄ @4hr	29.11	43.42	26.65	0.82
50% H ₂ SO ₄ @6 hr	45.07	36.12	18.31	0.5

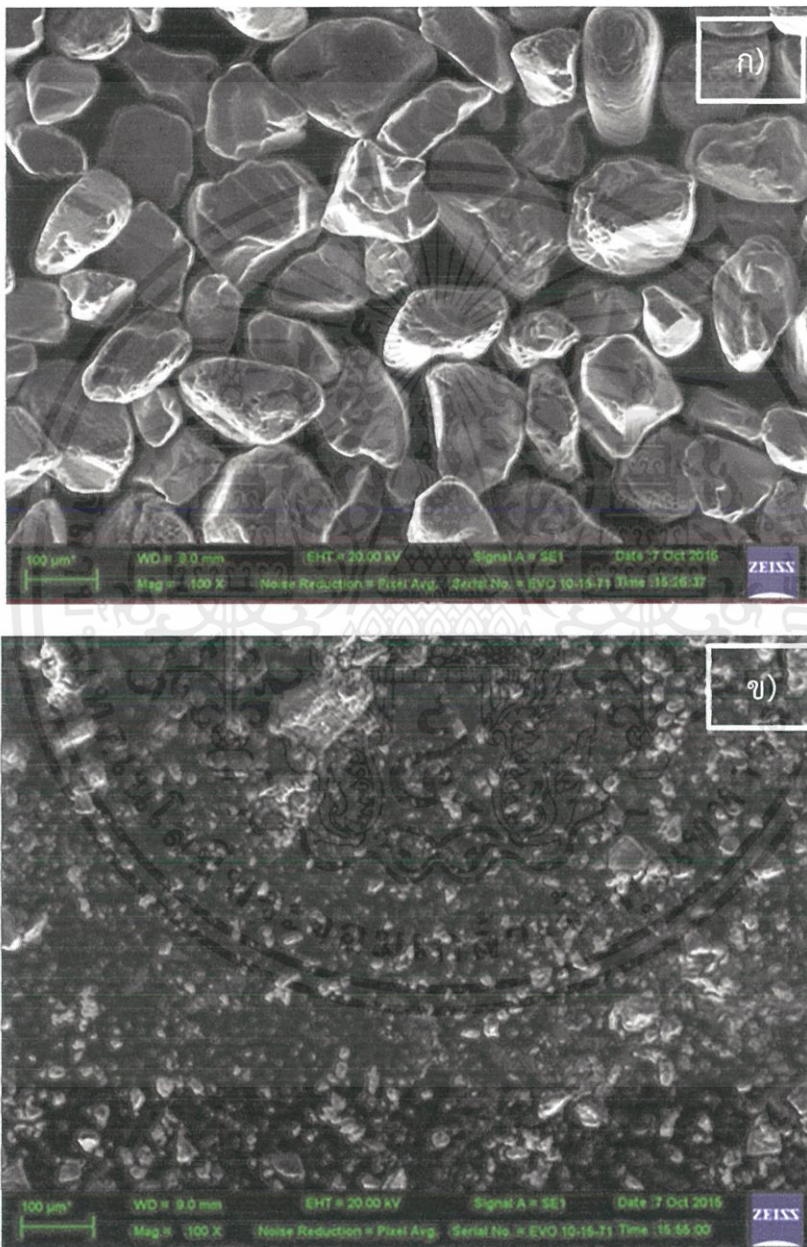
จากตารางที่ 4.1 จะแสดงผลเป็นเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของธาตุในสารประกอบนั้นๆ โดยธาตุที่เป็นส่วนประกอบหลักสำคัญที่นำมาพิจารณาได้แก่ ออกซิเจน (O) ไททาเนียม (Ti) และ เหล็ก (Fe) นอกจากนี้ยังมีธาตุเจือปนชนิดอื่น อาทิเช่น แมกนีเซียม (Mg) อะลูมิเนียม (Al) แมงกานีส (Mn) เป็นต้น ซึ่งจะพบในปริมาณน้อย 0.5-2% เมื่อพิจารณาส่วนประกอบของสารตั้งต้นก่อนทำปฏิกิริยาใดๆ หรือแร่โอลิเมนไนต์ จะพบว่า มี ไททาเนียมเป็นส่วนประกอบถึง 40.48% เหล็ก 34.11% และเมื่อนำแร่โอลิเมนไนต์มาผ่านการบดละเอียดจะพบว่ามี การสูญเสียไททาเนียมและเหล็กไปบ้างแต่ปริมาณออกซิเจนนั้นเพิ่มขึ้น อาจเนื่องมาจากขั้นตอนการบดนั้นทำการบดแบบเปียกในน้ำปอดประจุ จึงทำให้ออกซิเจนเกิดการทำพันธะกับส่วนประกอบของแร่ หรืออาจเกิดจากความชื้นที่คงเหลืออยู่ในผลึก

