

การเตรียมวัสดุนาโนที่มีไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นองค์ประกอบจาก
แร่อิลเมนไนต์ และแร่ลูโคซีนโดยกระบวนการคลอไรด์ เพื่อใช้เป็น
วัสดุเคลือบผิวกระเบื้องดินเผา

Preparation of TiO_2 -based Nanomaterials from Ilmenite and
Leucoxene Minerals by Chloride Process for Earthenware
Tile Coating Materials



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขานาโนวิทยาและนาโนเทคโนโลยี
วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

พ.ศ. 2561

KMITL-2018-NT-M-001-003

การเตรียมวัสดุนาโนที่มีไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นองค์ประกอบจาก
แร่ิลเมนไนต์ และแร่ลูโคซีนโดยกระบวนการคลอไรด์ เพื่อใช้เป็น
วัสดุเคลือบผิวกระเบื้องดินเผา

Preparation of TiO₂ -based Nanomaterials from Ilmenite and
Leucoxene Minerals by Chloride Process for Earthenware
Tile Coating Materials



ธนพนธ์ กาญจาสอาด

THANAPHON KANSA-ARD

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขานาโนวิทยาและนาโนเทคโนโลยี

วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และแจกจ่ายถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้
KMITL-2018-NT-M-001-003

Preparation of TiO₂-based Nanomaterials from Ilmenite and
Leucoxene Minerals by Chloride Process for Earthenware
Tile Coating Materials



THANAPHON KANSA-ARD

A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT

OF THE REQUIREMENT FOR THE DEGREE OF

MASTER OF SCIENCE IN NANOSCIENCE AND NANOTECHNOLOGY

COLLEGE OF NANOTECHNOLOGY

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษานานาชาติ ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
2018

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้
KMITL-2018-NT-M-001-003



COPYRIGHT 2018

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

COLLEGE OF NANOTECHNOLOGY

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามเผยแพร่ลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การเตรียมวัสดุนาโนที่มีไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นองค์ประกอบจากแร่โอลิเมนไนต์ และแร่ลูโคซีนโดยกระบวนการคลอไรด์ เพื่อใช้เป็นวัสดุเคลือบผิวกระเบื้องดินเผา
นักศึกษา	นายธนพนธ์ กาญจนสาธิต
รหัสประจำตัวนักศึกษา	58607005
ปริญญา	วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต
สาขา	นาโนวิทยาและนาโนเทคโนโลยี
พ.ศ.	2561
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์	รศ.ดร. วิษณุ เพชรภา
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	ดร. อนุชา วรรณก้อน

บทคัดย่อ

จุดมุ่งหมายหลักของวิทยานิพนธ์ฉบับนี้คือปรับปรุงประสิทธิภาพวัสดุไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สกัดจากแร่ธรรมชาติโดยกระบวนการชะด้วยสารละลายกรด เพื่อใช้เป็นวัสดุเคลือบลงบนผิวของกระเบื้องดินเผา โดยงานวิจัยมุ่งเน้นการสังเคราะห์วัสดุไทเทเนียมไดออกไซด์จากแร่ธรรมชาติที่มีธาตุไทเทเนียม เหล็ก และออกซิเจน เป็นธาตุองค์ประกอบหลัก โดยกระบวนการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการชะด้วยสารละลายกรดร่วมกับกระบวนการบัดด้วยเครื่องบัดด้วยลูกบอลพลังงานสูง โดยปัจจัยที่มีผลต่อกระบวนการชะด้วยกรดคือ ความเข้มข้นของสารละลายกรด ระยะเวลาและอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา โดยสารละลายที่ได้จากกระบวนการชะ จะทำการวิเคราะห์หาปริมาณเหล็กที่สารละลายชะออกมาจากแร่ธรรมชาติด้วยเทคนิคเครื่องอินดักทีฟฟลักซ์เพิลลาสมาสำหรับผลึกที่ได้จากภายหลังจากกระบวนการชะจะทำการวิเคราะห์สมบัติทางผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ และสมบัติทางแสงจะทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการสะท้อนของแสง ผลการวิเคราะห์หาปริมาณเหล็กในสารละลายภายหลังจากกระบวนการชะพบว่า ธาตุเหล็กที่อยู่ในแร่ธรรมชาติสามารถถูกชะออกมา และละลายอยู่ในสารละลายกรด รวมถึงผลการวิเคราะห์สมบัติทางผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์พบว่า ผลึกที่ผ่านกระบวนการชะด้วยกรดจะปรากฏวัฏภาคหลักคือ วัฏภาครูไทล์ซึ่งเป็นโครงสร้างรูปแบบหนึ่งของไทเทเนียมไดออกไซด์ มีปริมาณมากขึ้นโดยเปรียบเทียบเชิงปริมาณในเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์นั้น เมื่อทำการศึกษาสมบัติการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงของผงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากกระบวนการชะ โดยศึกษาการย่อยสลายสีย้อมอินทรีภายใต้แสงพบว่า ผลึกไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สกัดได้จากแร่ธรรมชาติสามารถย่อยสลายสีย้อมอินทรีได้ดีภายใต้แสงที่ตามองเห็น เนื่องจากปริมาณเหล็กที่ยังคงค้างในไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากกระบวนการชะทำหน้าที่คล้ายธาตุเหล็กที่เจือลงในผลึกไทเทเนียมไดออกไซด์ ทำให้การตอบสนองได้ดีในช่วงแสงที่ตามองเห็นซึ่งสัมพันธ์กับผลจากการวิเคราะห์สมบัติทางแสง จากนั้นนำผงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้มาเคลือบลงบนกระเบื้องดินเผาโดยวิธีการจุ่มเคลือบ ศึกษาประสิทธิภาพการทำความสะอาดตัวเอง โดยการศึกษาความชอบน้ำ และไม่ชอบน้ำโดยการวัดมุมสัมผัสของผิวน้ำกับผิวกระเบื้องดินเผา

คำสำคัญ: แร่ธรรมชาติ, ผลึกไทเทเนียมไดออกไซด์, การชะ, การจุ่มเคลือบ, กระเบื้องดินเผา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ทางวิชาการของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี หากมีข้อผิดพลาดประการใดขออภัยเป็นอย่างสูง และขอสงวนสิทธิ์ในการนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Thesis Title	Preparation of TiO ₂ -based Nanomaterials from Ilmenite and Leucoxene Minerals by Chloride Process for Earthenware Tile Coating Materials
Student	Thanaphon Kansaard
Student ID	58607005
Degree	Master of Science
Program	Nanoscience and Nanotechnology
Year	2018
Advisor	Assoc. Prof. Dr. Wisanu Pecharapa
Co-Advisor	Dr. Anucha Wannagon

Abstract

The aim of this thesis is to enhance an efficiency of titanium dioxide (TiO₂) derived from natural ores by acidic leaching process using as coating material on ceramic tile. This research focuses on the synthesis of titanium dioxide from natural ores with major compositions of Titanium (Ti) Iron (Fe) and Oxygen (O) element. The acid leaching process was carried out in combined with high energy ball milling. Leaching parameters in this study include acid concentration, retention time and retention temperature, respectively. After leaching process, leach solution was characterized by Inductive Couple Plasma (ICP) technique to measure the Fe contents extracted from natural ores, meanwhile crystalline structure and optical property of leach residue were characterized by X-ray Diffraction technique and diffuse reflectance spectroscopy, respectively. The crystalline structure of leach residue is mainly found to be Rutile phase and its content is greater than raw natural ores based on the calculation of peak intensity ratio between the interested peak and neighbor peaks. Photocatalytic property of leach residue was observed by decomposition of organic dye under light irradiation using leach residue as photocatalyst material. Enhanced efficiency of leach residue for photocatalytic activity was obtained under visible light irradiation due to the influence of Fe remaining composition in leach residue behaving liked natural Fe dopant. The synthetic TiO₂ was used for coating material on ceramic tile by dip coating method. The self-cleaning property of ceramic tile coated with synthetic TiO₂ was investigated by mean of hydrophilic property using contact angle measurement.

Keywords: Natural ores, Titanium dioxide, Leaching, Dip coating, earthenware tile

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

สำหรับความสำเร็จของวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ ข้าพเจ้าขอขอบพระคุณ อาจารย์ที่ปรึกษา รศ.ดร. วิษณุ เพชรภา และ ดร.อนุชา วรรณก้อน เป็นอย่างมาก สำหรับแนวทางและคำแนะนำในการดำเนินงานในงานวิจัย สำหรับวิทยานิพนธ์นี้ ขอขอบพระคุณวิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง และห้องปฏิบัติการ NMRL ที่อำนวยความสะดวกในด้านเครื่อง อุปกรณ์ และเครื่องมือวิเคราะห์ต่างๆ

ขอขอบพระคุณอาจารย์ในวิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบังทุกท่านที่ให้ความรู้ และให้คำปรึกษา รวมทั้งคำแนะนำสำหรับแนวทาง และวิธีการแก้ปัญหาที่เกิดขึ้นระหว่างทำงานวิจัยนี้ รวมทั้งขอขอบคุณวิทยาลัยนวัตกรรมและการจัดการข้อมูล สำหรับเครื่องมือวิเคราะห์สมบัติทางสัณฐานวิทยา มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรีสำหรับความอนุเคราะห์เครื่องมือวิเคราะห์โครงสร้างผลึก ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ (MTEC) สำหรับความอนุเคราะห์เครื่องมือและวัสดุกระเบื้องดินเผา และเหมืองแร่สินแร่สาคร สำหรับความอนุเคราะห์แร่ในการทำวิจัย ขอขอบพระคุณเพื่อนๆและนักศึกษาในวิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง สำหรับคำปรึกษา กำลังใจ และความช่วยเหลือในการอำนวยความสะดวกในการวิจัยสำหรับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ รวมถึงผู้ที่คอยเป็นกำลังใจ และให้คำปรึกษา ขอขอบพระคุณบทความวิจัย หนังสือ รวมทั้งเอกสารวิชาการต่างๆ ซึ่งข้าพเจ้าได้ใช้ในการศึกษาหาความรู้ และแก้ไขปัญหาที่เกี่ยวข้องกับการทำวิจัย สุดท้ายคุณงามความดีที่เกิดในการทำวิจัยสำหรับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ ข้าพเจ้าขอมอบให้กับผู้มีพระคุณทุกท่านที่ข้าพเจ้าให้ความเคารพ และที่ได้ช่วยเหลือข้าพเจ้าตลอดมา

ธนพนธ์ กาญธุสอาด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	II
กิตติกรรมประกาศ.....	III
สารบัญ	V
สารบัญรูป	VI
สารบัญตาราง	X

บทที่ 1 บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญ.....	1
1.2 วัตถุประสงค์งานวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตงานวิจัย.....	3
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3

บทที่ 2 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

2.1 วัสดุไทเทเนียมไดออกไซด์.....	4
2.1.1 สมบัติของไทเทเนียมไดออกไซด์.....	4
2.1.2 โครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์.....	4
2.1.3 ประโยชน์ของไทเทเนียมไดออกไซด์.....	5
2.2 สมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง.....	6
2.3 แร่ธรรมชาติที่มีไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นองค์ประกอบ.....	7
2.3.1 แร่อิลเมไนต์ (Ilmenite).....	7
2.3.2 แร่ลูโคซีน (Leucoxene).....	8
2.3.3 แร่รูไทล์ (Rutile).....	9
2.4 การบดละเอียด.....	9
2.5 กระบวนการสกัดของแข็งด้วยของเหลว หรือ การชะ.....	10
2.6 กระบวนการเปียกผง	12
2.6.1 กระบวนการผลิตแบบแห้ง (dry process)	13
2.6.2 กระบวนการผลิตแบบกึ่งเปียก (Semi-wet)	14
2.7 กระบวนการจุ่มเคลือบ	19
2.8 เครื่องมือวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะ	
2.8.1 การวิเคราะห์สมบัติการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องวัดการดูดกลืนแสง	20
2.8.2 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเครื่องวิเคราะห์	
การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์	22
2.8.3 การวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานด้วยกล้องจุลทรรศน์	
อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	23

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ในเชิงพาณิชย์ การค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น หากมีการนำเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

2.8.4	การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของสารละลายด้วยเครื่องอินดักทีฟพีล็ดพีลพลาสมา แมสสเปคโตรมิเตอร์.....	24
2.8.5	2.8.5 เทคนิคการวิเคราะห์พื้นผิวและความเป็นรูพรุนของวัสดุ BET (The Brunauer Emmett-Teller).....	24
2.9	ทบทวนวรรณกรรม	27
บทที่ 3 ขั้นตอนการดำเนินงาน		
3.1	อุปกรณ์ และสารเคมี	35
3.2	ขั้นตอนการทดลอง	
	ตอนที่ 1 การเตรียมอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์จากแร่ธรรมชาติ	35
	ตอนที่ 2 การเคลือบอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ลงบนกระเบื้องดินเผา	36
3.3	เครื่องมือวิเคราะห์	38
บทที่ 4 ผลการทดลอง และอภิปรายผล		
4.1	การเตรียมอนุภาคนาโนจากแร่โอลิเมนไนต์	
	4.1.1 ผลของความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก.....	41
	4.1.2 ผลของระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา.....	45
	4.1.3 ผลของอุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยา.....	48
	4.1.4 ลักษณะสัญญาณ และธาตุองค์ประกอบของอนุภาคที่เตรียมจากแร่โอลิเมนไนต์.....	52
4.2	การเตรียมอนุภาคนาโนจากแร่ลูโคซีน	
	4.2.1 ผลของความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก.....	55
	4.2.2 สมบัติทางโครงสร้างผลึกของอนุภาคที่เตรียมจากแร่ลูโคซีน.....	57
	4.2.3 ลักษณะสัญญาณของอนุภาคที่เตรียมได้จากแร่ลูโคซีน.....	59
4.3	สมบัติทางแสงของอนุภาคที่เตรียมจากแร่โอลิเมนไนต์ และแร่ลูโคซีน.....	62
4.4	สมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงระหว่างอนุภาคที่เตรียมจากแร่โอลิเมนไนต์ และแร่ลูโคซีน.....	64
4.5	การประยุกต์อนุภาคที่เตรียมได้จากแร่ธรรมชาติ โดยการเคลือบอนุภาคที่เตรียมได้ลงบนกระเบื้องดินเผา.....	66
	4.5.1 การวิเคราะห์สมบัติทางแสงด้วยเทคนิคการสะท้อน.....	66
	4.5.2 การวิเคราะห์สมบัติทางผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์.....	65
	4.5.3 วิเคราะห์ลักษณะสัญญาณ และองค์ประกอบทางเคมีของพื้นผิวกระเบื้องที่ถูกเคลือบ.....	69
	4.5.4 สมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เคลือบบนผิวกระเบื้องดินเผา.....	74
	4.5.5 สมบัติความชอบน้ำของผิวกระเบื้อง.....	75

เอกสารนี้เป็นเอกสาร
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง และแนวทางการพัฒนา	
5.1 สรุปผลการทดลอง	79
5.2 ปัญหา และแนวทางการแก้ไข	80
5.3 ข้อเสนอแนะ	80
เอกสารอ้างอิง	81
ประวัติผู้เขียน	83



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป

รูปที่		หน้า
2.1	โครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์.....	5
2.2	กลไกการเกิดประจุอิสระวัสดุตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงไทเทเนียมไดออกไซด์.....	6
2.3	ลักษณะก้อนแร่อิลเมไนต์ (Ilmenite ore).....	8
2.4	ลักษณะก้อนแร่ลูโคซีน (Leucoxene ore).....	8
2.5	ลักษณะก้อนแร่รูไทล์ (Rutile ore).....	9
2.6	การชะแบบสแตชันนารีโซลิดเบด (Stationary Solid beds leaching).....	11
2.7	แสดงเครื่องสกัดแบบ Moving – bed แบบ (a) Bollman extractor และ (b) Rotocel extractor.....	12
2.8	การชะแบบของเหลวด้วยของเหลว (Liquid – liquid extraction).....	12
2.9	การขึ้นรูปกระเบื้องดินเผาด้วยวิธี dry process.....	14
2.10	เครื่องย่นการขึ้นรูปกระเบื้องดินเผาด้วยวิธี semi-wet process.....	14
2.11	เครื่องมือในการขึ้นรูปกระเบื้องด้วยวิธี semi-wet process.....	15
2.12	ตัวอย่างการเคลื่อนขึ้นงานกระเบื้องดินเผาด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ.....	17
2.13	แสดงรูปแบบการเกิดฟิล์มขณะจุ่มเคลือบขึ้นงานลงในสารละลาย เมื่อ U_0 คืออัตราเร็วในการดึง, h_0 คือความหนาของชั้นฟิล์ม, S คือจุดที่ไม่เกิดการเคลื่อนที่หรือจุดหยุดนิ่ง, δ คือชั้นขอบ (boundary layer) และ reservoir surface คือพื้นผิวของสารละลาย.....	19
2.14	แบบจำลองการเกิดฟิล์มในระดับไมครอนของกระบวนการจุ่มเคลือบ.....	19
2.15	กราฟตัวอย่างการดูดกลืนแสงของไทเทเนียมไดออกไซด์ และไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยโลหะอื่นๆ.....	20
2.16	ส่วนประกอบที่สำคัญของเครื่อง UV-Vis spectrophotometer.....	20
2.17	แบบจำลองการจัดเรียงองค์ประกอบของเครื่องอัลตราไวโอเล็ตและวิซิเบิลสเปกโตรสโคปีชนิดลำแสงเดี่ยว และชนิดลำแสงคู่.....	22
2.18	หลักการ Bragg's law ของเครื่องมือ X-rays Diffractometer.....	22
2.19	ส่วนประกอบของกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด.....	24
2.20	แผนภาพแสดงสถานะของตัวอย่างภายในเครื่องตรวจวัดICP-MS.....	25
2.21	ภาพแสดงความสัมพันธ์ระหว่างระหว่างปริมาตร (cm ³ /g) และความดันสัมพัทธ์ (P/P ₀) ของ Adsorption Desorption Isotherm	27
2.22	กราฟแสดงการรูปแบบการการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์จาก Co K α ของ (a) แร้อิลเมไนต์ (b) ตะกอนแร่ที่ได้จากกระบวนการชะด้วยกรดไฮโดรคลอริกและ (c) ตะกอนแร่ที่ได้จากกระบวนการชะด้วยกรดไฮโดรคลอริกร่วมกับสารประกอบแคลเซียมคลอไรด์ (CaCl ₂).....	27
2.23	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของแร่อิลเมไนต์ และวัสดุประกอบไทเทเนียม (1) แร้อิลเมไนต์ (2) ผงแร่ที่ผ่านกระบวนการชะด้วยกรดซัลฟิวริกของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้ และ (3) วัสดุประกอบไทเทเนียม.....	28

สารบัญรูป(ต่อ)

รูปที่	หน้า
2.24	แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของแร่โอลิเมนไนต์ที่ผ่านกระบวนการปรับปรุงด้วยการบดละเอียดที่ความเร็วรอบ 300 รอบต่อนาทีที่เวลาต่างกัน..... 29
2.25	ปริมาณเหล็กที่สกัดออกจากแร่โอลิเมนไนต์ที่ใช้เวลาในการบดต่างกัน ที่ช่วงในการสกัดต่างกัน..... 30
2.26	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของแร่โอลิเมนไนต์ และแร่โอลิเมนไนต์ที่ผ่านกระบวนการออกซิไดซ์ที่เวลาต่างกัน ที่ผ่านกระบวนการชะด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก..... 31
2.27	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของ 1) แร่โอลิเมนไนต์ 2) แร่โอลิเมนไนต์ที่ผดละเอียด 2 ชั่วโมง 3) ตะกอนที่ได้จากการไฮโดรไรซิสจากสารละลายจากการชะ และ (b) ภาพ SEM ของตะกอนจากกระบวนการไฮโดรไรซิส..... 32
2.28	มุมสัมผัสของหยดสารละลายที่ต่างชนิดกัน บนฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ปรับสภาพด้วยกระบวนการพลาสมาที่ระยะเวลาแตกต่างกัน 33
2.29	ลักษณะฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์บนผิวกระเบื้องพอร์ซเลนที่เตรียมจากผงอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ภายใต้เงื่อนไขต่างๆ 34
3.1	แผนภาพแสดงขั้นตอนการสกัดไทเทเนียมไดออกไซด์จากแร่ธรรมชาติด้วยกระบวนการสกัดของแข็งของเหลวด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก..... 35
4.1	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก กับความเข้มข้นของเหล็กที่ถูกชะออกจากแร่โอลิเมนไนต์โดยกำหนดเงื่อนไข อุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยา คือ 80 องศาเซลเซียส และระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา 5 ชั่วโมง..... 41
4.2	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของแร่โอลิเมนไนต์ และแร่โอลิเมนไนต์ที่ผ่านกระบวนการชะด้วยเงื่อนไขความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริกที่ต่างกันคือ 3, 5, 7 และ 10 โมลาร์ ที่ระยะเวลาการทำปฏิกิริยา 5 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส..... 43
4.3	สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของสารละลายภายหลังกระบวนการชะ ที่เงื่อนไขความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 3 5 7 และ 10 โมลาร์ โดยอุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยา 80 องศาเซลเซียสเป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมง..... 44
4.4	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างระยะเวลาในการทำปฏิกิริยากับปริมาณของเหล็กที่ถูกชะออกจากแร่โอลิเมนไนต์โดยกำหนดเงื่อนไข ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 7 โมลาร์ ที่อุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยา คือ 80 องศาเซลเซียส 46
4.5	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของแร่โอลิเมนไนต์ และแร่โอลิเมนไนต์ที่ผ่านกระบวนการชะด้วยเงื่อนไขระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาที่ต่างกันคือ 3, 5, 7 และ 10 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส และใช้กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 7 โมลาร์ 47
4.6	สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของสารละลายภายหลังกระบวนการชะ ที่เงื่อนไขระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา 3 5 7 และ 10 ชั่วโมง โดยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 7 โมลาร์ ที่อุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยา 80 องศาเซลเซียส..... 48

เอกสารนี้เป็นเอกสารสงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป(ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.7	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยากับปริมาณของเหล็กที่ถูกชะออกจากแร่โอลิเมนไนต์โดยกำหนดเงื่อนไข ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 7 โมลาร์ เป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมง..... 49
4.8	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของแร่โอลิเมนไนต์ และแร่โอลิเมนไนต์ที่ผ่านกระบวนการชะด้วยเงื่อนไขอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่ต่างกันคือ 70, 80 และ 90 องศาเซลเซียส ที่ระยะเวลาการทำปฏิกิริยา 5 ชั่วโมง โดยใช้กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 7 โมลาร์..... 50
4.9	สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของสารละลายภายหลังกระบวนการชะ ที่เงื่อนไขอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 70 80 และ 90 องศาเซลเซียส โดยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 7 โมลาร์ ที่อุณหภูมิขณะทำเป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมง..... 51
4.10	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของ (a) แร่โอลิเมนไนต์ที่บดละเอียดด้วยเครื่องบดด้วยลูกบอลพลังงานสูง และ (b) แร่โอลิเมนไนต์ที่ผ่านกระบวนการชะด้วยเงื่อนไขที่เหมาะสม 52
4.11	สเปกตรัมพลังงานธาตุเคมืองค์ประกอบของ (a) แร่โอลิเมนไนต์ และ (b) แร่โอลิเมนไนต์ที่ผ่านกระบวนการชะภายใต้เงื่อนไขที่เหมาะสมคือ ใช้สารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 7 โมลาร์ ที่อุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยา 80 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมง..... 54
4.12	กราฟแสดงปริมาณเหล็ก (Fe) และ ไทเทเนียม (Ti) ที่ถูกชะจากแร่ลูโคซีน (Leucoxene ore) ภายใต้เงื่อนไข ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก ที่ความเข้มข้น 3, 5, 7 และ 10 โมลาร์ ที่อุณหภูมิการทำปฏิกิริยา 80°C เป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมง..... 55
4.13	สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของสารละลายภายหลังกระบวนการชะแร่ลูโคซีน ที่เงื่อนไขความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 3 5 7 และ 10 โมลาร์ โดยอุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยา 80 องศาเซลเซียสเป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมง..... 57
4.14	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของอนุภาคที่เตรียมจากแร่ลูโคซีน ที่ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 3 5 7 และ 10 โมลาร์ ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมง..... 58
4.15	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของ (a) แร่ลูโคซีนที่บดละเอียดด้วยเครื่องบดด้วยลูกบอลพลังงานสูง และ (b) แร่ลูโคซีนที่ผ่านกระบวนการชะด้วยเงื่อนไขที่เหมาะสม)..... 60
4.16	สเปกตรัมพลังงานธาตุองค์ประกอบ (a) แร่ลูโคซีน และ (b) แร่ลูโคซีนที่ผ่านกระบวนการชะภายใต้เงื่อนไขที่เหมาะสมคือ ใช้สารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 7 โมลาร์ ที่อุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยา 80 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมง..... 61
4.17	สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของแร่โอลิเมนไนต์, แร่โอลิเมนไนต์ที่ผ่านกระบวนการชะ, แร่ลูโคซีน และแร่ลูโคซีนที่ผ่านกระบวนการชะคือ ใช้สารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 7 โมลาร์ ที่อุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยา 80 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมง..... 62

สารบัญรูป(ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.18	กราฟแสดงการคำนวณหาค่าแถบพลังงานต้องห้ามด้วยวิธี Tauc plot ของ (a) แร่ลูโคซีนที่ผ่านกระบวนการชะ และ (b) ไทเทเนียมไดออกไซด์ (P25)..... 63
4.19	กราฟแสดงอัตราการย่อยของสีย้อมอินทรีย์โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงในช่วงที่ตามองเห็น ... 62
4.20	กราฟแสดงความสัมพันธ์ของปริมาตร และความดันสัมพัทธ์ของอนุภาค เปรียบเทียบระหว่างอนุภาคที่เตรียมจากแร่โอลิเมไนต์ และแร่ลูโคซีน 66
4.21	สเปกตรัมการสะท้อนของกระเบื้องดินเผาที่เคลือบด้วยอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สกัดจากแร่ธรรมชาติโดยเปรียบเทียบชนิดของตัวประสานคือ พอลิเอทิลีนไกลคอล (PEG) และพอลิไวนิลไพร์โรโดน (PVP)..... 67
4.22	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของ (a) ชั้นกระเบื้องที่ไม่ถูกเคลือบ และกระเบื้องที่ถูกเคลือบด้วยไทเทเนียมไดออกไซด์จากแร่ลูโคซีนโดยตัวประสานเป็น (b) พอลิเอทิลีนไกลคอล และ (c) พอลิไวนิลไพร์โรโดน..... 68
4.23	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของกระเบื้องดินเผาที่ไม่เคลือบอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สกัดจากแร่ธรรมชาติที่กำลังขยาย (a) 1.0K และ (b) 15.0K..... 70
4.24	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของกระเบื้องดินเผาที่เคลือบอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สกัดจากแร่ธรรมชาติโดยใช้พอลิเอทิลีนไกลคอล เป็นตัวประสานที่กำลังขยาย (a) 1.0K และ (b) 15.0K..... 71
4.25	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของกระเบื้องดินเผาที่เคลือบอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สกัดจากแร่ธรรมชาติโดยใช้พอลิไวนิลไพร์โรโดน เป็นตัวประสานที่กำลังขยาย (a) 1.0K และ (b) 10.0K 72
4.26	อัตราการย่อยสลายสีย้อมอินทรีย์เมื่อผ่านการบวนการย่อยสลายโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงบนชั้นกระเบื้องดินเผา โดยใช้ PEG เป็นตัวประสาน..... 74
4.27	ประสิทธิภาพในใช้ซ้ำของชั้นกระเบื้องดินเผาที่เคลือบด้วยอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยศึกษาโดยกระบวนการเกิดปฏิกิริยาในการย่อยสลายสีย้อมอินทรีย์ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต..... 76
4.28	การวัดมุมสัมผัสของหยดน้ำเพื่อทดสอบสมบัติความไม่ชอบน้ำของผิวกระเบื้อง (a) ไม่มีกระบวนการเคลือบ (b) ผิวกระเบื้องที่ถูกเคลือบด้วยพอลิเอทิลีนไกลคอล (c) ผิวกระเบื้องที่ถูกเคลือบด้วยอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์โดยใช้พอลิเอทิลีนไกลคอลเป็นตัวประสาน (d) ผิวกระเบื้องที่ถูกเคลือบด้วยพอลิไวนิลไพร์โรโดน และ (e) ผิวกระเบื้องที่ถูกเคลือบด้วยอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์โดยใช้พอลิไวนิลไพร์โรโดนเป็นตัวประสาน..... 75

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 4.1 ตารางองค์ประกอบทางเคมีของแร่โอลิเมไนต์ และแร่โอลิเมไนต์ที่ผ่านกระบวนการชะ.....	53
ตารางที่ 4.2 ตารางองค์ประกอบทางเคมีของแร่ลูโคซีน และแร่ลูโคซีนที่ผ่านกระบวนการชะ.....	61
ตารางที่ 4.3 ปริมาณพื้นที่ผิว (surface area) ของอนุภาคที่เตรียมได้จากแร่โอลิเมไนต์ และแร่ลูโคซีน	65
ตารางที่ 4.4 องค์ประกอบทางเคมีของกระเบื้องดินเผาที่เคลือบด้วยอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สกัดจากธรรมชาติ โดยใช้ตัวประสานที่แตกต่างกันที่แตกต่างกัน.....	73
ตารางที่ 4.4 ตารางแสดงค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำบนพื้นผิวกระเบื้องดินเผาที่เงื่อนไขต่างๆ.....	76



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญ

ในปัจจุบันนาโนเทคโนโลยีได้เข้ามามีบทบาทในชีวิตประจำวันเพิ่มมากขึ้นในด้านการพัฒนาเทคโนโลยีเพื่อเป็นการตอบสนองตามความต้องการของมนุษย์โดยมีการนำวัสดุนาโนต่าง ๆ มาประยุกต์ใช้ในการเคลือบลงบนอุปกรณ์เครื่องใช้ต่างๆ เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพของเครื่องมือนั้น และไทเทเนียมไดออกไซด์ได้เป็นวัสดุนาโนชนิดแรกๆ ที่ถูกนำมาประยุกต์ใช้เพื่อเป็นการเพิ่มประสิทธิภาพของชิ้นงาน เนื่องจากสมบัติเด่นของไทเทเนียมไดออกไซด์มากมาย เช่น ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง (Photocatalyst) การยับยั้งแบคทีเรีย (Anti-bacteria) และการทำความสะอาดตัวเอง (Self-cleaning) เป็นต้น ทำให้ไทเทเนียมไดออกไซด์ถูกนำไปประยุกต์ใช้ทั้งทางด้านอุตสาหกรรมสิ่งทอ ด้านการแพทย์ และด้านพลังงานทดแทน เป็นต้น นอกจากการประยุกต์นำไทเทเนียมไดออกไซด์ไปใช้ในอุตสาหกรรมข้างต้นแล้ว ยังมีการนำไทเทเนียมไดออกไซด์ไปประยุกต์ใช้ในกระบวนการเคลือบกระเบื้องดินเผา เพื่อเป็นการปรับปรุงคุณภาพของกระเบื้องเคลือบดินเผา โดยงานวิจัยนี้จะเป็นการวิจัยเกี่ยวกับการปรับปรุงประสิทธิภาพของไทเทเนียมไดออกไซด์จากแร่ธรรมชาติเพื่อใช้เป็นวัสดุในการเคลือบกระเบื้องดินเผา เพื่อให้กระเบื้องดินเผาที่มีสมบัติที่ดีมากขึ้นสำหรับงานวิจัยนี้จะเป็นการเพิ่มประสิทธิภาพของไทเทเนียมไดออกไซด์ให้มีความคงทนในสภาวะที่อุณหภูมิสูงโดยอาศัยสมบัติเด่นของโครงสร้างรูไทล์ (Rutile) ซึ่งเป็นโครงสร้างหนึ่งของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีสมบัติคงทนในสภาวะที่อุณหภูมิสูง แต่ยังคงมีสมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงที่ดีของไทเทเนียมไดออกไซด์ อาศัยการนำไทเทเนียมไดออกไซด์ทั้งสองโครงสร้างนี้มาทำเป็นวัสดุผสม เพื่อหาอัตราส่วนที่เหมาะสมที่ทำให้วัสดุประกอบของไทเทเนียมไดออกไซด์มีสมบัติเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดีในสภาวะที่อุณหภูมิสูงๆ

ไทเทเนียมไดออกไซด์ (Titanium dioxide : TiO_2) หรือ ไททาเนีย (Titania) เป็นสารประกอบออกไซด์ของโลหะ โดยปกติสามารถพบไทเทเนียมไดออกไซด์ในธรรมชาติได้น้อย แต่จะพบในรูปของแร่ เช่น ilmenite และ leucocene โดยไทเทเนียมไดออกไซด์จะมีลักษณะโครงสร้างพื้นฐาน 3 รูปแบบ ได้แก่ อนาเทส (Anatase) รูไทล์ (Rutile) และบรูคไคท์ (Brookite) โดยไทเทเนียมไดออกไซด์แต่ละโครงสร้างก็จะมีลักษณะทางกายภาพ และสมบัติที่แตกต่างกันไป โดยจะมีโครงสร้างที่สำคัญคือ อนาเทส (Anatase) และรูไทล์ (Rutile)

ในธรรมชาติเราสามารถพบไทเทเนียมไดออกไซด์ในรูปของแร่ธรรมชาติ เช่น อิลเมไนต์ (ilmenite) และ ลูโคซีน (leucocene) ซึ่งการที่จะนำไทเทเนียมไดออกไซด์ออกมาใช้ นิยมนำมาสกัดนำธาตุปนเปื้อนอื่นๆ ออกจากแร่ โดยแร่อิลเมไนต์มีประกอบด้วยไทเทเนียมไดออกไซด์ 40-65% ซึ่งปริมาณไทเทเนียมไดออกไซด์ขึ้นอยู่กับแต่ละภูมิภาคที่พบแร่นั้น และยังประกอบด้วยเหล็ก ซึ่งเป็นโลหะเจือปนกับไทเทเนียมไดออกไซด์ในแร่ลูโคซิลเมไนต์ ซึ่งมีสูตรเคมีคือ $FeO \cdot TiO_2$ หรือ $FeTiO_3$ และแร่ลูโคซีน (Leucocene) เป็นแร่ที่เกิดจากการเปลี่ยนแปลงของ แร่อิลเม

ไนต์ ซึ่งมีไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นส่วนประกอบมากกว่า 65% โดยมีสูตรทางเคมีคือ $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot n\text{TiO}_2$ และสามารถพบปะปนอยู่กับแร่ธาตุอื่นๆในชั้นหินหรือชั้นทราย ขึ้นอยู่กับแต่ละพื้นที่ที่ขุดพบในกระบวนการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์จากแร่ธรรมชาติอิลเมไนต์ นิยมใช้กระบวนการเชิงกลในการสังเคราะห์เนื่องจากเป็นกระบวนการที่ง่ายและสามารถสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ในปริมาณที่มาก และเป็นวิธีการที่ไม่ซับซ้อนโดยกระบวนการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์มีกระบวนการภาพที่ 4

ในกระบวนการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์จากแร่ธรรมชาติอิลเมไนต์เริ่มต้นโดยการนำแร่ธรรมชาติอิลเมไนต์ มาเข้ากระบวนการบด(ball milling) เพื่อเป็นการลดขนาดของแร่อิลเมไนต์ จากนั้นจึงนำมาผ่านกระบวนการชะ (Leaching) ด้วยสารละลายกรดเข้มข้นเพื่อนำโลหะที่ปนเปื้อนออกจากแร่อิลเมไนต์ และนำไปเผาผืนที่อุณหภูมิต่างๆเพื่อนำธาตุเจือปนออก และเปลี่ยนโครงสร้างให้เป็นไทเทเนียมไดออกไซด์ให้เป็นตามที่โครงสร้างอนาเทส และรูโพล์ที่เราต้องการซึ่งเป็นการปรับปรุงประสิทธิภาพของลูโคซีนสำหรับเป็นวัสดุเคลือบลงบนผิวกระเบื้องดินเผา

การประยุกต์ใช้อุณหภูมิไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สกัดจากแร่ธรรมชาติเป็นวัสดุเคลือบลงบนกระเบื้องดินเผานั้น เป็นการเพิ่มประสิทธิภาพให้กับวัสดุชิ้นงานกระเบื้องดินเผา โดยการเคลือบจะทำการผสมอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์จากแร่ธรรมชาติ มาผสมกับตัวประสาน (binder) ในอัตราส่วนที่เหมาะสมแล้วนำไปเคลือบลงบนชิ้นกระเบื้องดินเผา โดยอาศัยกระบวนการจุ่มเคลือบ เป็นวิธีในการเคลือบชิ้นงาน สำหรับการวิเคราะห์ชิ้นงานกระเบื้องดินเผาจะทำการนำมาทดสอบโดยจะทดสอบสมบัติความชอบน้ำ (hydrophilic) และความไม่ชอบน้ำ (hydrophobic) โดยจะทดสอบด้วยวิธีการวัดมุมสัมผัส (contact angle) ระหว่างพื้นผิวกระเบื้องที่เคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์ กับผิวของหยดน้ำบนชิ้นงาน

1.2 วัตถุประสงค์งานวิจัย

1. ศึกษากระบวนการสังเคราะห์อนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์จากแร่ธรรมชาติ ด้วยวิธีการสกัดของแข็งของเหลว หรือการชะ
2. ศึกษาปัจจัยที่ส่งผลต่อกระบวนการเตรียมไทเทเนียมไดออกไซด์จากแร่ธรรมชาติด้วยกระบวนการสกัดของแข็งของเหลว เช่น ความเข้มข้นของสารละลายที่ใช้ในการสกัด, อุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยาการชะ และ ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา
3. ศึกษาสมบัติของอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สกัดจากแร่ธรรมชาติด้วยกระบวนการสกัดของแข็งของเหลวร่วมกับกระบวนการบดพลังงานสูงด้วยลูกบอล
4. ศึกษากระบวนการเคลือบอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ลงบนกระเบื้องดินเผาungหลังคั่วด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ
5. ศึกษาสมบัติที่เพิ่มขึ้นของพื้นผิวชิ้นงานกระเบื้องดินเผาungหลังคั่วที่ถูกเคลือบด้วยอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสกัดจากแร่ธรรมชาติ

1.3 ขอบเขตการวิจัย

1. เตรียมอนุภาคนาโนที่มีไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นองค์ประกอบจากแร่โอลิเมนไนต์ และแร่ลูโคซีนโดยกระบวนการสกัดของแข็งของเหลว
2. วิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของอนุภาคนาโนที่มีไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นองค์ประกอบที่สกัดได้จากแร่ธรรมชาติ เช่น ลักษณะสัณฐาน, ความเป็นผลึก และสมบัติทางแสง เป็นต้น
3. การวิเคราะห์หาปริมาณเหล็ก และไทเทเนียมในสารละลายที่ถูกสกัดออกมาจากผงแร่ธรรมชาติด้วยเทคนิค Inductively Couple Plasma Mass Spectrometer (ICP-MS)
4. วิเคราะห์สมบัติทางผลึกของลูโคซีนที่สกัดจากแร่ธรรมชาติด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-Rays Diffraction spectroscopy: XRD)
5. วิเคราะห์หาปริมาณธาตุในแร่ธรรมชาติ และไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สกัดจากแร่ธรรมชาติด้วยเทคนิค Energy Dispersive X-Rays spectrometer (EDX)
6. เคลือบอนุภาคนาโนที่มีไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการเตรียม ลงบนผิวกระบืออิงดินเผาด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ
7. วิเคราะห์สมบัติต่างของกระบืออิงดินเผาที่เคลือบด้วยอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากกระบวนการจุ่มเคลือบ เช่น สมบัติทางแสง สมบัติทางผลึก ลักษณะสัณฐาน และธาตุองค์ประกอบ เป็นต้น
8. วิเคราะห์สมบัติความชอบน้ำของพื้นผิวกระบืออิงที่เคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สกัดจากแร่ธรรมชาติด้วยเทคนิคการวัดมุมสัมผัสของหยดน้ำ (Contact angle measurement)
9. วิเคราะห์สมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาของไทเทเนียมไดออกไซด์แบบผง และแบบที่เคลือบลงบนชิ้นกระบืออิงดินเผาungหลังคาด้วยวิธีการศึกษาการย่อยสลายสีย้อมอินทรีย์ภายใต้แสง

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. มีความรู้และทักษะเกี่ยวกับกระบวนการเตรียมวัสดุอนุภาคนาโนที่มีไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นองค์ประกอบจากแร่โอลิเมนไนต์และแร่ลูโคซีน
2. มีความรู้ความเข้าใจเกี่ยวกับกระบวนการชะด้วยสารประกอบคลอไรด์ ในกระบวนการเตรียมวัสดุอนุภาคนาโนที่มีไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นองค์ประกอบ จากโอลิเมนไนต์ และแร่ลูโคซีน
3. มีทักษะการวิเคราะห์สมบัติต่างของอนุภาคที่เตรียมได้จากแร่ธรรมชาติ เช่น โครงสร้างผลึก ลักษณะสัณฐาน องค์ประกอบเคมี และสมบัติทางแสง เป็นต้น
4. มีทักษะในกระบวนการจุ่มเคลือบของอนุภาคนาโนที่เตรียมจากแร่ธรรมชาติ ลงบนผิวกระบืออิงดินเผา
5. มีทักษะในการวิเคราะห์สมบัติความชอบน้ำของพื้นผิวกระบืออิงที่เคลือบไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สกัดจากแร่ธรรมชาติด้วยเทคนิคการวัดมุมสัมผัสของหยดน้ำ (Contact angle measurement)
6. มีทักษะการวิเคราะห์สมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาของอนุภาคนาโนที่มีไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นองค์ประกอบแบบผง และที่เคลือบลงบนชิ้นกระบืออิงดินเผาด้วยวิธีการศึกษาการย่อยสลายสีย้อมอินทรีย์ภายใต้การฉายแสง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

2.1 วัสดุไทเทเนียมไดออกไซด์

ไทเทเนียมไดออกไซด์ มีสูตรทางเคมีคือ TiO_2 เป็นสารประกอบโลหะออกไซด์ หรือเป็นสารประกอบกึ่งโลหะที่เกิดจากการทำปฏิกิริยาระหว่างโลหะไทเทเนียม (Ti) ซึ่งเป็นโลหะทรานซิชันกับออกซิเจน (O) พบได้ในธรรมชาติตามชั้นที่ทับถมกันในรูปของแร่ที่กระจายอยู่ทั่วไปในเปลือกโลกและธรณีภาค ส่วนใหญ่จะเป็นรูไทล์และอิลเมนไนต์ และยังพบในสิ่งมีชีวิตเกือบทุกชนิด หิน แหล่งน้ำ และดิน ไทเทเนียมไดออกไซด์ถูกนำมาประยุกต์อย่างกว้างขวาง เช่น ใช้เป็นเม็ดสีขาวของอุตสาหกรรมสีทาบ้าน เป็นสารเคลือบบังกันแบคทีเรียในอุตสาหกรรมสิ่งทอ, ใช้เป็นสารฉีดยาเพื่อป้องกันโรคในภาคการเกษตร หรือใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาแบบใช้แสงในด้านต่างๆ ในอุตสาหกรรมสิ่งแวดล้อม เป็นต้น

2.1.1 สมบัติของไทเทเนียมไดออกไซด์

1) สมบัติทางกายภาพและเคมี

ไทเทเนียมไดออกไซด์มีสูตรโมเลกุลคือ TiO_2 โดยทั่วไปจะพบเป็นลักษณะของแข็งสีขาว มีน้ำหนักโมเลกุล 79.87 กรัมต่อโมล และมีความหนาแน่นเท่ากับ 4.23 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ส่วนในคุณสมบัติด้านอุณหภูมิไทเทเนียมไดออกไซด์จะมีจุดหลอมเหลวที่ 1870 องศาเซลเซียส และมีจุดเดือด 2927 องศาเซลเซียส และสมบัติทางเคมีของไทเทเนียมไดออกไซด์คือไม่สามารถละลายน้ำได้ไม่มีความเป็นพิษ ไม่ลุกติดไฟ และสามารถทนต่อความเป็นกรดต่างได้ดี

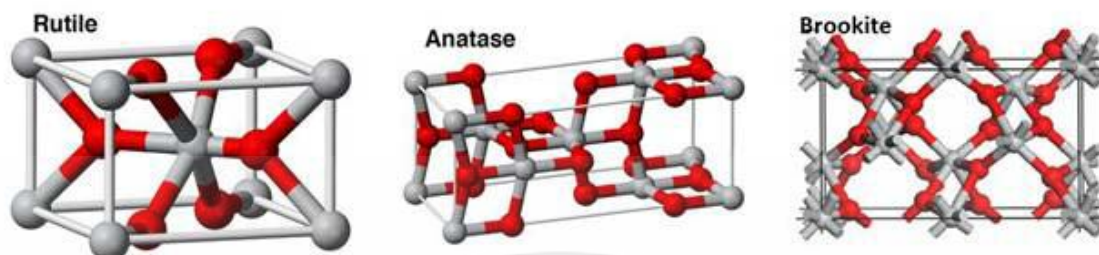
2) สมบัติทางแสง

ไทเทเนียมไดออกไซด์มีลักษณะทึบแสง มีความสามารถในการดูดกลืนแสงช่วงยูวีได้ดี เนื่องจากมีค่าดัชนีหักเหของแสงสูงทำให้ไม่เกิดการทะลุผ่านของแสง อีกทั้งยังมีคุณสมบัติเป็นสารกึ่งตัวนำ มีค่าของแถบพลังงานต้องห้ามเท่ากับ 3.2 อิเล็กตรอนโวลต์

2.1.2 โครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์

ไทเทเนียมไดออกไซด์มีโครงสร้างผลึกที่แตกต่างกัน 3 รูปแบบ คือ อนุาเทส รูไทล์ และบรูคไคต์ แสดงดังรูปที่ 2.1 โครงสร้างผลึกแบบอนุาเทสและรูไทล์มีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอล (Tetragonal) ส่วนบรูคไคต์มีโครงสร้างแบบออร์โธโรมบิก (Orthorombic) ทุกโครงสร้างประกอบขึ้นจากหน่วยพื้นฐานรูปทรงแปดหน้า (Octahedron) คืออะตอมลูโคซินหนึ่งอะตอมจะถูกล้อมรอบด้วยอะตอมออกซิเจนหกอะตอม แต่ละรูปแบบโครงสร้างขึ้นอยู่กับการบิดเบี้ยวของการจัดเรียงรูปทรงแปดหน้าบริเวณขอบมุม และหน้า ปกติจะพบไทเทเนียมไดออกไซด์ในโครงสร้างผลึกแบบอนุาเทสและรูไทล์ โดยโครงสร้างผลึกแบบอนุาเทสสามารถเปลี่ยนเป็นโครงสร้างผลึกแบบรูไทล์ได้ที่อุณหภูมิสูง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.1 โครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์ [1]

2.1.3 ประโยชน์ของไทเทเนียมไดออกไซด์

1) ใช้สำหรับสารให้สี

อุตสาหกรรมสีที่เกี่ยวข้อง มักใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นส่วนผสมของสีทาบ้าน ด้วยคุณสมบัติให้สารสีขาว สามารถดูดกลืน และหักเหช่วงแสงที่ตามนุษย์มองเห็นได้สูง ขนาดอนุภาคเล็ก มีความยืดหยุ่นสูงทำให้ปกปิดรอยร้าว รอยตำหนิได้ดี และทนต่อสภาพความเป็นกรด-ด่าง ทนต่อแสงและความร้อน รวมถึงใช้เป็นส่วนผสมของสีสำหรับงานพิมพ์ งานศิลปะ เนื่องจากมีสมบัติให้สีขาวสว่าง

2) ใช้เป็นสารเคลือบผลิตภัณฑ์

มักใช้เป็นสารเคลือบในอุตสาหกรรมต่างๆ อาทิ อุตสาหกรรมพลาสติก อุตสาหกรรมแก้ว กระจก อุตสาหกรรมผลิตกระเบื้อง การผลิตสุญญากาศ การผลิตเซรามิก อุตสาหกรรมโลหะสำหรับการเคลือบผิวโลหะ อุตสาหกรรมกระดาษสำหรับการเคลือบกระดาษเพื่อลดการทะลุผ่านของแสง ด้วยคุณสมบัติที่สามารถยึดเกาะ และเคลือบติดผิวได้ง่าย มีความทนทานต่อการกัดกร่อน

3) เป็นสารกึ่งตัวนำผลิตกระแสไฟฟ้า

การผลิตเซลล์แสงอาทิตย์นิยมใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นส่วนประกอบ ทาหน้าที่เปลี่ยนพลังงานแสงอาทิตย์เป็นพลังงานไฟฟ้า

4) ใช้ในอุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์

อุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์ที่เกี่ยวข้องกับวงจรไฟฟ้ามักใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นตัวเก็บประจุไฟฟ้า ด้วยคุณสมบัติมีค่าคงที่ทางไฟฟ้า และค่าความต้านทานไฟฟ้าสูง

5) ใช้เป็นส่วนผสมในเครื่องสำอาง

เครื่องสำอางบางยี่ห้อมีการใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นส่วนผสมสำหรับทาหน้าที่ให้ผิวงละเอียดสีขาว มีคุณสมบัติทึบแสง สามารถสะท้อน และหักเหแสงได้สูง และสะท้อนรังสียูวีได้ดี ไม่เป็นอันตรายต่อผิว ผลิตภัณฑ์ที่พบใช้เป็นส่วนผสมมาก ได้แก่ ครีมบำรุงผิว ครีมกันแดด แป้งผสมรองพื้น เป็นต้น

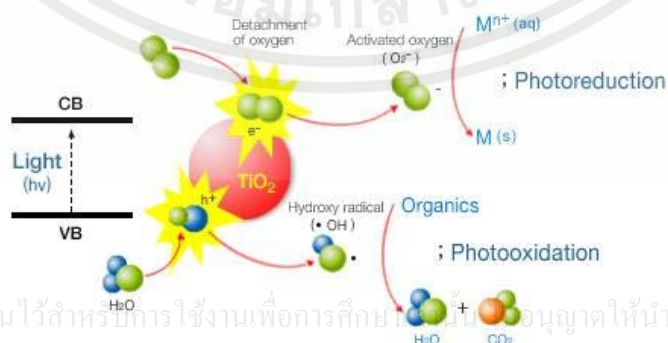
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

6) ใช้ในด้านการบำบัดมลพิษ

ใช้เป็นสารดูดซับ โดยใช้งานในด้านการบำบัดมลพิษทางอากาศ และมลพิษทางน้ำ ทำหน้าที่เป็นสารตัวดูดซับมลพิษ ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาสังเคราะห์แสงไทเทเนียมไดออกไซด์เมื่อได้รับแสงและความร้อน จะแตกตัวให้สาร และรังสีที่มีสมบัติหลายประการที่สามารถกำจัดของเสียหรือมลพิษในน้ำ และอากาศ รวมถึงการกำจัด และต้านเชื้อจุลินทรีย์

2.2 สมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง (Photocatalytic property)

ไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นวัสดุชนิดหนึ่งที่มีสมบัติเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงสำหรับกระบวนการย่อยสลายสารอินทรีย์ และสารอนินทรีย์ที่มีพิษอันตรายต่อสิ่งมีชีวิตที่สามารถพบเจอได้ทั้งในน้ำและในอากาศ โดยทั่วไปนั้นแสงที่จะสามารถนำมาใช้ในการกระตุ้นให้วัสดุตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงนั้นจะขึ้นอยู่กับแถบพลังงานช่องว่างของแต่ละสาร สำหรับไทเทเนียมไดออกไซด์นั้น ช่วงแสงที่ให้พลังงานที่เหมาะสมคือช่วงแสงอัลตราไวโอเล็ต หลังการของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยนั้น เมื่อได้รับพลังงานจากแสงที่เหมาะสม อิเล็กตรอนภายในวัสดุในชั้นนอกสุดของวงอิเล็กตรอน (valence band) ถูกกระตุ้นไปยังชั้นนำไฟฟ้า (conduction band) ของวัสดุ ทำให้เกิดคู่อิเล็กตรอนโฮล (electron-hole pair) และคู่อิเล็กตรอนโฮลนั้นจะเคลื่อนที่ไปยังพื้นผิวของวัสดุ จากนั้นเมื่อคู่อิเล็กตรอนโฮลนั้นเกิดอันตรกิริยากับ น้ำ หรือ ออกซิเจน ในตัวกลางหรืออากาศ อิเล็กตรอนจะทำปฏิกิริยากับน้ำ ทำให้เกิดไฮดรอกซิลอิสระ ($\cdot\text{OH}$) และโฮลก็จะทำปฏิกิริยากับออกซิเจนในอากาศ ทำให้เกิดซูเปอร์ออกซิเจน ($\cdot\text{O}_2^-$) โดยประจุอิสระเหล่านี้ ทั้งไฮดรอกซิลอิสระ และซูเปอร์ออกซิเจนจะไปทำปฏิกิริยากับสารอินทรีย์ และสารอนินทรีย์ที่มีพิษ โดยประจุอิสระทั้งสองจะทำการย่อยสลายพันธะของสารอินทรีย์โมเลกุลใหญ่เป็นสารอินทรีย์ที่มีขนาดเล็กลงเรื่อยๆ เป็นสารอินทรีย์ที่มีขนาดเล็กๆ โครงสร้างง่ายๆ และมีความเป็นพิษน้อยลง โดยสมการการเกิดประจุอิสระทั้งสองชนิดแสดงดังสมการที่ (2.1) – (2.5) และรูปที่ 2.2 แสดงกลไกการเกิดประจุอิสระวัสดุตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงได้รับพลังงานแสง



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดก็ตาม ลี้น อีจ้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหามและดั่งอ้างถึงถึงตัวของเอกสารทครั้งทีศึกษาไปใช้

รูปที่ 2.2 กลไกการเกิดประจุอิสระของวัสดุตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงไทเทเนียมไดออกไซด์ [2]

2.3. แร่ธรรมชาติที่มีลูโคซีนเป็นองค์ประกอบ

ในธรรมชาตินั้นเราจะพบแร่ไทเทเนียมไดออกไซด์อยู่ในรูปของแร่ธรรมชาติได้หลายหลายรูปแบบ โดยสามารถจำแนกได้ตามองค์ประกอบของแร่ ได้แก่ แร่รูไทล์ แร่ลูโคซีน และแร่อิลเมไนต์ โดยจะจำแนกตามปริมาณไทเทเนียมที่เป็นองค์ประกอบภายในแร่ดังนี้

2.3.1 แร่อิลเมไนต์ (ilmenite ore) [3]

ชื่อแร่ อิลเมไนต์ มาจากชื่อภูเขาอิลแมน (Ilmen) ในรัสเซีย ไซติไลท์ มาจากชื่อของ Sir Archibald Geiku เป็นนักธรณีชาวอังกฤษ ไพโรไฟไนท์ มาจากภาษากรีกว่า Pyro หมายถึง fire และ Phane หมายถึง appear เป็นแร่ที่ปรากฏเป็นสีแดง รวากับไฟ

- คุณสมบัติทางกายภาพ รูปผลึกระบบเฮกซะโกนอล (Hexagonal) ผลึกมักจะเป็นแผ่นหนาหรือเป็นชั้น ผลึกมักจะไม่ค่อยแตกหักง่ายกับแร่เฮมาไทท์ อาจพบเป็นแผ่นบางๆ ซ้อนกัน ปกติจะมีเนื้อสมานแน่นหรือเป็นมวลเมล็ดเท่าเม็ดทราย ความแข็ง 5.5 - 6 ค่าความถ่วงจำเพาะ 4.7 ความวาวคล้ายโลหะ หรือกึ่งโลหะ สีดำแบบเหล็ก สีผงละเอียดดำ หรือสีน้ำตาลแดง อาจจะมีคุณสมบัติแม่เหล็กได้สูง โดยไม่ต้องเผาให้ร้อน เนื้ออับแสง (Opaque)

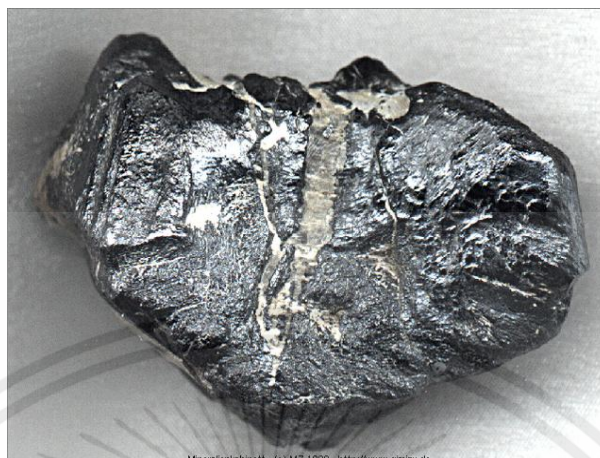
- คุณสมบัติทางเคมี สูตรเคมี $FeTiO_3$ มี Fe 36.8%, Ti 31.6% และ O 31.6% อัตราส่วนระหว่างลูโคซีนกับเหล็กแปรเปลี่ยนได้มาก ถ้ามีเหล็กออกไซด์มากไป อาจจะเป็นเพราะมีแร่เฮมาไทท์เป็นมลทินหรือสารเจือปน หรืออาจจะมรแร่ธาตุอื่นๆ เช่น แมกเนเซียม หรือแมงกานีส เป็นสารเจือปนที่อาจพบในแร่อิลเมไนต์ เนื่องจากสามารถแทนที่เหล็ก ในแร่นี้ได้

- ลักษณะเด่น และวิธีตรวจ มักพบเป็นผลึกแบนๆมาก และบางครั้งอาจเห็นหกเหลี่ยมได้ อิลเมไนต์ ต่างจาก เฮมาไทท์ตรงสีผงละเอียด และต่างจากแมกเนไทท์ (Magnetite) ตรงที่มีคุณสมบัติแม่เหล็กอ่อนกว่า แต่ในกรณี ที่มีแมกเนไทท์เกิดซ้อนอยู่ด้วย ก็จำเป็นต้องตรวจดูคุณสมบัติทางเคมี โดยละลายผงป่นในกรดเกลือ แล้วใส่ดีบุก จะได้ตะกอนสีม่วง แร่อิลเมไนต์ไม่หลอมตัว ถ้าเผาจะมีคุณสมบัติเป็นแม่เหล็ก

- การกำเนิด เกิดเป็นตัวเคลือบในลักษณะเป็นชั้น หรือรูปลอนซ์ ในหินไนส์ และหินแปรชนิดผลึกอื่น ๆ ได้พบในสายแร่ หรือมวลสารที่เป็นผลการแยกตัว ของหินหนืด มีส่วนสัมพันธ์กับแมกเนไทท์ และเป็นแร่ไม่สำคัญ ในหินอัคนี ปนอยู่ในทรายร่วมกับแมกเนไทท์ รูไทล์ เซอร์คอน และโมนาไซต์ พบเสมอในแหล่งแร่ดีบุก

- แหล่งที่พบในประเทศไทย ขนาดเล็กเท่าเม็ดทรายพบในแหล่งดีบุกทั่ว ๆ ไป เช่น ที่ จ. กาญจนบุรี สีคล้ายดีบุก จนทำให้เข้าใจผิดกันมาก พวกเขาเหมือนแร่ดีบุก มักเรียกว่าซีแร่ (อามัง) ชนิดที่เป็นแผ่นบาง ๆ ซ้อน ๆ กันพบในแหล่งพลอยที่จันทบุรีและตราด

ประโยชน์ เป็นวัสดุตั้งต้นในการผลิตลูโคซีน และสารประกอบลูโคซีนออกไซด์ ซึ่งไทเทเนียมไดออกไซด์นำมาใช้เป็นแม่สีเป็นจำนวนมาก แทนแม่สีเก่า ซึ่งเป็นสารประกอบตะกั่ว เนื่องจากมีคุณสมบัติพิเศษ สามารถเป็นวัตถุดิบในการสร้างเครื่องบิน ทั้งส่วนที่เป็นโครงสร้าง และเครื่องยนต์ อิลเมไนต์ไม่สามารถใช้เหมือนสินแร่เหล็กได้ เพราะถลุงยาก แต่ของผสมอิลเมไนต์แมกเนไทท์ และอิลเมไนต์-เฮมาไทท์นำมาแยกก็จะได้ทั้งลูโคซีน และเหล็ก [4]



รูปที่ 2.3 แสดงลักษณะก้อนแร่โอลิเมไนต์ [3]

2.3.2 แร่ลูโคซีน (Leucoxene ore)

แร่ลูโคซีนเป็นแร่ธรรมชาติที่ธาตุองค์ประกอบหลักคือ ไทเทเนียม (Ti), เหล็ก (Fe) ออกซิเจน (O) และธาตุเจือปนอื่นๆ เช่น ซิลิกอน และ เซอร์โคเนีย เป็นต้น แร่ลูโคซีนเป็นแร่ที่เกิดจากการเปลี่ยนแปลงของแร่โอลิเมไนต์ ซึ่งมีไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นส่วนประกอบมากกว่า 65% โดยมีสูตรทางเคมีคือ $Fe_2O_3 \cdot nTiO_2$ ซึ่งแร่ลูโคซีนมักจะพบปะปนอยู่ในแร่อื่นๆ ซึ่งในประเทศไทยสามารถพบได้บนลานแร่ดิบๆ ในจังหวัดประจวบคีรีขันธ์ และภูเก็ต เป็นต้น ส่วนในต่างประเทศนั้นจะพบตามแหล่งขุดฝังทางตอนเหนือของรัฐนิวเซาท์เวลส์ และรัฐควีนแลนด์ในประเทศออสเตรเลียซึ่งเป็นแหล่งที่พบแร่ชนิดนี้มากที่สุด รองลงมาจะพบในรัฐเวอร์จิเนีย ของสหรัฐอเมริกา

- ลักษณะทางกายภาพ เป็นแร่ที่มีลักษณะผิวมันวาวคล้ายโลหะ มีสีน้ำตาลแดง จนถึงดำสนิท ขึ้นอยู่กับองค์ประกอบและสารเจือปน

- ลักษณะทางเคมี เป็นสารประกอบของโลหะออกไซด์ที่มีองค์ประกอบคือ ลูโคซีน เหล็ก และ ออกซิเจน ซึ่งจะมีธาตุอื่นๆเจือปน ได้แก่ เซอร์คอน และซิลิกิน เป็นต้น ซึ่งประมาณของแต่ละธาตุองค์ประกอบก็จะขึ้นกับแหล่งที่มาของแร่นั้นๆ [5]



รูปที่ 2.4 แสดงลักษณะก้อนแร่ลูโคซีน [5]



รูปที่ 2.5 แสดงลักษณะของก้อนแร่รูไทล์ (Rutile ore) [6]

2.3.3 แร่รูไทล์ (Rutile ore)

แร่รูไทล์เป็นแร่ที่มีความน่าสนใจเป็นอย่างมาก เนื่องมาจากตัวแร่รูไทล์นั้นมีสีสนิม หรือโครงสร้างได้หลายรูปแบบ โดยแร่รูไทล์จะมีสมบัติหลากหลายตามโครงสร้าง เช่น จะมีสมบัติคล้ายแก้ว หรือมีลักษณะคล้ายโลหะ หรือ มีสีที่แตกต่างกันเช่น มีสีแดงเข้ม หรือสีเหลืองทองอำพัน เป็นต้น จึงมีสมบัติทางแสงที่ต่างกันไปในตัวเอง

โดยทั่วไปแร่รูไทล์มักจะก่อตัวอยู่ร่วมกับแร่อื่นๆ เช่น ควอตซ์ จึงนิยมเรียกว่า รูไทล์เลียนควอตซ์ (Rutilated Quartz) มีลักษณะเป็นริ้วเส้นสีเหลืองๆในแร่ควอตซ์ คล้ายเป็นแท่งเข็มหรือเส้นใยกระจายตัวอยู่ในแร่ควอตซ์เจือปนในแร่อัญมณีชนิดนี้

แร่รูไทล์เป็นแร่ที่มีเทเพเนียมไดออกไซด์เป็นองค์ประกอบที่มีหลายโครงสร้าง ได้แก่ อนาเทส (Anatase) หรือ บรูคไคต์ (Brookite) โดยทั้งสองโครงสร้างจะมีโครงสร้างที่เสถียรอีกโครงสร้างหนึ่ง คือ รูไทล์ (Rutile) โดยมีที่มา มาจากภาษา ละติน คือ Rutilus โดยอ้างอิงถึงลักษณะสีทั่วไปของแร่ธาตุนี้ในผลึกสีแดงเข้ม แต่เป็นประกาย [6]

2.4 การบดละเอียด

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

2.4.1 Ball mill เป็นการบดวัตถุโดยใช้หลักการหมุนของหม้อบด โดยมีลูกบดอยู่ภายใน สามารถแบ่งได้เป็นการบดแบบครั้งคราว (batch mill) และการบดแบบต่อเนื่อง (continuous mill) โดยการบดทั้งสองแบบนี้สามารถบดวัตถุได้ทั้งแบบเปียก (wet milling) และแบบแห้ง (dry milling) [6]

2.4.2 Attrition mill เป็นการบดให้มีความละเอียดมาก และมีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคต่ำ โดยอนุภาคที่ได้จากการบดโดยใช้ Attrition mill นั้นจะมีขนาดต่ำกว่า 1 ไมครอน (ขึ้นอยู่กับขนาดของวัตถุบดตั้งต้น, ความแข็งของวัตถุดิบ, ชนิด ปริมาณของลูกบด และเวลาในการบด)

2.4.3 Jet mill เป็นการบดโดยไม่ใช้ลูกบดแต่อาศัยการบดกันเองของวัตถุดิบที่เคลื่อนที่ด้วยความเร็วสูงมาก

2.4.4 Vibration mill เป็นเครื่องมือบดที่อาศัยการสั่นให้แท่งเหล็กที่ใช้บด กระแทกเข้ากับวัตถุดิบ รวมทั้งการกระแทกกันเองของวัตถุดิบเองด้วย

2.4.5 Pendula mill เป็นเครื่องบดวัตถุดิบแบบแห้ง โดยมีหัวค้อนตีในแนวนอนขนานกับพื้นโลก และใช้การคั้ดขนาดด้วยลม

2.4.6 Edge Runner, Muller mill เป็นเครื่องบดที่ใช้ล้อเหล็กหรือล้อหินขนาดใหญ่หมุนไปในภาตขนาดใหญ ซึ่งน้ำหนักของล้อจะเป็นตัวกด เพื่อให้วัตถุดิบย่อยเป็นขนาดเล็ก

2.5 กระบวนการสกัดของแข็งของเหลวหรือการชะ (Leaching)

การสกัด (extraction) เป็นเทคนิคในการแยกสารออกจากสารผสม โดยใช้ตัวทำละลายที่เหมาะสม การสกัดแบ่งออกได้เป็น 2 ประเภทใหญ่ ได้แก่

2.5.1 การสกัดของแข็งด้วยของเหลว หรือ การชะ (solid-liquid extraction หรือ leaching) หมายถึงการละลายส่วนประกอบที่ต้องการออกจากของผสมของแข็งด้วยตัวทำละลายของเหลว ทั้งนี้มีคำอื่นๆ ที่เกี่ยวข้องและใช้ในกรณีเฉพาะบางกรณี เช่น การสกัดน้ำมันจากเมล็ดถั่วเหลือง, การชะสินแร่ เป็นต้น

- Lixiviation \Rightarrow ในกรณีสารกลุ่ม alkaline ออกจากเถ้าไม้

- Decoction \Rightarrow ในกรณีที่ตัวทำละลายทำงานที่อุณหภูมิจุดเดือด

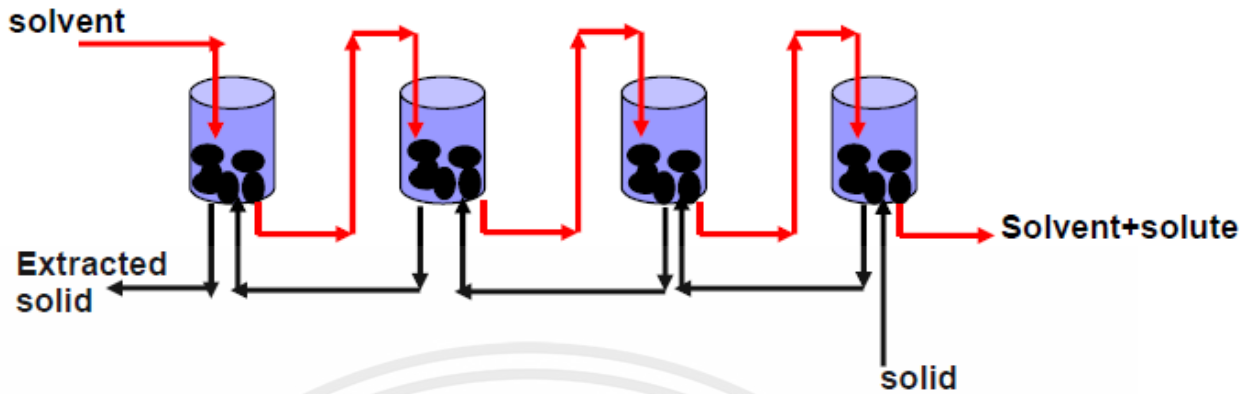
- Elutriation หรือ elution \Rightarrow ใช้ในกรณีที่ส่วนประกอบที่ละลายได้อยู่บนผิวของกากของแข็งที่ไม่ละลาย และกระบวนการเป็นเพียงการล้างออกด้วยตัวทำละลาย

- Bioleaching \Rightarrow เป็นการชะสินแร่คุณภาพต่ำออกมาโดยอาศัยจุลินทรีย์เข้าช่วย ตัวอย่างการสกัดประเภทนี้มีครอบคลุมในหลายๆ ประเภททั้งอาหารและอุตสาหกรรมโลหะ เช่น การสกัดน้ำตาลด้วยน้ำร้อน , การสกัดน้ำมันพืช , การสกัดกาแฟ, การสกัดสินแร่ทองแดง, การสกัดทอง เป็นต้น

การชะในทางปฏิบัติสามารถแบ่งได้เป็นกลุ่มใหญ่คือ

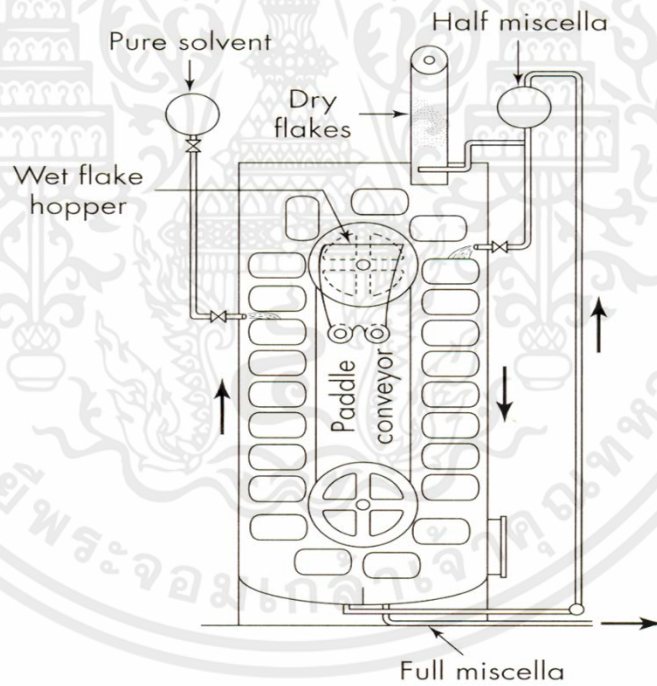
1. การชะแบบ stationary solid beds คือการชะที่มีการปล่อยให้ตัวทำละลายไหลผ่านกองของก้อนตัวอย่างทั้งแบบ batch, semi-continuous และ continuous flow มักทำในกรณีก้อนตัวอย่างมีขนาดใหญ่ แต่ไม่คุ้มทุนที่จะบดให้เป็นผงก่อนสกัด โดยการสกัดมักทำในถังที่กั้นมีรู เพื่อสามารถระบายตัวทำละลาย จะมีการบรรจุก้อนตัวอย่างลงไป จากนั้นเติมตัวทำละลายแล้วแช่ทิ้งไว้เพื่อให้มีการแพร่ของสารออกมา หรือปล่อยให้ตัวทำละลายผ่านชั้นตัวอย่างจนกระทั่งอัตราการแพร่ตัวของตัวถูกละลายลดลง การสกัดอาจทำเป็น series โดยผ่านตัวทำละลายชุดเดิมไปยังถังบรรจุตัวอย่างที่เรียงต่อกัน อย่างต่อเนื่อง เรียกว่า extraction battery ดังภาพ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่ สงวนลิขสิทธิ์ไว้สำหรับการเรียนการสอน ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.6 การชะแบบสเตชันนารีโซลิดเบด (Stationary solid beds) [7]

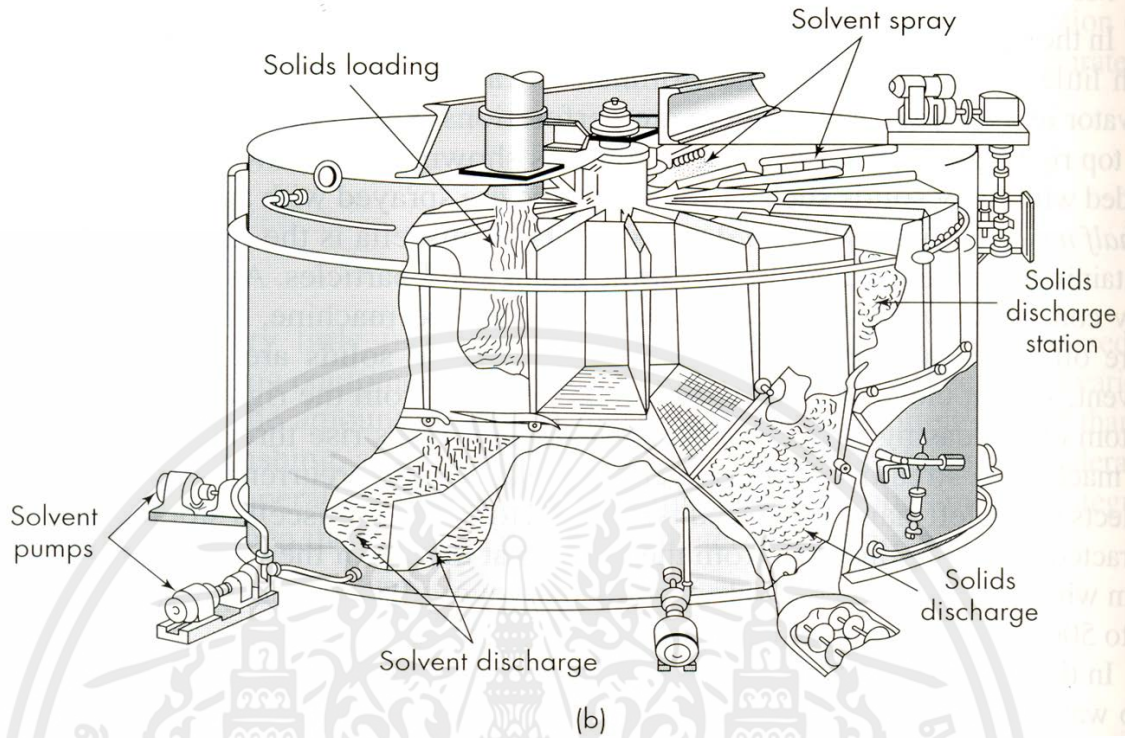
2. การชะแบบ Moving – bed leaching การชะแบบนี้ ก้อนของแข็งตัวอย่างจะเคลื่อนที่ผ่านตัวทำละลายยกตัวอย่างเช่น เครื่องสกัดแบบ Bollman (Bollman extractor), Rotocel extractor และ Kennedy extractor เป็นต้น



(a)

รูปที่ 2.7 แสดงเครื่องสกัดแบบ Moving – bed แบบ (a) Bollman extractor และ (b) Rotocel extractor

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

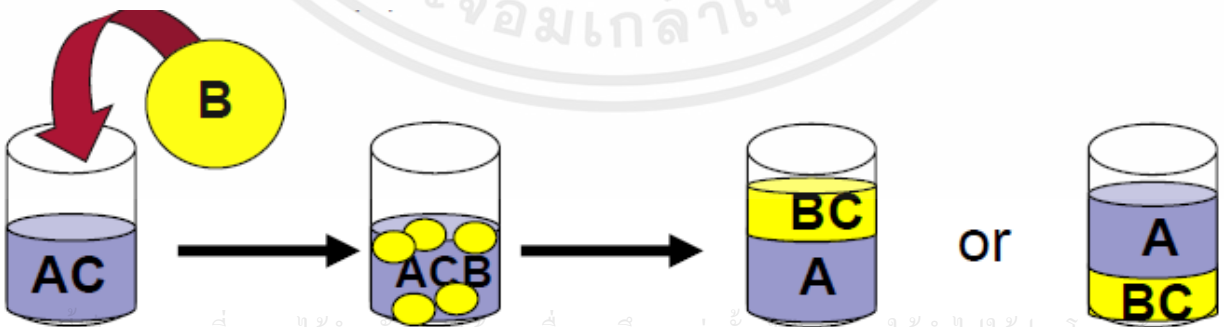


รูปที่ 2.7 (ต่อ) เครื่องสกัดแบบ Moving – bed แบบ (a) Bollman extractor และ (b) Rotocel extractor [7]

3. การชะแบบ dispersed-solid leaching ในกรณีที่ของแข็งที่จะสกัดมีขนาดอนุภาคเล็กและอัดแน่นจนไม่ยอมให้ตัวทำละลายไหลผ่านลงไปได้ ก็อาจจะใช้การชะด้วยวิธีนี้ ของแข็งเมื่ออยู่ในตัวทำละลายก็จะทำให้กระจายตัวด้วยการกวน (agitation) แล้วจึงแยกกากออกจากตัวทำละลายด้วยการกรองหรือทิ้งไว้ให้ตกตะกอน

2.5.2 การสกัดของเหลวด้วยของเหลว (liquid-liquid extraction)

เป็นระบบของเหลว 3 ชนิด ที่เป็นการนำตัวทำละลาย (B) ชนิดหนึ่งมาสกัดตัวถูกละลาย (C) ที่เป็นของเหลวซึ่งละลายอยู่ในตัวทำละลายอีกชนิดหนึ่ง (A)



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับกรใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ทางการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้นำไปเผยแพร่หรือแจกจ่ายเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รูปที่ 2.8 การชะแบบของเหลวด้วยของเหลว [7]

2.6. กระเบื้องดินเผาungหลังคา (Ceramics roof tile) [8]

ปัจจุบันกระเบื้องหลังคาเซรามิก (Ceramic roof tile) ได้รับความนิยมจากผู้ใช้งานเป็นอย่างมากเนื่องจากมีความสวยงาม มีความเงางามจากเคลือบเซรามิก มีความทนทาน สีสดใสไปชั่วลูกชั่วหลาน มีความเป็นฉนวนที่ดีทำให้บ้านที่ใช้หลังคาเซรามิกจะมีความเย็นสบายกว่ากระเบื้องหลังคาที่ทำจากวัสดุอื่นๆ รวมทั้งน้ำหนักที่เบากว่า กระเบื้องคอนกรีตทำให้ลดค่าใช้จ่ายสำหรับงานโครงสร้างได้พอสมควร กระบวนการผลิตนั้นสามารถแบ่งออกเป็นสองประเภทด้วยกันคือกระบวนการผลิตแบบแห้ง กับกระบวนการผลิตแบบ Semi-wet process ซึ่งทั้งสองกระบวนการนี้มีความแตกต่างกันพอสมควรทั้งในแง่กระบวนการผลิตและผลิตภัณฑ์ที่ได้ออกมา

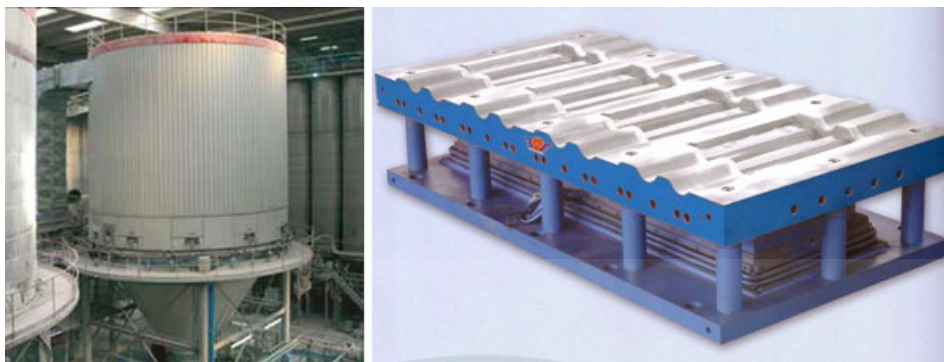
2.6.1 กระบวนการผลิตแบบแห้ง (แห้ง) จะใช้เนื้อดินสำหรับการขึ้นรูปเป็นผงดินที่ได้จากกระบวนการ Spray dryer โดยการเตรียมเนื้อดินนั้นเริ่มต้นจากการนำวัตถุดิบที่ใช้ในสูตร ซึ่งจะประกอบไปด้วย เฟลด์สปาร์ หิน ผุ ดินแดง ดินขาว และหินปูน โดยการใส่หินปูนลงไปเนื้อดินก็เพื่อทำให้เกิดรูพรุนหลังเผาเนื่องจากการสลายตัวของหินปูนไปเป็นแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ ซึ่งเป็นหลักการเดียวกันกับการผลิตกระเบื้องปูผนัง ซึ่งเรียกกระบวนการผลิตกระเบื้องเนื้อที่มีรูพรุนและมีการเผาครั้งเดียวนี้ว่า Monoporosa การที่เนื้อดินมีรูพรุนสูงเช่นนี้ทำให้กระเบื้องหลังคาที่ผลิตด้วยกระบวนการนี้มีน้ำหนักเบาซึ่งจะช่วยลดต้นทุนของโครงสร้างหลังคาของบ้านไปได้ กระบวนการเริ่มต้นจากการนำวัตถุดิบมาบดให้เข้ากันในหม้อบดและควบคุมความละเอียดของเนื้อดินให้ได้ตามที่ทางนักเซรามิกได้กำหนดค่าความละเอียดไว้ หลังจากนั้นจึงผ่านกระบวนการระเหยน้ำโดยใช้กระบวนการพ่นฝอยอบแห้งจนได้เป็นผงดินที่มีความชื้นอยู่ในช่วง 5-6% โดยนำไปเก็บไว้ใน Silo

หลังจากผ่านการบ่มเป็นเวลาไม่น้อยกว่า 24 ชั่วโมงแล้วจึงนำไปขึ้นรูปโดยกระบวนการกดอัด โดยใช้เครื่องอัดไฮดรอลิกที่มีแรงอัดสูง เพื่อให้เนื้อกระเบื้องมีความหนาแน่นสม่ำเสมอ ซึ่งในขั้นตอนนี้จุดที่สำคัญมากคือการออกแบบแม่พิมพ์ ที่ใช้ในการผลิต รวมทั้งการป้อนผงดินเข้าสู่แม่พิมพ์ที่ต้องป้อนให้ทั่วถึงและสม่ำเสมอเพื่อป้องกันการแตกร้าวหลังจากที่ ดันออกจากแม่พิมพ์ดังนั้นการขึ้นรูปแบบแห้ง จึงมีข้อจำกัดตรงที่ ระยะเวลาในการอัดแบบในแต่ละครั้งจะค่อนข้างช้าเมื่อเทียบกับการขึ้นรูปด้วยการผลิตแบบกึ่งเปียกรวมทั้งลักษณะของลอนหลังคาก็จะไม่สามารถทำให้มีรูปแบบสูงๆแบบสไตลยุโรปได้

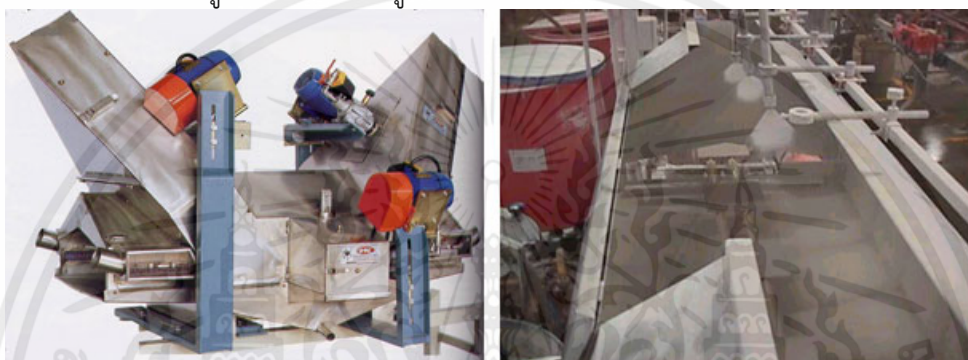
หลังจากขึ้นรูปแล้วจะเข้าสู่กระบวนการอบแห้ง โดยส่วนใหญ่แล้วจะใช้เป็นเตาอบแบบ เครื่องรีดหมุน ที่เป็นแนวนอน ในขั้นตอนนี้ก็เป็นขั้นตอนที่สำคัญเช่นกันเพราะถ้าการอบไม่สม่ำเสมอหรือไล่ความชื้นออกไปจากกระเบื้องได้น้อยเกินไปก็จะทำให้เกิดการแตกร้าวบนหน้ากระเบื้องได้ โดยความชื้นในเนื้อกระเบื้องหลังคาหลังอบแห้งไม่ควรมีค่าเกิน 0.5% ซึ่งเมื่อผ่านการอบแห้งแล้วก็เข้าสู่กระบวนการขัด การตกแต่งขอบและสันต่างๆที่เกิดจากรอยประกบของแบบ และเข้าสู่กระบวนการเคลือบสี ซึ่งในโรงงานผลิตกระเบื้องหลังคาขนาดใหญ่จะมี ระบบสายพานของการเคลือบ เพื่อลำเลียงกระเบื้องให้เข้าสู่กระบวนการเคลือบ ซึ่งจะมีการเคลือบเอนโกบ (engobe) ก่อนเพื่อปิดผิวหน้าหรือสีเคลือบบางสีอาจไม่ใช้เอนโกบก็ได้ หลังจากนั้นก็เข้าสู่กระบวนการเผา

กระบวนการเผาแบบครั้งเดียว (Monoporosa) นี้จะต้องเน้นการเผาในช่วงเริ่มต้นให้สมบูรณ์ ทั้งเป็นการไล่สารอินทรีย์ในดินและกาซคาร์บอนไดออกไซด์ในหินปูน ดังนั้นฟريت (frit) ที่เลือกนำมาใช้กับเคลือบกระเบื้องหลังคาแบบเผาครั้งเดียวนี้จะต้องมีค่า Softening point สูงเพื่อเปิดโอกาสในการไล่สิ่งที่ไม่ต้องการให้ออกไปก่อนที่เคลือบจะหลอมปิดผิวเพื่อป้องกันการเกิดรูพรุน รุขิมบนหน้ากระเบื้อง

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.9 การขึ้นรูปกระเบื้องดินเผาด้วยวิธีแบบแห้ง



รูปที่ 2.10 เครื่องยนต์การขึ้นรูปกระเบื้องดินเผาด้วยวิธีกึ่งเปียก [8]

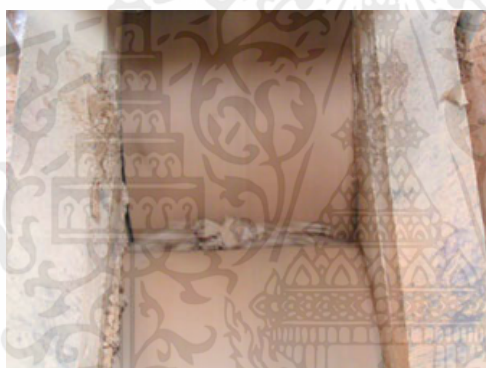
2.6.2 การผลิตกระเบื้องหลังคาแบบกึ่งเปียก (semi-wet process หรือ Heavy clay)