หลังจากทำการบด แร่โอลิเมนไนต์จะถูกนำมาผ่านกระบวนการสกัดของแข็งด้วยของเหลว โดยใช้กรดซัลฟิวริกเป็นตัวสกัดเอาธาตุเหล็กออกจากอนุภาคของแร่โอลิเมนไนต์ โดยจะพิจารณาในเงื่อนไขของความเข้มข้นกรดที่ส่งผลต่อปริมาณธาตุต่างๆที่เหลือในผลึกหลังการสกัดเสร็จสิ้น ซึ่งเมื่อพิจารณาที่เงื่อนไขกรดเข้มข้น 10%, 50% และ 70% ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส จะพบว่า เหล็กมีปริมาณลดลงเหลือ 19.70% , 19.09% และ 26.65% ตามลำดับ จะเห็นว่าที่กรดความเข้มข้นสูง ยังคงเหลือปริมาณของเหล็กมาก ซึ่งสอดคล้องกับที่กล่าวถึงในหัวข้อ 4.1.4 ในงานวิจัยของ Linie Jia, Bin Liang และคณะ ที่มีการพิสูจน์ว่าที่กรดความเข้มข้นสูง จะเกิดปฏิกิริยาอย่างรวดเร็วที่พื้นผิวของอนุภาค และเมื่ออนุภาคย่อยสลายก็จะเกิดการฟอรัมตัวของอนุภาคที่ถูกย่อยสลายเป็นอนุภาคใหม่ที่มีขนาดเล็กบนอนุภาคเดิมในส่วนที่ยังไม่ทำปฏิกิริยา ทำให้สารทำปฏิกิริยาได้ไม่หมด จึงทำให้มีเหล็กเหลืออยู่มาก และเกิดออกไซด์น้อยสังเกตได้จากปริมาณออกซิเจนที่เงื่อนไขกรดเข้มข้น 70% ในตัวอย่างสุดท้ายเป็นผลึกที่ได้จากการสกัดโดยใช้กรดเข้มข้น 50% ที่อุณหภูมิ 90 องศา จะพบว่าปริมาณเหล็กพบในเปอร์เซ็นต์ที่น้อยลง และพบไททาเนียมและออกซิเจนที่มากขึ้นกว่าตัวอย่างที่ทำในอุณหภูมิ 80 องศา ซึ่งแสดงให้เห็นว่าทั้งอุณหภูมิและความเข้มข้นกรดต่างส่งผลต่อผลิตภัณฑ์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3 การวิเคราะห์เชิงลักษณะพื้นฐานด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