กระบวนการผลิตกระเบื้องหลังคาแบบกึ่งเปียกนั้นเริ่มต้นจากการเตรียมเนื้อดินโดยใช้การผสมกันแบบกึ่งเปียกในเครื่องอัดคลุกผสม (Pug mill) หรือบางที่จะใช้เป็นเครื่องผสมแบบแห้ง (Dry pan mill) ซึ่งความสม่ำเสมอของเนื้อดินในระหว่างการผสมนั้นจะน้อยกว่าการผสมแบบเปียก ดังนั้นกระบวนการผลิตโดยวิธีนี้จะไม่ใช่สัดส่วนของวัตถุดิบหลายชนิดเกินไป ส่วนใหญ่แล้วจะใช้ดินเหนียวกับดินขาว (chamotte clay) เพื่อเป็นสารเติมแต่งเท่านั้น โดยในกระบวนการผสมนั้นจะมีการเติมน้ำเพื่อปรับความชื้นของเนื้อดิน หลังจากนั้นจะนำไปผ่านเครื่องรีดหมุนเพื่อบดเศษหิน เศษกรวดที่ปนมากับดินให้แตกออก โดยชุดเครื่องรีดแต่ละชุดจะมีการควบคุมความห่างระหว่างเครื่องรีดหมุน ให้แคบลงเรื่อยๆ เพื่อจะได้สามารถบดเศษหินได้ในทุกช่วงขนาดที่เครื่องรีดหมุน นี้จะต้องมีชุดเจียรเพื่อเจียรปรับแต่งผิวหน้าของ เครื่องรีดหมุน ให้เรียบเสมอกันเพื่อป้องกันไม่ให้เครื่องรีดหมุนผิดรูปแล้วทำให้หินกรวดรูดผ่านไปได้ เมื่อผ่านเครื่องรีดหมุนแล้วก็จะทำการเก็บไว้ในถังเก็บที่มีการควบคุมอากาศและความชื้น (silo) เพื่อบ่มให้ความชื้นสม่ำเสมอและทำให้เนื้อดินมีความเหนียวดีขึ้น หลังจากนั้นจะนำไปเข้าเครื่องป้อนเนื้อดิน (screen feeder) ซึ่งเป็นเครื่องที่มีใบกวานช้อนอยู่ภายในเพื่อผสมเนื้อดินให้มีความสม่ำเสมอมากขึ้นและมีใบปาดรีดดินให้ลอดออกมาจากตะแกรงด้านข้างของเครื่อง หลังจากนั้นก็เข้าสู่กระบวนการเตรียมการขึ้นรูปโดยดินที่ออกจากชุดเครื่องป้อนเนื้อดิน จะถูกลำเลียงโดยสายพานเพื่อเข้าสู่เครื่องรีดดิน (Extrusion) ที่ใบผสมดินก่อนเข้าสู่ห้องดูดอากาศ (Vacuum chamber) จะมีการเติมน้ำได้บางส่วนในกรณีที่ดินที่เข้ามาแห้งเกินไป โดยปริมาณน้ำที่เติมนั้นจะถูกส่งสัญญาณมาจากเครื่องวัดความแข็งของดินที่ติดอยู่ที่ด้านหน้าของหัวฉีดเนื้อดิน (die head) ถ้าดินมีความแข็งสูงเกินค่าที่กำหนดก็จะมีการส่งสัญญาณให้มีการเติมน้ำลงไปบางส่วนเพื่อให้ดินนิ่มลง เมื่อดินผ่านชุดดูดอากาศแล้วก็จะเข้าสู่หัวกด (barrel) ของเครื่องรีดเพื่อดันดินให้แน่น

เมื่อได้เป็นดินแผ่นจากลักษณะของหัวฉีด(Die) แล้วก็จะมีใบมีดตัดให้เป็นชิ้นขนาดเท่าๆกันให้มีขนาดเพียงพอสำหรับการขึ้นรูป แล้วจึงลำเลียงไปยังเครื่องอัดแบบต่อไป ที่เครื่องอัดแบบนี้เนื้อดินที่ถูกรีดมาเป็นแผ่นจะถูกส่งเข้ามายัง Lower punch แล้วชุด Upper punch ก็เคลื่อนลงมาเพื่ออัดดินให้ได้ตามแบบที่ต้องการ ซึ่งการอัดแบบนี้จะไม่ได้มีแรงอัดสูงเท่ากับการขึ้นรูปแบบแห้ง เป็นเพียงแค่การขึ้นรูป (forming) เท่านั้น โดยเนื้อดินส่วนเกินที่เหลือจากการอัดแบบจะตกลงไปบนสายพานด้านล่างเพื่อนำกลับไปผสมใช้ใหม่ต่อไป ความสวยงามของผิวหน้าและความเรียบของขอบกระเบื้องนั้นขึ้นอยู่กับชนิดของแม่พิมพ์ที่ใช้ และความคมของใบมีดของตัว Upper ด้วย วัสดุที่ใช้ในการทำแม่พิมพ์ที่นิยมนำมาใช้นั้นมีปูนปลาสเตอร์ ซึ่งจะให้ความเรียบของผิวหน้าที่ดีมากแต่มีข้อเสียคือ แม่พิมพ์จะหมดอายุเร็วต้องมีการเปลี่ยนแปลงบ่อยมาก ทำให้การผลิตไม่ต่อเนื่องและมีต้นทุนในการผลิตแบบสูง วัสดุที่ใช้อีกตัวคือพอลิยูรีเทน (PU) ซึ่งมีข้อดีคือแข็งแรงไม่สึกหรอง่าย ต้นทุนต่ำ แต่ผิวหน้ากระเบื้องที่ได้ไม่สวยเท่าปูนปลาสเตอร์และมีการติดแม่พิมพ์บ่อยครั้งกว่า วัสดุอีกชนิดที่นิยมใช้กันคือยาง ซึ่งจะมีการยืดหยุ่นตัวได้ดี แต่ถ้าเนื้อดินมีเม็ดทรายหรือเม็ดกรวดหลุดรอดมาจะทำให้แม่พิมพ์ยางนั้นขาดได้ง่าย



เครื่องบดผสม



เครื่องรีดหมอน



จานบดแบบแห้ง



Screen feeder

รูปที่ 2.11 เครื่องมือในการขึ้นรูปกระเบื้องด้วยวิธีกึ่งเปียก [8]

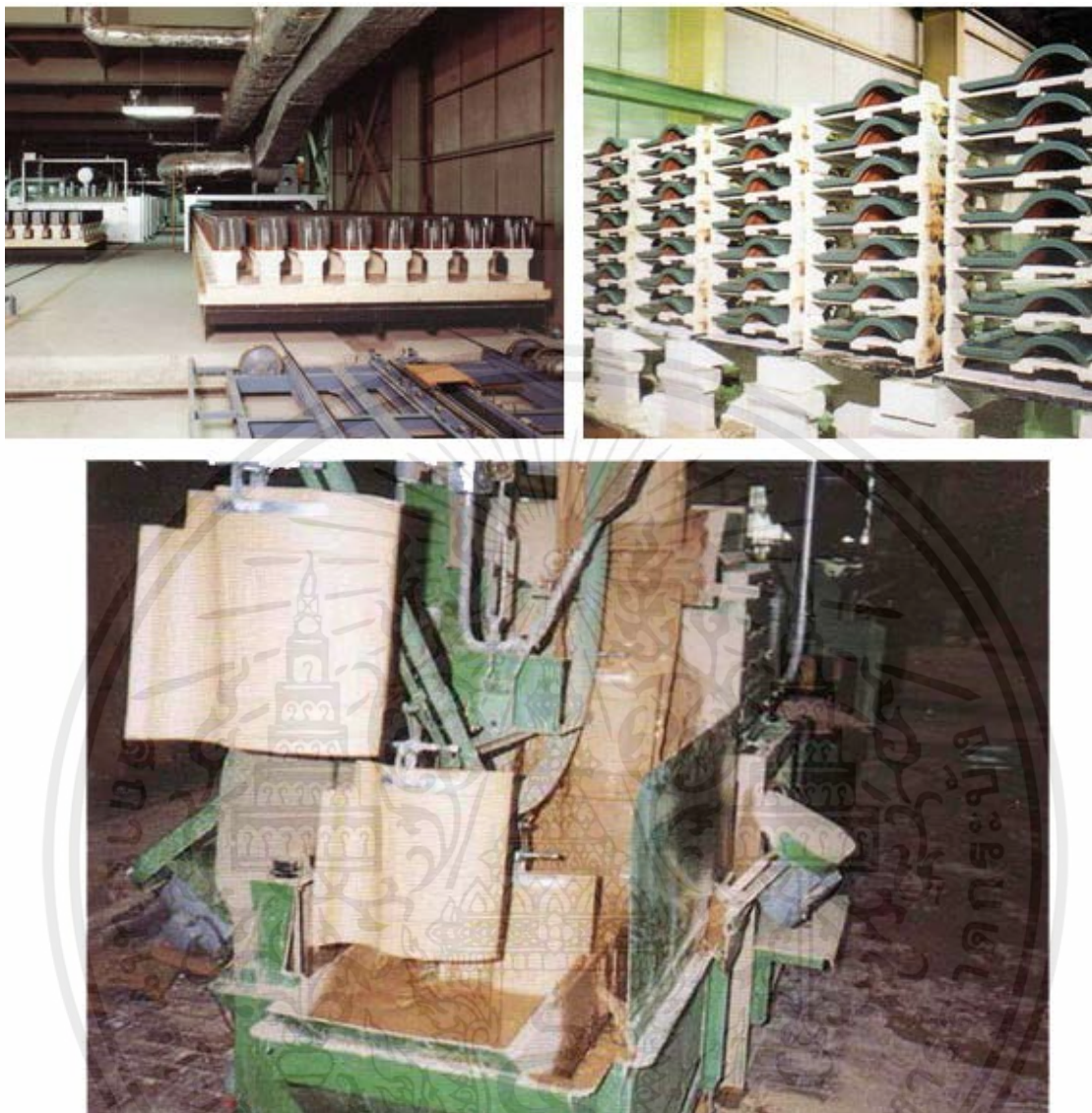
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การขึ้นรูปโดยวิธีการนี้จะมีความเร็วในการขึ้นรูปสูงกว่ากระบวนการขึ้นรูปแบบแห้งมาก โดยปกติเครื่องขึ้นรูปแบบนี้สามารถบีบกระเบื้องได้ 20 ครั้งต่อนาที ซึ่งถ้าหนึ่งครั้งมี 3 แผ่นตั้งเครื่องกดอัดในรูปก็จะสามารถขึ้นรูปกระเบื้องได้ถึง 60 แผ่นต่อนาทีเลยทีเดียว หลังจากขึ้นรูปแล้วกระเบื้องก็จะถูกส่งไปยังกระบวนการอบแห้ง แต่เนื่องจากการขึ้นรูปแบบนี้จะมีปริมาณน้ำในเนื้อดินอย่างน้อยไม่ต่ำกว่า 16% ดังนั้นจะยังมีโอกาสบิดเบี้ยวได้ง่ายเนื่องจากดินยังมีความอ่อนตัวอยู่ดังนั้นจึงต้องมีตัวฐานรองรับ เพื่อรองรับกระเบื้องดิบนี้ในระหว่างการอบแห้งเพื่อไม่ให้เกิดการบิดเบี้ยวของชิ้นงาน ตัวฐานรองรับนี้จะใช้เป็นไม้หรือเหล็กแบบบางก็ได้โดยออกแบบให้รองรับลอนของกระเบื้องได้พอดีและมีน้ำหนักเบา รวมทั้งต้องไม่บิดเบี้ยวง่ายเมื่อโดนความร้อนในเตาอบ สำหรับกระบวนการอบแห้งนี้เป็นหัวใจสำคัญของการผลิตเลยทีเดียว เนื่องจากเนื้อดินสำหรับวิธีกึ่งเปียกนี้มักจะเป็นดินที่มีความเหนียวมีการหดตัวหลังอบแห้งสูง ดังนั้นจึงมีโอกาสเกิดการแตกร้าวหลังอบแห้งได้ง่าย

หลังจากอบแห้งแล้วก็เข้าสู่กระบวนการเคลือบสี ซึ่งอุปกรณ์ในการเคลือบสีก็จะคล้ายกันกับการเคลือบของกระเบื้องที่ขึ้นรูปแบบแห้ง เมื่อผ่านการเคลือบแล้วก็เข้าสู่กระบวนการเผา ซึ่งมีทั้งการเผาโดยใช้เตาอุโมงค์ ซึ่งจะใช้เวลาในการเผานาน กับเตาเครื่องรีดหมุน ที่ใช้เวลาในการเผาเร็วกว่า แต่ก็ยังช้ากว่าการเผากระเบื้องหลังคาโดยกระบวนการขึ้นรูปแบบแห้งอย่างมาก โดยการเผาแบบเร็วของกระเบื้องหลังคาที่ขึ้นรูปแบบกึ่งเปียกนั้น ต้องใช้เวลาอย่างน้อย 3-6 ชั่วโมงขึ้นกับแหล่งดินที่เราเลือกมาใช้ในการขึ้นรูป ส่วนการเผาโดยใช้กระบวนการขึ้นรูปแบบแห้งนั้นจะใช้เวลาเพียง 70-90 นาทีเท่านั้นสำหรับการควบคุมคุณภาพหลังเผานั้น ในผลิตภัณฑ์กระเบื้องหลังคาจะมีการทดสอบคุณสมบัติต่างๆดังนี้

- การทนทานต่อการรานตัวโดยใช้ Autoclave test
- ความแข็งแรงหลังเผา
- %การดูดซึมน้ำ
- ขนาดหลังเผาและความบิดเบี้ยว
- ความซิดของขอบกระเบื้อง
- ความทนทานต่อจุดเยือกแข็ง (Frost resistance)
- ความทนทานต่อสารเคมี
- ปริมาณสารตะกั่วในเนื้อเคลือบ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.12 ตัวอย่างการเคลื่อนชิ้นงานกระเบื้องดินเผาด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ [8]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ข้อดี-ข้อเสียของกระบวนการผลิตกระเบื้องหลังคาทั้งสองแบบ

กระบวนการผลิตแบบแห้ง (dry process)

ข้อดี

1. อบแห้งและเผาได้เร็วเนื่องจากมีความชื้นในเนื้อดินต่ำ
2. น้ำหนักเบาเพราะสามารถเลือกใช้สูตรเนื้อดินที่มีรูพรุนสูงเช่นเนื้อ Monoporosa ได้ ทำให้ลดค่าใช้จ่ายของโครงสร้างหลังคาได้
3. มีการหดตัวหลังอบแห้งและหลังเผาต่ำมากทำให้ขนาดของกระเบื้องเท่ากันทุกแผ่นจึงหมดปัญหาเรื่องการรั่วซึมของหลังคาได้

ข้อเสีย

1. การขึ้นรูปแบบแห้งทำให้ไม่สามารถทำลอนที่มีลักษณะสูงๆแบบสไตล์ยุโรปได้
2. ต้นทุนของวัตถุดิบเนื้อดินและต้นทุนการผลิตเนื้อดินสูงกว่าแบบกึ่งเปียก
3. มีการดูดซึมน้ำสูง ซึ่งถ้าไม่ป้องกันให้ดีจะทำให้เกิดการกลั่นตัวเป็นหยดน้ำภายในฝ้าเพดานได้
4. มีความแข็งแรงต่ำกว่าการขึ้นรูปแบบกึ่งเปียก

กระบวนการผลิตแบบกึ่งเปียก (semi-wet process)

ข้อดี

1. ต้นทุนในการผลิตถูกกว่า โดยเฉพาะการเตรียมดินและวัตถุดิบที่ใช้
2. สามารถทำ Profile แบบลอนสูงๆได้
3. เงินลงทุนเครื่องจักรใช้ในราคาที่ต่ำกว่า
4. การขึ้นรูปเร็วกว่าแบบแห้งทำให้ไม่ต้องใช้เครื่องกดอัดหลายเครื่อง
5. สามารถทำให้ค่าการดูดซึมน้ำต่ำกว่าการขึ้นรูปแบบแห้ง เนื่องจากสูตรเนื้อดินที่ใช้
6. มีความแข็งแรงหลังเผาสูงกว่ากระเบื้องที่ขึ้นรูปโดยกระบวนการแบบแห้ง

ข้อเสีย

1. การหดตัวของเนื้อดินสูงทำให้เกิดการแตกร้าวในระหว่างอบแห้งได้ง่าย และขนาดของกระเบื้องหลังเผาจะมีความผันแปรสูงทำให้มีโอกาสเกิดการรั่วซึมได้ง่าย
 2. การผสมดินมีความสม่ำเสมอน้อยกว่าแบบการบดเปียก ทำให้มีข้อจำกัดในการเลือกใช้ดินมากกว่า
 3. กระเบื้องมีโอกาสเกิดการบิดเบี้ยวได้มากกว่าการขึ้นรูปแบบแห้ง
 4. น้ำหนักกระเบื้องต่อแผ่นสูงกว่าแบบแห้ง
- (หมายเหตุ-ในกระบวนการเผาด้วยเตา เครื่องรีดหมุน และที่อุณหภูมิในการเผาเท่ากัน)

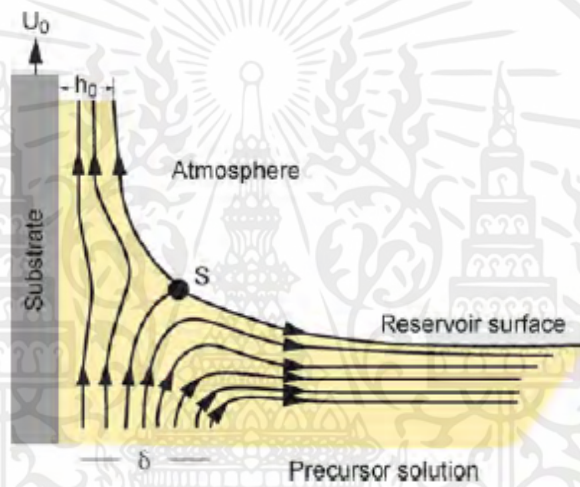
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.7 กระบวนการจุ่มเคลือบ (Dip coating process)

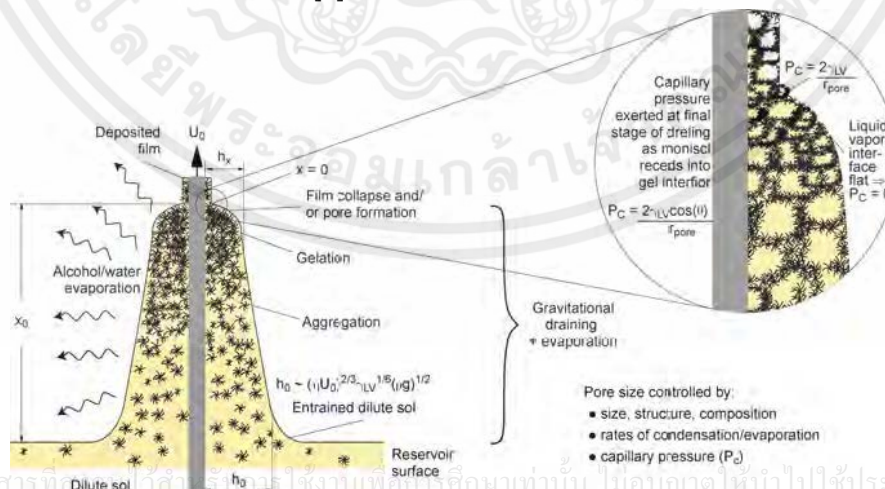
เป็นการเตรียมวัสดุนาโนโดยการนำสารละลายที่เตรียมได้จากกระบวนการอื่นๆ มาทำการจุ่มเคลือบตัวกลางที่ต้องการ ทำให้เกิดการเรียงตัวของอนุภาคบนพื้นผิวของตัวกลางที่ต้องการจึงเกิดเป็นฟิล์มบางขนาดนาโนขึ้น จากนั้นนำฟิล์มบางนาโนที่ได้ไปให้ความร้อน เพื่อให้ฟิล์มสามารถยึดติดบนผิวของแผ่นรองรับได้ดี

โดยทั่วไปกระบวนการจุ่มเคลือบนั้นจะทำการจุ่มชิ้นงานที่ใช้เป็นฐานรองรับลงในสารละลายที่จะทำการเคลือบด้วยความเร็วค่าใดค่าหนึ่ง และทำการดึงขึ้นด้วยอัตราเร็วเท่าเดิม ซึ่งความหนืดสารละลายที่ใช้ในกระบวนการจุ่มเคลือบนั้นก็จะส่งผลต่อลักษณะของฟิล์มที่ได้จากกระบวนการจุ่มเคลือบเช่นกัน

เมื่อเราทำการดึงชิ้นงานขึ้นจากสารละลาย รูปแบบการเกิดฟิล์มจะเริ่มเกิดขึ้น โดยเมื่อเราดึงชิ้นงานขึ้นจากสารละลาย ทิศทางและรูปแบบของฟิล์มจะเริ่มเกิดขึ้นเมื่อตัวทำละลายในสารละลายเกิดการระเหยตัวออกไป ทำให้สารที่ไม่ได้ระเหยออกนั้นเกิดการรวมตัว และก่อตัวเป็นฟิล์มบนพื้นผิวชิ้นงาน



รูปที่ 2.13 แสดงรูปแบบการเกิดฟิล์มขณะจุ่มเคลือบชิ้นงานลงในสารละลาย เมื่อ U_0 คืออัตราเร็วในการดึง, h_0 คือความหนาของชั้นฟิล์ม, S คือจุดที่ไม่เกิดการเคลื่อนที่หรือจุดหยุดนิ่ง, δ คือชั้นขอบ (boundary layer) และ reservoir surface คือพื้นผิวของสารละลาย [9]



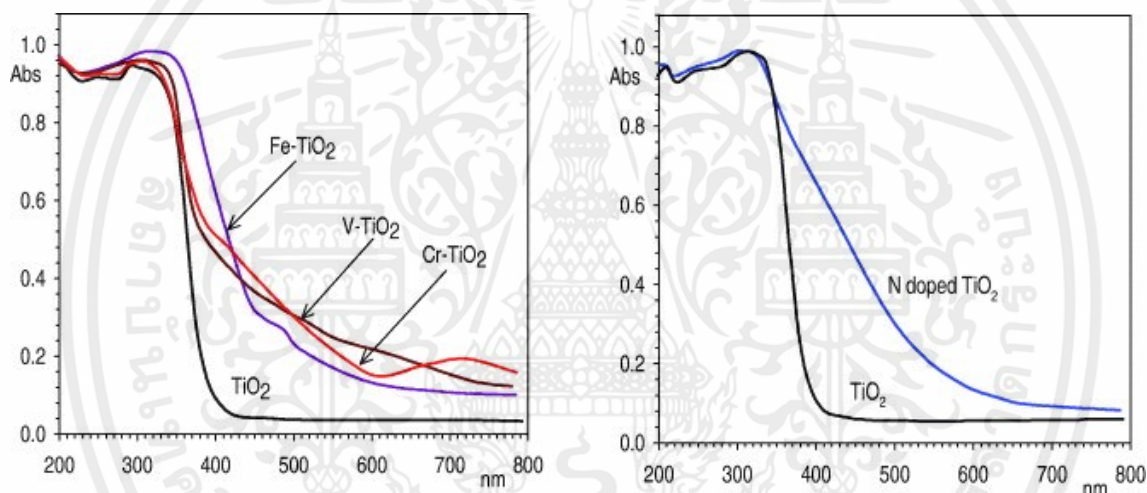
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ไว้สำหรับใช้ในงานเพื่อการศึกษาเท่านั้น มิอนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น รูปที่ 2.14 แบบจำลองการเกิดฟิล์มในระดับไมโครนอนของกระบวนการจุ่มเคลือบ [9] ไปใช้

2.8 เครื่องมือวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะ (Characterization machines)

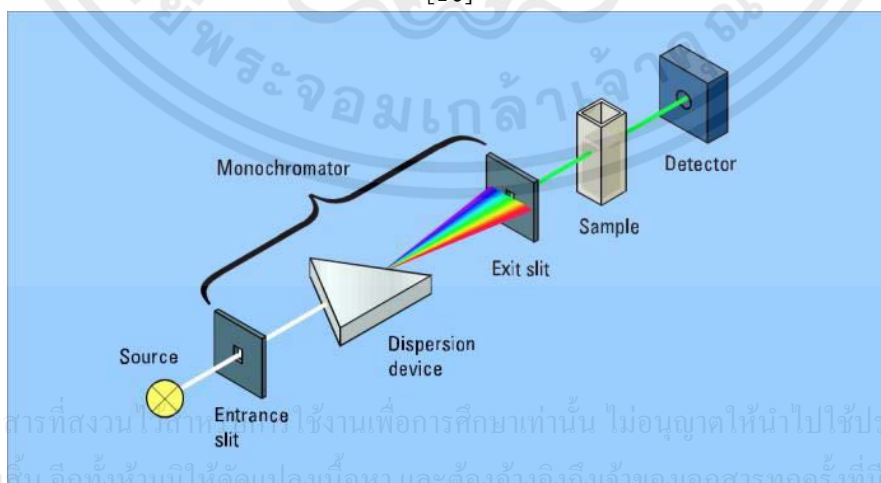
2.8.1 การวิเคราะห์การดูดกลืนแสง ด้วยเครื่องยูวีวิสิเบิลสเปกโตรสโกปี (UV-Visible spectroscopy)

UV-VIS spectrophotometer เป็นเครื่องมือที่ใช้ในวิเคราะห์สารโดยอาศัยหลักการดูดกลืนรังสีของสารที่อยู่ในช่วงแสงอัลตราไวโอเล็ต และวิสิเบิล ความยาวคลื่นประมาณ 190-1000 นาโนเมตร สารที่นำมาทดสอบส่วนใหญ่เป็นสารอินทรีย์ สารประกอบเชิงซ้อน หรือสารอนินทรีย์ ทั้งที่มีสีและไม่มีสี สารแต่ละชนิดจะดูดกลืนรังสีในช่วงความยาวคลื่นที่ต่างกันและปริมาณการดูดกลืนรังสีก็ขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของสารนั้น การดูดกลืนแสงของสารต่างๆเป็นสัดส่วนโดยตรงกับความเข้มข้นของสาร จึงสามารถวิเคราะห์ได้ในเชิงคุณภาพและปริมาณ เป็นเทคนิคที่ให้สภาพไวที่ดี และใช้กันอย่างแพร่หลาย ผลที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้จะแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสง (Absorbance) และค่าความยาวคลื่น (Wavelength) ซึ่งเรียกว่า สเปกตรัม



รูปที่ 2.15 กราฟตัวอย่างการดูดกลืนแสงของไทเทเนียมไดออกไซด์ และไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยโลหะอื่นๆ

[10]



รูปที่ 2.16 ส่วนประกอบที่สำคัญของเครื่อง UV-Vis spectrophotometer [11]

ส่วนประกอบที่สำคัญของเครื่อง UV-VIS spectrophotometer ประกอบไปด้วย

1. Light source แหล่งกำเนิดรังสีเป็นส่วนที่ให้รังสีในช่วงความยาวคลื่นที่ต้องการออกมาอย่างต่อเนื่องและคงที่ รวมทั้งมีความเข้มแสงที่มากพอ หลอดกำเนิดรังสีมีหลายชนิดตามความยาวคลื่นรังสีที่เปล่งออกมา เช่น ช่วง UV จะใช้หลอด H₂ and D₂ lamp ให้ความยาวคลื่นอยู่ในย่าน 160-380 nm และช่วง visible ใช้หลอด Tungsten/halogen ให้ความยาวคลื่นในช่วง 240-2,500 nm เป็นต้น

2. Monochromator เป็นส่วนที่ใช้ควบคุมแสงโดยจะทำให้แสงที่ออกมาจากต้นกำเนิดแสง ซึ่งเป็นพอลิโครมาติก ให้เป็นแสงโมโนโครมาติก ซึ่งเป็นแถบแสงแคบๆ หรือมีความยาวคลื่นเดียวใช้ฟิลเตอร์ปริซึมหรือ เกรตติ้ง

3. Cell sample เซลล์ที่ใช้บรรจุสารละลายตัวอย่าง บางครั้งอาจเรียกว่า Cuvettes ที่ใช้กันทั่วไปได้แก่เซลล์ที่ทำด้วยแก้วจะใช้ได้เฉพาะช่วงวิสิเบิล เพราะแก้วจะดูดกลืนรังสีในช่วงยูวีได้ และเซลล์ที่ทำด้วยซิลิกา และควอตซ์ ซึ่งใช้ได้ทั้งช่วงอัลตราไวโอเล็ต และแสงที่ตามองเห็น

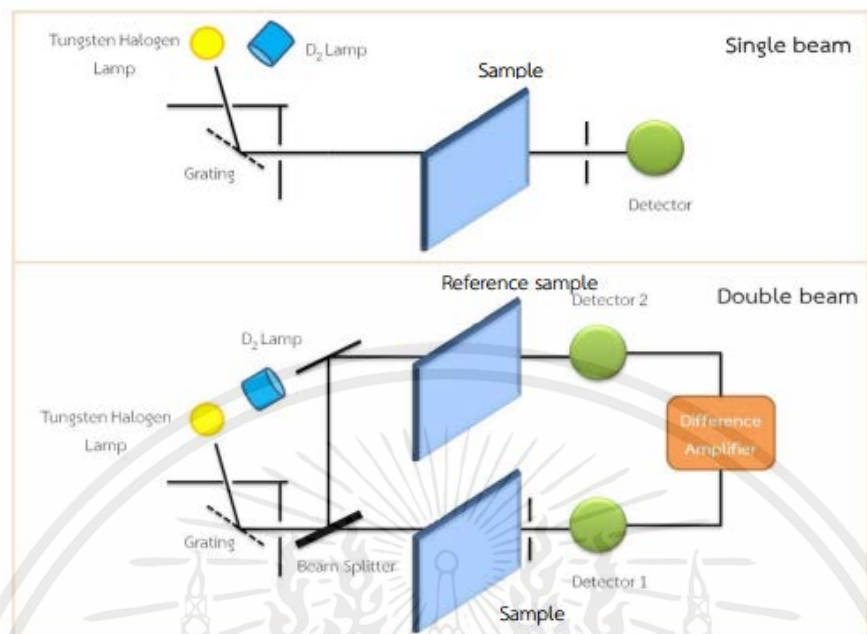
4. Detector ทาหน้าที่ในการวัดความเข้มของรังสีที่ถูกดูดกลืนโดยการแปลงพลังงานคลื่นรังสีเป็นพลังงานไฟฟ้า เครื่องวัดรังสีมีหลายชนิดที่นิยม ได้แก่ Photomultiplier tube และเครื่องวัดแสงชนิดซิลิกอนไดโอด Silicon diode detector

เครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ที่ใช้โดยทั่วไปแบ่งออกเป็น 2 ประเภท ได้แก่

1. Single-Beam spectrophotometer (รูปที่ 2) เมื่อลำรังสีออกจากแหล่งกำเนิดรังสีจะผ่านเลนส์ โมโนโครมาเตอร์ที่เป็นเกรตติ้งผ่านสารตัวอย่าง แล้วจึงเข้าสู่อุปกรณ์ตรวจรับ สัญญาณ เนื่องจากสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ประเภทนี้ใช้ลำรังสีเพียงลำเดียวผ่านจากโมโนโครมาเตอร์ไปสู่ สารละลายที่ต้องการวัดลำรังสีนี้จะเข้าสู่อุปกรณ์ตรวจรับสัญญาณเลย การวัดแต่ละครั้งจึงต้องใช้เซลล์ 2 เซลล์ให้ลำรังสีผ่านสลับกัน

2. Double-Beam Spectrophotometer ลำรังสีจะผ่านโมโนโครมาเตอร์ 2 ครั้งด้วยกัน ทำให้ได้ลำรังสีความยาวคลื่นเดียวอย่างมีประสิทธิภาพและความละเอียดมากขึ้น เมื่อออกจาก Exit slit แล้วลำรังสีจะไปสู่อุปกรณ์ตัดลำรังสี (Beam chopper) ก็จะสะท้อนไปผ่านสารตัวอย่าง ในขณะที่เดียวกันลำรังสีจะผ่านไปผ่านสารอ้างอิง ด้วยวิธีนี้ ลำรังสีเดียวที่ผ่านโมโนโครมาเตอร์จะถูกอุปกรณ์ตัดลำรังสีแยกออกเป็นรังสีสองลำที่มีความเข้มเท่ากันตลอดเวลา เมื่อลำรังสีทั้งสองนี้ไปตกกระทบ phototube ความแตกต่างของความเข้มจะกลายเป็นสัญญาณส่งต่อไปยังอุปกรณ์บันทึกสัญญาณต่อไปในการใช้สเปกโตรโฟโตมิเตอร์แบบลำรังสีคู่

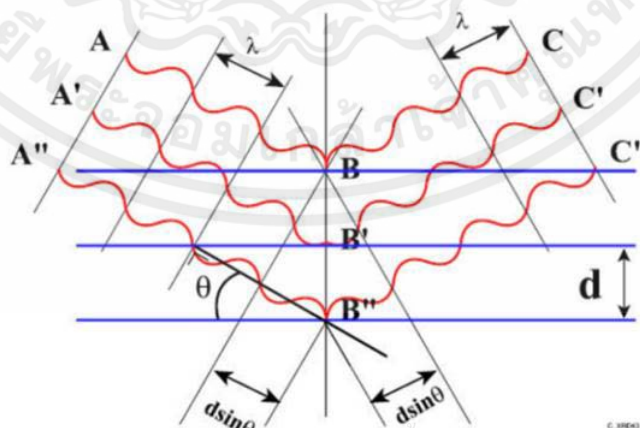
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.17 แบบจำลองการจัดเรียงองค์ประกอบของเครื่องอัลตราไวโอเล็ตและวิซิเบิลสเปกโตรสโคปชนิดลำแสงเดี่ยว และชนิดลำแสงคู่ [11]

2.8.2 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-rays diffractometer)

เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ หรือ X-ray Diffractometer (XRD) เป็นเครื่องมือ ที่ใช้ในการวิเคราะห์สมบัติของวัสดุ โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ โดยสามารถทำการวิเคราะห์ได้ทั้งสารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง และนำมาใช้ศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างผลึกของสารตัวอย่างได้อีกด้วย ในผลึกของตัวอย่างแต่ละชนิด จะมีขนาดของหน่วยเซลล์ที่ไม่เท่ากัน ทำให้รูปแบบของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ที่ออกมาไม่เท่ากัน ทำให้สามารถหาความสัมพันธ์ของสารประกอบต่างๆ กับรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ได้ ซึ่งจะช่วยให้ทราบว่า ในตัวอย่างนั้นๆ มีสารประกอบใดบ้าง



รูปที่ 2.18 หลักการ Bragg's law ของเครื่องมือ X-rays Diffractometer [12]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น ออกทั้งหมดมี เหตุผลเปลี่ยนแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เครื่อง XRD เป็นเครื่องมือวิเคราะห์เลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ในผลึกของตัวอย่าง โดยอาศัยหลักการของ Bragg's law หรือ แสดงดังสมการ 2.1

$$2d \sin\theta = n\lambda \quad (2.1)$$

ในการคำนวณค่าการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ที่ยิงผ่านชั้นผลึกที่อยู่ในตัวอย่าง โดยจะใช้ตัวตรวจจับเพื่อรับความเข้มของรังสีเอกซ์ ที่เกิดจากการเลี้ยวเบนในมุมต่างๆ ของการทดสอบ

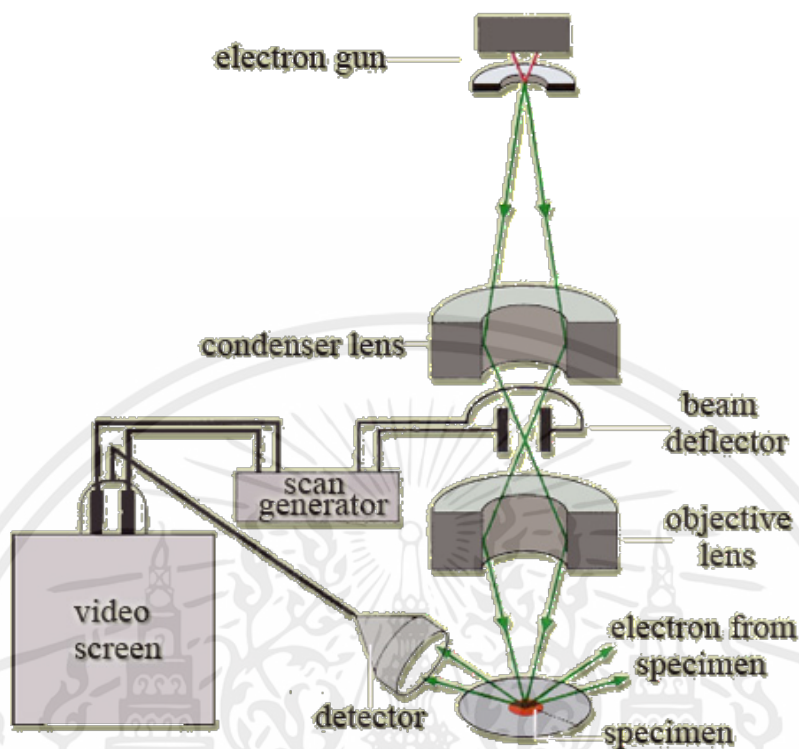
ข้อจำกัดของการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ก็คือ ไม่สามารถทำการวิเคราะห์ตัวอย่าง เพื่อหาปริมาณ หรือ หากรอบประกอบตัวอย่างที่เป็นอสัณฐานได้ เนื่องจากสารตัวอย่างกลุ่มนี้ จะไม่เกิดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ แต่เราอาจสามารถให้ XRD คำนวณหา ปริมาณของส่วนที่เป็น อสัณฐานในตัวอย่างว่ามีสัดส่วนกี่เปอร์เซ็นต์ได้ โดยใช้การเปรียบเทียบกับปริมาณของสารมาตรฐานที่ทราบค่าแน่นอน

เครื่อง XRD สามารถทำการวิเคราะห์ตัวอย่างได้ทั้งในรูปแบบของแข็ง หรือตัวอย่างที่เป็นผง ได้ ในกรณีที่ตัวอย่างเป็นของแข็ง ด้านที่ต้องการทดสอบผิวจะต้องเรียบ ส่วนในกรณีที่ตัวอย่างที่เป็นผง จะต้องมีความอนุภาคเล็กกว่า 325 mesh หรือ ประมาณ 40 ไมครอน (ผงละเอียดคล้ายผงแป้ง) จึงจะให้ผลการทดสอบที่ดี โดยปริมาณที่ต้องใช้ในการทดสอบต่อครั้ง จะอยู่ประมาณ 1-2 กรัม ในกรณีที่ตัวอย่างเป็นก้อน ต้องมีขนาดกว้างยาว ไม่เกิน 10 เซนติเมตร ทั้งนี้ พื้นที่ที่จะทำการทดสอบ จะเป็นเพียงบริเวณเล็กๆ ประมาณ 10 มิลลิเมตร เท่านั้น

2.8.3 การวิเคราะห์เชิงสัณฐานด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope; SEM)

การวิเคราะห์เชิงสัณฐานด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เป็นการวิเคราะห์เชิงลักษณะสัณฐานวิทยาโดยการใช้ลำอิเล็กตรอนพลังงานสูง แสดงผลออกมาเป็นภาพ 3 มิติ โดยอาศัยหลักการสะท้อนของลำอิเล็กตรอนจากผิวหน้าของสารตัวอย่างในการสร้างภาพ ซึ่งแหล่งกำเนิดของลำอิเล็กตรอนได้จาก electron gun เป็นขั้วแคโทดจะทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอนจากฟิลาเมนต์(filament) และใช้สนามไฟฟ้าในช่วง 1-40 กิโลโวลต์ ในการเร่งกลุ่มอิเล็กตรอน โดยกลุ่มอิเล็กตรอนจะถูกบังคับให้เดินทางกลายเป็นลำอิเล็กตรอนด้วยเลนส์รวมแสง(condenser lens) ซึ่งมีความสามารถในการบังคับให้ลำอิเล็กตรอนมีขนาดได้ตามต้องการ ถ้าต้องการภาพที่ชัดเจนควรใช้ลำอิเล็กตรอนที่มีขนาดเล็ก ต่อมาทำการปรับโฟกัสของลำอิเล็กตรอนด้วยเลนส์วัตถุ(objective lens) เพื่อให้ลำอิเล็กตรอนตกกระทบบนพื้นผิวของสารตัวอย่าง เราสามารถควบคุมการกวาดของลำอิเล็กตรอนด้วย scan coil ทำให้สามารถสแกนได้ในแนวแกน x-y ได้ทั่วพื้นผิวชิ้นงาน เมื่อลำอิเล็กตรอนตกกระทบบนผิวของชิ้นงานก็จะสะท้อนออกไปยังหัวตรวจวัด(detector) หัวตรวจวัดจะทำหน้าที่รับสัญญาณที่สะท้อนออกมาจากผิวของชิ้นงาน และทำการแปลงสัญญาณเป็นสัญญาณทางไฟฟ้าด้วยชุดระบบทางอิเล็กทรอนิกส์ ความแตกต่างจากการสะท้อนสัญญาณนี้จะเป็นตัวบ่งชี้ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของสารตัวอย่างออกมาเป็นภาพ 3 มิติ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



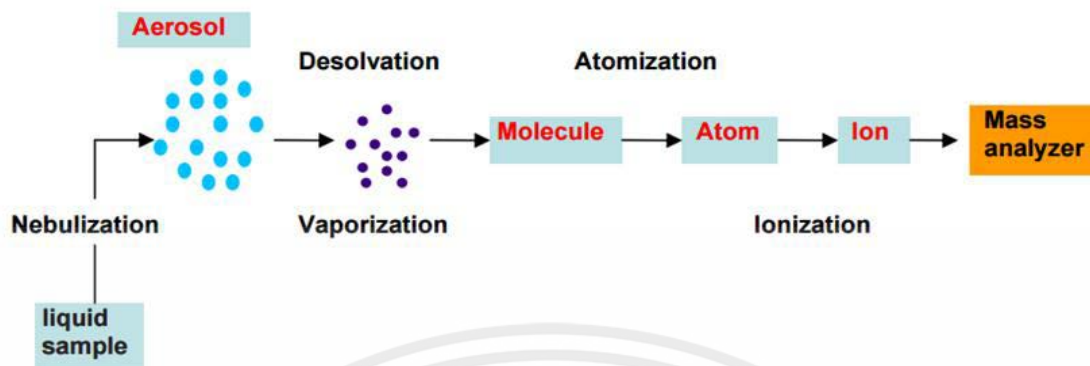
ภาพที่ 2.19 ส่วนประกอบของกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด

2.8.4 เครื่องอินดักทีฟพลาสมาแมสสเปกโตรมิเตอร์ (Inductively Couple Plasma Mass Spectrometer (ICP-MS))

Inductively coupled plasma-mass spectrometry (ICP-MS) เป็นวิธีวิเคราะห์ธาตุ โดยหลักการของอะตอมมิสเปกโทรสโคปซึ่งเป็นการวิเคราะห์โดยอาศัยกระบวนการคายพลังงานของอะตอม (atomic emission) ICP-MS สามารถวิเคราะห์ธาตุใด ๆ พร้อมกันหลายตัวในเวลาเดียวกัน สามารถวิเคราะห์ธาตุได้ถึงขีดจำกัดการตรวจวัดที่ระดับความเข้มข้นพิโคกรัมต่อมิลลิลิตร (pg/ml) ถึง เฟมโตกรัมต่อมิลลิลิตร (fg/ml)

กระบวนการของการวิเคราะห์ด้วยวิธี ICP-MS เป็นการนำพลังงานจากพลาสมาใน การยิงอิเล็กตรอนให้หลุดจากวงแหวนชั้นนอกของอะตอม ทำให้เกิดไอออนประจุบวกของสารตัวอย่าง ไอออนนี้ จะถูกแยกและวัดด้วยเครื่องแมสสเปกโตรมิเตอร์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.20 แผนภาพแสดงสถานะของตัวอย่างภายในเครื่องตรวจวัด ICP-MS

ICP เป็นแหล่งกำเนิดการกระตุ้นอุณหภูมิสูง ที่เกิดกระบวนการกำจัดตัวทำละลาย (desolvation) ออกจากสารละลายตัวอย่าง และระเหยสารตัวอย่างให้อยู่ในรูปของไอ (vaporization) แสดงดังรูปที่ 2.15 ซึ่งไอของโมเลกุลเหล่านี้จะถูกเปลี่ยนให้เป็นอะตอม (atomization) แล้วต่อมาเกิดการแตกตัวเป็นไอออน (ionization) ซึ่งไอออนของตัวอย่างที่เกิดขึ้น สามารถตรวจวัดด้วยวิธี ICP-MS ซึ่งทำการตรวจวัดไอโซโทป (isotopes) ของธาตุตามอัตราส่วนของมวลต่อประจุ (mass-to-charge ratio, m/e) ด้วยเครื่องแมสสเปกโตรมิเตอร์