4.3.1 ผลของการบดด้วยวิธี Ball mill

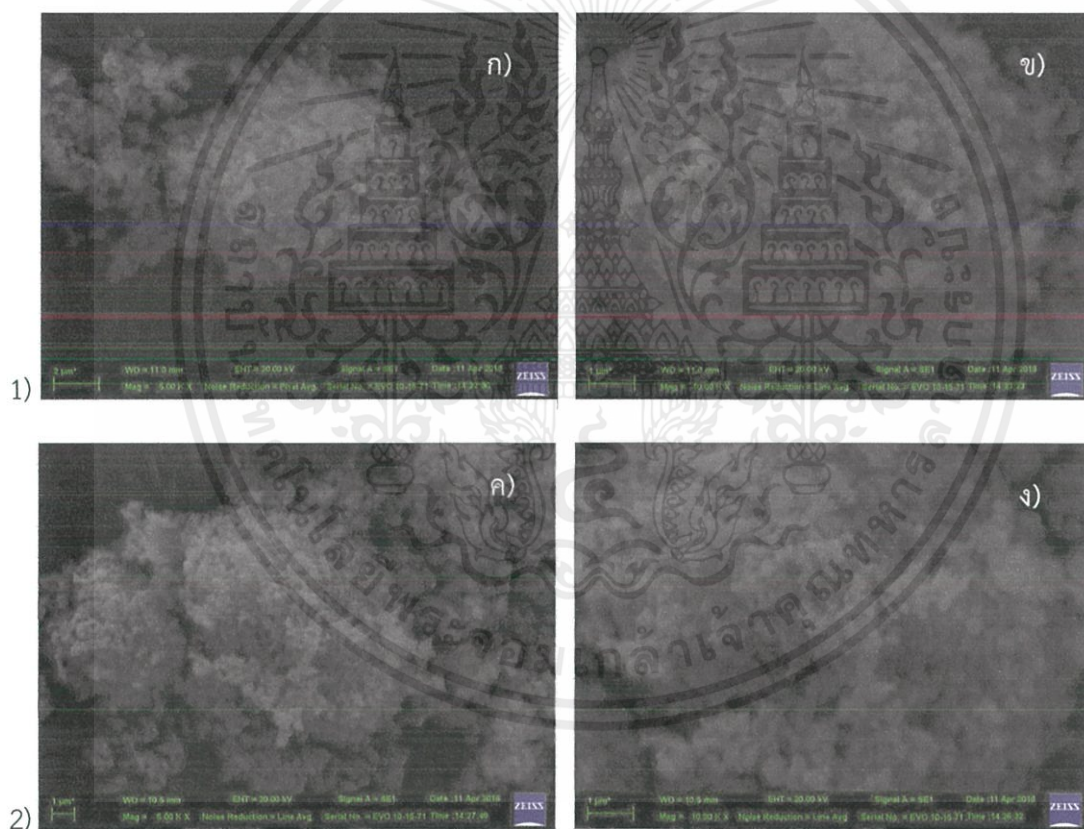


ภาพที่ 4.10 ภาพถ่าย SEM ของแร็อลเมไนด์ (ก) ก่อนทำการบดละเอียด และหลังการบดละเอียดด้วยวิธีบดด้วยลูกบด (ข)

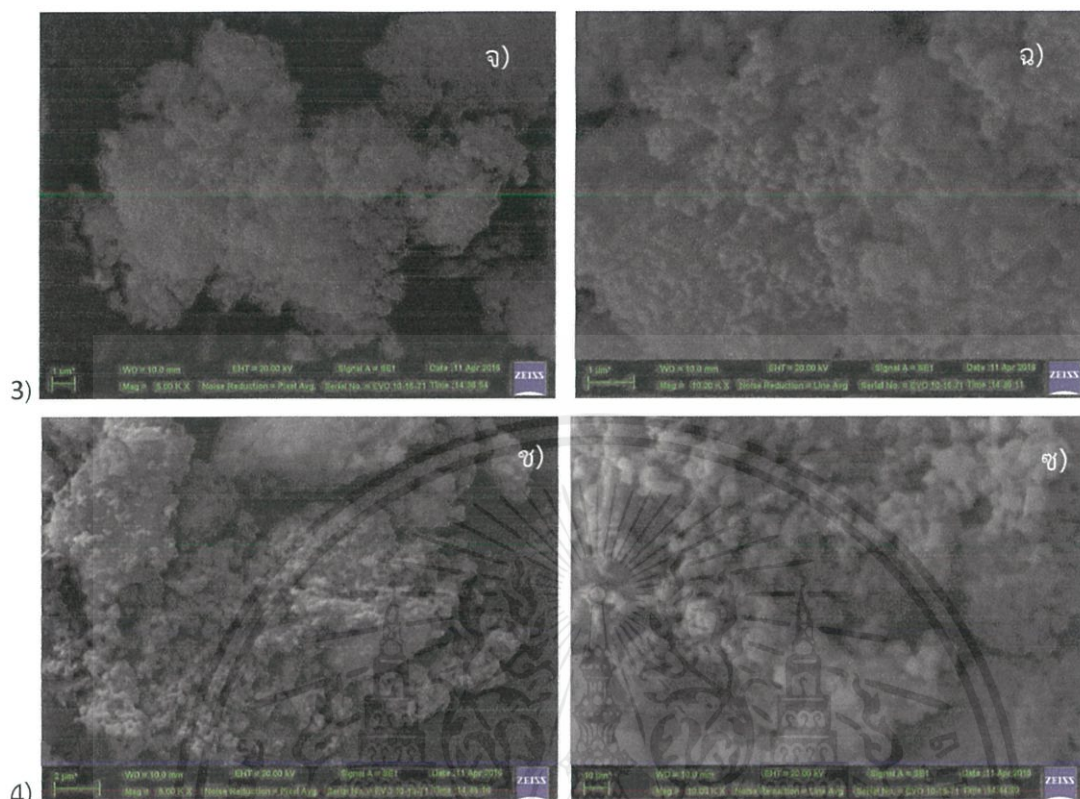
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของแร่โอลิเมไนต์ก่อนผ่านกระบวนการบดด้วยวิธี Ball mill และหลังผ่านกระบวนการบด จะพบว่ามีลักษณะแตกต่างกันอย่างเห็นได้ชัด โดยแร่โอลิเมไนต์ที่ใช้เป็นสารตั้งต้น ก) จะมีลักษณะเป็นก้อนผลึกที่มีรูปร่างต่างกัน และมีขนาดใหญ่ในระดับร้อยไมโครเมตรขึ้นไป มีความแข็งแรงของก้อนผลึก เนื้อสารดูมีลักษณะที่หนาแน่น แต่เมื่อผ่านการบดละเอียดด้วยวิธีบอลมิลล์ ข) จะพบว่าอนุภาคมีขนาดเล็กลงต่ำกว่าหนึ่งร้อยไมโครเมตร และมีรูปร่างหลากหลาย เป็นผงละเอียด การบดเป็นการลดขนาดอนุภาคให้มีขนาดเล็กลงเพื่อเพิ่มพื้นที่ผิวในการทำปฏิกิริยา

4.3.2 ผลของการทำปฏิกิริยาการชะที่เงื่อนไขต่างๆ



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาพที่ 4.11 ภาพ SEM ของผลิตภัณฑ์จากการทำปฏิกิริยาที่เงื่อนไขที่แตกต่างกัน คือ 1) $[H_2SO_4]$ 10 wt% 2) $[H_2SO_4]$ 50 wt% 3) $[H_2SO_4]$ 70 wt% ที่อุณหภูมิ $80^{\circ}C$ และ 4) $[H_2SO_4]$ 50 wt% ที่อุณหภูมิ $90^{\circ}C$

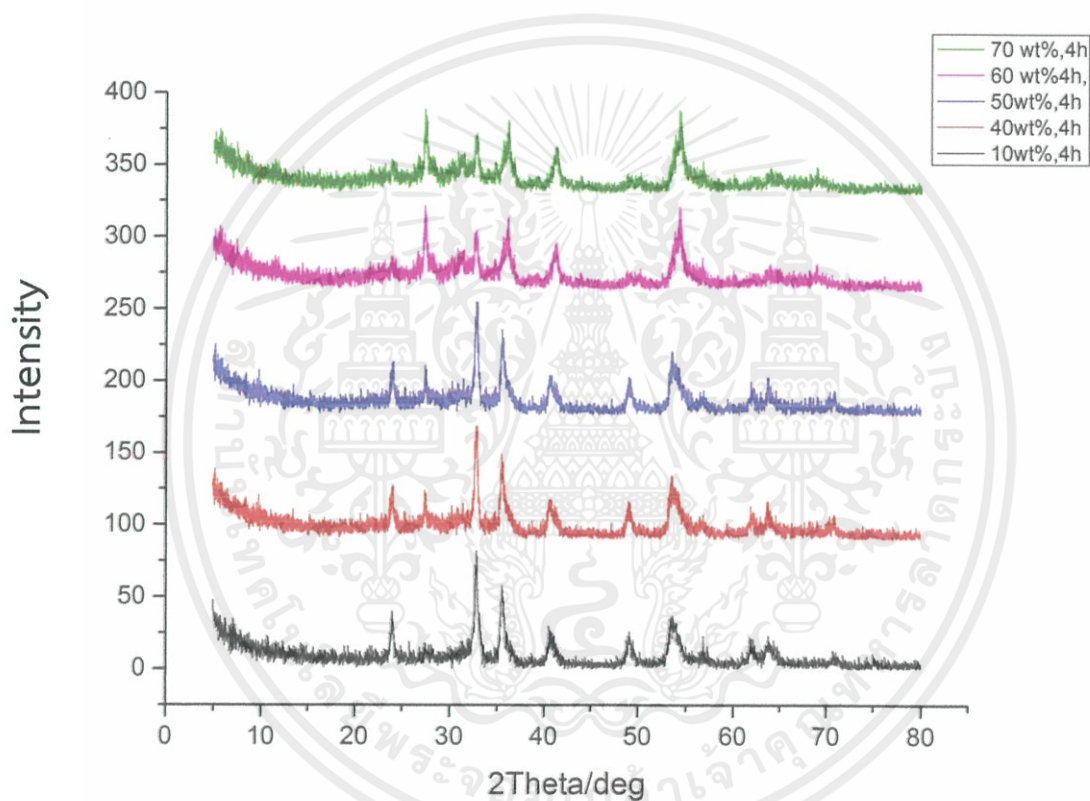
จากภาพ SEM ที่ได้จะเห็นว่าลักษณะของอนุภาคหลังเกิดปฏิกิริยาจะมีขนาดความกว้างของอนุภาคต่ำกว่า 1-2 ไมโครเมตรและเกิดการรวมกลุ่มก้อนกันของอนุภาคที่ถูกย่อยสลาย โดยในภาพ (ก) และ (ข) เป็นของแร่โอลิเมนิต์หลังทำปฏิกิริยาการชะกับกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 10 wt% จะเห็นว่ามีความอนุภาคเล็กๆรวมกันเป็นกลุ่มก้อน หรืออาจเป็นการรวมตัวบนพื้นผิวของก้อนแร่ เพราะเนื่องจากการเกิดปฏิกิริยาการชะกรดจะเข้าไปทำปฏิกิริยากับพื้นผิวก่อน แล้วค่อยๆชะแร่ออกไป