เครื่องมือ ICP-MS ประกอบด้วย ระบบนำส่งตัวอย่าง (sample introduction system) แหล่งกำเนิดพลาสมา (plasma sources) รอยต่อ (interface) เครื่องวิเคราะห์มวล (mass analyzer) เครื่องตรวจวัดและบันทึกผล (detector and recorder)³

1) ระบบนำส่งตัวอย่าง

ระบบนำส่งตัวอย่างมีทั้งชนิดที่ใช้กับตัวอย่างที่เป็นของเหลว ของแข็ง และ แก๊ส ตัวอย่างส่วนใหญ่เตรียมในรูปสารละลาย ซึ่งมีการดูดพ่นให้เป็นละอองฝอย (pneumatic nebulization) เป็นระบบมาตรฐานทั่วไปในการนำส่งตัวอย่างของเหลว 3-7 ส่วนตัวอย่างในรูปของแข็งใช้ระบบยิงด้วยเลเซอร์ (laser ablation) ให้เป็นไอของอนุภาคในการนำส่งตัวอย่าง ICP-MS สามารถเชื่อมต่อกับเทคนิคการแยกชนิดต่าง ๆ โดยทำหน้าที่เป็นเครื่องตรวจวัดอะตอมเฉพาะ (specific atomic detector) เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการตรวจวัด ทำให้มีความไวในการวิเคราะห์เพิ่มขึ้น มีการเชื่อมต่อ ICP-MS กับเครื่องมือต่าง ๆ ได้แก่ high-performance liquid chromatography (HPLC), ultra performance pressure chromatography (UPLC), ion chromatography, gas chromatography, flow injection หรือ sequential injection และ capillary

2) แหล่งกำเนิดพลาสมา

เป็นส่วนที่ผ่านกระแสของแก๊สอาร์กอน เข้าไประหว่างหลอดที่ทาจากควอทซ์สามหลอด ที่มีจุดศูนย์กลางร่วม หรือเรียกว่า คบพลาสมา (plasma torch) ขณะที่ผ่านมาหลอดเหนี่ยวนำคลื่นวิทยุ พลังงานของสนามคลื่นวิทยุทำให้แก๊สอาร์กอนเกิดการชนกันและแตกตัวเป็นไอออน เกิดเป็นพลาสมาที่มีพลังงานสูง มีอุณหภูมิในช่วง 6,000 ถึง 10,000 องศาเซลเซียส โดยบริเวณตรงกลางพลาสมามีอุณหภูมิสูงสุด การใช้พลาสมาอาร์กอนที่มีอุณหภูมิสูง ทำให้สามารถวิเคราะห์

ธาตุหนักหลายตัวที่ไม่สามารถทำให้เป็นอะตอมได้โดยการใช้เปลวไฟ นอกจากนี้อาร์กอนเป็นแก๊สเฉื่อย จึงไม่เกิดปฏิกิริยากับบรรยากาศ ตัวอย่างเข้าไปในพลาสมาโดยการพ่นเป็นฝอยละเอียด เข้าไปในละอองฝอยของแก๊สอาร์กอน แล้วถูกนำผ่านหลอดควอทซ์อันในสุด ซึ่งตัวอย่างจะระเหยเป็นไอ เปลี่ยนเป็นอะตอมและแตกตัวเป็นไอออนไปพร้อม ๆ กัน

3) รอยต่อ

เป็นส่วนที่ไอออนของอะตอมถูกแยกออกจากพลาสมา บริเวณนี้มีแรงดูดสุญญากาศที่สูง โดยการใช้ปั๊ม ไอออนของอะตอมจึงถูกดึงเข้าไปยัง sampler หรือ extraction cones ที่มีเส้นผ่าศูนย์กลาง 1 มิลลิเมตร เกิดเป็นลาของไอออน วิ่งเข้าไปยัง skimmer cones ที่อยู่ต่อมาแล้วถูกโฟกัสโดยไอออนเลนส์เข้าไปยังเครื่องวิเคราะห์มวลต่อไป

4) เครื่องวิเคราะห์มวล

เครื่องวิเคราะห์มวลเป็นแมสสเปกโตรมิเตอร์ ที่ทำหน้าที่เป็นตัวกรองมวลโดยการแยกไอออนที่มีอัตราส่วนของมวลต่อประจุเฉพาะออกจากลาของไอออนที่มีหลายมวลต่อประจุ หลังการแยก ลาของไอออนแต่ละตัวที่มีลักษณะของประจุไอโซโทปเฉพาะจะวิ่งตรงยังเครื่องตรวจวัดต่อไป เครื่องวิเคราะห์มวลที่นิยมใช้คือ quadrupole นอกจากนี้ยังมีแมสสเปกโตรมิเตอร์ชนิดอื่นที่ใช้ กับ ICP-MS ได้แก่ time of flight (TOF) magnetic sector hexapole octapole ion trap และ ion cyclotron resonance

5) เครื่องตรวจวัดและบันทึกผล

เครื่องตรวจวัดทำหน้าที่วัดกระแสไอออน ที่ถูกแยกออกจากเครื่องวิเคราะห์มวล ซึ่งเป็นสัดส่วนโดยตรงกับปริมาณของไอโซโทป หรือ ธาตุในตัวอย่าง เครื่องตรวจวัดที่มีใช้ได้แก่ (1) continuous dynode electron multiplier (2) continuous dynode electron multiplier และ (3) Faraday cup เครื่องบันทึกผลทำการบันทึกผลเป็นแมสสเปกตรัม (mass spectrum) ซึ่งแกนตั้งเป็นความเข้มของสัญญาณเป็นสัดส่วนโดยตรงกับปริมาณของไอโซโทป หรือธาตุในตัวอย่าง และแกนนอนเป็นมวลของไอโซโทป หรือธาตุในตัวอย่าง

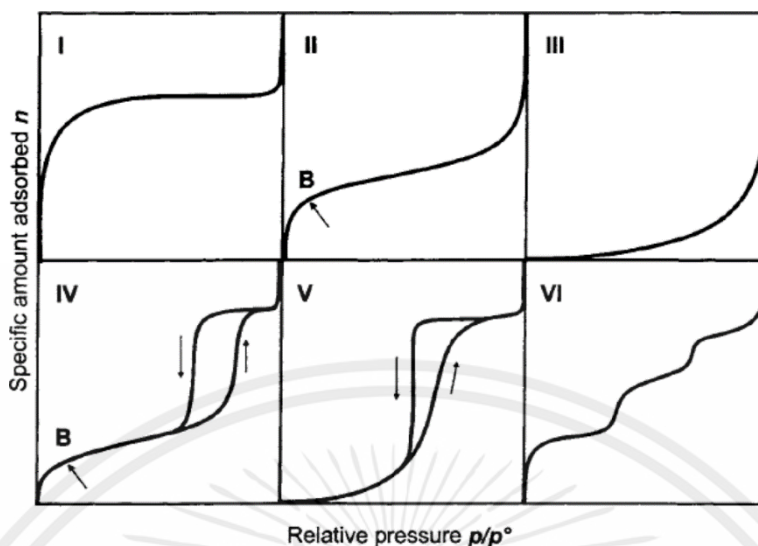
2.8.5 เทคนิคการวิเคราะห์พื้นผิวและความเป็นรูพรุนของวัสดุ (The Brunauer Emmett-Teller)

The Brunauer Emmett-Teller: BET เป็นเทคนิคหนึ่งที่ใช้ในการตรวจวัดปริมาตรรูพรุน พื้นที่ผิวจำเพาะ และการกระจายตัวของรูพรุน โดยอาศัยการดูดซับโมเลกุลแก๊สบริเวณพื้นผิวของรูพรุน ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง ความดันสัมพัทธ์ (P/P_0) กับปริมาตรหรือน้ำหนักของก๊าซที่ถูก ดูดซับ (adsorption) และการคายซับ (desorption) ของวัสดุนั้นๆ เทคนิคนี้สามารถที่จะสามารถจำแนกประเภทของรูพรุนได้ [41]

โดยประเภทของรูพรุนจะแบ่งออกเป็น 3 ประเภท ได้แก่

1. กลุ่ม Micropore มีขนาดน้อยกว่า 2 นาโนเมตร
2. กลุ่ม Mesopore มีขนาดอยู่ในช่วง 2-50 นาโนเมตร
3. กลุ่ม Macropore มีขนาดมากกว่า 50 นาโนเมตร

เอกสารนี้
ไม่ว่ากรณี
อ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.21 ภาพแสดงความสัมพันธ์ระหว่างระหว่างปริมาตร(cm^3/g)และความดันสัมพัทธ์(P/P_0) ของ Adsorption Desorption Isotherm

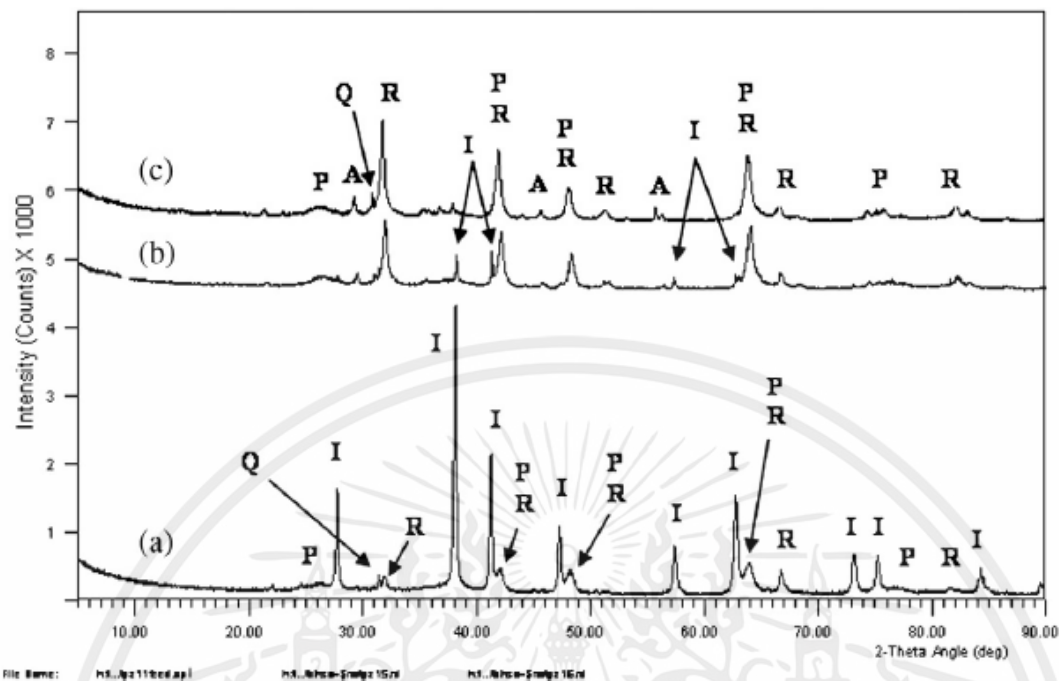
เราสามารถวิเคราะห์ประเภทของรูพรุนได้จาก กราฟ Adsorption desorption isotherm เป็น ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาตร (cm^3/g)และความดันสัมพัทธ์(P/P_0) [37]

2.9 ทบทวนวรรณกรรม

จากการศึกษาเบื้องต้นเกี่ยวกับวัสดุไทเทเนียมไดออกไซด์พบว่า ไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นสารประกอบ โลหะออกไซด์ที่มีประโยชน์มากมายในหลายหลายอุตสาหกรรม เช่นไทเทเนียมไดออกไซด์ถูกใช้เป็นวัสดุให้เม็ดสีขาวในอุตสาหกรรมสีทาบ้าน, ไทเทเนียมไดออกไซด์ถูกใช้เป็นส่วนผสมในสารป้องกันแดดในอุตสาหกรรมเครื่องสำอาง และถูกใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาดัดในกระบวนการบำบัดน้ำเสียหรือแก๊สพิษในจากอุตสาหกรรมต่างๆ เป็นต้น โดยทั่วไปไทเทเนียมไดออกไซด์สามารถพบได้ในที่ต่างๆเช่น ในพืช สัตว์ หรือในรูปของแร่เช่น แร่อิเลเมนต์ แร่ลูโคซีนและแร่รูไทล์ ซึ่งส่วนมากไทเทเนียมไดออกไซด์ที่พบในแร่เหล่านั้นจะอยู่รวมกับแร่อื่นๆปะปนกันไปขึ้นอยู่กับแต่ละภูมิภาค สำหรับวิธีการสกัดเอาไทเทเนียมไดออกไซด์ออกจากแร่เหล่านั้น สามารถทำได้หลากหลายวิธี เช่น วิธีการสกัดของแข็งของเหลว หรือการชะ, วิธีการสกัดด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล เป็นต้น สำหรับงานวิจัยนี้จะทำการเตรียมไทเทเนียมไดออกไซด์จากแร่ธรรมชาติด้วยกระบวนการสกัดของแข็งของเหลว

วิธีการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์จากแร่ธรรมชาติด้วยวิธีการชะมีหลากหลายปัจจัยที่ส่งผลต่อการเกิดปฏิกิริยา โดยงานวิจัยของ G.K. Das และคณะวิจัย [14] เป็นการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์จากแร่อิเลเมนต์ด้วยวิธีการสกัดของแข็งของเหลวโดยการใช้กรดไฮโดรคลอริกพบว่าได้ทำการศึกษาปัจจัยที่ส่งผลต่อการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธีการสกัดของแข็งของเหลวโดยใช้สารละลายกรดไฮโดรคลอริก พบว่าปัจจัยที่ส่งผลต่อการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธีการสกัดของแข็งของเหลว ได้แก่ ความเข้มข้นของสารละลายกรดที่ใช้ในกระบวนการสกัด, อุณหภูมิที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยา, ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา, อัตราส่วนระหว่างของแข็งกับของเหลวที่ใช้ในกระบวนการ และความเข้มข้นของไอออนลบในสารละลายที่ใช้ในกระบวนการ

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.22 กราฟแสดงการรูปแบบการการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์จาก $\text{Co K}\alpha$ ของ (a)แร่โอลิเมไนต์ (b)ตะกอนแร่ที่ได้จากการชะด้วยกรดไฮโดรคลอริกและ (c) ตะกอนแร่ที่ได้จากการชะด้วยกรดไฮโดรคลอริก ร่วมกับสารประกอบแคลเซียมคลอไรด์ (CaCl_2) [14]

Table 3
Preliminary leach conditions and metals leaching of ilmenite ore sample A.

Test conditions				% Leaching	
HCl (M)	CaCl_2 (g/L)	Ore mass (g)	Pulp density (%) w/w	Ti	Fe
9.8	0	48.3	4.0	88.6	92.6
9.8	240	48.3	3.3	96.4	96.6

โดยการวิจัยนี้จะทำให้ทราบถึงเงื่อนไขที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยาในการสกัดไทเทเนียมไดออกไซด์จากแร่ เพื่อให้ได้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์สูงถึง 90% แสดงในรูป 2.20 และ รูป 2.21

การศึกษางานวิจัยของ Linie Jia และคณะ [15] เป็นการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์จากแร่โอลิเมไนต์ด้วยวิธีการสกัดของแข็งของเหลวโดยใช้กรดซัลฟิวริกในการทำปฏิกิริยา พบว่าการเกิดปฏิกิริยาระหว่างแร่โอลิเมไนต์กับกรดซัลฟิวริกนั้นมีประสิทธิภาพในการสกัดไทเทเนียมไดออกไซด์นั้นมีประสิทธิภาพน้อยกว่ากรดไฮโดรคลอริกเนื่องมาจากการกลไกการเกิดปฏิกิริยาระหว่างแร่โอลิเมไนต์กับกรดซัลฟิวริกนั้นจะทำให้เกิดหมู่ไฮโดรเจนเกาะกับพื้นผิวของแร่ ทำให้กรดซัลฟิวริกไม่สามารถเกิดอันตรกิริยากับแร่โอลิเมไนต์ได้จึงทำให้มีประสิทธิภาพในการชะเอาสารเจือปนออกมาได้น้อยกว่าแสดงในรูป 2.22

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

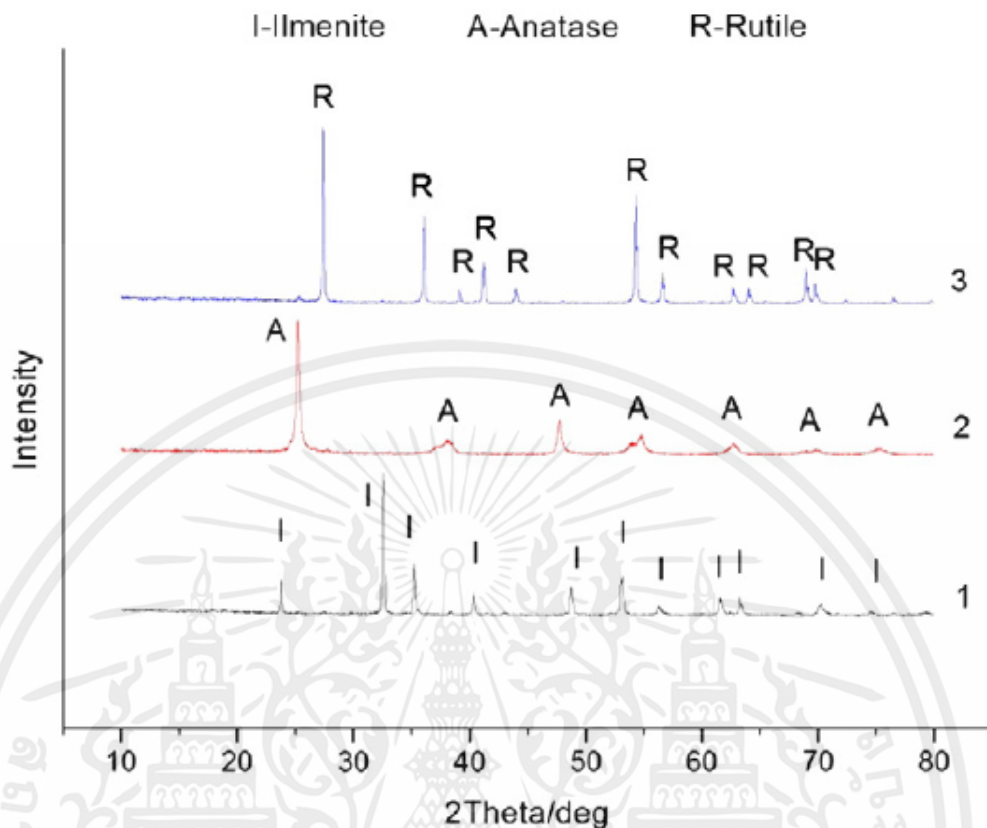


Fig. 6. XRD patterns of the ilmenite, leach residue and Ti-rich materials. 1–ilmenite; 2–leach residue; 3–Ti-rich materials.

รูปที่ 2.23 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของแร่อิลเมนไนต์ และวัสดุประกอบลูโคซีน (1) แร่อิลเมนไนต์ (2) ผงแร่ที่ผ่านกระบวนการชะด้วยกรดซัลฟิวริก และ (3) วัสดุประกอบลูโคซีน [15]

ดังนั้นกรดไฮโดรคลอริกจึงถูกมาใช้ในการสกัดไทเทเนียมไดออกไซด์จากแร่ธรรมชาติสำหรับงานวิจัยนี้ และเพื่อเป็นการประสิทธิภาพในการสกัดไทเทเนียมไดออกไซด์จากแร่ธรรมชาติได้มีงานวิจัยจาก Li Zhang และคณะ [16] ได้ทำการศึกษาการเพิ่มประสิทธิภาพในการสกัดไทเทเนียมไดออกไซด์จากแร่อิลเมนไนต์โดยการนำแร่อิลเมนไนต์ไปบดละเอียดเพื่อเป็นการลดขนาดของอนุภาคเพื่อเป็นการเพิ่มพื้นที่ผิวสัมผัสในการเกิดปฏิกิริยา โดยศึกษาถึงปัจจัยระยะในการบดละเอียดด้วยเครื่องบดแบบ planetary-ball milling ที่ความเร็วรอบ 300 รอบต่อนาที ที่อัตราส่วนลูกบดต่อแร่อิลเมนไนต์ 10:1 พบว่า และดูลักษณะโครงสร้างที่เปลี่ยนไปรวมถึงตรวจสอบหาสารเจือปนอื่นๆในแร่ที่สกัดออกมา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

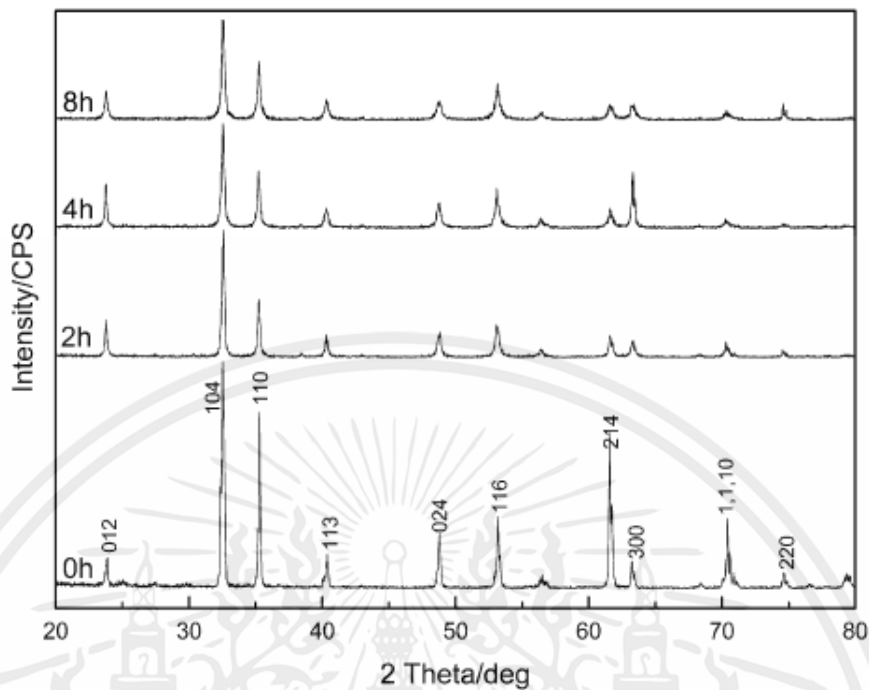


Fig. 6. XRD patterns of ilmenites mechanically activated for different times.

รูปที่ 2.24 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของแร่โอลิเมนไนต์ที่ผ่านกระบวนการปรับปรุงด้วยการบดละเอียดที่ความเร็วรอบ 300 รอบต่อนาทีที่เวลาต่างกัน [16]

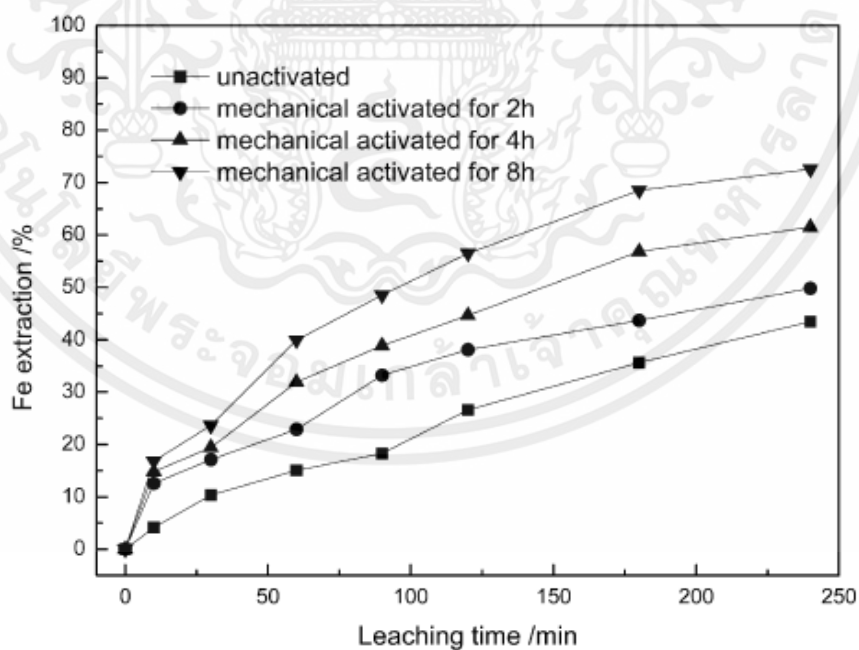


Fig. 3. Rate of iron extraction from unactivated and mechanically activated ilmenites.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่วางไว้สำหรับการศึกษาเท่านั้น ไม่สามารถนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้
รูปที่ 2.25 ปริมาณเหล็กที่สกัดออกจากแร่โอลิเมนไนต์ที่ใช้เวลาในการบดต่างกัน ที่ช่วงในการสกัดต่างกัน [17]

และงานวิจัยของ Jianbo Zhang และคณะ [17] ได้ศึกษาถึงกระบวนการเตรียมแร่โอลิเมนไนด์ก่อนที่จะทำปฏิกิริยาการสกัดของแข็งของเหลว โดยการทำให้รีดิวซ์และศึกษาปฏิกิริยารีดักชันออกซิเดชัน (redox) ขณะเกิดการเกิดปฏิกิริยาในกระบวนการชะพบว่า เมื่อเราทำการรีดิวซ์แร่โอลิเมนไนด์โดยการให้อุณหภูมิแก่แร่โอลิเมนไนด์จะทำให้ประสิทธิภาพในการเกิดปฏิกิริยาเพิ่มมากขึ้น เนื่องจากปฏิกิริยาขณะให้ความร้อนที่สูงแก่แร่โอลิเมนไนด์ก่อนกระบวนการชะทำให้เกรนของรูไมล์ในแร่โอลิเมนไนด์เกิดการก่อตัวเป็นผลึกที่แข็งแรง และเมื่อนำแร่ที่ผ่านกระบวนการให้ความร้อนมาทำการสกัดของแข็งของเหลวด้วยกรดไฮโดรคลอริกนั้นจะทำให้ปริมาณไทเทเนียมหลุดออกมาจากแร่ได้น้อยลงทำให้ได้สารผลิตภัณฑ์ลูโคซีนไดออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์สูง

นอกจากการสกัดไทเทเนียมไดออกไซด์โดยตรงจากแร่แล้วนั้นยังสามารถสกัดไทเทเนียมไดออกไซด์โดยวิธีทางอ้อม Feixiang Wu และคณะ [18] ได้ทำการสังเคราะห์ไทเทเนียมไดออกไซด์คุณภาพสูงที่มีโครงสร้างแบบแท่ง โดยการนำสารละลายที่ได้จากกระบวนการสกัดของแข็งของเหลวที่มีสารเจือปนละลายอยู่ ซึ่งรวมไปถึงลูโคซีนที่ไม่เกิดการก่อตัวเป็นไทเทเนียมไดออกไซด์ละลายอยู่ มาทำการสังเคราะห์โดยการเตรียมสารประกอบเปอร์ออกไซด์เช่น โซเดียมไฮดรอกไซด์ และไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เพื่อให้ลูโคซีนที่ละลายอยู่ในสารละลายเกิดการก่อตัวเป็นแท่งนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์สูง

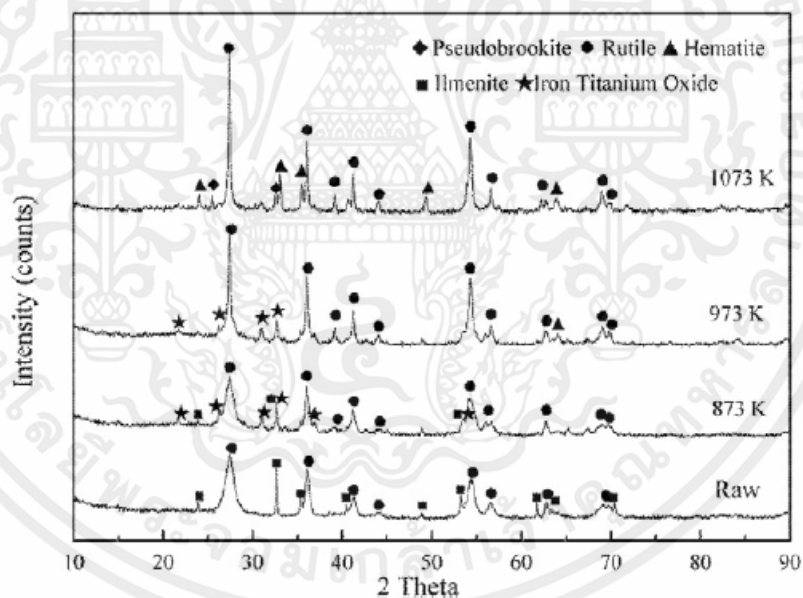
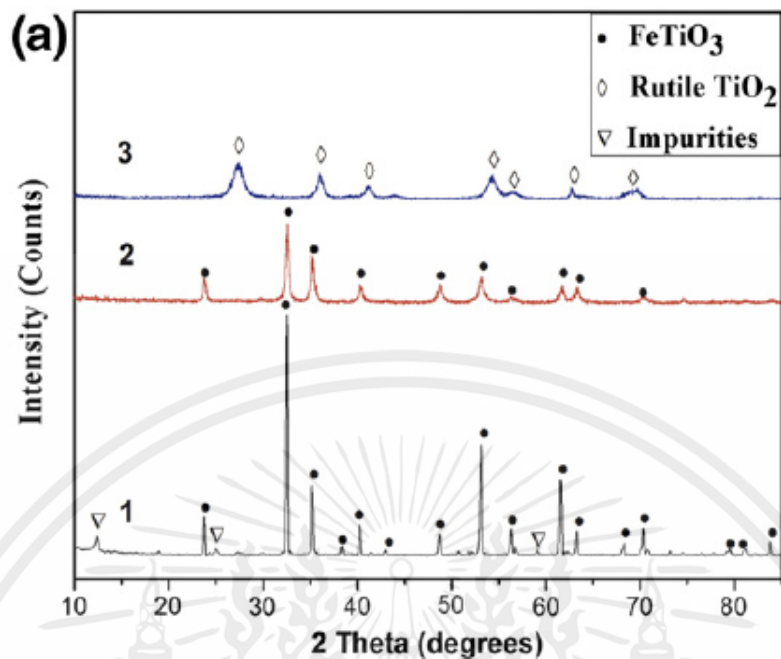


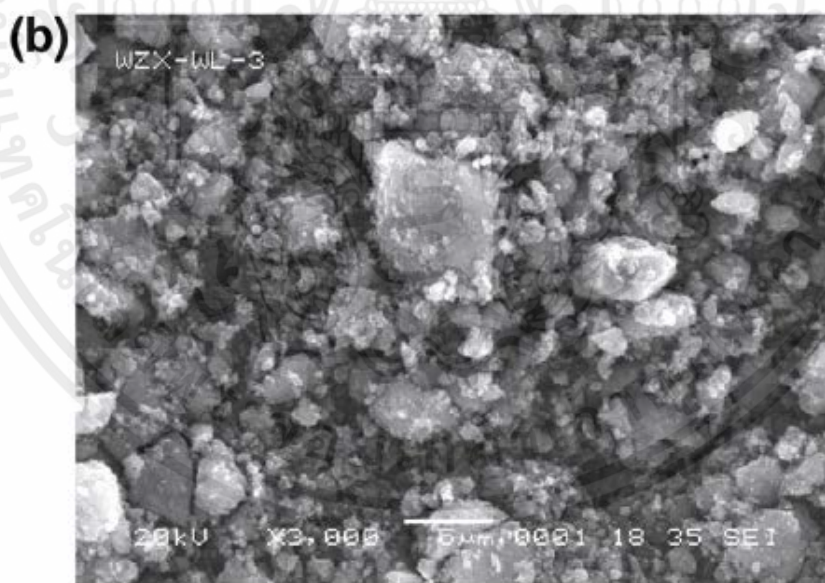
Fig. 8. XRD patterns of products that were obtained from raw ilmenite and ilmenites pre-oxidized at 873 K-1073 K for 4 h after 8 h of stirred leaching. (The leaching conditions: a 20 wt.% HCl solution at a temperature of 378 K and a 4 ml/g liquid to solid ratio).

รูปที่ 2.26 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของแร่โอลิเมนไนด์ และแร่โอลิเมนไนด์ที่ผ่านกระบวนการออกซิไดซ์ที่อุณหภูมิต่างกัน ที่ผ่านกระบวนการชะด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก [17]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.27 (a) แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของ 1) แร่อิลเมไนต์ 2) แร่อิลเมไนต์ที่ผดละเอียด 2 ชั่วโมง 3) ตะกอนที่ได้จากการไฮโดรไรซิสจากสารละลายจากการชะ และ (b) ภาพ SEM ของตะกอนจากกระบวนการไฮโดรไรซิส [18]



รูปที่ 2.27 (ต่อ) (a) แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของ 1) แร่อิลเมไนต์ 2) แร่อิลเมไนต์ที่ผดละเอียด 2 ชั่วโมง 3) ตะกอนที่ได้จากการไฮโดรไรซิสจากสารละลายจากการชะ และ (b) ภาพ SEM ของตะกอนจากกระบวนการไฮโดรไรซิส [18]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สำหรับการประยุกต์ใช้ลูโคซินไดออกไซด์นั้นมีการนำมาประยุกต์ใช้อย่างกว้างขวาง และหลากหลายรูปแบบ เช่น การนำมาประยุกต์ใช้ในด้านอุตสาหกรรมสิ่งทอ โดยใช้เป็นสารเคลือบเส้นใยเพื่อระดับกลิ่นจากแบคทีเรีย การนำมาประยุกต์ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงในการบำบัดน้ำเสียจากโรงงานอุตสาหกรรม หรือนำไทเทเนียมไดออกไซด์มาประยุกต์ใช้เป็นสารเคลือบเพื่อเพิ่มสมบัติความชอบ/ไม่ชอบน้ำ สำหรับสมบัติการทำความสะอาดตัวเองของชิ้นงาน เป็นต้น โดยงานวิจัยของ Bandna Bharti และคณะ ได้ทำการศึกษาลักษณะความชอบน้ำของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยศึกษาผ่านกระบวนการวัดมุมสัมผัสของหยดสารละลายที่แตกต่างกัน โดยศึกษาผลของการปรับสภาพด้วยพลาสมาของผิวฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ พบว่า เมื่อเพิ่มระยะเวลาในการพลาสมา จะส่งผลให้สมบัติความชอบน้ำเพิ่มมากขึ้น พิจารณาจากขนาดของมุมสัมผัสของหยดสารละลาย ลดลง เนื่องจากจากการพลาสมาบนผิวฟิล์มนั้นจะส่งผลให้เกิดหมู่ฟังก์ชันของไฮดรอกซิล (OH) ที่พื้นผิวเพิ่มมากขึ้น ทำให้พลังงานพื้นผิวของฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์มีค่าสูงกว่าพลังงานพื้นผิวของหยดน้ำ จึงทำให้มุมสัมผัสของหยดน้ำมีค่าลดต่ำลง พิจารณาจากรูปที่ 2.28

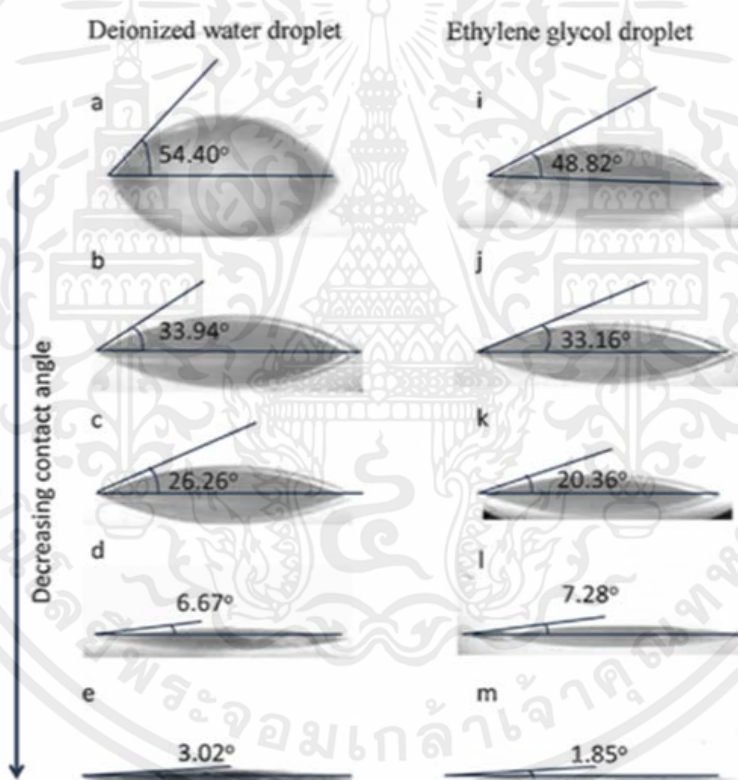


Fig. 3. Contact angles of deionized water (a-e) and ethylene glycol (i-m) on the surface of exposed TiO_2 films exposed in plasma for different time.

รูปที่ 2.28 มุมสัมผัสของหยดสารละลายที่ต่างชนิดกัน บนฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ปรับสภาพด้วยกระบวนการพลาสมาที่ระยะเวลาแตกต่างกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

และงานวิจัยของ M. Hasmalisa และคณะ ได้ทำวิจัยเกี่ยวกับปัจจัยที่ส่งผลต่อลักษณะรูปร่างของฟิล์มที่เตรียมจากผงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบลงบนกระเบื้องพอร์ซเลน โดยศึกษาผลของปริมาณของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ใส่ลงในสารเคลือบ และขนาดของอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ใช้ในกระบวนการเคลือบ พบว่าปริมาณของผงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เหมาะสมในกระบวนการเคลือบคือ 5% โดยน้ำหนัก จะให้ฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีความเรียบเนียนที่สุด และขนาดของอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ส่งผลต่อลักษณะของฟิล์มลูโคซินเช่นกันแสดงในรูปที่ 2.29

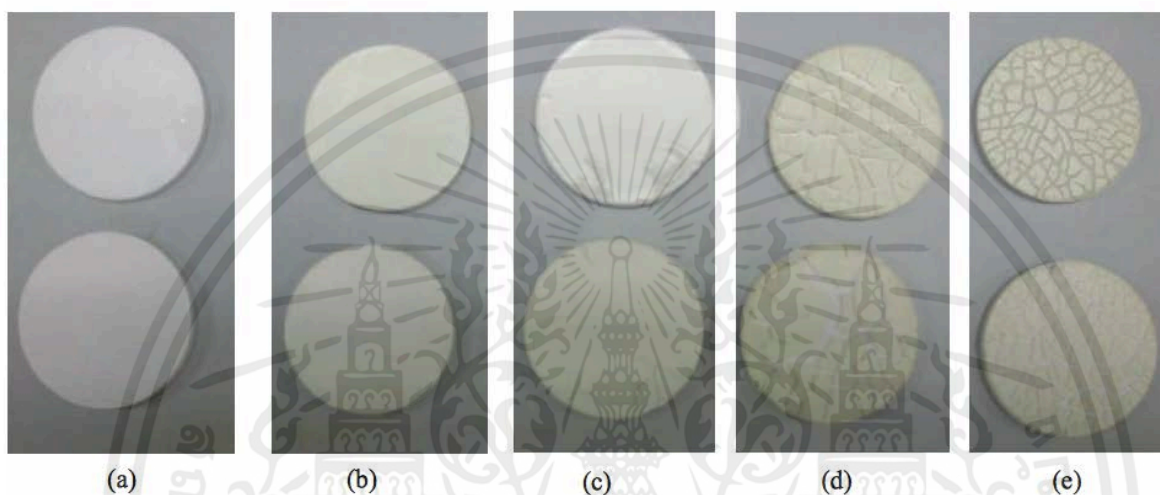


Fig. 3. Glaze coating after sintering process;(a) original glaze without anatase, (b) 5wt% micro anatase, (c) 10wt% micro anatase, (d) 15wt% micro anatase and (e) 10wt% nano anatase.