ในภาพ (ค) และ (ง) เป็นภาพของผลิตภัณฑ์ได้หลังการชะของแร่โอลิเมนิต์ด้วยกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 50 wt% มีลักษณะการถูกกัดกร่อนคล้ายในภาพ (ก) แต่การรวมตัวมีลักษณะที่อยู่กันแบบหลวมๆ ของอนุภาคมากกว่า ส่วนในภาพ(จ)และ(ฉ) คือผลิตภัณฑ์ได้มาจากการทำปฏิกิริยาของแร่กับกรดเข้มข้น 70 wt% อนุภาคมีขนาดเล็กและมีการเกาะกันลักษณะแน่นหนาเป็นแผ่นๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาพ (ข) และ (ค) เป็นภาพแสดงลักษณะของผลึกที่ได้จากการแช่ที่กรดเข้มข้น 50 wt% และให้อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส จะพบว่าผลึกที่ทำปฏิกิริยาแล้วจะมีขนาดเล็กลงเป็นเกาะกลุ่มเป็นก้อน แต่กระจายตัวออกจากแร่ตั้งต้น และยังพบก้อนแร่ที่ยังไม่เกิดปฏิกิริยา หรือเกิดไม่หมด อยู่อย่างชัดเจน

4.4 การวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์



ภาพที่ 4.12 กราฟการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-rays diffractometer) ของผลึกที่สังเคราะห์ได้ที่เงื่อนไขแตกต่างกัน

จากภาพที่ 4.12 เป็นกราฟที่ได้จากการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ของผลึกตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ที่เงื่อนไขความเข้มข้นกรดที่แตกต่างกัน โดยจะเห็นว่าที่ความเข้มข้นกรดต่ำ จะแสดงความ เป็นผลึกของแร่โอลิเมนไนด์มาก แต่เมื่อเพิ่มความเข้มข้นกรด ความเป็นผลึกของแร่โอลิเมนไนด์จะลดลงตาม ความเข้มข้นที่สูงขึ้น และมีขนาดอนุภาคที่เล็กลงด้วย นอกจากพีคของโอลิเมนไนด์แล้ว ยังมีพีคของอนุภาค ไททาเนียมไดออกไซด์ ในผลึกยูทิลเกิดขึ้น โดยจะเริ่มปรากฏชัดเจนที่เงื่อนไขความเข้มข้น 40 wt% และ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

มีความเป็นผลึกสูงมากขึ้นตามความเข้มข้นที่เพิ่มขึ้น แต่พีคของอิลเมไนต์ก็ยังคงปรากฏเช่นเดิม เพียงแต่ความเป็นผลึกลดต่ำลง ซึ่งอาจเป็นเพราะปัจจัยต่างๆ ยังไม่ใช่ปัจจัยที่เหมาะสม ซึ่งอาจเกี่ยวข้องกับขั้นตอนการบด อาจไม่ละเอียดเพียงพอ หรือปัจจัยในการทำปฏิกิริยาการชะยังไม่เหมาะสม