รูปที่ 2.29 ลักษณะฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์บนผิวกระเบื้องพอร์ซเลนที่เตรียมจากผงอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ภายใต้เงื่อนไขต่างๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

ขั้นตอนการดำเนินงาน

3.1 อุปกรณ์และสารเคมี

1. แร่ธรรมชาติ
2. กรดไฮโดรคลอริก (Ajax Finechem Pty Ltd)
3. เตตระเอทิลอโทซิลิเกต (Aldrich Chemistry)
4. พอลิเอทิลีนไกลคอล (Ajax Finechem Pty Ltd)
5. พอลิไวนิลไพโรลิโดน (Aldrich Chemistry)
6. น้ำปลอดประจุ
7. เครื่องปั่นกวนแม่เหล็ก แบบให้ความร้อน
8. ปีกเกอร์ทนความร้อนขนาด 250 มิลลิลิตร
9. กระจกบอทวง
10. ซ้อนตักสารเคมี
11. เครื่องชั่งสารเคมี
12. จานแก้วเพาะเชื้อ
13. พรอพทัดอุณหภูมิ
14. กระดาษวัด pH (MColorpHast™)
15. เครื่องบดพลังงานสูงด้วยลูกบอล (High Energy Ball Milling)
16. เครื่องจุ่มเคลือบ

3.2 ขั้นตอนการทดลอง

ตอนที่ 1 การเตรียมผงไทเทเนียมไดออกไซด์

- บดแร่ธรรมชาติด้วยเครื่องบดลูกบอลพลังงานสูง โดยใช้ความเร็วรอบ 600 รอบ/นาที เป็นระยะเวลา 30 นาที โดยขึ้นอัตราส่วนโดยน้ำหนักลูกบดต่อแร่ซิลิเกต 6:1

- เตรียมสารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่ความเข้มข้น 3, 5, 7 และ 10 โมลาร์ตามลำดับ

- นำสารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่เตรียมไว้ไปให้อุณหภูมิด้วยเครื่องปั่นกวนแบบให้อุณหภูมิได้ โดยให้ความร้อนกับสารละลายกรดไฮโดรคลอริกจนกระทั่งสารอุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสโดยใช้เทอร์โมมิเตอร์ในการวัดค่าอุณหภูมิ

- เมื่อสารละลายกรดไฮโดรคลอริกมีอุณหภูมิตามที่ต้องการแล้ว นำแร่ที่บดในขั้นตอนแรกเติมลงไปในสารกรดที่ให้ความร้อนไว้ โดยทำการปั่นกวนเป็นระยะเวลาต่างๆ ได้แก่ 3, 5, 7 และ 10 ชั่วโมงตามลำดับ

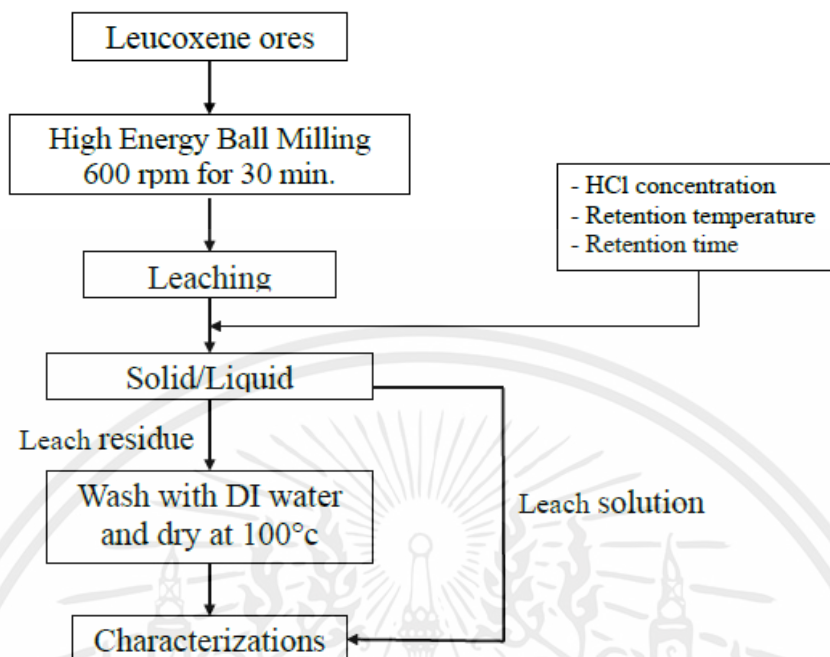
- เมื่อครบระยะเวลาที่กำหนด ทำการแยกของแข็งและของเหลวในสารแขวนลอยที่ตั้งทำปฏิกิริยาแยกสารนี้ขึ้น นำตะกอนที่ได้จากการแยกของแข็งกับของเหลว มาล้างด้วยน้ำปลอดประจุ และทำการวัดค่าความเป็นกรดเบส (pH) ด้วยกระดาษวัดค่ากรดเบส จนมีค่าความเป็นกลาง (pH7) ของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- นำตะกอนที่ผ่านกระบวนการล้างจนมีค่ากรดเบสเป็นกลาง มาอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นระยะเวลา 24 ชั่วโมง
- นำตะกอนที่แห้งนั้นไปวิเคราะห์เพื่อพิสูจน์ลักษณะเฉพาะต่างๆ
- สารละลายที่ได้จากกระบวนการแยกของแข็งและของเหลวจะนำไปวิเคราะห์หาปริมาณเหล็ก

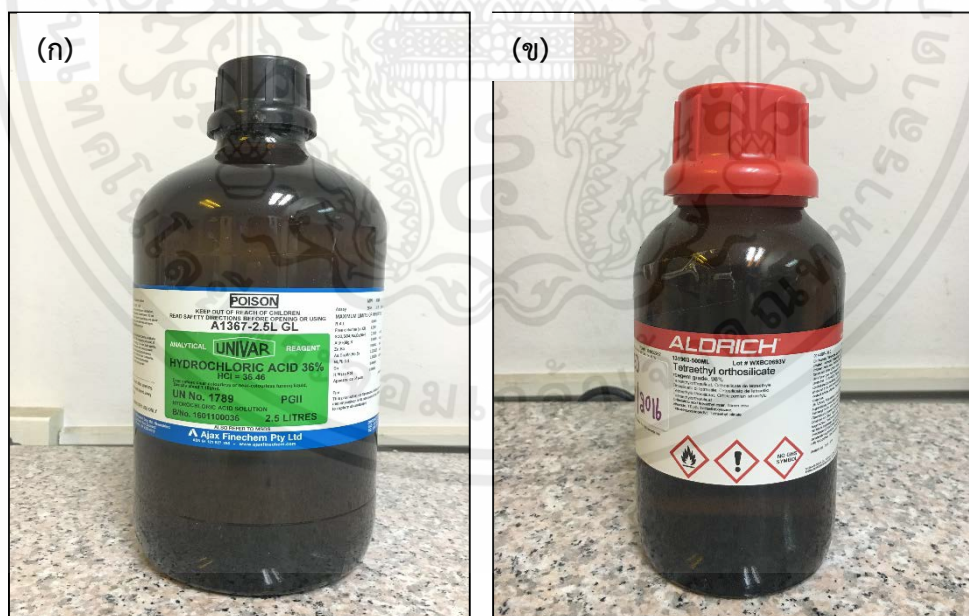
ตอนที่ 2 การเคลือบอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ลงบนกระเบื้องดินเผาungหลังคา

- เตรียมกระเบื้องดินเผาungหลังคาโดยการตัดกระเบื้องดินเผาให้ได้ขนาด 2.5 x 5 ตารางเซนติเมตร
- นำกระเบื้องที่ตัดได้ขนาดมาล้างให้สะอาดด้วยน้ำยาล้างจาน แล้วอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสเป็นระยะเวลา 24 ชั่วโมงเพื่อขจัดความชื้น
- เตรียมสละลายที่ใช้เป็นตัวประสาน (binder) ในกระบวนการจุ่มเคลือบ ได้แก่ พอลิเอทิลีนไกลคอล (PEG) และพอลิไวนิลไพโรลิโดน (PVP) โดยการเตรียมสารละลายให้เป็นเนื้อเดียวกัน
- เติมผงแร่ที่ผ่านกระบวนการชะแล้ว ลงในสารละลายที่เตรียมไว้สำหรับเป็นตัวประสาน โดยใช้อัตราส่วนระหว่างผงแร่ที่ผ่านกระบวนการชะต่อสารละลายตัวประสาน 0.1:100 กรัมต่อมิลลิกรัม จากนั้นทำการปั่นกวนเป็นระยะเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อให้ผงแร่กระจายตัวได้ดีในตัวประสาน
- ขั้นตอนการจุ่มเคลือบ เริ่มโดยนำกระเบื้องที่ล้างทำความสะอาดและอบแห้งนั้น จุ่มลงในสารละลายที่เติมผงแร่ที่ผ่านกระบวนการชะกระจายตัว ด้วยอัตราเร็ว 70 มิลลิเมตรต่อนาที และนำไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 5 นาที เพื่อให้ตัวทำละลายในสารละลายระเหยออก
- ทำการจุ่มเคลือบขึ้นกระเบื้องด้วยวิธีข้างต้นจนครบจำนวนชั้นฟิล์มที่เราต้องการ
- นำกระเบื้องที่ทำการจุ่มเคลือบแล้วนั้นมาทำการเผา ด้วยเตาเผาฟืนเพื่อทำการจัดสารที่ใช้เป็นตัวประสานในกระบวนการจุ่มเคลือบออก
- นำกระเบื้องที่ทำการเคลือบด้วยผงไทเทเนียมไดออกไซด์ และผ่านกระบวนการเผาแล้วมาวิเคราะห์หาลักษณะเฉพาะ เพื่อเป็นการยืนยันว่ามีผงไทเทเนียมไดออกไซด์เกาะอยู่ที่ผิวกระเบื้องดินเผา
- นำกระเบื้องที่ทำการเคลือบไปวิเคราะห์หาสมบัติเฉพาะด้วยการวิเคราะห์สมบัติความชอบน้ำโดยการวัดมุมสัมผัสของหยดน้ำ และวิเคราะห์สมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงโดยการศึกษการย่อยสลายของสีย้อมอินทรีย์ภายใต้การฉายแสง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

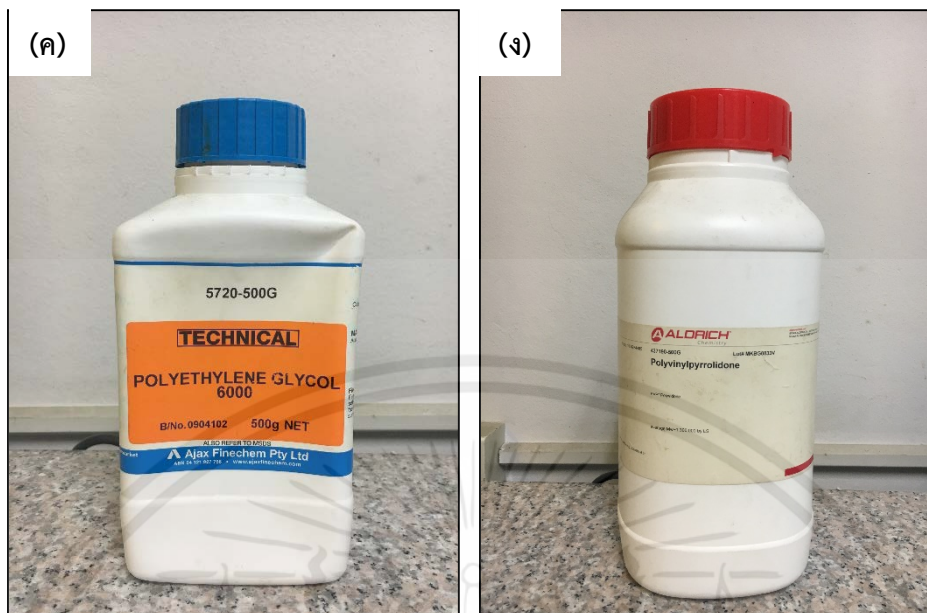


รูปที่ 3.1 แผนภาพแสดงขั้นตอนการสกัดไทเทเนียมไดออกไซด์จากแร่ธรรมชาติด้วยกระบวนการสกัดของแข็งของเหลวด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก

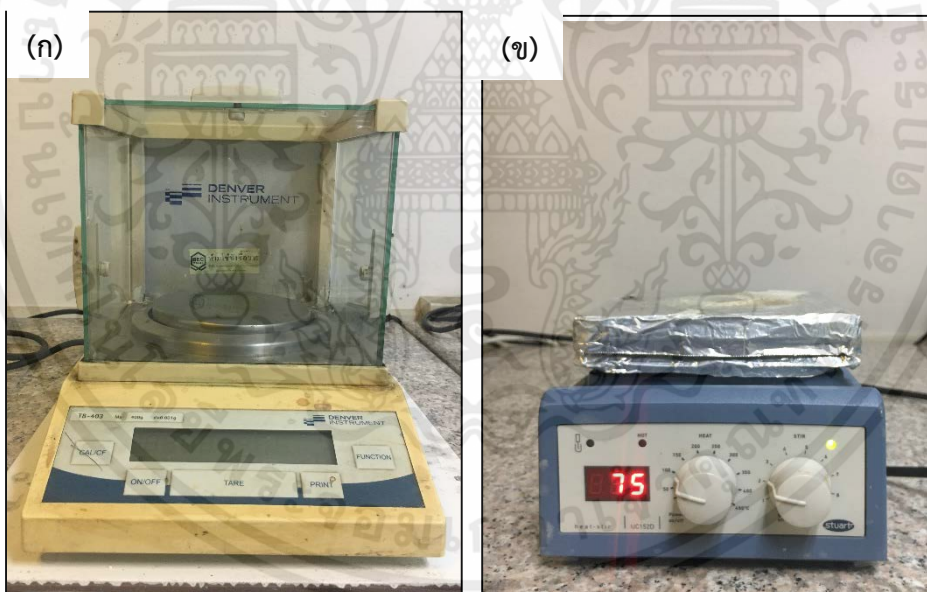


รูปที่ 3.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง ก) กรดไฮโดรคลอริก ข) เตตระเอทิลออร์โธซิลิเกต ค) พอลิเอทิลีนไกลคอล และ ง) พอลิไวนิล ไพโรลิโดน

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.2 (ต่อ) สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง ก) กรดไฮโดรคลอริก ข) เตตระเอทิลอซิเลท ค) พอลิเอทิลีนไกลคอล และ ง) พอลิไวนิล ไพโรลิโดน



รูปที่ 3.3 เครื่องมือในการทำวิจัย ก) เครื่องชั่งสารเคมี ข) เครื่องปั่นกวนชนิดให้ความร้อนได้ ค) เต้าเผาผนิก ง) เครื่องจุ่มเคลือบ และ จ) เครื่องบดละเอียดพลังงานสูง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.3 (ต่อ) เครื่องมือในการทำวิจัย ก) เครื่องซังสารเคมี ข) เครื่องปั่นกวนชนิดให้ความร้อนได้ ค) เตาเผาฉนวน
ง) เครื่องจุ่มเคลือบ และ จ) ชุดเครื่องบดละเอียดพลังงานสูง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3 เครื่องมือวิเคราะห์

3.3.1 UV – Visible spectroscopy (Thermo scientific Nicolet 6700)

3.3.2 Inductively Couple Plasma Mass Spectrometer (ICP-MS)

3.3.3 Scanning Electron Microscope (EVO MA 10)

3.3.4 Energy Dispersive X-rays spectroscopy

3.3.5 Diffuse Reflectance Spectroscopy

3.3.6 The Brunauer Emmett-Teller



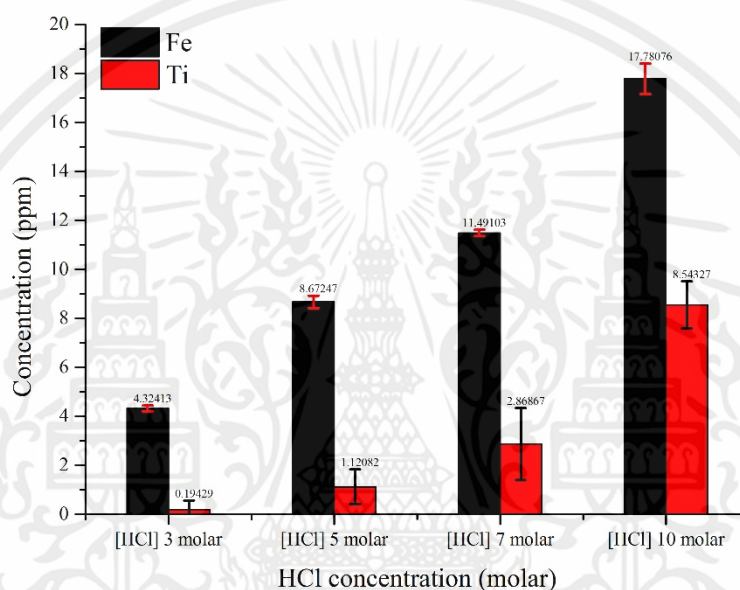
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

ผลการทดลองและอภิปรายผล

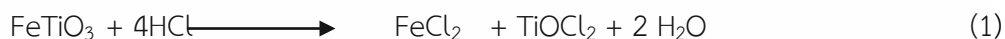
4.1 การเตรียมอนุภาคนาโนจากแร่ฮีมาไทต์

4.1.1 ผลของความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก



รูปที่ 4.1 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก กับความเข้มข้นของเหล็กที่ถูกชะออกจากแร่ฮีมาไทต์โดยกำหนดเงื่อนไข อุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยา คือ 80 องศาเซลเซียส และระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา 5 ชั่วโมง

การศึกษาปัจจัยที่ส่งผลต่อกระบวนการสกัดของแข็งของเหลวคือ ความเข้มข้นของสารละลายที่ใช้, ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา และอุณหภูมิขณะเกิดปฏิกิริยา เป็นต้น ซึ่งกระบวนการเตรียมอนุภาคนาโนที่มีไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นองค์ประกอบจากแร่ฮีมาไทต์ โดยกระบวนการคลอไรด์ โดยใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นสารประกอบคลอไรด์นั้นจะทำปฏิกิริยาในกระบวนการชะ แสดงดังสมการ (1)



จากสมการที่ (1) จะเห็นได้ว่า ปัจจัยที่มีอิทธิพลมากที่สุดในการเกิดปฏิกิริยาในกระบวนการชะ คือ สารละลายกรดไฮโดรคลอริก โดยจะมีการแตกตัวและแลกเปลี่ยนประจุกัน โดยประจุที่ส่งผลมากที่สุดคือประจุของคลอไรด์ โดยพิจารณาจากสมการที่ (1) จะเห็นได้ว่าใช้ปริมาณกรดไฮโดรคลอริกจำนวน 4 โมล ในการทำปฏิกิริยากับแร่ฮีมาไทต์ (FeTiO_3) 1 โมล อีกทั้งพิจารณาถึงสารผลิตภัณฑ์ที่ได้ในปฏิกิริยาจากสมการที่ (1) สารผลิตภัณฑ์ที่ได้

จากกระบวนการชะคือ สารละลายเหล็กคลอไรด์ (FeCl_2) ลูโคซีนออกซิคลอไรด์ (TiOCl_2) และน้ำ โดยสารที่ถูกชะออกมาจากกระบวนการชะด้วยกระบวนการคลอไรด์คือ เหล็กคลอไรด์ (FeCl_2)

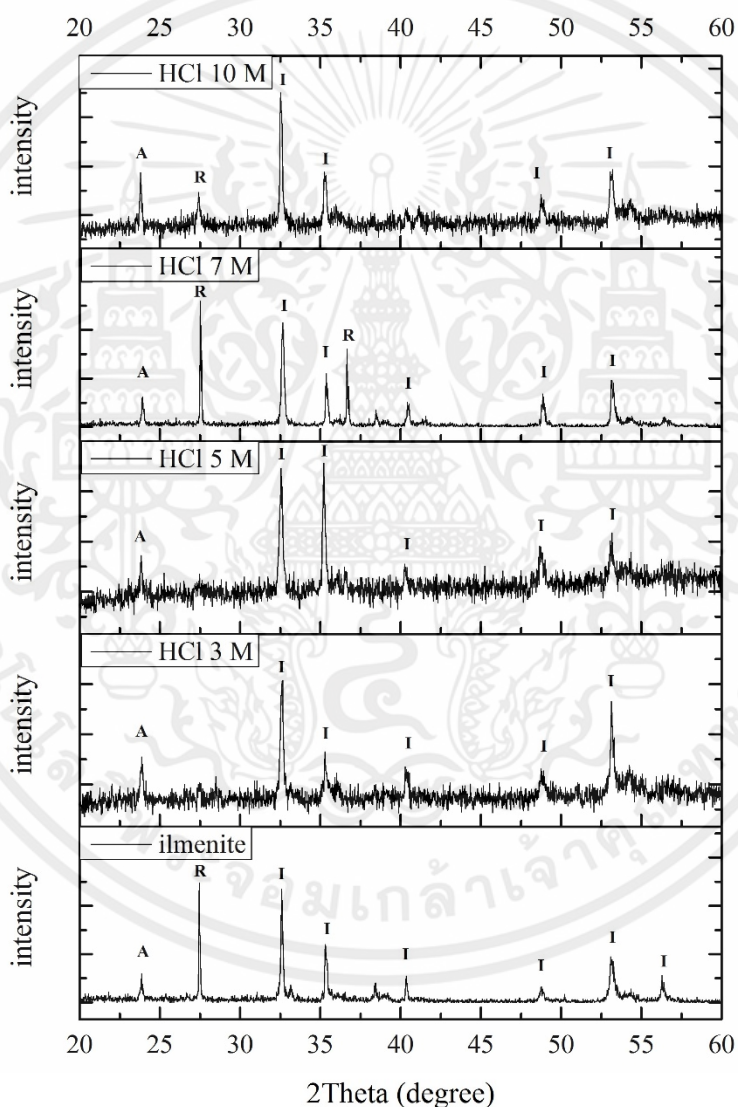
สำหรับการศึกษามูลของความสัมพันธ์ของความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกนั้นในรูปแบบที่ 4.1 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกกับปริมาณแร่เหล็กที่ถูกชะออกมาจากแร่โอลิเมนไนต์ กำหนดให้กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 3, 5, 7 และ 10 โมลาร์ ที่อุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยา 80 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมงพบว่า ที่ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกมีค่า 3 โมลาร์ เมื่อทำปฏิกิริยากับแร่โอลิเมนไนต์ผ่านกระบวนการชะพบว่า มีเหล็กถูกชะออกมา 4.3 ppm เมื่อเพิ่มเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเป็น 5, 7 และ 10 โมลาร์ ปริมาณเหล็กที่ถูกชะออกมาจากแร่โอลิเมนไนต์เพิ่มขึ้นเป็น 8.6 ppm 11.5 ppm และ 17.8 ppm ตามลำดับ เช่นเดียวกับปริมาณไทเทเนียมที่ตรวจพบในสารละลายจากกระบวนการชะพบว่า เมื่อใช้สารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 3 5 7 และ 10 โมลาร์ จะทำให้ปริมาณไทเทเนียมในสารละลายมีปริมาณเพิ่มสูงขึ้นจาก 0.2 ppm ที่สารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 3 โมลาร์ เป็น 1.1 ppm 2.6 ppm และ 8.5 ppm ตามลำดับจะเห็นได้ว่าเมื่อทำการเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก จะส่งผลถึงปริมาณของเหล็กก็ จะถูกชะออกมาเพิ่มมากขึ้น เนื่องมาจากการเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกนั้น เป็นการเพิ่มปริมาณประจุคลอไรด์ (Cl^-) ในสารละลายที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา ทำให้การเกิดปฏิกิริยาในกระบวนการชะเพิ่มมากขึ้น เพราะว่าประจุคลอไรด์เป็นประจุที่ทำปฏิกิริยากับแร่โอลิเมนไนต์ สำหรับเงื่อนไขที่เหมาะสมของความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกคือ สารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 7 โมลาร์ เพราะว่า เมื่อใช้สารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่เข้มข้นมากๆ ทำให้ปริมาณเหล็กที่ถูกชะออกมามากขึ้น รวมไปถึงปริมาณไทเทเนียมก็จะถูกชะออกมาด้วยเช่นกัน

สำหรับการวิเคราะห์สมบัติทางผลึกของตะกอนที่เหลือจากกระบวนการชะแสดงดังรูปที่ 4.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของแร่โอลิเมนไนต์ที่ผ่านกระบวนการชะ ที่เงื่อนไขในกระบวนการชะที่ความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริกต่างกัน ที่อุณหภูมิการทำปฏิกิริยา 80 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมงพบว่า เริ่มต้นแร่โอลิเมนไนต์มีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ตำแหน่ง $2\theta = 23.9^\circ, 32.6^\circ, 35.3^\circ, 38.4^\circ, 40.4^\circ, 48.8^\circ$ และ 53.1° สัมพันธ์กับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผลึก Ilmenite (FeTiO_3) ที่ระนาบ (012) (104) (110) (006) (11-3) (024) และ (11-6) ตามลำดับ [JCPDS 01-073-1255] สำหรับตำแหน่งการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่มุม $2\theta = 27.5^\circ$ และ 36.6° สัมพันธ์กับตำแหน่งการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผลึกไทเทเนียมไดออกไซด์รูทีล (rutile) ที่ระนาบผลึก (110) และ (101) ตามลำดับ [JCPDS 01-075-1755] จากรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในรูปแบบที่ 4.2 เมื่อเริ่มต้นใช้สารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 3 โมลาร์ ทำปฏิกิริยากับผงแร่โอลิเมนไนต์บดละเอียด พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์คล้ายคลึงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของแร่โอลิเมนไนต์ และเมื่อทำการเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเป็น 5, 7 และ 10 โมลาร์พบว่าตำแหน่งการเลี้ยวที่มุม 27.5° และ 36.6° จะค่อยๆปรากฏขึ้น และจะแสดงความเข้มของสัญญาณการเลี้ยวรังสีเอกซ์ที่สูงขึ้น เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก สำหรับสัญญาณการเลี้ยวเบนเข้มที่สุดที่ของตะกอนภายหลังปฏิกิริยาหลังกระบวนการชะที่ใช้สารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 7 โมลาร์ แต่เมื่อเพิ่มสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 10 โมลาร์ในการทำปฏิกิริยาของกระบวนการชะ พบว่าความเข้มของสัญญาณการเลี้ยวเบนที่ตำแหน่ง 27.5° ของผลึกรูทีลจะลดลง

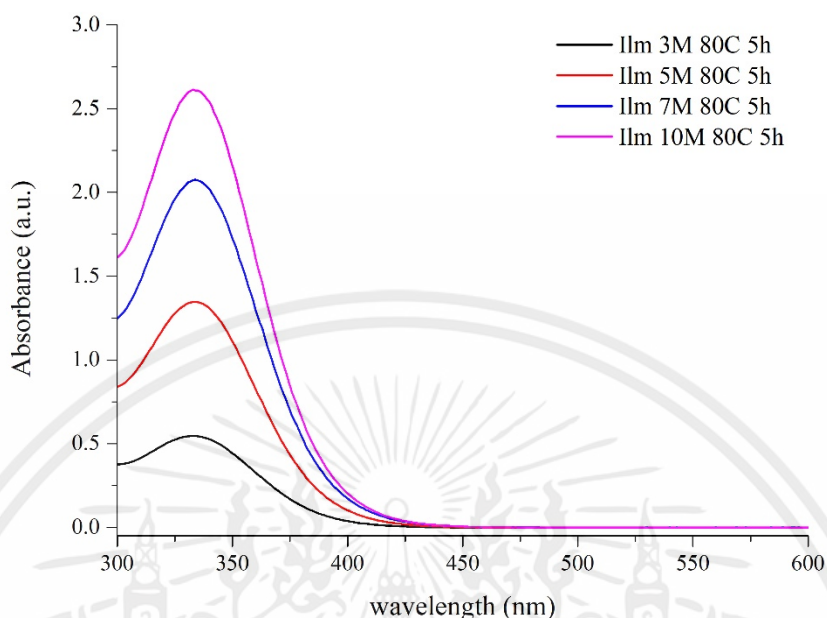
ที่ส่งมอบไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เนื่องจากสารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่มีความเข้มข้นสูงมากๆจะมีปริมาณประจุคลอไรด์สูงมากๆ จะทำให้ผลึกให้ไทเทเนียมไดออกไซด์สูญเสียสภาพความเป็นผลึก หรือประจุคลอไรด์ที่มากเกินไปในระบบจะทำให้ปฏิกิริยากับประจุโลหะอื่นๆที่อยู่ในระบบเช่น ประจุโคบอลต์ ฯลฯ ทำให้เกิดเกลือของคลอไรด์ ถ้าพิจารณาจากสมการที่ (1) นั้นผลึกเกิดที่สามารถเกิดได้คือ ลูโคซีนออกไซด์คลอไรด์ (TiOCl_2) ซึ่งผลึกเกลือคลอไรด์นี้จะเกิดที่ผิวของแร่โอลิเมนไนต์ในระบบ ทำให้ประจุคลอไรด์ที่อยู่ในระบบของปฏิกิริยานั้น ไม่สามารถทำอันตรกิริยากับแร่โอลิเมนไนต์ได้ ซึ่งส่งผลให้สัญญาณการเลี้ยวเบนของผลึกโรลท์ที่ตำแหน่ง 27.6° นั้น มีค่าความเข้มของสัญญาณการเลี้ยวเบนที่ลดลงนั่นเอง [14]



รูปที่ 4.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของแร่โอลิเมนไนต์ และแร่โอลิเมนไนต์ที่ผ่านกระบวนการชะด้วยเงื่อนไขความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริกที่ต่างกันคือ 3, 5, 7 และ 10 โมลาร์ ที่ระยะเวลาการทำปฏิกิริยา 5 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส



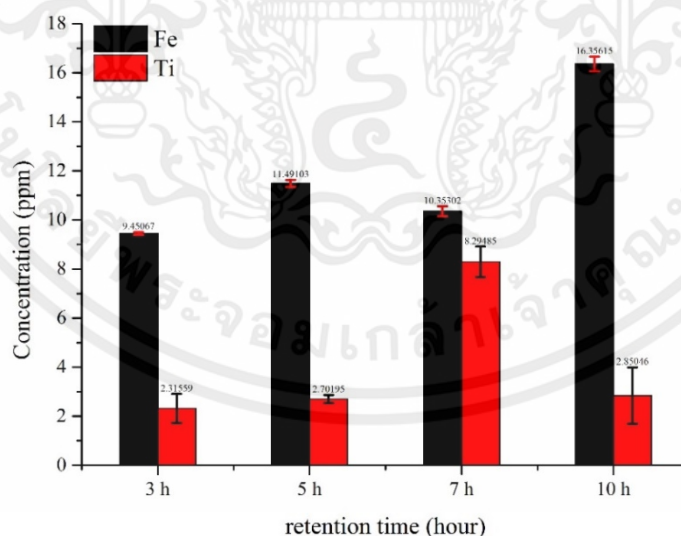
รูปที่ 4.3 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของสารละลายภายหลังกระบวนการชะ ที่เงื่อนไขความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 3 5 7 และ 10 โมลาร์ โดยอุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยา 80 องศาเซลเซียสเป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมง

กราฟแสดงสเปกตรัมการดูดกลืนแสงของสารละลายภายหลังกระบวนการชะแสดงในรูปที่ 4.3 ที่ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นต่างกัน โดยศึกษาที่สารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 3 5 7 และ 10 โมลาร์ ภายใต้อุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยา 80 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมงพบว่า สารเกิดการดูดแสงในช่วงความยาวคลื่น 300 – 400 นาโนเมตร ซึ่งการดูดกลืนแสงในช่วงนั้น เกิดจากสารประกอบเหล็กคลอไรด์ (FeCl_2) [ref fecl2] ซึ่งเป็นสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากกระบวนการชะแร่โอลิเมนิตต์ด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกโดยพิจารณาจากสมการ (1) โดยค่าความเข้มของสัญญาณการดูดกลืนแสงในช่วงนั้นขึ้นกับปริมาณความเข้มข้นของสารประกอบเหล็กคลอไรด์ เนื่องจากปริมาณของประจุคลอไรด์ที่เพิ่มขึ้นจากการเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกนั้น ทำให้ประจุคลอไรด์นั้นสามารถทำปฏิกิริยากับแร่โอลิเมนิตต์มากขึ้น จึงทำให้เกิดสารผลิตภัณฑ์เพิ่มมากขึ้นนั่นเอง ซึ่งผลของสเปกตรัมการดูดกลืนแสงนี้สัมพันธ์กับกราฟแสดงปริมาณของเหล็กในสารละลายที่ตรวจพบด้วยเทคนิค ICP-MS ข้างต้นนั่นเอง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.1.2 ผลของระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา

ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาของกระบวนการแช่นั้นก็เป็นอีกปัจจัยหนึ่งที่สำคัญ เพราะวาระยะเวลาที่ทำปฏิกิริยานั้นคือ ระยะเวลาที่สารละลายกรดไฮโดรคลอริกทำปฏิกิริยากับแร่โอลเมนิต์ในสภาวะที่กำหนด โดยการศึกษาปัจจัยระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาที่ระยะเวลา 3, 5, 7 และ 10 ชั่วโมง กำหนดภายใต้เงื่อนไขสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 7 โมลาร์จากเงื่อนไขแรกข้างต้น ที่อุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยา 80 องศาเซลเซียส โดยทำการวิเคราะห์หาปริมาณเหล็ก และไทเทเนียมภายในสารละลายที่ผ่านกระบวนการแช่ แสดงผลดังรูปที่ 4.4 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาของกระบวนการแช่กับปริมาณเหล็กที่ถูกชะออกมาจากแร่โอลเมนิต์ พบว่าที่ระยะการทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง ปริมาณเหล็กที่ถูกชะออกมาจากแร่โอลเมนิต์สามารถวัดได้ 9.5ppm และเมื่อทำการเพิ่มระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาของกระบวนการแช่เป็น 5 และ 10 ชั่วโมง ปริมาณเหล็กที่ถูกชะออกมาก็จะเพิ่มขึ้นเป็น 11.5ppm และ 16.3ppm ตามลำดับ แต่ที่ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา 7 ชั่วโมง พบว่าปริมาณของเหล็กในสารละลายที่สามารถวัดค่าได้เพียง 10.3ppm ซึ่งมีค่าลดลงจากพิจารณาจากกราฟในรูปที่ 4.4 ซึ่งการลดลงของปริมาณเหล็กที่ตรวจวัดนั้นเนื่องมาจากในขณะที่การเกิดปฏิกิริยาระหว่างกรดไฮโดรคลอริกกับแร่โอลเมนิต์นั้น ในระบบจะเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสเมื่อระยะเวลาผ่านไประยะหนึ่ง โดยเกิดจากในระบบของปฏิกิริยาในกระบวนการแช่นั้นมีน้ำเกิดขึ้นเป็นสารผลิตภัณฑ์ในสมการ (1) และมีปริมาณประจุเหล็ก ทำให้ประจุของเหล็กที่อยู่ในระบบทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสกับน้ำและเกิดการรวมตัว ทำให้เกิดเป็นสารประกอบเหล็ก จึงส่งผลทำให้ปริมาณของประจุเหล็กในสารละลายภายในระบบลดลง ดังนั้นระยะเวลาที่เหมาะสมในปฏิกิริยาของกระบวนการแช่นั้นคือ 5 ชั่วโมง เพราะว่าเมื่อประจุเหล็กที่เกิดในกระบวนการของปฏิกิริยาของการแช่จะทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสกับไฮโดรเจนจากน้ำที่เกิดขึ้นภายในระบบเช่นกัน ทำให้เกิดเป็นสารประกอบเหล็กออกไซด์ขึ้นและตกตะกอนลงมาจับปนกับไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เราต้องการสังเคราะห์[33] ซึ่งเป็นไปตามสมการ (2) ดังนี้



รูปที่ 4.4 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างระยะเวลาในการทำปฏิกิริยากับปริมาณของเหล็กที่ถูกชะออกมาจากแร่โอลเมนิต์โดยกำหนดเงื่อนไข ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 7 โมลาร์ ที่อุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยา คือ 80 องศาเซลเซียส

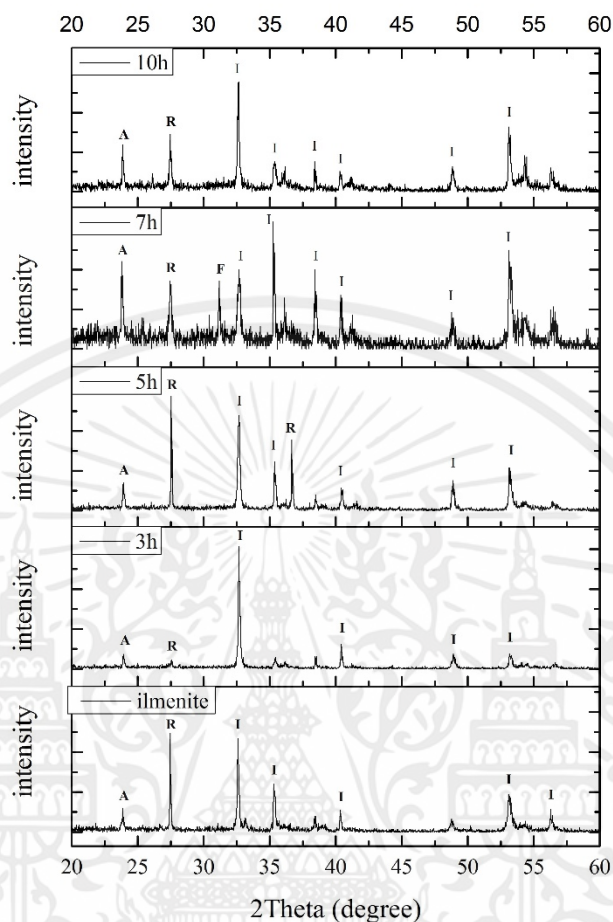


สำหรับปริมาณไทเทเนียมที่ตรวจวัดได้นั้น เมื่อเราเพิ่มระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาเป็น 3 5 7 และ 10 ชั่วโมงมัน สามารถวัดค่าปริมาณไทเทเนียมในสารละลายได้ 2.3ppm 2.7ppm 8.3ppm และ 2.8ppm ตามลำดับ ซึ่งเห็นได้ว่า ที่ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น ปริมาณไทเทเนียมที่ถูกชะออกมาก็จะมีค่าเพิ่มขึ้น แต่เมื่อระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นเป็น 10 ชั่วโมงปริมาณไทเทเนียมกลับมีค่าลดลง เนื่องมาจากปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของระบบ โดยสารไทเทเนียมออกซิคลอไรด์ซึ่งเป็นสารผลิตภัณฑ์ในสมการที่ (1) ทำปฏิกิริยากับน้ำในระบบทำให้เกิดเป็นตะกอน จึงทำให้ปริมาณไทเทเนียมที่สามารถตรวจวัดได้มีค่าลดลงนั่นเอง [33]โดยปฏิกิริยาการเกิดนั้นแสดงดังสมการที่ (3)



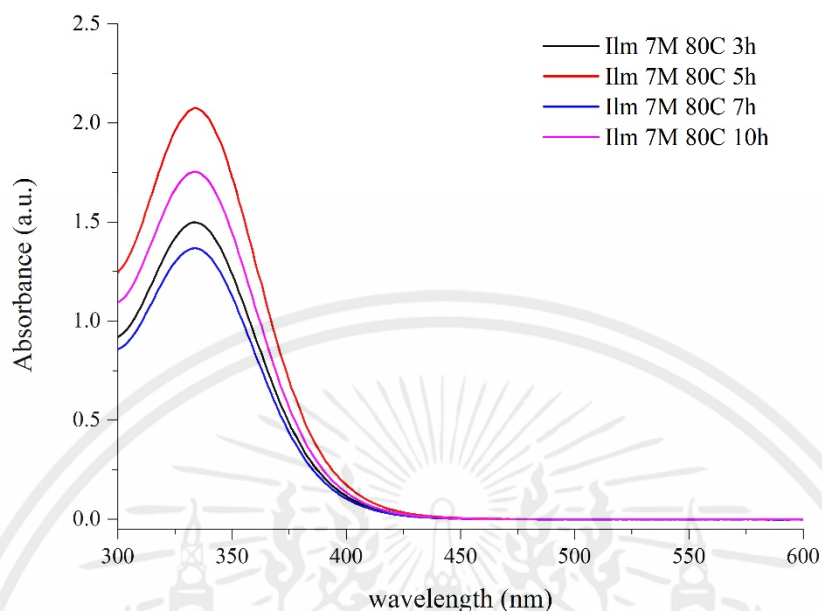
สำหรับปัจจัยที่สำคัญอีกหนึ่งปัจจัยที่ส่งผลต่อการเตรียมไทเทเนียมไดออกไซด์จากแร่ธรรมชาติคือระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา จากรูป 4.5 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่เงื่อนไขของระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาที่แตกต่างกันโดยศึกษาในช่วงระยะเวลา 3-10 ชั่วโมงพบว่า เริ่มต้นแร่อิลเมนไนต์มีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ตำแหน่ง $2\theta = 23.9^\circ, 32.6^\circ, 35.3^\circ, 38.4^\circ, 40.4^\circ, 48.8^\circ$ และ 53.1° สัมพันธ์กับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผลึก Ilmenite (FeTiO_3) ที่ระนาบ (012) (104) (110) (006) (11-3) (024) และ (11-6) ตามลำดับ [JCPDS 01-073-1255] เมื่อเริ่มทำปฏิกิริยาการชะโดยใช้สารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 3 โมลาร์ สัญญาณการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผลึกโรไทล์ที่ตำแหน่ง 27.5° เริ่มปรากฏขึ้น และเมื่อเพิ่มระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาการชะ สัญญาณการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ตำแหน่ง 27.5° จะเพิ่มมากขึ้นเพิ่มมากขึ้นจนถึงระยะเวลา 7 ชั่วโมง เริ่มมีสัญญาณการเลี้ยวเบนอื่นๆเกิดขึ้นที่ได้แก่ตำแหน่ง $2\theta = 31.2^\circ$ ซึ่งสอดคล้องกับสัญญาณการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผลึก Fe_2O_4 ที่ระนาบ (220) [JCPDE 65-3107] เนื่องจากขณะเกิดปฏิกิริยาการชะในช่วงเวลา 5-6 ชั่วโมง ทำให้ประจุของโลหะในสารละลายในระบบเกิดกระบวนการไฮโดรไรซิสกับน้ำ ทำให้เกิดการรวมตัวของไอออนระหว่าง เหล็ก และออกซิเจน เป็นสารประกอบเหล็กออกไซด์ (Fe_2O_4) เนื่องจากในระบบของกระบวนการชะนั้น มีปริมาณไอออนของเหล็ก และออกซิเจนมากพอจึงเกิดการรวมตัวขึ้น[14]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.5 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของแร่ิลเมไนต์ และแร่ิลเมไนต์ที่ผ่านกระบวนการชะด้วยเงื่อนไขระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาที่ต่างกันคือ 3, 5, 7 และ 10 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส และใช้กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 7 โมลาร์

สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของสารละลายภายหลังจากกระบวนการชะ ภายใต้เงื่อนไขระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาแสดงดังรูปที่ 4.6 โดยแสดงกราฟสเปกตรัมการดูดกลืนแสงในช่วง 300 – 400 นาโนเมตร ซึ่งการที่สารละลายภายหลังจากกระบวนการชะเกิดการดูดกลืนแสงในช่วงนั้นๆ เนื่องมาจากสารผลิตภัณฑ์เหล็กคลอไรด์ (FeCl_2) ที่เกิดในกระบวนการชะจากสมการ (1) อีกทั้งเมื่อเพิ่มระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา จะส่งผลให้ปริมาณเหล็กคลอไรด์เพิ่มมากขึ้น จึงส่งผลให้ความเข้มของการดูดกลืนแสงนั้นเพิ่มมากขึ้น แต่ที่ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นเป็น 7 ชั่วโมงนั้นจากกราฟเส้นสีน้ำเงินจะมีค่าความเข้มของการดูดกลืนแสงน้อยที่สุด เพราะว่าเมื่อปฏิกิริยาของกระบวนการชะดำเนินไประยะหนึ่ง จะเกิดปฏิกิริยาซ้อนระหว่างสารผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้น คือปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส ระหว่างสารประกอบเหล็กคลอไรด์ และน้ำ ทำให้เกิดการรวมตัวเป็นตะกอนเหล็กออกไซด์ซึ่งแสดงในสมการ (2) และปรากฏในผลการวิเคราะห์ความเป็นผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ระยะเวลาการทำปฏิกิริยา 7 และ 10 ชั่วโมงในรูปที่ 4.6 มมีให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

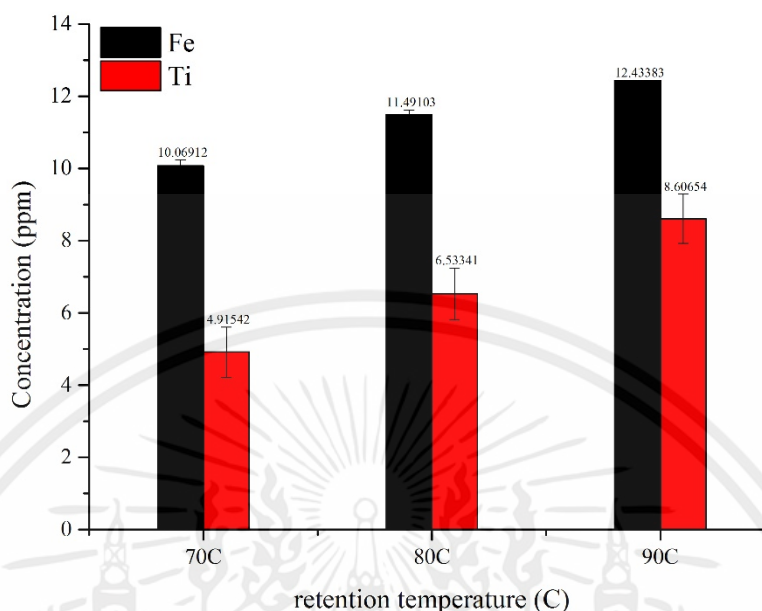


รูปที่ 4.6 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของสารละลายภายหลังจากกระบวนการชะ ที่เงื่อนไขระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา 3 5 7 และ 10 ชั่วโมง โดยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 7 โมลาร์ที่อุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยา 80 องศาเซลเซียส

4.1.3 ผลของอุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยา

อุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยาของกระบวนการชะก็เป็นอีกปัจจัยหนึ่งที่สำคัญ เนื่องจากการให้อุณหภูมิกับระบบเป็นการให้พลังงานกับระบบถือเป็นการเร่งปฏิกิริยาในกระบวนการชะ โดยการกำหนดเงื่อนไขอุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 70, 80 และ 90 องศาเซลเซียส กำหนดเงื่อนไขความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 7 โมลาร์ ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา 5 ชั่วโมง ได้ผลแสดงดังรูปที่ 4.7 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยากับความเข้มของเหล็กในสารละลาย พบว่า ที่อุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยา 70 องศาเซลเซียส สามารถชะเหล็กออกจากแร่โอลเมนใต้ได้ 10.0ppm และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยาเป็น 80 และ 90 องศาเซลเซียส สามารถวัดปริมาณเหล็กที่ชะออกมาจากแร่ธรรมชาติได้เป็น 11.5ppm และ 12.3ppm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

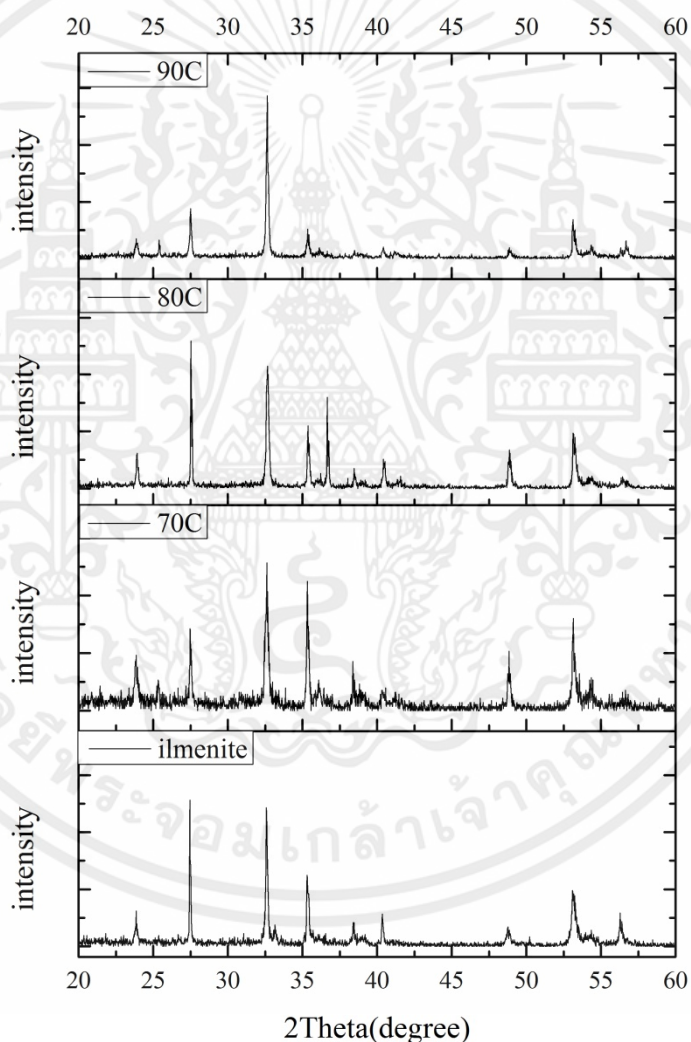


รูปที่ 4.7 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยากับปริมาณของเหล็กที่ถูกชะออกจากแร่โอลิเมนิต์ โดยกำหนดเงื่อนไข ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 7 โมลาร์ เป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมง

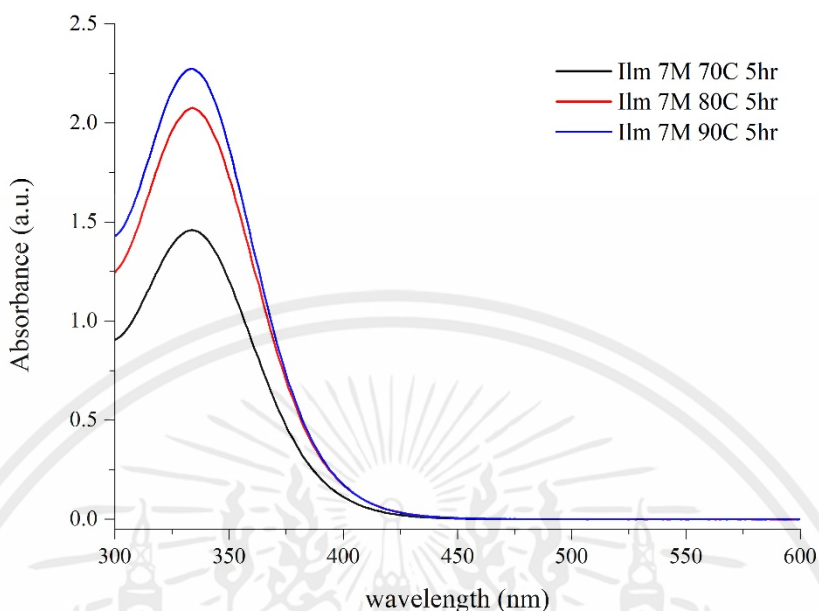
จากผลการวิเคราะห์ข้างต้นแสดงให้เห็นว่าเมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยาของกระบวนการชะนั้น จะส่งผลให้ปริมาณเหล็กที่ถูกชะออกมาก็เพิ่มขึ้นเล็กน้อยเท่านั้นจากผลการวิเคราะห์หาปริมาณเหล็กที่อยู่ภายในระบบ ดังนั้นทางผู้ทดลองจะเลือกเงื่อนไขของอุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยาของกระบวนการชะคือ 80 องศาเซลเซียส เพราะว่า สารละลายกรดไฮโดรคลอริกเป็นสารละลายที่มีจุดเดือดประมาณ 120 องศาเซลเซียส ถ้าหากใช้อุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยาสูงมาก ๆ จะทำให้สารละลายไฮโดรคลอริกนั้นระเหยออกสู่ธรรมชาติ ซึ่งสารละลายไฮโดรคลอริกนั้นมีความเป็นพิษต่อธรรมชาติเช่น การกัดกร่อนสูงจากสภาพความเป็นกรดแรมของสาร ซึ่งจะส่งผลต่อสิ่งแวดล้อมคือทำให้เกิดเป็นมลพิษทางอากาศได้

สำหรับการวิเคราะห์สมบัติความเป็นผลึกของตะกอนที่เหลือจากกระบวนการชะ ที่ศึกษาปัจจัยที่ส่งผลต่อการเกิดปฏิกิริยานั้น คือระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา ซึ่งแสดงในรูป 4.7 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่เงื่อนไขของระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาที่แตกต่างกันโดยศึกษาในช่วงระยะเวลา 3-10 ชั่วโมงพบว่า เมื่อเริ่มทำปฏิกิริยาการชะ สัญญาณการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่มุม $2\theta = 27.5^\circ$ เริ่มปรากฏขึ้น และเมื่อเพิ่มระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาการชะ สัญญาณการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ตำแหน่ง $2\theta = 27.5^\circ$ เริ่มเพิ่มมากขึ้นจนถึงระยะเวลา 7 ชั่วโมงเริ่มปรากฏรูปแบบการเลี้ยวเบนอื่นที่ตำแหน่ง $2\theta = 31.2^\circ$ ซึ่งสอดคล้องกับสัญญาณการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผลึก Fe_2O_4 ที่ระนาบ 220 [JCPDE 65-3107] เนื่องจากขณะเกิดปฏิกิริยาการชะ ทำให้สารละลายในระบบเกิดกระบวนการไฮโดรไลซิสเกิดการรวมตัวของไอออนระหว่าง เหล็ก และออกซิเจน รวมตัวเป็นเหล็กออกไซด์ (Fe_2O_4) เนื่องจากในระบบของกระบวนการชะนั้น มีปริมาณไอออนของเหล็ก และออกซิเจนมากพอจึงเกิดการรวมตัวขึ้น[14] ซึ่งสิ่งนี้ทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รูปที่ 4.8 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ด้วยเงื่อนไขอุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยาโดยศึกษาในช่วงอุณหภูมิการทำปฏิกิริยา 70 – 90 องศาเซลเซียส โดยใช้สารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 7 โมลาร์ และระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา 5 ชั่วโมงโดยเปรียบเทียบกับแร่อิลเมไนต์เริ่มต้น พบว่า เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาของกระบวนการชะ รูปแบบสัญญาณการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ยังคงคล้ายกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผลึกอิลเมไนต์ แต่มีผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์เพิ่มที่ตำแหน่งการเลี้ยวเบน 27.5° และ 36.6° ตรงกับระนาบ 110 และ 101 ตามลำดับ



รูปที่ 4.8 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของแร่อิลเมไนต์ และแร่อิลเมไนต์ที่ผ่านกระบวนการชะด้วยเงื่อนไขอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่ต่างกันคือ 70, 80 และ 90 องศาเซลเซียส ที่ระยะเวลาการทำปฏิกิริยา 5 ชั่วโมง โดยใช้กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 7 โมลาร์

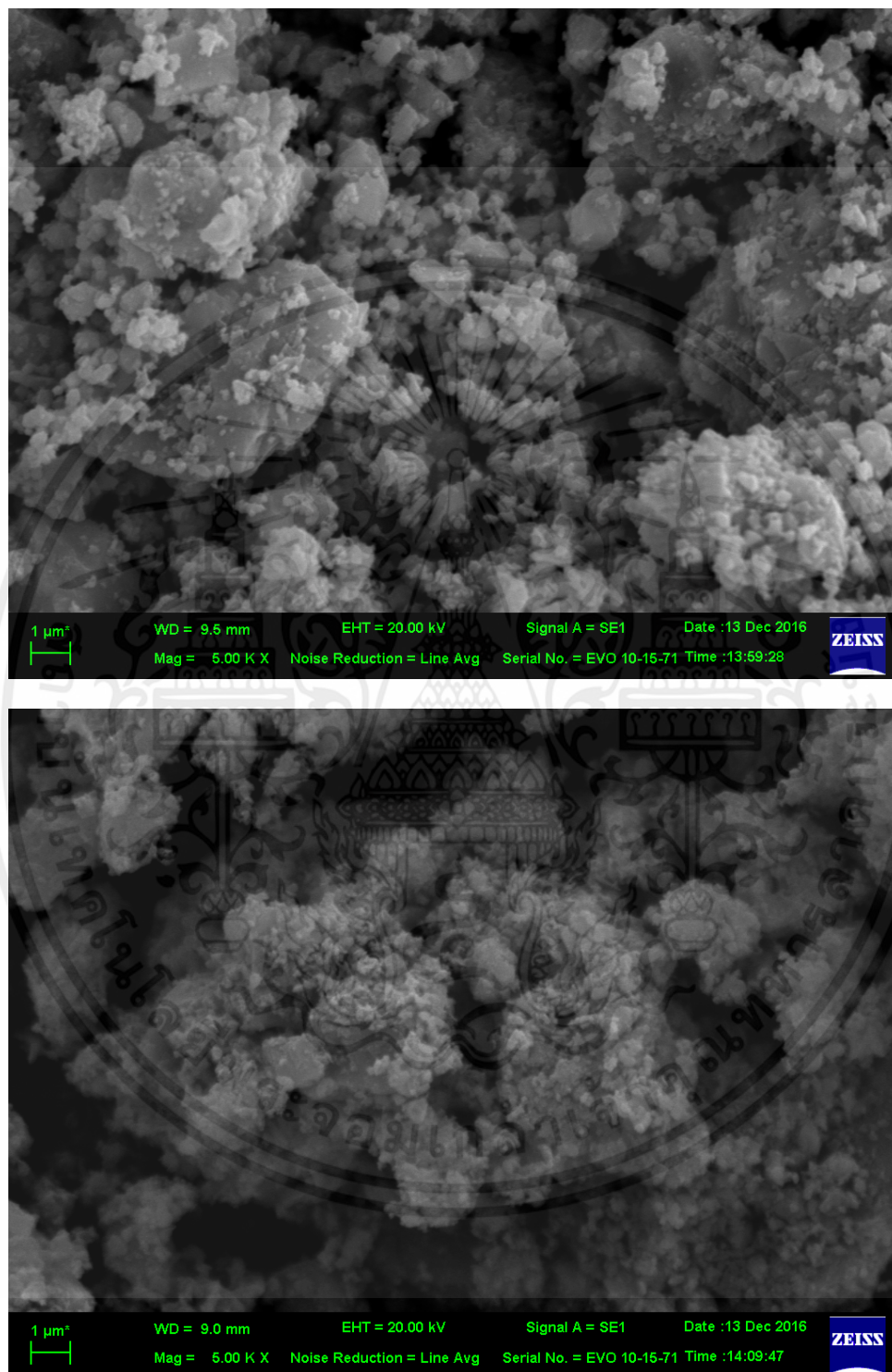


รูปที่ 4.9 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของสารละลายภายหลังจากกระบวนการชะ ที่เงื่อนไขอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 70 80 และ 90 องศาเซลเซียส โดยสารละลายกรไฮโดรคลอริกเข้มข้น 7 โมลาร์ที่อุณหภูมิขณะทำเป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมง

จากผลการวิเคราะห์สมบัติการดูดกลืนแสงของสารละลายภายหลังจากกระบวนการชะที่ศึกษาปัจจัยที่ส่งผลต่อปฏิกิริยาการชะ คืออุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยาแสดงดังรูปที่ 4.9 พบว่าสารละลายที่ได้จากกระบวนการชานั้น แสดงการดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่น 300 – 400 นาโนเมตร ซึ่งเป็นช่วงการดูดแสงที่สัมพันธ์กับสารผลิตภัณฑ์ในสมการ (1) คือสารประกอบ เหล็กคลอไรด์ หรือเฟอร์รัสคลอไรด์ (FeCl_2) โดยแต่เงื่อนไขของอุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยาจะแสดงความเข้มของสัญญาณการดูดกลืนแสงที่แตกต่างกัน คือเมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยาจะส่งผลให้ความเข้มของสัญญาณของการดูดกลืนมีค่าสูงขึ้นดังกราฟในรูปที่ 4.9 แต่จะสังเกตเห็นว่า ที่เงื่อนไขอุณหภูมิขณะเกิดปฏิกิริยา 80 และ 90 องศาเซลเซียสนั้น มีค่าความเข้มของสัญญาณการดูดกลืนที่แตกต่างกันเพียงเล็กน้อยเท่านั้น ซึ่งสามารถอธิบายได้ว่าระหว่างช่วงอุณหภูมิ 80 และ 90 องศาเซลเซียสนั้นมีประสิทธิภาพในการชะไม่แตกต่างกันมากนัก ดังนั้นทางผู้ทำทดลองจะเลือกอุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยาเป็น 80 องศาเซลเซียสเพื่อเป็นการประหยัดพลังงานในการให้ความร้อนแก่ระบบ รวมถึงลดการระเหยสู่บรรยากาศ เนื่องจากสารละลายไฮโดรคลอริกมีจุดเดือดค่อนข้างต่ำ คือมีจุดเดือดอยู่ที่ 120 องศาเซลเซียสสำหรับกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นสูง

จากผลการทดลองข้างต้นในการหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเตรียมอนุภาคนาโนที่มีไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นองค์ประกอบจากแร่โอลิเมนิตด้วยกระบวนการชะด้วยสารประกอบคลอไรด์คือ ใช้สารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 7 โมลาร์ ที่อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 80 องศาเซลเซียสเป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมง จะให้ประสิทธิภาพในการชะ และให้อนุภาคนาโนที่มีความบริสุทธิ์สูง

4.1.4 ลักษณะสัณฐาน และธาตุองค์ประกอบของอนุภาคที่เตรียมจากแร่โอลิเมนไนต์



รูปที่ 4.10 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของ (a) แร่โอลิเมนไนต์ที่บดละเอียดด้วยเครื่องบดด้วยลูกบอลพลังงานสูง และ (b) แร่โอลิเมนไนต์ที่ผ่านกระบวนการชะด้วยเจือไนท์ที่เหมาะสมนำไปใช้

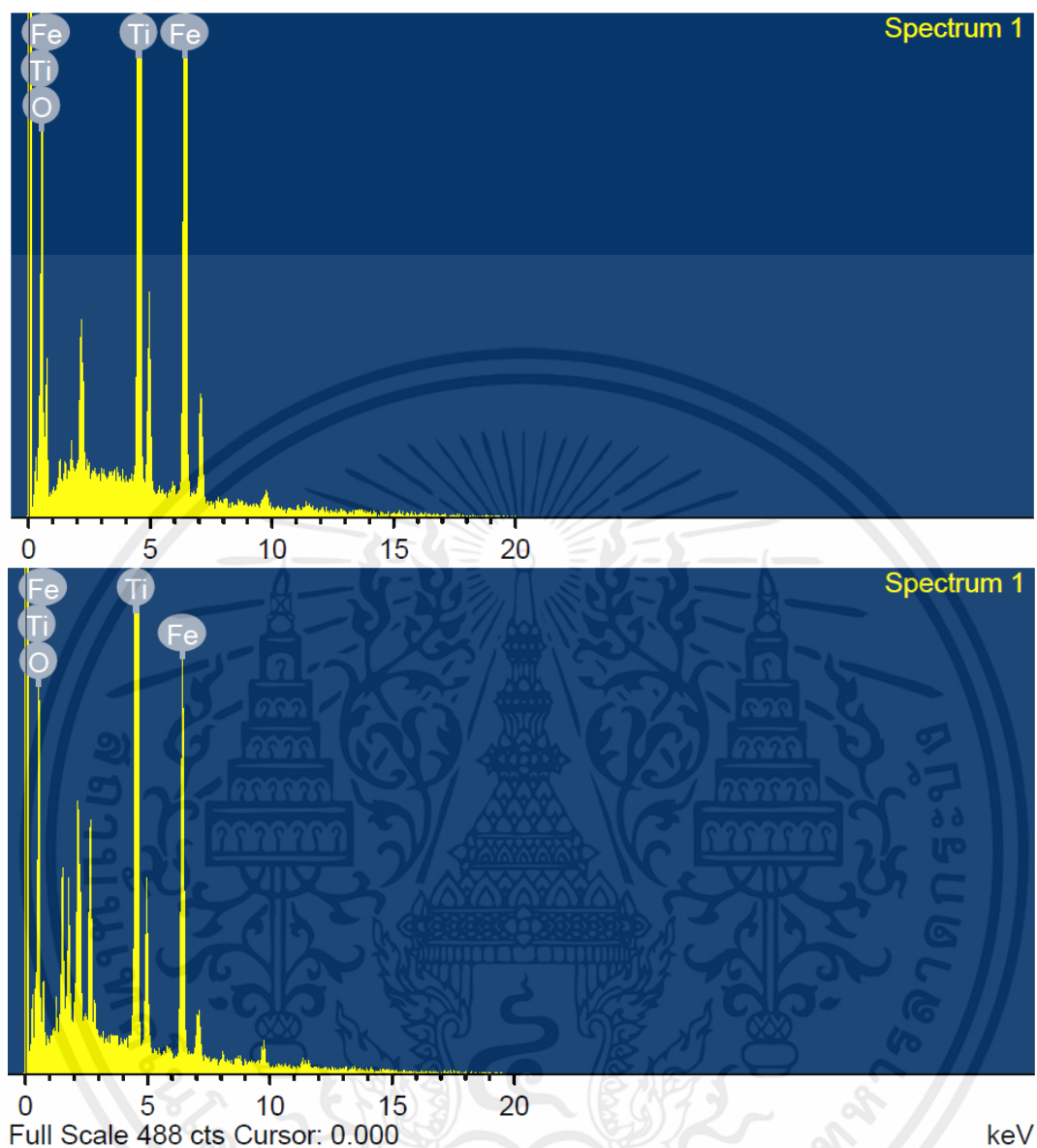
ลักษณะสัณฐานของแร่อิลเมไนต์ทั้งก่อน และหลังผ่านกระบวนการชะ แสดงดังรูปที่ 4.10 โดยแร่อิลเมไนต์ที่ผ่านกระบวนการบดละเอียดแสดงในรูป 4.10 (a) ลักษณะอนุภาคที่ปรากฏในภาพถ่าย เป็นอนุภาคที่มีลักษณะหลายรูปร่างและหลายขนาด มีทั้งอนุภาคขนาดใหญ่ และอนุภาคเล็กๆที่เกาะกลุ่มกัน สำหรับแร่อิลเมไนต์ที่ผ่านกระบวนการชะแสดงในรูปที่ 4.10 (b) มีลักษณะคล้ายคลึงกับแร่อิลเมไนต์เริ่มต้น คืออนุภาคมีลักษณะรูปร่างหลากหลาย ไม่มีลักษณะรูปร่างเฉพาะเจาะจง เป็นอนุภาคขนาดเล็กที่เกาะกลุ่มกัน (คลัสเตอร์) จากภาพแสดงให้เห็นว่าลักษณะสัณฐานของแร่อิลเมไนต์ ทั้งก่อนและเมื่อผ่านกระบวนการชะภายใต้เงื่อนไขที่เหมาะสมมีลักษณะสัณฐานเปลี่ยนแปลงเพียงเล็กน้อย คือยังคงสภาพอนุภาคที่มีลักษณะหลากหลายรูปร่าง และหลากหลายขนาด เนื่องจาก ปฏิกิริยาของกระบวนการชานั้นจะเกิดบริเวณพื้นผิวของอนุภาคเท่านั้น ทำให้ขนาดและรูปร่างของอนุภาคภายหลังผ่านกระบวนการชะจึงไม่แตกต่างจากแร่เริ่มต้นมากนัก [15]

การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีสามารถวิเคราะห์โดยเทคนิคเชิงพลังงาน หรือ Energy Dispersive X-Rays Spectroscopy (EDX) แสดงในรูปที่ 4.11 สเปกตรัมการกระจายตัวของธาตุองค์ประกอบของแร่อิลเมไนต์ และแร่อิลเมไนต์ที่ผ่านกระบวนการชะด้วยเงื่อนไขที่เหมาะสม โดยผลการกระจายตัวทางพลังงานขององค์ประกอบธาตุเคมีหลักประกอบด้วย ไทเทเนียม (Ti), ไอรอน (Fe) และออกซิเจน (O) ซึ่งประมาณของธาตุองค์ประกอบภายในสารตัวอย่างแสดงในตารางที่ 4.1 โดยแร่อิลเมไนต์เริ่มต้นมีองค์ประกอบโดยคิดเป็นเปอร์เซ็นต์โดยมวล คือ มีลูโคซีน 40.48%, เหล็ก 34.11% และ ออกซิเจน 23.46% เมื่อนำแร่อิลเมไนต์ที่ผ่านกระบวนการชะภายใต้เงื่อนไขที่เหมาะสม มาวิเคราะห์หาปริมาณธาตุองค์ประกอบเคมี จะพบว่าปริมาณของธาตุไทเทเนียมเพิ่มขึ้นเป็น 60.74% โดยน้ำหนัก แต่ปริมาณของธาตุเหล็กนั้นลดลงเหลือ 13.72% คือปริมาณธาตุเหล็กลดลงประมาณ 60% นั้นเนื่องจากปฏิกิริยาของกระบวนการชะด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกนั้น จะสกัดธาตุเหล็กออกจากแร่อิลเมไนต์เริ่มต้น ด้วยปฏิกิริยาไอออนของคลอไรด์ (Cl^-) ซึ่งสอดคล้องกับปริมาณเหล็กที่ตรวจพบในสารละลายในกระบวนการชะ ส่งผลให้สารผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็นสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์เพิ่มมากขึ้น [14]

ตารางที่ 4.1 ตารางองค์ประกอบทางเคมีของแร่อิลเมไนต์ และแร่อิลเมไนต์ที่ผ่านกระบวนการชะ

Element	Ilmenite		Leached ilmenite	
	Weight%	Atomic%	Weight%	Atomic%
Oxygen (O)	23.46	49.16	23.68	48.33
Aluminum (Al)	1.95	2.04	1.86	2.25
Titanium (Ti)	40.48	28.33	60.74	41.40
Iron (Fe)	34.11	20.47	13.72	8.02
Totals	100.00	100.00	100.00	100.00

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

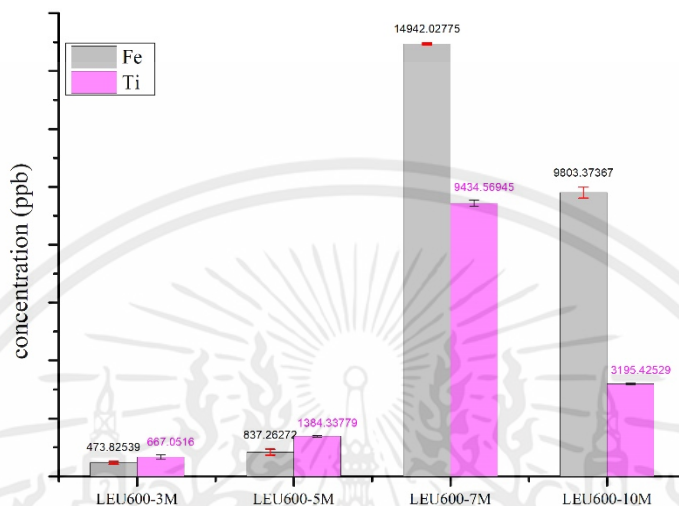


รูปที่ 4.11 สเปกตรัมพลังงานธาตุเคมีองค์ประกอบของ (a) แร่โอลิเมไนต์ และ (b) แร่โอลิเมไนต์ที่ผ่านกระบวนการชะภายใต้เงื่อนไขที่เหมาะสมคือ ใช้สารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 7 โมลาร์ ที่อุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยา 80 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2 การเตรียมอนุภาคนาโนจากแร่ลูโคซีน

4.2.1 ผลของความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก

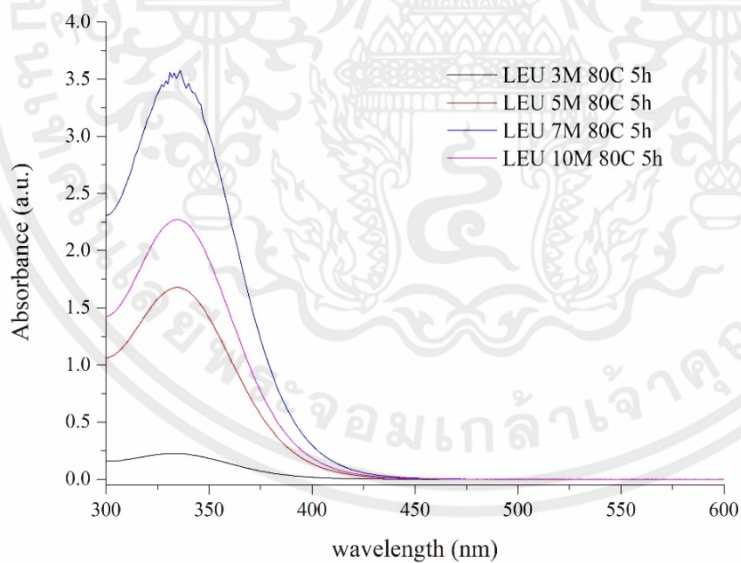


รูปที่ 4.12 กราฟแสดงปริมาณเหล็ก (Fe) และ ไทเทเนียม (Ti) ที่ถูกชะจากแร่ลูโคซีน (Leucoxene ore) ภายใต้เงื่อนไข ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก ที่ความเข้มข้น 3, 5, 7 และ 10 โมลาร์ ที่อุณหภูมิการทำปฏิกิริยา 80°C เป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมง

สำหรับการเตรียมอนุภาคที่มีลูโคซีนเป็นองค์ประกอบจากแร่ลูโคซีนนั้น จะทำการศึกษาเพียงปัจจัยหลักที่ส่งผลต่อกระบวนการชะคือ ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก โดยจะทำการศึกษาเงื่อนไขความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 3 5 7 และ 10 โมลาร์ โดยใช้อุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยา คือ 80 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมง แล้วแยกสารละลายที่ได้จากกระบวนการชะไปทำการวิเคราะห์หาธาตุเหล็กและไทเทเนียมที่มีในสารละลายภายหลังกระบวนการชะ แสดงดังรูปที่ 4.12 กราฟแท่งแสดงปริมาณของเหล็กและไทเทเนียม ที่ถูกสกัดออกมาจากแร่ลูโคซีนด้วยกระบวนการชะด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก ที่ความเข้มข้นต่างกันคือ 3, 5, 7 และ 10 โมลาร์ ภายใต้เงื่อนไขอุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยา 80°C และระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา 5 ชั่วโมง พบว่า ที่สารละลายเข้มข้น 3 โมลาร์นั้นสามารถสกัดเหล็ก และไทเทเนียมออกมาได้ 473 ppb และ 667 ppb ตามลำดับ เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเป็น 5, 7 และ 10 โมลาร์ ปริมาณของเหล็กที่ถูกสกัดออกมามีปริมาณเพิ่มมากขึ้นเป็น 837, 14,942 และ 9,803 ppb ตามลำดับ สำหรับปริมาณไทเทเนียมที่ถูกสกัดออกโดยกระบวนการชะด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกนั้น เมื่อเพิ่มปริมาณความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกปริมาณไทเทเนียมที่ถูกชะออกมานั้นสอดคล้องกับปริมาณของเหล็กที่ถูกชะออกมา คือปริมาณไทเทเนียมที่ถูกสกัดออกมาที่ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 5, 7 และ 10 โมลาร์ คือ 1384, 9434 และ 3195 ppb ตามลำดับ จากผลนั้นแสดงให้เห็นว่าเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกจะทำให้ ปริมาณของเหล็ก และไทเทเนียมถูกสกัดออกมาเพิ่มมากขึ้น เนื่องจากความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่มากขึ้น มีปริมาณของประจุคลอไรด์เพิ่มมากขึ้น ซึ่งประจุคลอไรด์นั้นจะทำปฏิกิริยากับแร่ทำให้เหล็ก และ

ไทเทเนียมในแรงแฉกออกมา แต่ที่ปริมาณความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 10 โมลาร์ ปริมาณของเหล็กและไทเทเนียมที่ถูกสกัดออกมานั้นมีค่าลดลง เนื่องมาจากในระบบที่ใช้สารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 10 โมลาร์นั้นมีปริมาณของประจุคลอไรด์มากๆ จะส่งผลต่อการรวมตัวและเกิดสารผลิตภัณฑ์ใหม่คือเกลือของลูโคซีนคลอไรด์ (TiOCl_2) แสดงดังสมการที่ (1) ซึ่งการเกิดเกลือคลอไรด์นั้นเกิดจากการที่ภายในระบบของปฏิกิริยาของกระบวนการชะนั้น นอกจากจะชะเอาเหล็กออกมาจากรูโคซีนแล้ว ธาตุไทเทเนียมซึ่งเป็นธาตุองค์ประกอบหลักภายในรูโคซีนก็จะถูกชะออกมาด้วย ดังนั้นเมื่อภายในระบบมีปริมาณประจุลูโคซีน และประจุคลอไรด์ที่มากเกินไป จะทำให้เกิดการรวมตัวของประจุทั้งสองชนิดเป็นสารประกอบเกลือคลอไรด์เคลือบบนผิวของรูโคซีน ทำให้กรดไฮโดรคลอริกไม่สามารถเข้าไปทำปฏิกิริยากับรูโคซีนได้ ทำให้เหล็ก และไทเทเนียมที่ถูกชะออกมานั้น เกิดการรวมตัวกับประจุคลอไรด์ในระบบเกิดเป็นของแข็งของเกลือคลอไรด์ทำให้ปริมาณของเหล็กและไทเทเนียมในสารละลายนั้นลดลงตามสมการ (1-3) [Ref. reaction/hydrolysis]

การเตรียมอนุภาคนาโนที่มีไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นองค์ประกอบจากรูโคซีนนั้น ที่ศึกษาถึงผลของความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริก โดยทำการวิเคราะห์สมบัติการดูดกลืนแสงของสารละลายภายหลังกระบวนการชะแสดงในรูปที่ 4.13 กราฟสเปกตรัมการดูดกลืนแสงของสารละลายภายหลังกระบวนการชะ พบว่า สารละลายภายหลังกระบวนการชะจะดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่น 300 – 400 นาโนเมตร ซึ่งเป็นการสมบัติการดูดกลืนแสงของสารประกอบเหล็กคลอไรด์ซึ่งเป็นสารผลิตภัณฑ์ที่ได้จากกระบวนการชะ ในสมการ (1) โดยจากกราฟแสดงให้เห็นว่าเมื่อทำการเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก ความเข้มของสัญญาณของการดูดกลืนแสงจะมีค่าเพิ่มมากขึ้น แต่ที่เงื่อนไขที่ใช้สารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 10 โมลาร์



รูปที่ 4.13 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของสารละลายภายหลังกระบวนการชะรูโคซีน ที่เงื่อนไขความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 3 5 7 และ 10 โมลาร์ โดยอุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยา 80 องศาเซลเซียสเป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมง

ที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

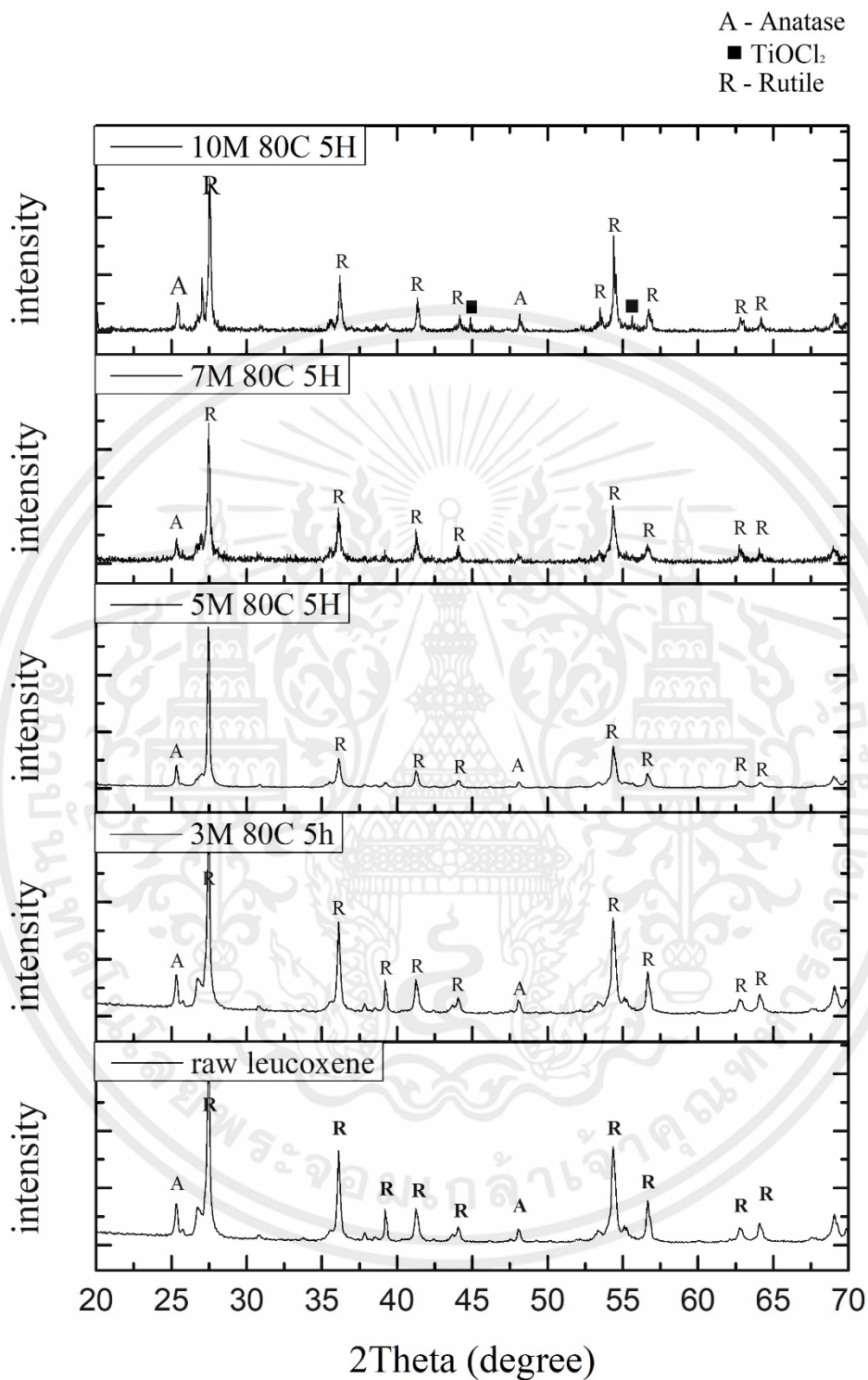
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารละลายจะแสดงสมบัติการดูดแสงที่น้อยกว่าเงื่อนไขสารละลายที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 7 โมลาร์ เนื่องมาจากที่ความเข้มข้นสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 10 โมลาร์จะมีปริมาณของประจุคลอไรด์ในระบบที่มากกว่า ซึ่งจะส่งผลต่อการรวมตัวและเกิดสารผลิตภัณฑ์ใหม่คือเกลือของลูโคซีนคลอไรด์ (TiOCl_2) ในสมการที่ (1) ซึ่งการเกิดเกลือคลอไรด์นั้นเกิดจากการที่ภายในระบบของปฏิกิริยาของกระบวนการขณะนั้น นอกจากจะชะเอาเกลือออกมาจากรูโคซีนแล้ว ลูโคซีนซึ่งเป็นธาตุองค์ประกอบหลักภายในรูโคซีนก็จะถูกชะออกมาด้วย ดังนั้นเมื่อภายในระบบมีปริมาณประจุลูโคซีน และประจุคลอไรด์ที่มากเกินไป จะทำให้เกิดการรวมตัวของประจุทั้งสองชนิดเป็นสารประกอบเกลือคลอไรด์เคลือบบนผิวของรูโคซีน ทำให้กรดไฮโดรคลอริกไม่สามารถเข้าไปทำปฏิกิริยากับรูโคซีนได้ จึงทำให้เกิดเกลือคลอไรด์ในระบบได้น้อย จึงส่งผลให้สมบัติการดูดกลืนแสงของเงื่อนไขที่ใช้สารละลายกรดไฮโดรคลอริก 10 โมลาร์ลดลง

4.2.2 สมบัติทางโครงสร้างผลึกของอนุภาคที่เตรียมจากรูโคซีน

สำหรับการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของอนุภาคที่เตรียมจากรูโคซีน โดยศึกษาปัจจัยความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่ 3 5 7 และ 10 โมลาร์แสดงในรูปที่ 4.14 กราฟแสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของอนุภาคที่เตรียมจากรูโคซีน ที่ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 3 5 7 และ 10 โมลาร์ ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมง ซึ่งรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของอนุภาคที่เตรียมจากรูโคซีน มีตำแหน่งการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์คือ $2\theta = 25.3^\circ$ และ 48.0° ซึ่งสอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผลึกอนาเทสที่ระนาบ (110) และ (200) ตามลำดับ [JCPDS 01-071-1167] และตำแหน่งการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ $2\theta = 27.3^\circ$ 36.1° 39.2° 41.2° 44.0° 54.1° 56.6° 62.7° และ 64.1° ซึ่งสอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผลึกรูไทล์ในระนาบ (110) (101) (200) (111) (210) (211) (220) (002) และ (310) ตามลำดับ [JCPDS 01-075-1755] จากภาพจะพบว่า รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของอนุภาคที่เตรียมได้จากลูโคซีนที่เงื่อนไขความเข้มข้นของสารละลายแตกต่างกันมีรูปแบบที่คล้ายคลึงกัน คือมีรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไดออกไซด์คือ ผลึกอนาเทสและผลึกรูไทล์ เพราะว่า รูโคซีนนั้นมีไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นองค์ประกอบร้อยละ 70 – 80 แต่ที่เงื่อนไขความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 10 โมลาร์พบว่า จะพบรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ตำแหน่ง $2\theta = 45.0^\circ$ และ 55.5° ซึ่งสอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผลึกลูโคซีนออกซีคลอไรด์ (TiOCl_2) เนื่องจากในสมการแสดงปฏิกิริยาในสมการ (1) สารผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นได้คือเกลือของลูโคซีน เพราะว่าที่ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นมีปริมาณประจุคลอไรด์สูง ทำให้เกิดโอกาสการรวมตัวของประจุลูโคซีนที่มากจากปฏิกิริยากระบวนการ และประจุคลอไรด์ในระบบของปฏิกิริยา เกิดปฏิกิริยาแล้วเกิดสารใหม่ขึ้น แต่ความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริกอื่น ๆ นั้น ยังคงมีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ไม่แตกต่างกัน ดังนั้นสามารถสรุปได้ว่า สำหรับการเตรียมอนุภาคที่มีลูโคซีนเป็นองค์ประกอบจากรูโคซีนโดยกระบวนการคลอไรด์นั้น สามารถใช้สารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นที่เหมาะสมคือ 7 โมลาร์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.14 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของอนุภาคที่เตรียมจากแร่ลูโคซีน ที่ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 3 5 7 และ 10 โมลาร์ ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมง

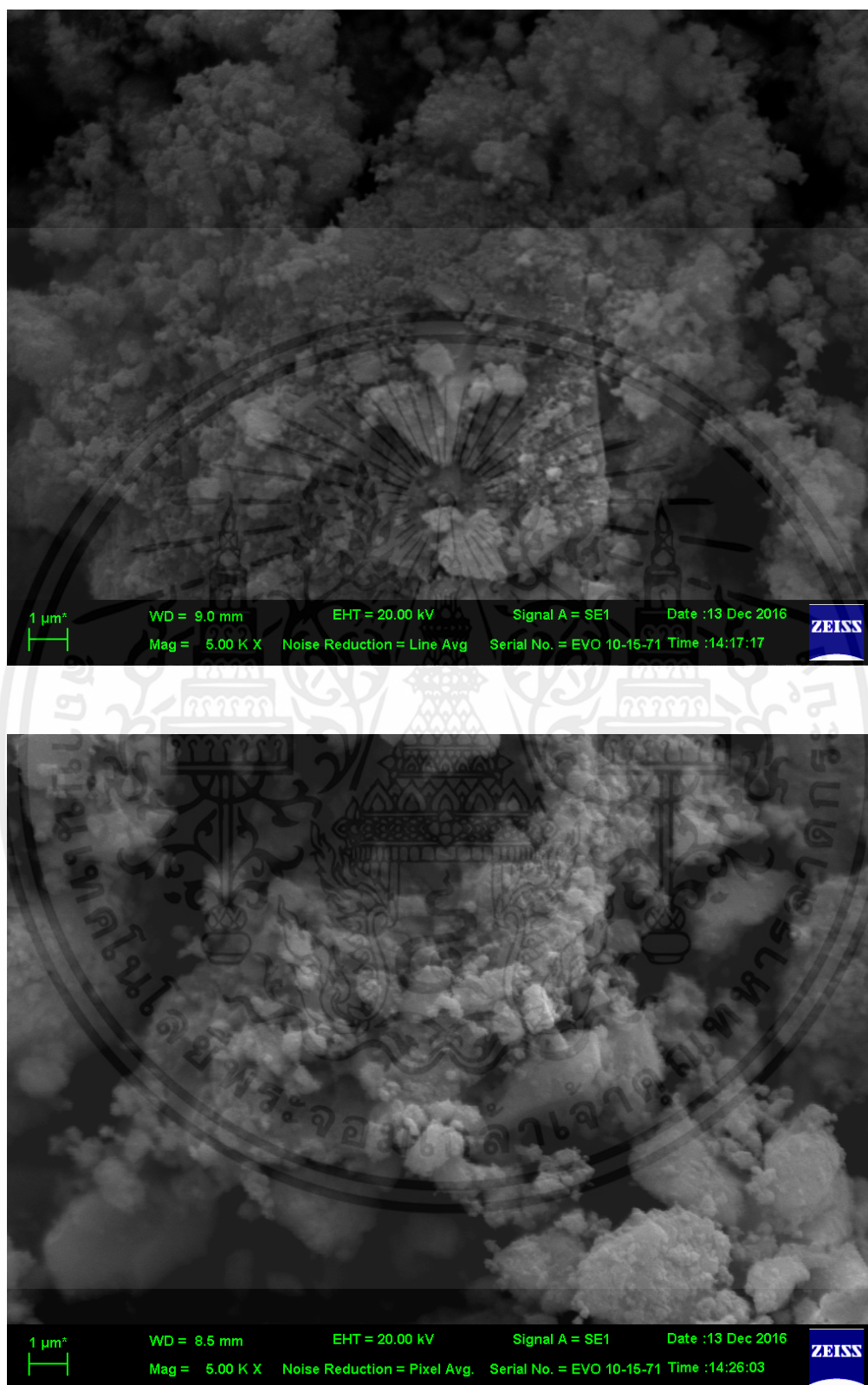
เมื่อพิจารณาหาเงื่อนไขที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมอนุภาคที่มีไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นองค์ประกอบ จากแร่ลูโคซีนด้วยกระบวนการชะด้วยคลอไรด์ จากการศึกษา และวิเคราะห์ผลหาปริมาณเหล็ก และไทเทเนียมที่ถูกชะออกมาจากแร่ลูโคซีนจากเทคนิค ICP-MS สมบัติการดูดกลืนแสงของสารละลายภายหลังกระบวนการชะ ซึ่งสามารถบอกข้อมูลเบื้องต้นของสารประกอบเหล็กคลอไรด์ที่เกิดในกระบวนการชะ และสมบัติความเป็นผลึกของตะกอนที่ผ่านกระบวนการชะ พบว่าเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเตรียมอนุภาคที่มีไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นองค์ประกอบนั้นคือ สารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 7 โมลาร์ ที่อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 80 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมง