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและแนวทางการพัฒนา

5.1 สรุปผลการทดลอง

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาระบบการสังเคราะห์ไททานเนียมไดออกไซด์จากแร่โอลิเมไนต์ ซึ่งเป็นแร่ธรรมชาติที่พบได้ทั่วไปตามแหล่งแร่พวกดีบุก ซึ่งแร่โอลิเมไนต์นี้จะมีส่วนประกอบของไททานเนียมกับเหล็กเป็นส่วนประกอบหลัก ซึ่งสามารถนำมาสังเคราะห์ได้ด้วยวิธีการชะด้วยกรด (Acid leaching) เพื่อชะล้างเหล็กออกไป ให้เหลือไว้เพียงไททานเนียมไดออกไซด์ ซึ่งก่อนการนำแร่ไปทำปฏิกิริยากับกรด แร่นั้นจะผ่านกระบวนการบดให้มีอนุภาคขนาดเล็กลงด้วยวิธีการบดด้วยลูกบด แล้วจึงนำไปทำปฏิกิริยาการชะกับกรด โดยในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาถึงปัจจัยที่ส่งผลกับประสิทธิภาพการชะ คือ การศึกษาถึงอัตราส่วนแร่โอลิเมไนต์กับกรดซัลฟิวริกที่เหมาะสม เวลาในการทำปฏิกิริยา อุณหภูมิ และความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก

ผลของอัตราส่วนที่ทำการศึกษพบว่า อัตราส่วนที่ใช้มีความสำคัญต่อผลิตภัณฑ์ โดยหากพิจารณาเฉพาะเงื่อนไขที่ศึกษา พบว่าที่อัตราส่วนแร่โอลิเมไนต์ 4 กรัมต่อกรด 100 มิลลิลิตร มีความเหมาะสมและให้ปริมาณเหล็กออกมาได้มากกว่าอัตราส่วนอื่น ในปัจจัยของเวลาในการทำปฏิกิริยาที่ศึกษา พบว่ายิ่งเวลานานการเกิดปฏิกิริยาจะมีความทั่วถึงยิ่งขึ้น ทำให้มีเหล็กถูกชะออกมากับสารละลายในปริมาณมากขึ้นด้วย ส่วนปัจจัยของอุณหภูมิก็มีความสำคัญมากเช่นกัน เนื่องจากส่งผลต่อพลังงานจลน์ภายในของระบบ ตามผลที่ได้ศึกษามาพบว่าอุณหภูมิที่เหมาะสมคือ 80 องศาเซลเซียส และในปัจจัยสุดท้ายที่ทำการศึกษา คือ ความเข้มข้นของกรดซัลฟิวริก ซึ่งความเข้มข้นของกรดจะเป็นตัวกำหนดปริมาณของหมู่ซัลเฟตที่จะไปทำปฏิกิริยาสร้างพันธะกับเหล็ก เพื่อดึงเหล็กออกมาจากอนุภาคของแร่โอลิเมไนต์ ซึ่งต้องมีความเข้มข้นที่เพียงพอและสัมพันธ์กันกับปริมาณของแร่เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาได้มากที่สุด ซึ่งผลที่ได้จากการทดลองความเข้มข้นที่เหมาะสมจะอยู่ในช่วง 40-50 wt% ของกรดซัลฟิวริก

การวิเคราะห์ผลึกไททานเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ พบว่าลักษณะของการเกิดปฏิกิริยาการชะจะเกิดการกัดกร่อนที่ผิวก่อน จากภาพ SEM จะเห็นว่ายังมีแร่บางส่วนที่ไม่เกิดปฏิกิริยา ซึ่งอาจเป็นผลจากขนาดของอนุภาคที่ใหญ่เกินไป ทำให้ไม่สามารถเกิดปฏิกิริยาได้หมด และยังอยู่ในสภาวะที่ไม่เหมาะสมเพียงพอ ซึ่งทุกปัจจัยล้วนส่งผลต่อกันทั้งสิ้น ผลจากกราฟ XRD นั้นช่วยชี้ให้เห็นและยืนยันได้ว่ายังมีแร่โอลิเมไนต์ที่เหลืออยู่ และมีไททานเนียมไดออกไซด์เกิดขึ้น โดยในสภาวะที่เหมาะสมที่ของอุณหภูมิ ความเข้มข้นกรดและเวลาในการทำปฏิกิริยา ผลึกที่ได้จะมีส่วนประกอบของธาตุ คือ ออกซิเจน 45.07% ไททา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เนียม 36.12% เหล็ก 18.31% และธาตุเจือปนอื่นๆ 0.5% ซึ่งเป็นผลของผลึกที่ได้มาจากเงื่อนไขการทดลองที่เหมาะสมที่สุดเมื่อเทียบกับเงื่อนไขอื่นที่ได้ทำการศึกษา