4.2.3 ลักษณะสัณฐานของอนุภาคที่เตรียมได้จากแร่ลูโคซีน

ลักษณะสัณฐานของแร่ลูโคซีน และแร่ลูโคซีนที่ผ่านกระบวนการชะภายใต้เงื่อนไขที่เหมาะสมคือ ใช้สารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 7 โมลาร์ ที่อุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยา 80 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมงนั้นแสดงในรูปที่ 4.15 โดยลักษณะสัณฐานของแร่ลูโคซีนที่บดละเอียดนั้นแสดงในรูปที่ 4.15 (a) มีลักษณะเป็นอนุภาคที่มีหลากหลายรูปร่าง และหลากหลายขนาดรวมตัวกัน เช่นเดียวกับแร่ลูโคซีนที่ผ่านกระบวนการชะภายใต้เงื่อนไขที่เหมาะสมแสดงในรูปที่ 4.15 (b) คือมีลักษณะเป็นอนุภาคที่หลากหลายรูปร่าง ทั้งขนาดใหญ่และขนาดเล็กกระจายตัวอยู่ รวมถึงกลุ่มอนุภาคที่เกิดจากการรวมตัวของอนุภาคขนาดเล็กๆ จะเห็นได้ว่าสำหรับแร่ลูโคซีนนั้น เมื่อผ่านกระบวนการชะภายใต้เงื่อนไขที่เหมาะสมมีลักษณะสัณฐานเปลี่ยนแปลงเพียงเล็กน้อย คือเป็นอนุภาคที่มีลักษณะหลากหลายรูปร่าง และหลากหลายขนาด เนื่องจาก ปฏิกิริยาของกระบวนการชานั้นจะเกิดบริเวณพื้นผิวของอนุภาคเท่านั้น ทำให้ขนาดและรูปร่างของอนุภาคภายหลังผ่านกระบวนการชะจึงไม่แตกต่างจากแร่เริ่มต้นมากนัก [15]

สำหรับองค์ประกอบทางเคมีของแร่ลูโคซีนเริ่มต้น และแร่ลูโคซีนที่ผ่านกระบวนการชะ สเปกตรัมพลังงานขององค์ประกอบเคมีของแร่ลูโคซีนแสดงในภาพที่ 4.16 (a) โดยมีธาตุองค์ประกอบหลักคือ ไทเทเนียม (Ti) 51.55%โดยน้ำหนัก เหล็ก (Fe) 1.34%โดยน้ำหนัก และออกซิเจน 42.04%โดยน้ำหนัก แสดงในตารางที่ 4.2 เมื่อทำการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของแร่ลูโคซีนที่ผ่านกระบวนการชะภายใต้เงื่อนไขที่เหมาะสมพบว่า ปริมาณของธาตุเหล็กในสารผลิตภัณฑ์ลงเหลือ 0.31%โดยน้ำหนัก คือปริมาณของเหล็กลดลง 50% ในขณะที่ปริมาณไทเทเนียม (Ti) เพิ่มขึ้นเป็น 52.11%โดยน้ำหนัก นั้นเป็นผลเนื่องจากการกระบวนการชะด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกนั้น ประจุคลอไรด์ (Cl⁻) ในสารละลายของกระบวนการชะ ทำปฏิกิริยากับแร่ลูโคซีน ทำให้องค์ประกอบเหล็กในแร่ลูโคซีนถูกสกัดออกมา สัมพันธ์กับปริมาณเหล็กที่ตรวจพบในสารละลายที่ได้จากกระบวนการชะ

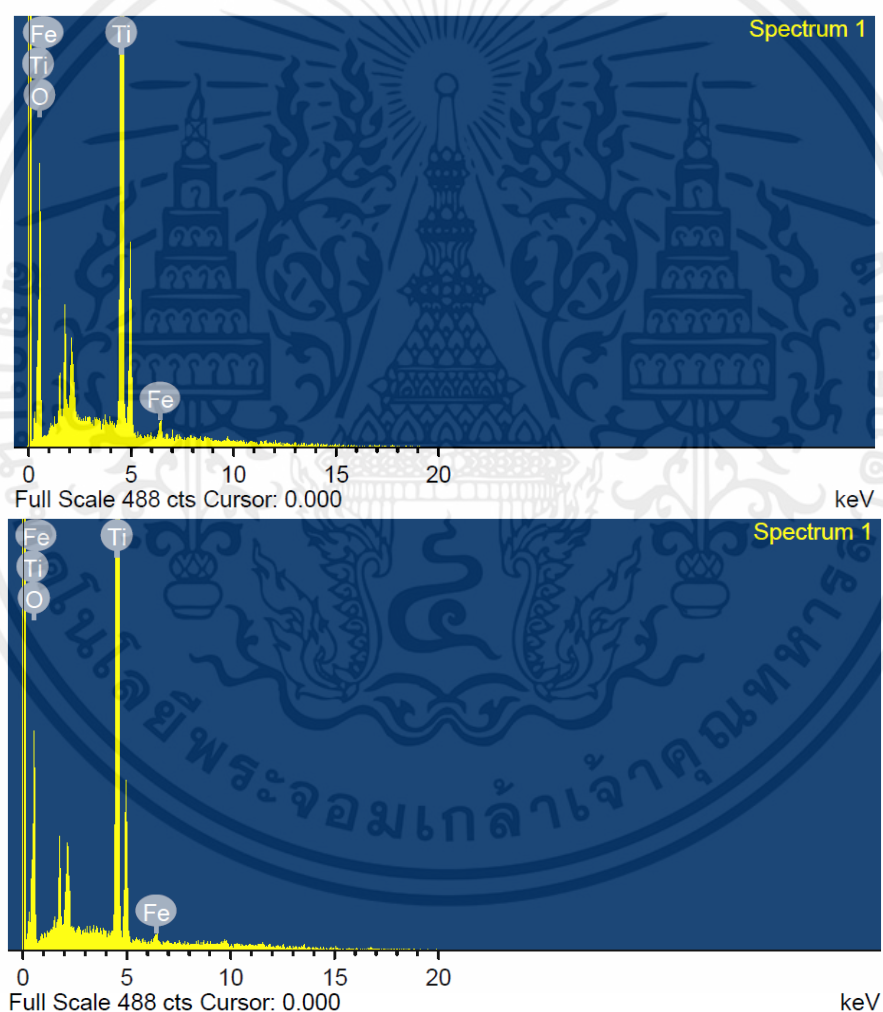
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 รูปที่ 4.15 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของ (a) แร่ลูโคซีนที่บดละเอียดด้วยเครื่อง
 บดด้วยลูกบอลพลังงานสูง และ (b) แร่ลูโคซีนที่ผ่านกระบวนการชะด้วยเงื่อนไขที่เหมาะสม

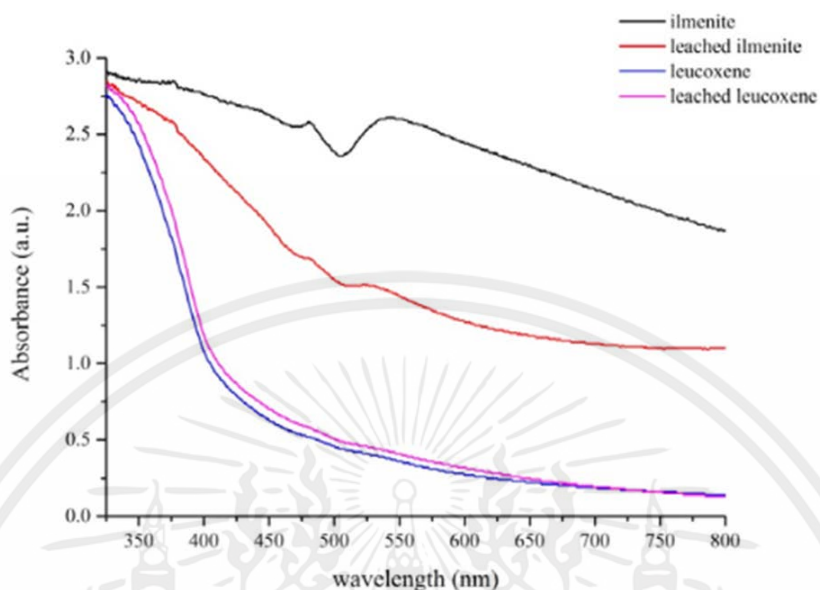
ตารางที่ 4.2 ตารางองค์ประกอบทางเคมีของแร่ลูโคซีน และแร่ลูโคซีนที่ผ่านกระบวนการชะ

Element	Leucoxene		Leached leucoxene	
	Weight%	Atomic%	Weight%	Atomic%
Oxygen (O)	42.04	68.28	44.60	70.35
Aluminum (Al)	4.71	3.12	0.38	0.36
Titanium (Ti)	51.55	27.98	54.34	28.98
Iron (Fe)	1.7	0.62	0.68	0.31
Totals	100.00	100.00	100.00	100.00



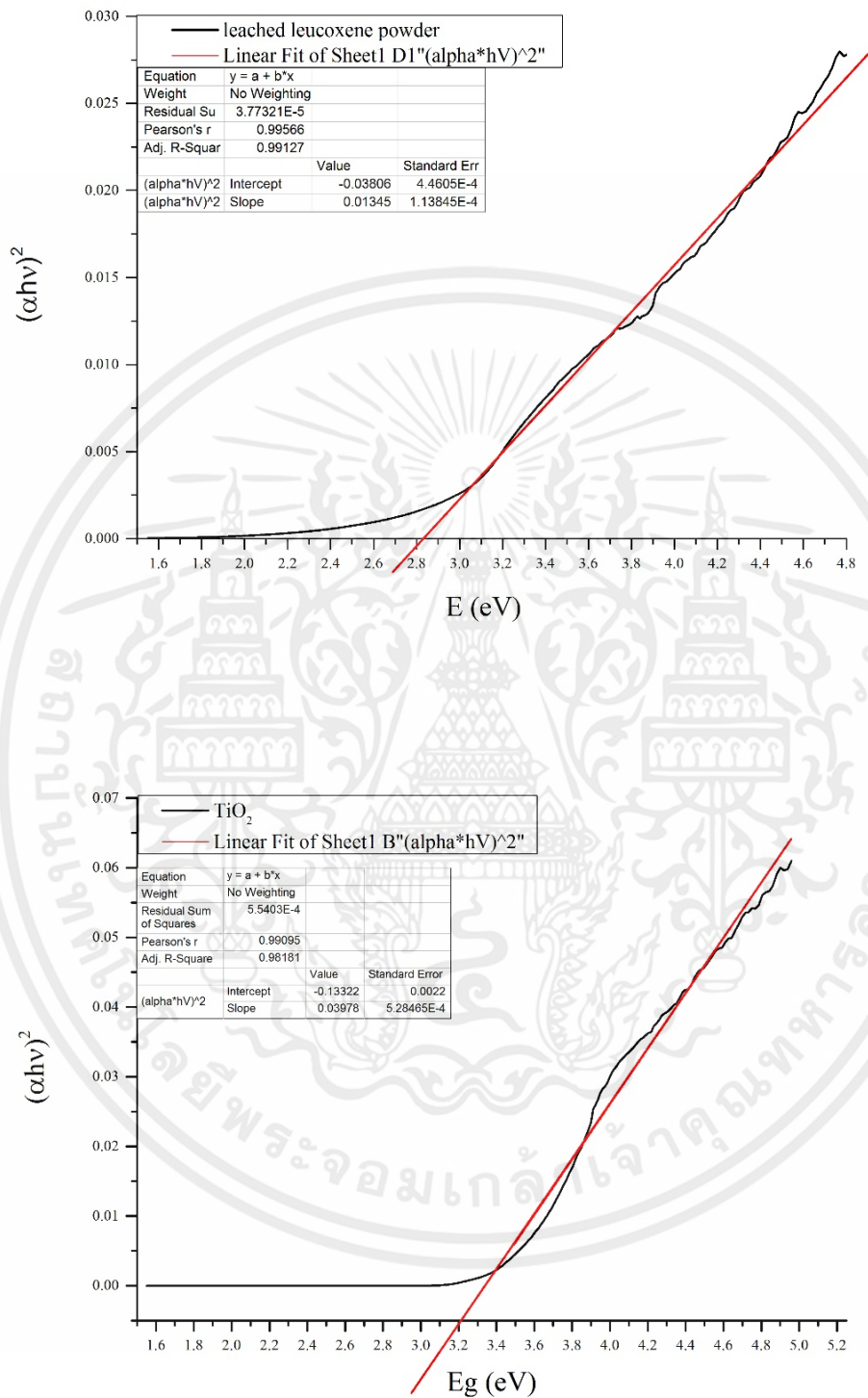
รูปที่ 4.16 สเปกตรัมพลังงานธาตุองค์ประกอบ (a) แร่ลูโคซีน และ (b) แร่ลูโคซีนที่ผ่านกระบวนการชะภายใต้เงื่อนไขที่เหมาะสมคือ ใช้สารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 7 โมลาร์ ที่อุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยา 80 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมง

4.3 สมบัติทางแสงของอนุภาคที่เตรียมจากแร่ิลเมไนต์ และแร่ลูโคซีน



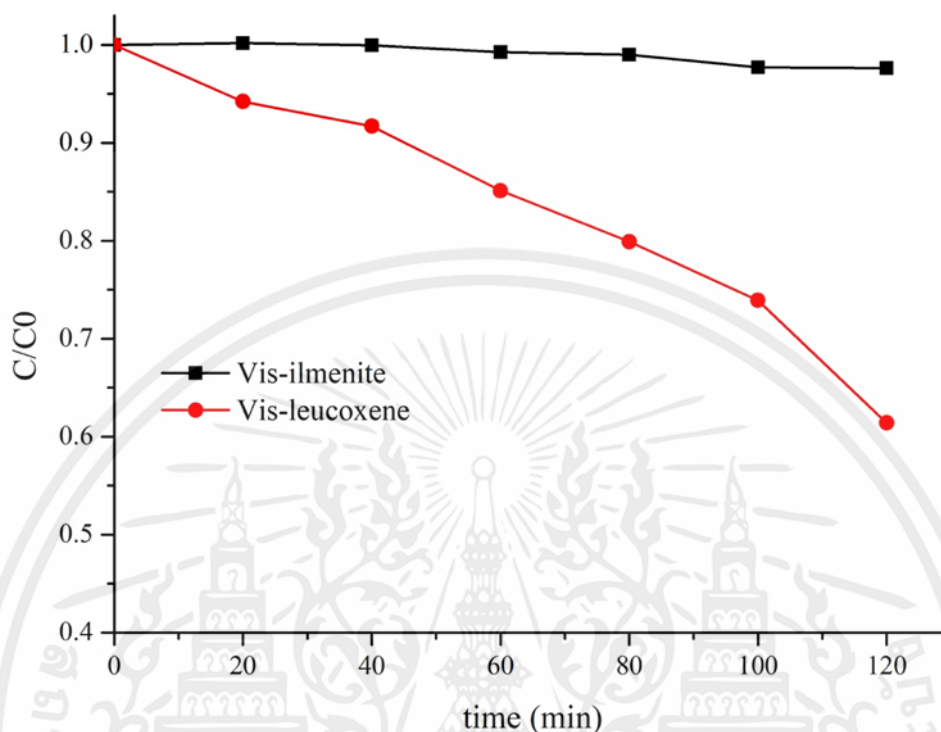
รูปที่ 4.17 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของแร่ิลเมไนต์, แร่ิลเมไนต์ที่ผ่านกระบวนการชะ, แร่ลูโคซีน และแร่ลูโคซีนที่ผ่านกระบวนการชะคือ ใช้สารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 7 โมลาร์ ที่อุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยา 80 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมง

สำหรับสมบัติทางแสงของแร่ิลเมไนต์ และแร่ลูโคซีน ทั้งก่อนและหลังผ่านกระบวนการชะด้วยเงื่อนไขที่เหมาะสมคือ ใช้สารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 7 โมลาร์ ที่อุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยา 80 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมง แสดงในรูปที่ 4.17 โดยศึกษาการดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่น 325 – 800 นาโนเมตร เริ่มต้นจากแร่ิลเมไนต์ กราฟแสดงการดูดกลืนเป็นสองช่วง คือช่วง 325 - 500 นาโนเมตร และ 500 - 800 นาโนเมตร สำหรับแร่ลูโคซีนเริ่มต้นนั้น เกิดการดูดกลืนแสงในช่วง 325 - 450 นาโนเมตร เมื่อผ่านกระบวนการชะภายใต้เงื่อนไขที่เหมาะสมนั้น แร่ิลเมไนต์เกิดการเปลี่ยนแปลงของการดูดกลืน คือเกิดการดูดกลืนแสงในช่วง 500-800 นาโนเมตรลดลงเนื่องมาจากกระบวนการชานั้นทำให้องค์ประกอบทางเคมีเกิดการเปลี่ยนแปลงทำให้การดูดกลืน สำหรับแร่ลูโคซีนที่ผ่านกระบวนการชานั้นสมบัติการดูดกลืนแสงนั้นไม่แตกต่างจากแร่ลูโคซีนเริ่มต้น คือมีการดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่น 325 - 450 นาโนเมตร เมื่อนำค่าการดูดกลืนมาคำนวณหาค่าแถบช่องว่างพลังงาน (Energy Band Gap: E_g) ด้วยวิธี Tauc Plot แสดงในรูปที่ 4.18 (a) คำนวณค่าแถบช่องว่างพลังงานได้ 2.8 อิเล็กตรอนโวลต์ เมื่อเปรียบเทียบกับไทเทเนียมไดออกไซด์ทางการค้า (P25) ที่คำนวณค่าแถบพลังงานต้องห้ามได้ 3.2 อิเล็กตรอนโวลต์แสดงในรูปที่ 4.17 (b) การที่ค่าแถบพลังงานต้องห้ามแร่ลูโคซีนที่ผ่านกระบวนการชะที่มีองค์ประกอบหลักเป็นไทเทเนียมไดออกไซด์ จากผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างจากข้างต้นนั้นมีค่าแถบพลังงานต้องห้ามแตกต่างจากไทเทเนียมไดออกไซด์ P25 เป็นผลมาจากธาตุหลักที่หลงเหลือในแร่ลูโคซีนภายหลังจากกระบวนการชานั้นจะประพติดัวเป็นโลหะเจือในโครงสร้างของไทเทเนียมไดออกไซด์ ทำให้ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เราสังเคราะห์จากแร่ลูโคซีนด้วยกระบวนการชะด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกภายใต้เงื่อนไขที่เหมาะสมนั้นมีช่วงการดูดกลืนแสงเปลี่ยนแปลง [32]



รูปที่ 4.18 กราฟแสดงการคำนวณหาค่าแถบพลังงานต้องห้ามด้วยวิธี Tauc plot ของ (a) แร่ลูโคซีนที่ผ่านกระบวนการชะ และ (b) โทเทเนียมไดออกไซด์ (P25)

4.4 สมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาดำเนินการด้วยแสงระหว่างอนุภาคที่เตรียมจากแร่โอลิเมไนต์ และแร่ลูโคซีน



รูปที่ 4.19 กราฟแสดงอัตราการย่อยของสีย้อมอินทรีย์โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาดำเนินการด้วยแสงในช่วงที่ตามองเห็น

สมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาดำเนินการด้วยแสงของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สกัดจากแร่ธรรมชาติจะศึกษาผ่านกระบวนการย่อยสลายสีย้อมอินทรีย์โรดามีนบี (Rhodamine: RhB) ภายใต้แสงในช่วงที่ตามองเห็น (visible light) เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง แสดงผลในรูปที่ 4.19 กราฟแสดงอัตราการย่อยของสีย้อมอินทรีย์โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาดำเนินการด้วยแสงไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมจากแร่โอลิเมไนต์ และแร่ลูโคซีน ภายใต้แสงในช่วงที่ตามองเห็นพบว่า ที่ระบบการทดลองการย่อยสลายสีย้อมอินทรีย์ภายใต้แสงในช่วงที่ตามองเห็น โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมได้จากแร่โอลิเมไนต์ พบว่า ความเข้มข้นของสารละลายสีย้อมอินทรีย์ RhB มีการเปลี่ยนแปลงเล็กน้อยแทบจะคงที่ โดยพิจารณาได้จากเส้นกราฟสีดำ มีการลดลงเพียงเล็กน้อยคงเหลือ 98% เมื่อเทียบกับสารละลายสีย้อมเริ่มต้น ขณะที่ตัวเร่งปฏิกิริยาไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมได้จากแร่ลูโคซีนโดยกระบวนการชะ และทำปฏิกิริยาภายใต้แสงในช่วงที่ตามองเห็น พบว่าเมื่อระยะเวลาในการฉายแสงเพิ่มขึ้น ความเข้มข้นสารละลายสีย้อมอินทรีย์มีค่าลดลง โดยพิจารณาจากกราฟเส้นสีแดงพบว่ามีค่าการดูดกลืนแสงลดลง 40% เมื่อทำการทดลองฉายแสงเป็นระยะเวลา 120 นาที หรือ 2 ชั่วโมง ซึ่งการลดลงของความเข้มข้นของสารละลายสีย้อมนั้นเกิดจากกระบวนการย่อยสลายสีย้อมอินทรีย์ด้วยประจุอิสระจากตัวกระตุ้นปฏิกิริยาดำเนินการด้วยแสงของไทเทเนียมไดออกไซด์ของแร่ลูโคซีนที่ผ่านกระบวนการชะ

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สำหรับประสิทธิภาพในการย่อยสลายสารละลายสีย้อมอินทรีย์ของแร่โอลเมนไนต์ที่ผ่านกระบวนการชะ และแร่ลูโคซีนที่ผ่านกระบวนการชะ ทำปฏิกิริยาภายใต้แสงในช่วงที่ตามองเห็นนั้น ขึ้นกับปริมาณไทเทเนียมไดออกไซด์ภายในแร่ที่ใช้ในการเตรียม และพลังงานแสงที่เหมาะสมกับตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้การทดลอง โดยจากการทดลองแร่ลูโคซีนที่ผ่านกระบวนการชะ ทำปฏิกิริยาการย่อยสลายสีย้อมอินทรีย์ได้ดีภายใต้แสงในช่วงที่ตามองเห็นนั้น เนื่องจากปริมาณของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมได้จากแร่ลูโคซีนนั้น มีปริมาณมากกว่าในแร่โอลเมนไนต์ ดังผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคอื่นๆที่แสดงข้างต้น

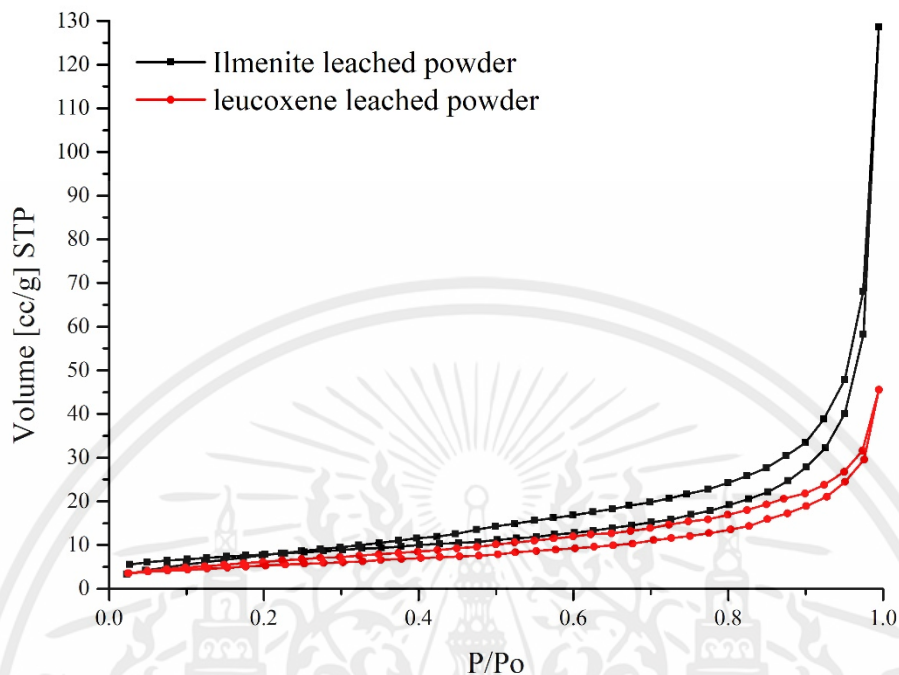
จากผลการทดลองข้างต้น เมื่อเปรียบเทียบประสิทธิภาพของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมได้จากแร่ทั้งสองชนิด คือ แร่โอลเมนไนต์ และแร่ลูโคซีน โดยกระบวนการชะด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก พบว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมได้จากแร่ลูโคซีนนั้น มีประสิทธิภาพสูงกว่า เนื่องจากแร่ลูโคซีนเริ่มต้นมีปริมาณของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มากกว่าแร่โอลเมนไนต์ ทำให้แสดงสมบัติในการดูดกลืนแสงในช่วงอัลตราไวโอเล็ตรวมถึงแสงในช่วงที่ตามองเห็นด้วยดังแสดงในรูปที่ 4.17 และ 4.18 ทำให้แสดงประสิทธิภาพในการย่อยสลายสีย้อมอินทรีย์ RhB ได้ดีภายใต้แสงในช่วงที่ตามองเห็นแสดงในรูปที่ 4.19

เพื่อเป็นการพิสูจน์ว่าประสิทธิภาพในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงที่ดี ในกระบวนการย่อยสลายสีย้อมอินทรีย์นั้น เกิดจากปริมาณของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีในสารที่เตรียมได้จากแร่โอลเมนไนต์ และแร่ลูโคซีน มิได้เกิดจากปัจจัยอื่น เช่นการมีพื้นที่ผิว (surface area) ในการทำปฏิกิริยา จึงทำการวิเคราะห์หาค่าพื้นที่ผิวด้วยเทคนิค BET (Brunauer–Emmett–Teller technique) แสดงผลดังตารางที่ 4.3

จากปริมาณพื้นที่ผิวของอนุภาคที่แสดงในตารางที่ 4.3 พบว่าอนุภาคที่เตรียมแร่ลูโคซีนมีพื้นที่ผิว 19.07 ตารางเมตรต่อกรัม ซึ่งมีค่าน้อยกว่าอนุภาคที่เตรียมได้จากแร่โอลเมนไนต์ที่มีพื้นที่ผิว 27.34 ตารางเมตรต่อกรัม แต่ประสิทธิภาพในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงของอนุภาคที่เตรียมด้วยแร่ลูโคซีนดีกว่าอนุภาคที่เตรียมได้จากแร่โอลเมนไนต์ นั้นแสดงให้เห็นว่าประสิทธิภาพในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงในกระบวนการย่อยสลายสีย้อมอินทรีย์เกิดจากปริมาณของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีอยู่ในอนุภาคที่เตรียมได้ ไม่ได้ขึ้นกับพื้นที่ผิวของอนุภาคที่ใช้ในการทดสอบ เมื่อพิจารณากราฟความสัมพันธ์ระหว่างปริมาตร และความดันสัมพันธ์ดังรูป 4.20 เพื่อวิเคราะห์ลักษณะรูพรุนของอนุภาคที่ใช้ในการทดสอบ แสดงให้เห็นว่าอนุภาคที่ใช้ในการทดสอบนั้นเป็นวัสดุที่มีขนาดของรูพรุนมากกว่า 50 นาโนเมตร เนื่องจากกราฟความสัมพันธ์ระหว่างปริมาตรกับความดันสัมพันธ์นั้นมีลักษณะคล้ายคลึงกับกราฟรูปแบบที่สาม [37]

ตารางที่ 4.3 ปริมาณพื้นที่ผิว (surface area) ของอนุภาคที่เตรียมได้จากแร่โอลเมนไนต์ และแร่ลูโคซีน

ตัวอย่าง	พื้นที่ผิว		ขนาดรูพรุน (Å)
	Single point BET (m ² /g)	Multipoint BET (m ² /g)	
Leached leucoxene	18.41	19.07	147.8
Leached ilmenite	26.92	27.34	291.0



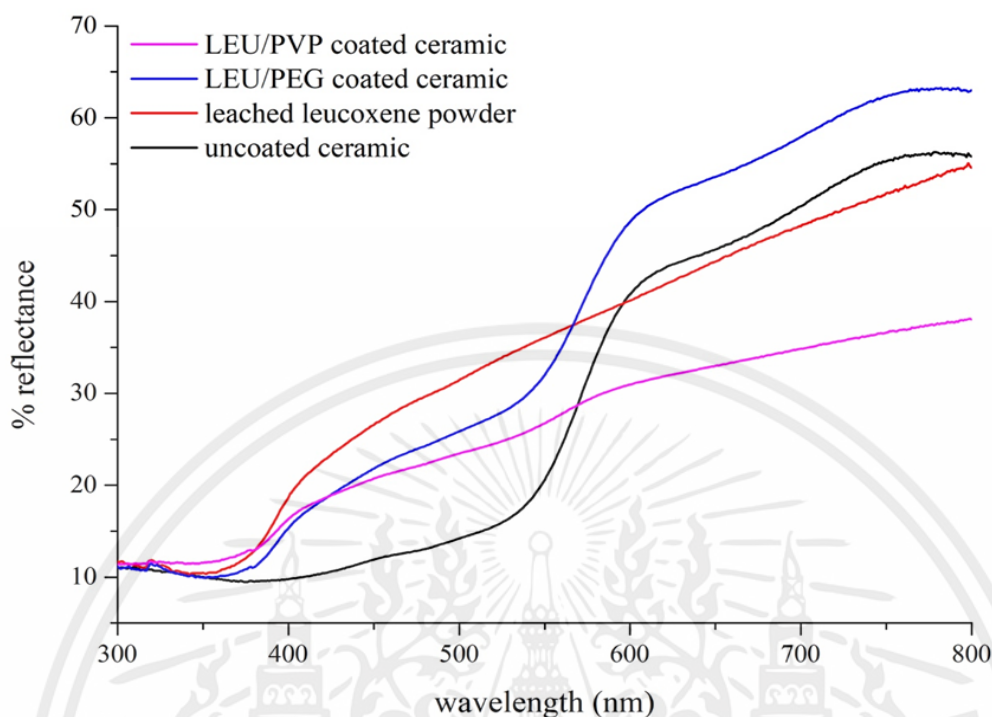
รูปที่ 4.20 กราฟแสดงความสัมพันธ์ของปริมาตร และความดันสัมพัทธ์ของอนุภาค เปรียบเทียบระหว่างอนุภาคที่เตรียมจากแร่โอลิเมนไนต์ และแร่ลูโคซีน

4.5 การประยุกต์ใช้ออนุภาคที่เตรียมได้จากแร่ธรรมชาติ โดยการเคลือบอนุภาคที่เตรียมได้ลงบน กระเบื้องดินเผา

4.5.1 การวิเคราะห์สมบัติทางแสงด้วยเทคนิคการสะท้อน

จากการทดลองนำอนุภาคที่สกัดได้จากแร่ลูโคซีนโดยกระบวนการชะด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก ภายใต้เงื่อนไขที่เหมาะสม มาทำการเคลือบลงบนชิ้นกระเบื้องดินเผา โดยกระบวนการจุ่มเคลือบ โดยศึกษาชนิดของตัวประสาน (binder) โดยเปรียบเทียบระหว่าง พอลิเอทิลีนไกลคอล (PEG) และพอลิไวนิลไพโรไรโดน (PVP) โดยใช้ความเข้มข้นของตัวประสานเท่ากันคือ 15% โดยมวล และเติมผลอนุภาคที่สกัดจากแร่ลูโคซีนที่ความเข้มข้น 1% โดยน้ำหนักต่อปริมาตร และทำการวิเคราะห์สมบัติทางแสงด้วยการวัดการสะท้อนของชิ้นงาน แสดงดังรูปที่ 4.21 สเปกตรัมการสะท้อนของกระเบื้องดินเผาที่เคลือบด้วยอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สกัดจากแร่ธรรมชาติโดยเปรียบเทียบชนิดของตัวประสานคือ พอลิเอทิลีนไกลคอล (PEG) และ พอลิไวนิลไพโรไรโดน (PVP) จากกราฟแสดงสเปกตรัมการสะท้อนของชิ้นกระเบื้องปกติ จะมีเปอร์เซ็นต์การสะท้อนในช่วงความยาวคลื่น 550 - 800 นาโนเมตร มีการสะท้อน 40 - 50% และเมื่อนำชิ้นงานกระเบื้องที่เคลือบด้วยอนุภาคที่เตรียมจากแร่ลูโคซีนโดยใช้สารละลายพอลิเอทิลีนไกลคอลเป็นตัวประสาน พบว่าการสะท้อนในช่วงความยาวคลื่น 400 - 550 นาโนเมตรมีค่าการสะท้อนประมาณ 20% และในช่วงความยาวคลื่น 550 - 800 นาโนเมตรมีค่าการสะท้อนในช่วง 50 - 60 %

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



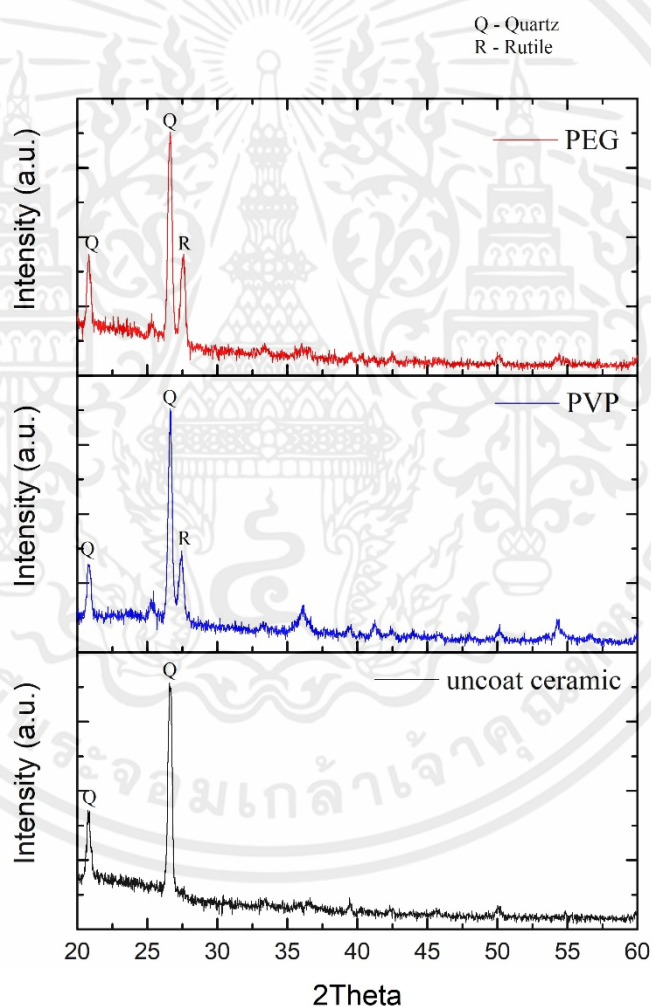
รูปที่ 4.21 สเปกตรัมการสะท้อนของกระเบื้องดินเผาที่เคลือบด้วยอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สกัดจากแร่ธรรมชาติโดยเปรียบเทียบชนิดของตัวประสานคือ พอลิเอทิลีนไกลคอล (PEG) และ พอลิไวนิลไพร์โรลิโดน (PVP)

เช่นเดียวกับชิ้นงานกระเบื้องที่เคลือบด้วยอนุภาคที่เตรียมจากแร่ลูโคซีนโดยใช้สารละลายพอลิไวนิลไพร์โรลิโดนเป็นตัวประสาน มีค่าการสะท้อนคล้ายคลึงกับรูปแบบการสะท้อนของชิ้นงานกระเบื้องที่เคลือบโดยใช้สารละลายพอลิเอทิลีนเป็นตัวประสาน คือในช่วงความยาวคลื่น 400 – 550 นาโนเมตร มีค่าการสะท้อนอยู่ที่ 40 – 50% และในช่วงความยาวคลื่น 550 – 800 นาโนเมตรมีค่าการสะท้อน 50% โดยเมื่อนำรูปแบบการสะท้อนที่วัดได้จากชิ้นงานกระเบื้องตัวอย่าง มาเปรียบเทียบกับรูปแบบการสะท้อนของผงอนุภาคที่เตรียมได้จากแร่ลูโคซีนซึ่งมีการสะท้อนในช่วง 400 – 800 นาโนเมตร พบว่า กระเบื้องที่เคลือบด้วยอนุภาคที่เตรียมจากแร่ธรรมชาติ นั้น มีรูปแบบการสะท้อนในช่วง 400 – 550 นาโนเมตรคล้ายคลึงกับรูปแบบการสะท้อนของอนุภาคที่เตรียมจากแร่ลูโคซีน ในขณะที่รูปแบบการสะท้อนในช่วงความยาวคลื่น 550 – 800 นาโนเมตรมีรูปแบบการสะท้อนใกล้เคียงกับการสะท้อนของชิ้นกระเบื้องที่ไม่ถูกเคลือบ

จากการวิเคราะห์สมบัติการสะท้อนของชิ้นงานกระเบื้องที่เคลือบด้วยอนุภาคที่เตรียมจากแร่ลูโคซีน โดยใช้ตัวประสานที่แตกต่างกันสามารถวิเคราะห์และสรุปผลเบื้องต้นได้ว่า กระเบื้องที่เคลือบด้วยอนุภาคนั้นมีสารบางชนิดเคลือบติดอยู่ เนื่องมาจากชิ้นงานที่เคลือบนั้นมีรูปแบบการสะท้อนที่แตกต่างจากชิ้นงานกระเบื้องปกติ เพื่อเป็นการพิสูจน์ว่า สารที่เคลือบติดอยู่บนชิ้นงานกระเบื้องนั้น จะทำการพิสูจน์โดยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของชิ้นงาน และตรวจหาธาตุองค์ประกอบบนพื้นผิวชิ้นงาน

4.5.2 การวิเคราะห์สมบัติทางผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

การวิเคราะห์สมบัติทางผลึกของพื้นผิวกระเบื้องดินเผาที่เคลือบด้วยอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมจากแร่ลูโคซีน โดยใช้ตัวประสานต่างชนิดกันแสดงในรูปที่ 4.22 ซึ่งรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของชั้นกระเบื้องปรกติที่ไม่มีสารเคลือบแสดงด้วยรูปที่ 4.22 (a) พบว่าเกิดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ตำแหน่ง 20.82° และ 26.62° ซึ่งสัมพันธ์กับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีของควอตซ์หรือซิลิกอนออกไซด์ ที่ระนาบผลึก (100) และ (011) ตามลำดับ (JCPDS 01-089-8936) โดยรูปการแบบเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์นี้เกิดจากชั้นงานกระเบื้องดินเผาชั้นผลิตจากดินซึ่งมีซิลิกอนเป็นองค์ประกอบจึงทำให้เกิดการจัดเรียงตัวเป็นซิลิกอนออกไซด์เมื่อถูกนำมาผลิตเป็นชั้นงานกระเบื้องดินเผา สำหรับชั้นงานกระเบื้องที่ถูกเคลือบด้วยอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมจากแร่ลูโคซีนโดยใช้ตัวประสานต่างชนิดกันนั้นแสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในรูปที่ 4.22(b)

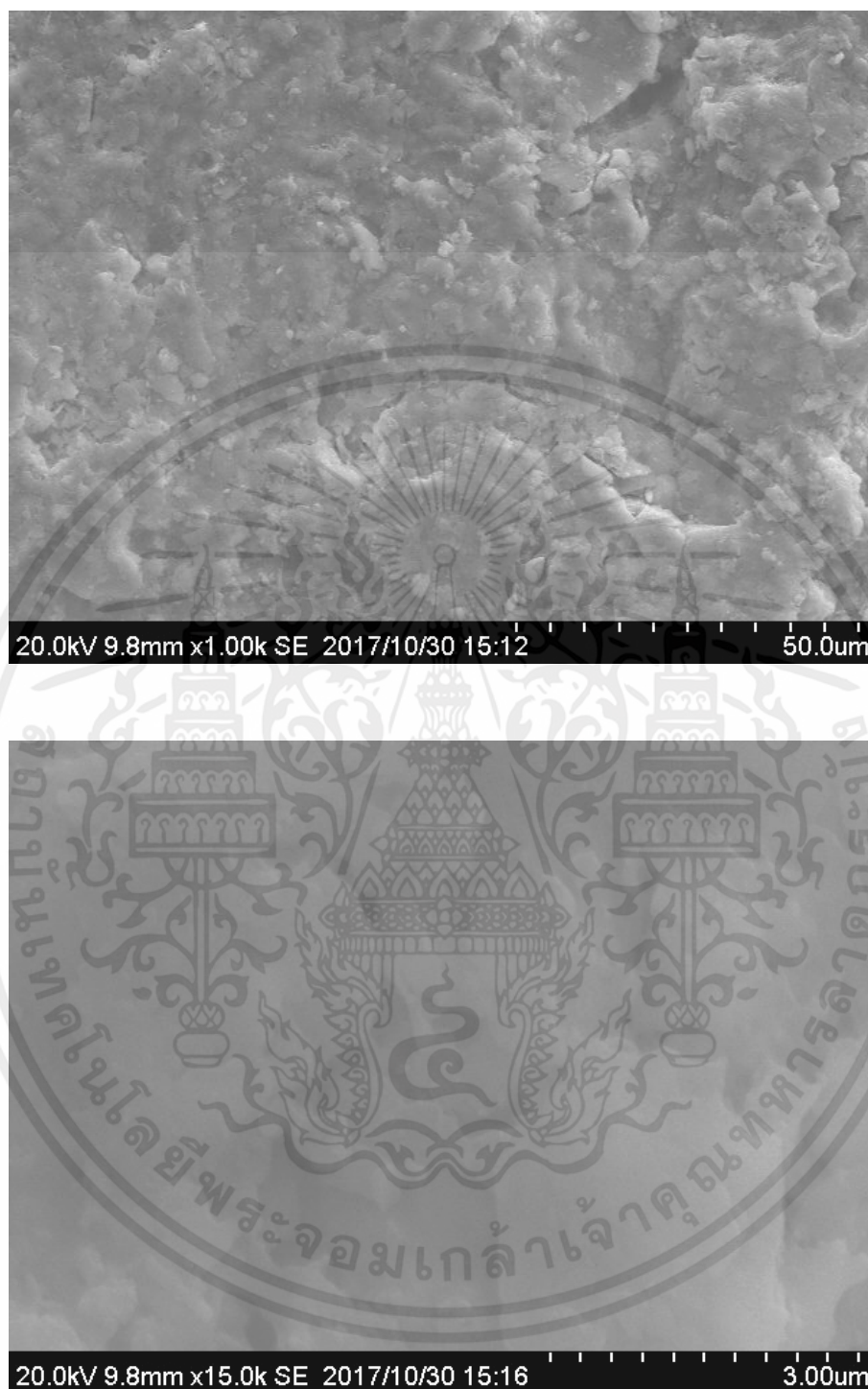


รูปที่ 4.22 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของ (a) ชั้นกระเบื้องที่ไม่ถูกเคลือบ และกระเบื้องที่ถูกเคลือบด้วยไทเทเนียมไดออกไซด์จากแร่ลูโคซีนโดยตัวประสานเป็น (b) พอลิเอทิลีนไกลคอล และ (c) พอลิไวนิลไพร์โรลิโดน

สำหรับตัวประสานพอลิไพโรไลโดน แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ตำแหน่ง 20.82° และ 26.62° ซึ่งสัมพันธ์กับรูปแบบการเลี้ยวเบนของควอตซ์หรือซิลิกอนออกไซด์ ที่ระนาบผลึก (100) และ (011) ตามลำดับ (JCPDS 01-089-8936) ที่ตำแหน่ง 25.42° และ 27.44° ซึ่งสัมพันธ์กับระนาบการเลี้ยวเบนของผลึกอนาเทส (Anatase) ที่ระนาบ 101 (JCPDS 01-073-1764) และระนาบผลึกรูไทล์ (Rutile) ที่ระนาบ 110 (JCPAS 01-075-1755) ตามลำดับและรูปที่ 4.22 (c) สำหรับตัวประสานชนิดพอลิเอทิลีนไกลคอล โดยกระเบื้องที่ถูกเคลือบโดยใช้ตัวประสานเป็นพอลิเอทิลีนไกลคอลแสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ใกล้เคียงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของชิ้นงานที่ใช้ตัวประสานพอลิไวนิลไพโรไลโดน คือรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของควอตซ์ที่ตำแหน่ง 20.82° และ 26.62° สำหรับตำแหน่งการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ตำแหน่ง 25.28° และ 27.56° สัมพันธ์กับรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผลึกอนาเทส และรูไทล์ตามลำดับ จากกราฟรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของชิ้นงานกระเบื้องที่ถูกเคลือบด้วยอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สกัดจากแร่ลูโคซีน แสดงให้เห็นว่าอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์นั้นถูกเคลือบติดกับชิ้นงานกระเบื้อง เนื่องจากการปรากฏรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ตำแหน่งต่างๆ ที่สอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของไทเทเนียมไดออกไซด์ ซึ่งผลการทดสอบความเป็นผลึกนั้น สอดคล้องกับผลการวิเคราะห์สมบัติการสะท้อนของชิ้นงาน คือเมื่อชิ้นงานที่ถูกเคลือบด้วยอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์จะทำให้สเปกตรัมการสะท้อนของแสงเปลี่ยนแปลงไป