5.2 ปัญหาในการวิจัย

5.2.1 ในการทำปฏิกิริยาการชะ มีปัจจัยหลักอย่างหนึ่งส่งผลต่อการทำปฏิกิริยาคืออุณหภูมิ โดยในการทดลองจึงมีการใช้เครื่องให้ความร้อน ซึ่งเมื่อเราตั้งค่าอุณหภูมิที่ต้องการที่เครื่องมือแล้ว เราอาจจะไม่ได้อุณหภูมิที่ตรงกันในสารละลาย เนื่องจากการส่งผ่านความร้อนย่อมมีการสูญเสียพลังงาน จึงต้องมีการตรวจสอบด้วยเทอร์โมมิเตอร์เป็นระยะ

5.2.2 หลังจากเสร็จสิ้นปฏิกิริยาการชะแร่โอลิเมนิตต์ด้วยกรดซัลฟูริก ผลึกที่ได้นั้นต้องผ่านการทำให้ค่ากรดต่าง เป็นกลางก่อนจึงจะทำการอบแห้งได้ ดังนั้นจึงต้องล้างและวัดค่า pH เพื่อตรวจสอบ เพราะถ้าหากยังมีความเป็นกรดเมื่อนำไปอบสารจะไม่แห้ง เพราะจุดเดือดของกรดนั้นสูง ระเหยได้ยาก

5.2.3 ในขั้นตอนการเตรียมสารละลายกรด ขณะผสมกรดกับน้ำปลอดประจุจะมีไอของกรดเกิดขึ้น ซึ่งเป็นอันตรายต่อร่างกาย และส่งผลถึงความเข้มข้นที่กำหนดอาจไม่คงที่ตามที่ต้องการ

5.2.4 เครื่องมืออุปกรณ์ในการวิเคราะห์เกิดการชำรุด ส่งผลทำให้การทำวิจัยล่าช้าไปบ้าง

5.2.5 ความไม่เที่ยงตรงของอุปกรณ์ก็ส่งผลต่อผลการวิเคราะห์เช่นกัน ทำให้มีการบิดเบือนจากความเป็นจริงได้ ดังนั้นจึงต้องมีความรอบคอบและคำนึงถึงอยู่เสมอ

5.2.6 สารมาตรฐานสำหรับตรวจวัดด้วยเทคนิค ICP เป็นสารเคมีที่ต้องสั่งซื้อจากต่างประเทศ ทำให้มีระยะเวลาในการส่งนาน

5.3 ข้อเสนอแนะ

5.3.1 ในกระบวนการบดอาจปรับเปลี่ยนทดลองด้วยวิธีการบดชนิดอื่น ที่เป็นระบบการบดพลังงานสูง ซึ่งจะให้ความละเอียดของอนุภาค และมีความรวดเร็วกว่าวิธีการข้างต้น

5.3.2 ในการเกิดปฏิกิริยาการชะ อาจมีปัจจัยอื่นที่ส่งผลต่อผลิตภัณฑ์ เช่น ชนิดของกรด ระบบเปิด ระบบปิด เป็นต้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บรรณานุกรม

- [1] T. Tao, A.M. Glushenkov, Q. Chen, H. Hu, D. Zhou, H. Zhange, M. Boese, S. Liu, R. Amal, Y. Chen. 2011. Porous TiO₂ with a controllable bimodal pore size distribution from natural ilmenite, 13: 1322-1327
- [2] N.J. Welham, D.J. Llewellyn. 1998. Mechanical enhancement of the dissolution of ilmenite, 9: 827-841
- [3] T. tao, C. Qi-yuan, H. Hui-ping, Y. Zhou-lan, C. Ying. 2012. TiO₂ nanoparticles prepared by hydrochloric acid leaching of mechanically activated and carbothermic reduced ilmenite, 22: 1232-1238
- [4] C. Li, B. Liang, L.H. Guo. 2007. Dissolution of mechanically activated Panzhihua ilmenites in dilute solution of sulfuric acid, 89: 1-10
- [5] C. Li, B. Liang, H.Y. Wang. 2007. Preparation of synthetic rutile by hydrochloric acid leaching of mechanically activated Panzhihua ilmenite, 91: 121-129
- [6] T.S. Mackey. 1974. Acid leaching of ilmenite into synthetic rutile
- [7] L. Jia, B. Liang, L. Lu, S. Yuan, L. Zheng, X. Wang, C. Li. 2014. Beneficiation of titania by sulfuric acid pressure leaching of Panzhihua ilmenite, 59: 92-98
- [8] A. Mehdilo, M. Irannajad. 2011. Iron removing from titanium slag for synthetic rutile production, 48(2): 425-439
- [9] Ying Chen. 1996. Low-temperature oxidation of ilmenite (FeTiO₃) induced by high energy ball milling at room temperature, 257: 156-160
- [10] G.K. Das, Y. Pranolo, Z. Zhu, C.Y. Cheng. 2013. Leaching of ilmenite ores by acidic chloride solutions, 133: 94-99
- [11] Y.R. Smith, K.J. Antony Raj, V. Subramanian, B. Visvanathan. 2010. Sulfated Fe₂O₃-TiO₂ synthesized from ilmenite ore: A visible light active photocatalyst, 367: 140-147

- [12] ดนัย กิจชัยนุกูล. 2547. เรื่องนำรู้ของกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด(Scanning Electron Microscope, SEM).โครงการฟิสิกส์และวิศวกรรม ฟิสิกส์ราชวมงคล
- [13] ร.ศ. ลาวัลย์ ศรีพงศ์. 2552. เทคนิค ICP-MS ในงานเภสัชวิเคราะห์. วารสารไทยโภชนาการ, 4
- [14] วิรัช เลิศพรหม. ปัจจัยที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพการบดด้วยโม่บด
- [15] Sataporn. เรื่องนำรู้ของสารไททาเนียมไดออกไซด์. ภาควิชาวิศวกรรมเคมีและวัสดุ มหาวิทยาลัยรังสิต
- [16] ดร.สรพงษ์ ภาวสุปรีย์, ดร. ณรงค์ชัย โอเจริญ, ดร. กุลวดี สังข์สนิท. 2556. การเตรียมท่อนาโนจากแร่โอลิเมนไนท์ของไทยโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลและสมบัติการเร่งปฏิกิริยาโดยใช้แสงในช่วงคลื่นแสงที่สายตามองเห็น
- [17] เขมชาติ ธนากิจชาญเจริญ. 2554. มารูจักกรดซัลฟิวริกกันเถอะ. วารสารกรมวิทยาศาสตร์บริการ. 14
- [18] Abdelfattah. N.A. 2014. Preparation of titanium dioxide anatase pigment ilmenite concentrate via the sulfate route, 131: 138
- [19] http://www.thaiceramicsociety.com/pc_pre_grindmore.php
- [20] http://hankookmc.net/bbs/board.php?bo_table=epmenu2_1&wr_id=26
- [21] <http://www.kurimoto.co.jp/worldwide/en/product/item/07pw/100.php>
- [22] <http://www.skala.com.au/site/grinding-mills>
- [23] <http://www.manfredinieschianchi.com/301-01-2EN-molomax-pendular-mills.htm>
- [24] http://www.engr.psu.edu/MTAH/photos/photos_millstones.htm
- [25] เกียรติพงษ์ ไต้การ. 2015. เครื่องมือวิเคราะห์ทดสอบทางรังสีเอ็กซ์. ศูนย์เครื่องมือมหาวิทยาลัยแม่ฟ้าหลวง
- [26] <http://www.personal.psu.edu/hxg3/MCL/faq.htm>
- [27] ดร. นัตตา เวชชากุล. 2012. การกำจัดสารอินทรีย์ในน้ำด้วยตัวเร่งปฏิกิริยานาโนไททาเนียมไดออกไซด์. วารสาร technology promotion, 38: 221

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [28] R. Austin and S.-f. Lim, "The Sackler Colloquium on Pormoses and Perils in Nanotechnology for Medicine," PNAS, vol. 105, no. 45, pp. 17217-17221, 2008.
- [29] <https://en.wikipedia.org/wiki/Ilmenite>
- [30] <http://www.everysingletopic.com/ball-mill-highly-efficient-grinding-and-milling-machine/>
- [40] <https://www.purdue.edu/epps/rem/rs/sem.htm>



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ประวัติผู้เขียน

นางสาว วาดแวว ยิ้มวัน เกิดเมื่อวันที่ 9 กันยายน 2536 จบการศึกษาระดับชั้นมัธยมศึกษาจากโรงเรียน เบญจมาชชุติศ ราชบุรี จังหวัดราชบุรี ปีการศึกษา 2554 ได้เข้าศึกษาในระดับอุดมศึกษาในปีการศึกษา 2555 คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้