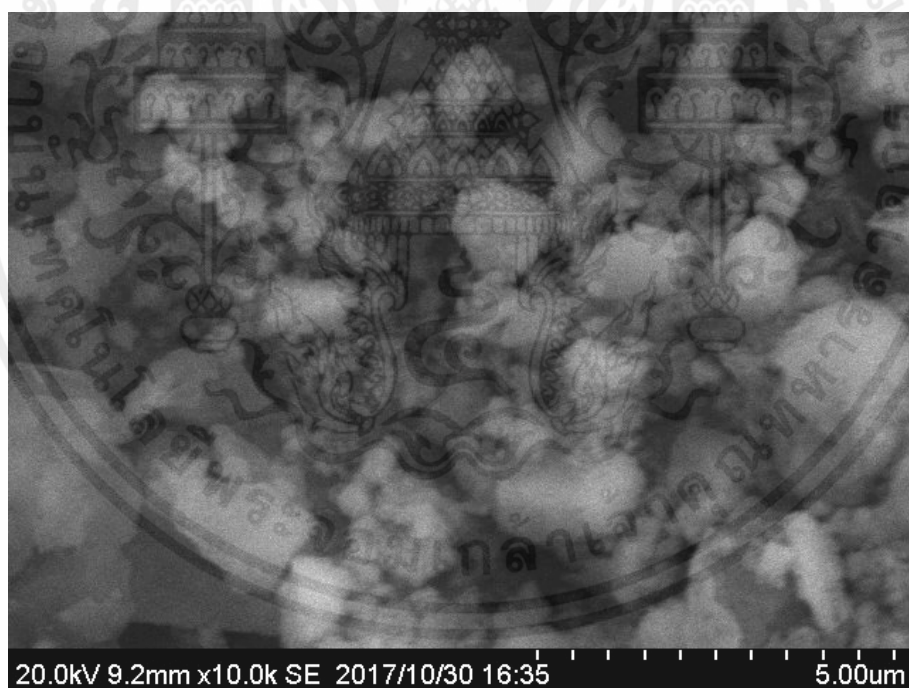
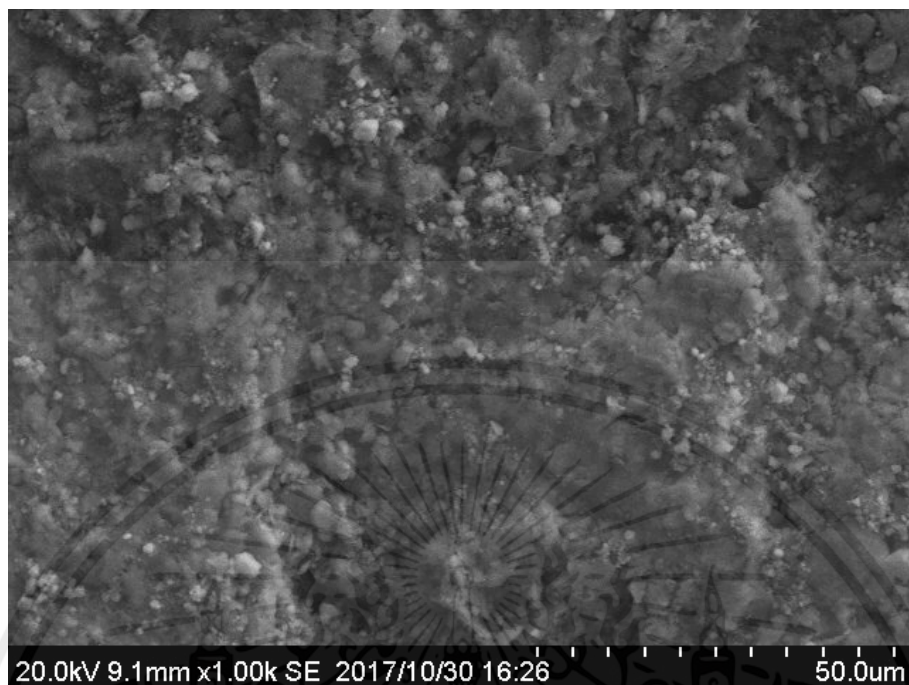
4.5.3 วิเคราะห์ลักษณะสัณฐาน และองค์ประกอบทางเคมีของพื้นผิวกระเบื้องที่ถูกเคลือบ

การวิเคราะห์สมบัติทางสัณฐานวิทยาจะทำการศึกษาโดยภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด โดยลักษณะพื้นผิวของชิ้นกระเบื้องดินเผาที่ยังไม่ถูกเคลือบแสดงดังรูปที่ 4.23 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่กำลังขยาย 1000 เท่า และ 15,000 เท่า แสดงให้เห็นลักษณะพื้นผิวของผิวกระเบื้องเป็นลักษณะคล้ายๆ แผ่นชิ้นกระเบื้องจัดเรียงตัวกันเป็นชั้นๆ โดยแต่ละชั้นแผ่นก็มีขนาดและรูปร่างที่แตกต่างกันไป ซึ่งเป็นรูปร่างที่ไม่แน่นอน รวมถึงขนาดที่ไม่แน่นอนเช่นกันและเมื่อทำการเคลือบด้วยอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สกัดจากแร่ธรรมชาติโดยใช้สารละลายพอลิเอทิลีนไกลคอลเป็นตัวประสานภาพถ่ายลักษณะพื้นผิวของชิ้นกระเบื้องที่ถูกเคลือบแสดงในรูปที่ 4.24 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แสดงลักษณะสัณฐานของพื้นผิวของชิ้นงานกระเบื้องที่ถูกเคลือบด้วยอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่กำลัง 1,000 เท่า และ 15,000 เท่า แสดงให้เห็นว่าพื้นผิวของชิ้นงานกระเบื้องที่ถูกเคลือบมีลักษณะที่เปลี่ยนไปจากเดิมคือ มีลักษณะของอนุภาคกระจายอยู่บนชิ้นกระเบื้องที่ถูกเคลือบ โดยอนุภาคที่กระจายตัว เป็นอนุภาคที่มีหลากหลายรูปร่าง หลากหลายขนาด และรวมไปถึงกลุ่มอนุภาคเกาะตัวอยู่บนพื้นผิวชิ้นงานกระเบื้องดินเผา และรูปที่ 4.25 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของพื้นผิวชิ้นงานกระเบื้องที่ถูกเคลือบด้วยอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สกัดจากแร่ธรรมชาติโดยใช้สารละลายพอลิไวนิลไพโรไลโดนเป็นตัวประสานที่กำลังขยาย 1,000 เท่า และ 10,000 เท่า พบว่าพื้นผิวของชิ้นงานกระเบื้องถูกเคลือบด้วยอนุภาคที่มีขนาด และรูปร่างที่แตกต่างกันอีกทั้งยังแสดงให้เห็นถึงอนุภาคที่เกาะกลุ่มกันที่เกาะตัวอยู่บนพื้นผิวชิ้นงานกระเบื้อง จากภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด สามารถแสดงให้เห็นว่าอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบลงบนชิ้นกระเบื้องนั้นเกาะอยู่บนพื้นผิวของชิ้นงานกระเบื้อง และเพื่อเป็นการพิสูจน์ว่าอนุภาคที่เกาะอยู่บนพื้นผิวของชิ้นงานกระเบื้องนั้นเป็นไทเทเนียมไดออกไซด์ จะทำการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคการกระจายตัวของพลังงาน (Energy Dispersive X-Rays Spectroscopy: EDX,EDS)



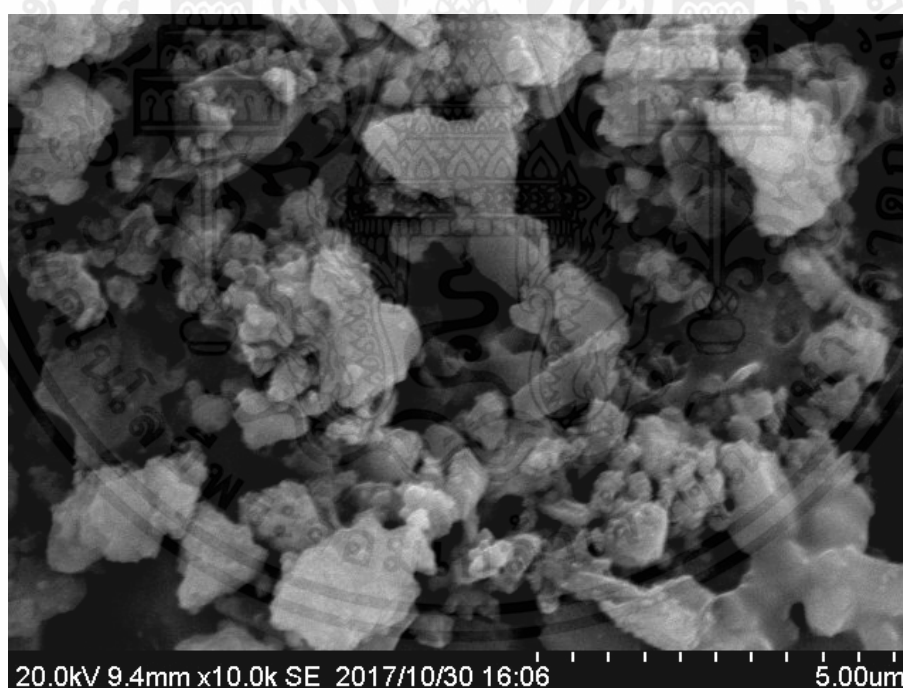
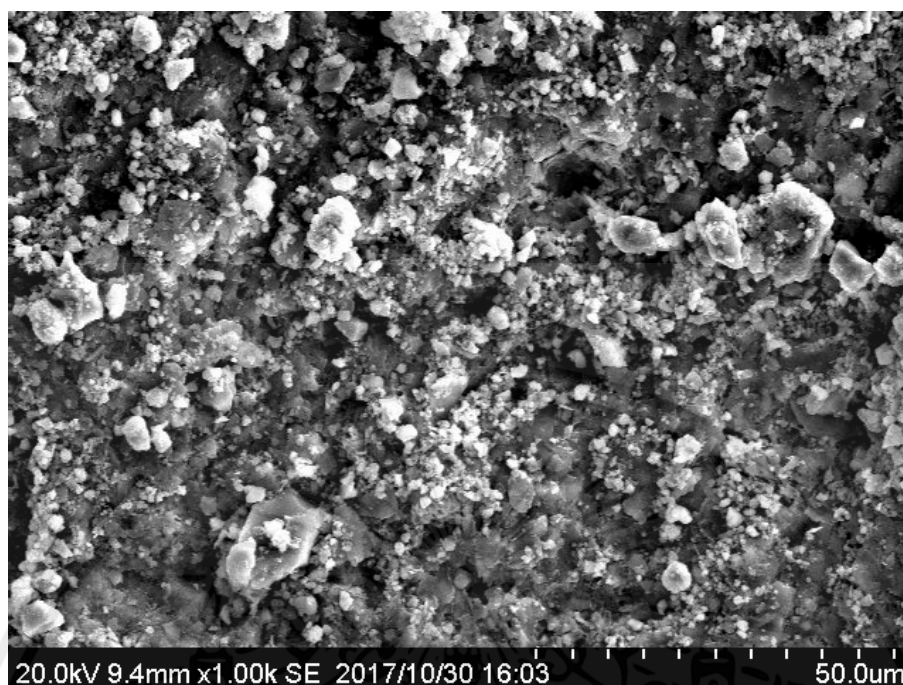
รูปที่ 4.23 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของกระเบื้องดินเผาที่ไม่เคลือบอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สกัดจากแร่ธรรมชาติที่กำลังขยาย (a) 1.0K และ (b) 15.0K

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.24 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของกระเบื้องดินเผาที่เคลือบอนุภาคไทเทเนียม ไดออกไซด์ที่สกัดจากแร่ธรรมชาติโดยใช้พอลิเอทิลีนไกลคอล เป็นตัวประสานที่กำลังขยาย (a) 1.0K และ (b) 15.0K

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.25 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของกระเบื้องดินเผาที่เคลือบอนุภาคไทเทเนียม ไดออกไซด์ที่สกัดจากแร่ธรรมชาติโดยใช้พอลิไวนิลไพโรลิโดน เป็นตัวประสานที่กำลังขยาย (a) 1.0K และ (b) 10.0K

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

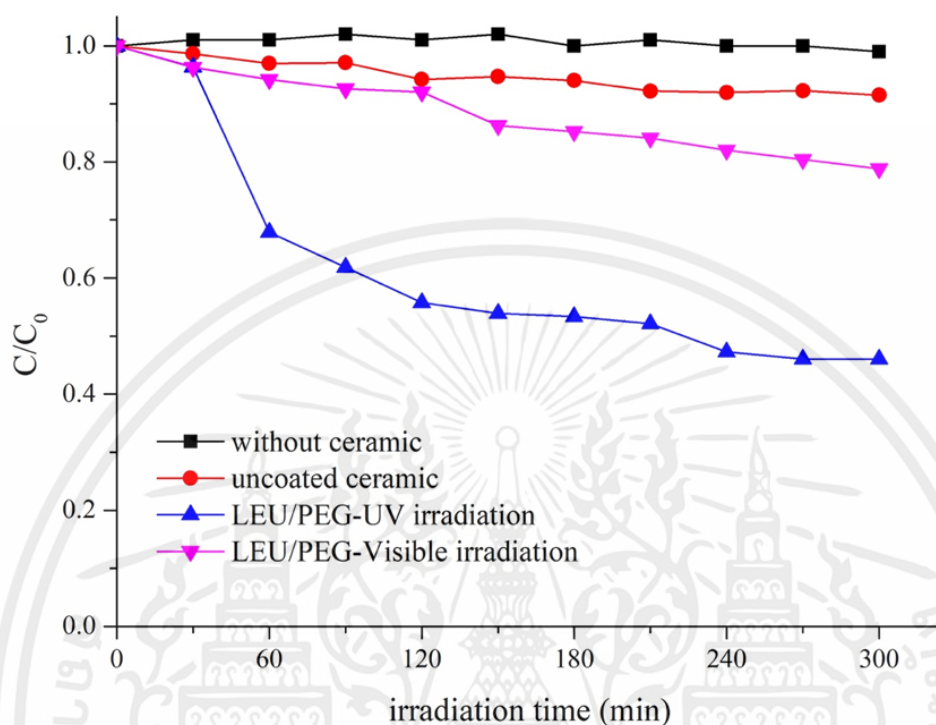
ตารางที่ 4.4 องค์ประกอบทางเคมีของกระเบื้องดินเผาที่เคลือบด้วยอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สกัดจากธรรมชาติ โดยใช้ตัวประสานที่แตกต่างกันที่แตกต่างกัน

Element (% wt)	PEG binder		PVP binder	
	Uncoated	Coated	Uncoated	Coated
Silicon (Si)	24.96	16.84	24.96	18.52
Aluminum (Al)	12.99	11.79	12.99	10.81
Oxygen (O)	44.93	39.09	44.93	42.20
Iron (Fe)	5.63	5.13	5.63	5.32
Titanium (Ti)	0.48	17.85	0.48	13.34
Gold (Au)	5.50	5.72	5.50	6.84
Magnesium (Mg)	1.33	0.63	1.33	0.82
Calcium (Ca)	1.91	0.49	1.91	1.68
Potassium (K)	2.22	2.42	2.22	0.41

สำหรับการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคการกระจายตัวของพลังงาน (EDX) ของชิ้นกระเบื้องที่ไม่ถูกเคลือบ และชิ้นกระเบื้องที่ถูกเคลือบโดยใช้ตัวประสานที่แตกต่างกันได้แก่ พอลิเอทิลีนไกลคอล (PEG) และพอลิไวนิลไพโรลิโดน (PVP) แสดงธาตุเคมีองค์ประกอบ และปริมาณที่ตรวจพบดังตารางที่ 4.4 โดยกระเบื้องปกติที่ไม่ผ่านกระบวนการเคลือบตรวจพบองค์ประกอบเคมีได้แก่ อกซ์ประกอบหลักๆ ได้แก่ ซิลิกอน 25% อะลูมิเนียม 13% ออกซิเจน 45% และธาตุองค์ประกอบอื่นๆ เช่น เหล็ก ลูโคซีน แมกนีเซียม และ โพแทสเซียม เป็นต้น สาเหตุที่พบธาตุองค์ประกอบมากมายเนื่องมาจากชิ้นงานกระเบื้องนั้นผลิตมาจากดินจากธรรมชาติ ทำให้ตรวจพบธาตุองค์ประกอบที่หลากหลาย และเมื่อทำการวิเคราะห์หาธาตุองค์ประกอบของชิ้นกระเบื้องที่ถูกเคลือบด้วยอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สกัดจากแร่ธรรมชาติพบว่า ธาตุองค์ประกอบที่ตรวจพบคล้ายกับชิ้นงานกระเบื้องปกติ เพียงแต่ปริมาณที่ตรวจพบเปลี่ยนแปลง คือ ปริมาณของธาตุไทเทเนียม มีปริมาณที่ตรวจพบเพิ่มมากขึ้นจาก 0.48% มีปริมาณเพิ่มขึ้นเป็น 17.85% สำหรับการเคลือบที่ใช้สารละลายพอลิเอทิลีนไกลคอลเป็นตัวประสาน และ 13.34% สำหรับการเคลือบที่ใช้พอลิไวนิลไพโรลิโดนเป็นตัวประสาน จากผลการทดลองปริมาณของธาตุองค์ประกอบสามารถสรุปได้ว่า อนุภาคที่เกาะติดอยู่บนชิ้นงานกระเบื้องดังแสดงในรูปถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดนั้นเป็นอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ เนื่องจากผลของปริมาณธาตุของไทเทเนียมไดออกไซด์มีค่าเพิ่มสูงขึ้นภายหลังกระบวนการเคลือบด้วยอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ ในขณะที่ธาตุองค์ประกอบอื่นๆมีค่าที่เปลี่ยนแปลงไปเล็กน้อยเท่านั้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

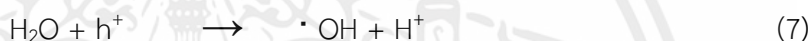
4.5.4 สมบัติตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เคลือบบนผิวกระเบื้องดินเผา



รูปที่ 4.26 อัตราการย่อยสลายสีย้อมอินทรีเมื่อผ่านการบวนการย่อยสลายโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงบนชั้นกระเบื้องดินเผา โดยใช้ PEG เป็นตัวประสาน

การศึกษาสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยของอนุภาคที่เคลือบลงบนพื้นผิวของชั้นงานกระเบื้องดินเผานั้น จะทำการศึกษาผ่านกระบวนการย่อยสลายสีย้อมอินทรีโรดามีนบี (Rhodamine B: RhB) ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ตชนิดเอ และแสงอัลตราไวโอเล็ตชนิดบี เป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมง โดยอัตราการย่อยสลายสีย้อมอินทรีแสดงดังรูปที่ 4.26 แสดงอัตราการย่อยสลายสีย้อมอินทรีภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่แตกต่างกันพบว่า กราฟเส้นสีดำ แสดงอัตราการย่อยสลายสีย้อมอินทรีภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต โดยไม่มีการเติมสารตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง พบว่าความเข้มข้นของสีย้อมอินทรีแทบไม่มีการเปลี่ยนโดยพิจารณาจากลักษณะเส้นกราฟที่ค่อนข้างเป็นเส้นตรงที่ 1 นั้นหมายความว่า สีย้อมอินทรีนั้นไม่สามารถย่อยสลายได้เองภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต จากนั้นทำการทดลองโดยการนำชั้นกระเบื้องที่ไม่ถูกเคลือบสารใดใด ใส่ลงในสารละลายสีย้อมอินทรี RhB และทำการศึกษาอัตราการย่อยสลายภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต ซึ่งอัตราการย่อยสลายแสดงในกราฟเส้นสีแดง จะเห็นได้ว่าความเข้มข้นของสารละลายมีการเปลี่ยนแปลงเล็กน้อย ซึ่งอาจเกิดจากการดูดซับของชั้นกระเบื้องเนื่องมาจากพื้นผิวกระเบื้องนั้นมีลักษณะเป็นชั้นดินที่รวมกันเป็นชั้นๆ (พิจารณาจากภาพ SEM) อาจทำให้เกิดการดูดซับสีย้อมอินทรี เป็นต้น สำหรับการศึกษาอัตราการย่อยสลายสีย้อมอินทรี ทั้งสองกรณีที่กล่าวข้างต้นนั้นเพื่อใช้เป็นข้อมูลอ้างอิง จากนั้นทำการทดลองหาอัตราการย่อยสลายสีย้อมอินทรีโดยใช้ชั้นงานที่เคลือบด้วยอนุภาคที่เตรียมได้จากแร่ลูโคซีนโดยใช้ตัวประสานต่างชนิดกัน และทำการทดลองภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ตเป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมงได้ผลดังกราฟในรูปที่ 4.26 ซึ่งกราฟเส้นสีน้ำเงิน แสดงอัตราการย่อยสลายสีย้อม

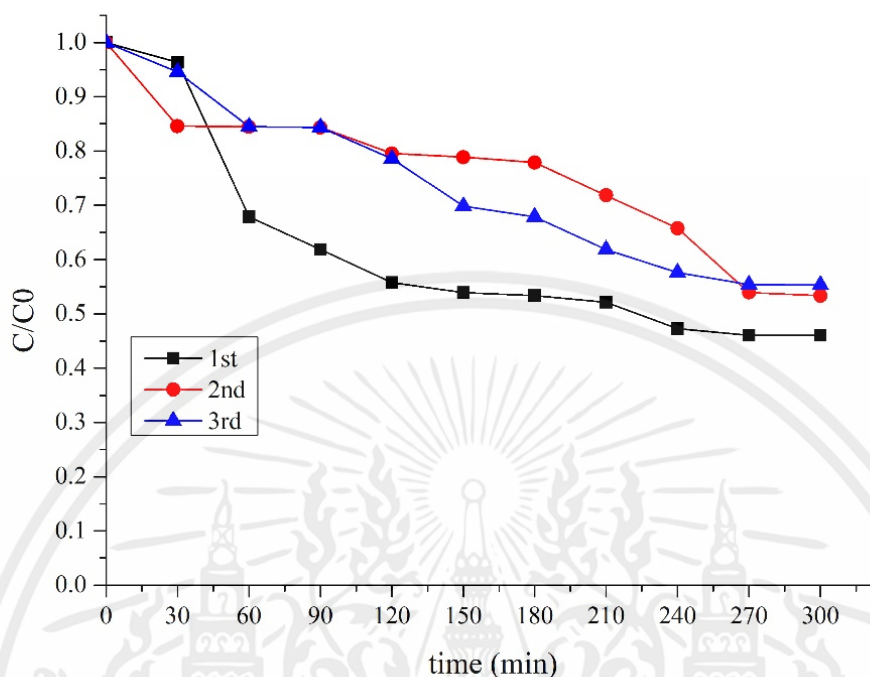
อินทรีย์โดยใช้ชิ้นงานที่เคลือบด้วยอนุภาคที่เตรียมจากแร่ลูโคซีนโดยใช้พอลิเอทิลีนไกลคอลเป็นตัวประสาน มีการย่อยสลายสีย้อม 50% เมื่อระยะเวลาดำเนินไป 5 ชั่วโมง ในขณะที่กราฟเส้นสีชมพูแสดงอัตราการย่อยสลายสีย้อมอินทรีย์โดยใช้ชิ้นงานที่เคลือบด้วยอนุภาคที่เตรียมจากแร่ลูโคซีนโดยใช้พอลิไวนิลไพโรรีโดนเป็นตัวประสาน มีการย่อยสลายสีย้อมได้ 40% เมื่อระยะเวลาดำเนินไป 5 ชั่วโมงเช่นเดียวกัน โดยกราฟทั้งสองเส้น แสดงให้เห็นว่าการทดลองอัตราการย่อยสลายสีย้อมอินทรีย์ด้วยปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง โดยปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง แสดงในสมการที่ (5 - 7) ปฏิกิริยาตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงเริ่มจากตัวเร่งปฏิกิริยาไทเทเนียมไดออกไซด์ได้รับพลังงานจากแสงให้เกิดคู่อิเล็กตรอน (e^-) และโฮล (h^+) แสดงในสมการ (5) จากนั้น อิเล็กตรอนอิสระจะทำปฏิกิริยารีดักชันกับ ออกซิเจน (O_2) ทำให้เกิดซูเปอร์ออกซิเจน ($\cdot O_2^-$) ในสมการ (6) ส่วนโฮลจะทำปฏิกิริยาออกซิเดชันกับน้ำ ทำให้เกิดประจุไฮดรอกซิล (Hydroxyl radical: $\cdot OH$) ในสมการ (7) [35]



สำหรับกระบวนการย่อยสลายสีย้อมอินทรีย์เกิดจากประจุอิสระที่เกิดจากปฏิกิริยาตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง คือ ซูเปอร์ออกซิเจน ($\cdot O_2^-$) และประจุไฮดรอกซิลอิสระ ($\cdot OH$) โดยประจุอิสระทั้งสอง จะทำปฏิกิริยา ออกซิเดชัน - รีดักชัน กันสีย้อมอินทรีย์ที่ใช้ โดยประจุอิสระนั้นจะทำการสลายพันธะของสีย้อมอินทรีย์ ที่มีโครงสร้างโมเลกุลขนาดใหญ่และซับซ้อน ให้มีขนาดเล็กลงเรื่อย จากสารละลายสีย้อมอินทรีย์ที่มีสีเข้ม จนสีค่อยๆ จากลงจนเป็นละลายไม่มีสี เนื่องมาจากโครงสร้างโมเลกุลของสารเกิดการเปลี่ยนแปลงไป [36, 37]

สำหรับกระบวนการทดสอบประสิทธิภาพในการใช้ซ้ำของชิ้นงานกระเบื้องดินเผาที่ถูกเคลือบด้วยอนุภาคที่เตรียมจากแร่ลูโคซีน จะทำการศึกษาผ่านกระบวนการย่อยสลายสีย้อมอินทรีย์ด้วยการใช้ซ้ำของชิ้นงานกระเบื้องที่ถูกเคลือบด้วยอนุภาคที่เตรียมจากแร่ธรรมชาติ โดยผลอัตราการย่อยสลายสีย้อมอินทรีย์ในแต่ละครั้งแสดงดังรูปที่ 4.27 อัตราการย่อยสลายสีย้อมในแต่ละครั้งที่แสดงในรูปที่ 4.27 แสดงถึงประสิทธิภาพในการใช้ซ้ำของชิ้นงานกระเบื้องดินเผาที่ถูกเคลือบด้วยอนุภาคที่เตรียมจากแร่ลูโคซีน โดยอัตราการย่อยสลายสีย้อมอินทรีย์ในครั้งแรกสามารถย่อยสลายสีย้อมอินทรีย์ได้ 50% เมื่อระยะเวลาดำเนินไป 5 ชั่วโมง ต่อมาทำการทดสอบรอบที่ 2 และ 3 อัตราการย่อยสลายสีย้อมอินทรีย์สามารถย่อยสลายสีย้อมอินทรีย์ได้ลดลงเหลือ 40% ทั้งสองรอบ โดยผลการทดลองเพื่อทดสอบการใช้งานซ้ำนั้น สามารถสรุปเบื้องต้นได้ว่า ชิ้นงานกระเบื้องดินเผาที่เคลือบด้วยอนุภาคที่เตรียมจากแร่ลูโคซีน โดยใช้พอลิเอทิลีนไกลคอลเป็นตัวประสานนั้น สามารถมีการนำกลับมาใช้ซ้ำได้ แต่ประสิทธิภาพนั้นอาจมีการลดลงเล็กน้อย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.27 ประสิทธิภาพในใช้ซ้ำของชั้นกระเบื้องดินเผาที่เคลือบด้วยอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยศึกษาโดยกระบวนการเกิดปฏิกิริยาในการย่อยสลายสีย้อมอินทรีย์ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต

4.5.5 สมบัติความชอบน้ำของผิวกระเบื้อง

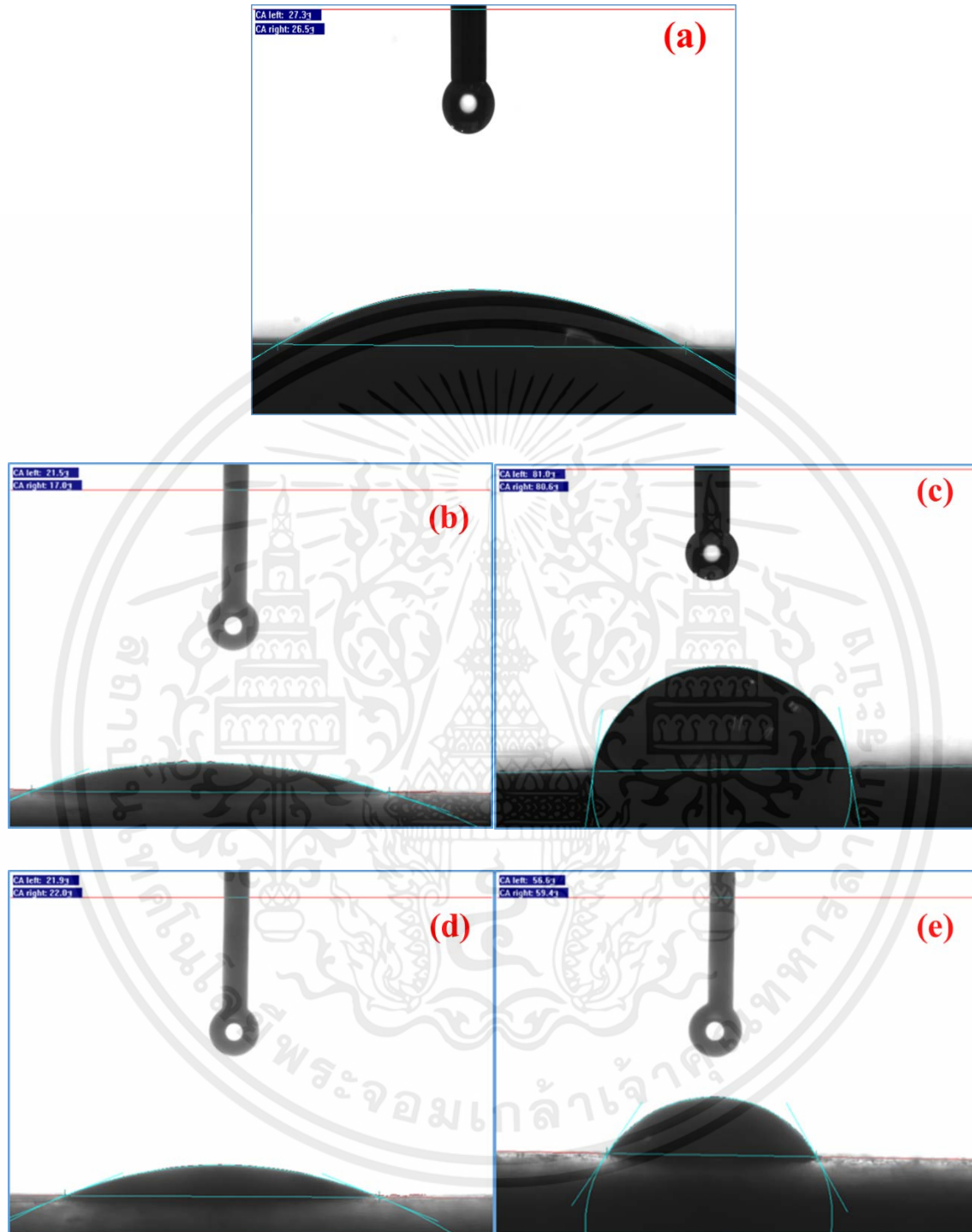
สมบัติความไม่ชอบน้ำของพื้นผิวกระเบื้องดินเผาที่เคลือบด้วยอนุภาคที่สกัดจากแร่ลูโคซีน โดยใช้สารละลายตัวประสานต่างชนิดกัน คือพอลิเอทิลีนไกลคอล และพอลิไวนิลไพโรรีโดน สามารถทำการวิเคราะห์โดยใช้เทคนิคการวัดมุมสัมผัสของหยดน้ำกับพื้นผิวชิ้นงาน โดยใช้ปริมาณน้ำปอดประจุจำนวน 10 ไมโครลิตร หยดลงบนผิวชิ้นงานกระเบื้องดินเผา และถ่ายรูปด้วยกล้องดิจิทัลทันที จากนั้นจะทำการวัดมุมสัมผัสระหว่างหยดน้ำกับผิวชิ้นงานกระเบื้อง และการทดลองนี้จะกระทำในสภาวะที่มีด ไม่มีการฉายแสงใดใดให้กับชิ้นงานกระเบื้อง โดยผลการวิเคราะห์แสดงดังรูปที่ 4.21 โดยวัดเปรียบเทียบกันระหว่างพื้นผิว 4.21(a) กระเบื้องดินเผาธรรมดาที่ไม่การเคลือบกับ 4.21 (b) ชิ้นงานกระเบื้องดินเผาที่ถูกเคลือบด้วยตัวประสานพอลิเอทิลีนไกลคอล 4.21 (c) กระเบื้องดินเผาที่ถูกเคลือบผิวด้วยอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สกัดจากแร่ธรรมชาติโดยใช้พอลิเอทิลีนไกลคอลเป็นตัวประสาน 4.21 (d) ชิ้นงานกระเบื้องดินเผาที่ถูกเคลือบด้วยตัวประสานพอลิไวนิลไพโรรีโดน และ 4.21(e) กระเบื้องดินเผาที่ถูกเคลือบผิวด้วยอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สกัดจากแร่ธรรมชาติโดยใช้พอลิไวนิลไพโรรีโดนเป็นตัวประสาน เมื่อทำการหยดน้ำลงบนผิวกระเบื้องดินเผาแล้ววัดค่ามุมสัมผัส ขนาดมุมสัมผัสของผิวกระเบื้อง ของชิ้นทดสอบ (a) สามารถวัดค่ามุมสัมผัสเฉลี่ยได้ 26.4° ในขณะที่ชิ้นทดสอบ (b) (c) (d) และ (e) มีค่ามุมสัมผัสเฉลี่ย 21.6° 80.7° 21.9° และ 58.1° ตามลำดับ ดังแสดงในตารางที่ 4.4 จากผลการทดสอบหาค่ามุมสัมผัสพบว่า

ชั้นงานกระเบื้อง และชั้นงานกระเบื้องที่ถูกเคลือบเพียงแค่สารเคลือบโดยไม่มีอนุภาคจะมีค่ามุมสัมผัสใกล้เคียงกัน คือ 20 – 30 องศา ในขณะที่ชั้นงานกระเบื้องที่ถูกเคลือบด้วยอนุภาคที่เตรียมจากแร่ลูโคซีนสามารถวัดค่ามุมสัมผัสได้ 80.7° และ 58.1° สำหรับชั้นงานกระเบื้องที่เคลือบด้วยอนุภาคที่เตรียมจากแร่ธรรมชาติโดยใช้ตัวประสานพอลิเอทิลีนไกลคอล และพอลิไวนิลไพโรรีโดน ตามลำดับ ซึ่งผลการทดสอบแสดงให้เห็นว่าอนุภาคที่ถูกเคลือบลงบนชั้นงานกระเบื้องดินเผา นั้น ส่งผลต่อค่ามุมสัมผัสที่วัดได้ เนื่องมาจากอนุภาคที่เราเตรียมได้จากแร่ลูโคซีนนั้นมีไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นองค์ประกอบหลัก เมื่อถูกนำมาเคลือบลงบนพื้นผิวชั้นงานกระเบื้องดินเผา ซึ่งทำให้ชั้นกระเบื้องที่ถูกเคลือบด้วยอนุภาคนั้น แสดงสมบัติความไม่ชอบน้ำเนื่องมาสมบัติเด่นของไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยการเคลือบอนุภาคที่เตรียมได้จากแร่ลูโคซีนที่มีไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นองค์ประกอบนั้น ส่งผลค่าพลังงานพื้นผิวเปลี่ยนแปลงไป โดยค่าพลังงานพื้นผิวของฟิล์มมีค่ามากกว่าแรงตึงผิวของน้ำ ทำให้พลังงานพื้นผิวของกระเบื้องมีค่าน้อยลง ทำให้หยดน้ำที่ค่าแรงตึงผิวที่มากกว่า สามารถคงรูปเป็นหยดน้ำได้ [โดยการทดสอบนี้สามารถสรุปได้ว่าชั้นงานกระเบื้องนั้นถูกเคลือบด้วยอนุภาคที่เตรียมจากแร่ลูโคซีนอยู่จริง และแสดงผลสมบัติออกมาซึ่งเป็นสมบัติของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เป็นองค์ประกอบหลักจากแร่ลูโคซีน [31,40]

ตารางที่ 4.5 ตารางแสดงค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำบนพื้นผิวกระเบื้องดินเผาที่เงื่อนไขต่างๆ

Specimen	Contact angle measurement (degree)
(a) Uncoated ceramic	26.4 ± 1.6
(b) PEG coated ceramic	21.6 ± 1.3
(c) PEG/LEU coated ceramic	80.7 ± 2.1
(d) PVP coated ceramic	21.9 ± 1.4
(e) PVP/LEU coated ceramic	58.1 ± 1.9

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาติให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.28 การวัดมุมสัมผัสของหยดน้ำเพื่อทดสอบสมบัติความไม่ชอบน้ำของผิวกระเบื้อง (a) ไม่มีกระบวนการเคลือบ (b) ผิวกระเบื้องที่ถูกเคลือบด้วยพอลิเอทิลีนไกลคอล (c) ผิวกระเบื้องที่ถูกเคลือบด้วยอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์โดยใช้พอลิเอทิลีนไกลคอลเป็นตัวประสาน (d) ผิวกระเบื้องที่ถูกเคลือบด้วยพอลิไวเนลไพโรไรโดน และ (e) ผิวกระเบื้องที่ถูกเคลือบด้วยอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์โดยใช้พอลิไวเนลไพโรไรโดนเป็นตัวประสานนำไปใช้

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง

5.1 สรุปผลการทดลอง

งานวิจัยชิ้นนี้ได้ทำการเตรียมอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ด้วยกระบวนการทางเคมีโดยกระบวนการชะด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก ซึ่งเป็นสารประกอบคลอไรด์ในกระบวนการเตรียมอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์จากแร่ อิลเมไนต์ และแร่ลูโคซีนซึ่งเป็นแร่ธรรมชาติที่มีไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นองค์ประกอบ เพื่อใช้เป็นวัสดุเคลือบผิวกระเบื้องดินเผา เพื่อเพิ่มสมบัติบางประการให้กับกระเบื้องดินเผาซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์จากชุมชนของประเทศไทย

สำหรับการเตรียมอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์จากแร่ อิลเมไนต์ และแร่ลูโคซีนนั้นสามารถเตรียมโดยกระบวนการทางเคมีโดยใช้สารละลายกรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวทำปฏิกิริยา โดยศึกษาหาเงื่อนไขที่เหมาะสมคือ ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา และระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา ได้เงื่อนไขที่เหมาะสมคือ ใช้สารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 7 โมลาร์ ที่อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 80 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมง โดยเงื่อนไขนี้สามารถสกัดเอาสิ่งเจือปนออกจากแร่อิลเมไนต์ และแร่ลูโคซีนได้ ทำให้ได้อนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์สูง เมื่อนำไปทดสอบหาลักษณะเฉพาะ และนำไปทดสอบสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงโดยการศึกษาด้วยกระบวนการย่อยสลายของสีย้อมอินทรีย์ภายใต้แสง พบว่าอนุภาคที่เตรียมได้จากแร่ลูโคซีนมีประสิทธิภาพเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงในกระบวนการย่อยสลายสีย้อมอินทรีย์ที่ดีเนื่องจากปริมาณไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สูง ส่งผลให้เกิดกระบวนการย่อยสลายสารอินทรีย์ได้ดี โดยสามารถย่อยสลายสีย้อมได้ 60% เมื่อใช้ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา 2 ชั่วโมง

เมื่อเตรียมอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ได้แล้วจะทำการเคลือบลงบนผิวกระเบื้องดินเผา โดยใช้กระบวนการจุ่มเคลือบที่ใช้ตัวประสานต่างชนิดกัน โดยอัตราเร็วที่ใช้สำหรับการจุ่มเคลือบคือ 70 มิลลิเมตรต่ออนาที เป็นระยะเวลา 10 วินาที จำนวน 5 ชั้นเคลือบ ทำให้ได้ฟิล์มเคลือบผิวกระเบื้องที่ดี และเมื่อนำกระเบื้องที่เคลือบผิวแล้วไปทดสอบสมบัติพื้นผิว ได้แก่ สมบัติความไม่ชอบน้ำ โดยทำการทดสอบโดยการวัดมุมของผิวสัมผัสระหว่างหยดน้ำกับผิวชิ้นงาน พบว่าผิวกระเบื้องที่เคลือบด้วยอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์มีมุมสัมผัสเพิ่มขึ้น โดยชั้นกระเบื้องเคลือบด้วยอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์โดยใช้สารละลายพอลิเอทิลีนไกลคอล (PEG) มีค่ามุมสัมผัสที่มากที่สุดคือ 80° ในสภาวะไม่ฉายแสง และเมื่อนำไปทดสอบในกระบวนการย่อยสลายสีย้อมภายใต้แสงพบว่า ชิ้นงานกระเบื้องดินเผาที่เคลือบด้วยอนุภาคที่เตรียมจากแร่ลูโคซีน โดยใช้สารละลายพอลิเอทิลีนไกลคอลเป็นตัวประสาน แสดงสมบัติเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาได้ดีคือ สามารถย่อยสลายสีย้อมอินทรีย์ได้ 50% เมื่อระยะเวลาผ่านไป 6 ชั่วโมง เมื่อทำการทดลองใช้งานซ้ำของชิ้นกระเบื้องดินเผา พบว่าสามารถใช้งานซ้ำได้ โดยเมื่อทำการทดสอบใช้งานในกระบวนการย่อยสลายสีย้อมภายใต้แสง โดยผลการทดสอบให้ประสิทธิภาพการย่อยสลายที่ใกล้เคียงกันไม่แตกต่างกันมากนัก

ดังนั้นงานวิจัยนี้สามารถสรุปได้ว่า สามารถเตรียมอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ได้จากกระบวนการชะด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น เป็นระยะเวลา 5 ชั่วโมงภายใต้อุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยา 80 องศาเซลเซียส และทำการเคลือบลงบนกระเบื้องดินเผาโดยใช้สารละลายพอลิเอทิลีนไกลคอลเป็นตัวประสานในกระบวนการจุ่มเคลือบ

ไม่มีการนำข้อมูลนี้ไปใช้ซ้ำหรือเผยแพร่ในที่สาธารณะโดยไม่ได้รับอนุญาต

5.2 ปัญหา และแนวทางการแก้ไข

- 1) เนื่องจากกระบวนการเตรียมอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์จากแร่ธรรมชาติ ซึ่งอาจใช้แร่ธรรมชาติชนิดเดียวกัน แต่มาจากแหล่งอื่นๆ อาจส่งผลต่อเงื่อนไขกระบวนการเตรียมอนุภาค เนื่องจากแต่ละแหล่งที่มาของแร่ธรรมะนั้น อาจมีองค์ประกอบอื่นๆที่แตกต่างกัน ซึ่งส่งผลต่อกระบวนการเตรียม ดังนั้น ควรเลือกแหล่งที่มาของแร่ธรรมชาติที่จะมาทำกาวิจัยจากแหล่งเดียวกัน และวิเคราะห์ทดสอบหาลักษณะประกอบของแร่ธรรมชาติที่นำมาใช้
- 2) การวิเคราะห์หาลักษณะประกอบเคมีของสารละลายที่ได้จากกระบวนการเช่นนี้ใช้เทคนิคการตรวจวัดที่เซนซิทีฟ หรือไวต่อสิ่งรบกวนมาก ดังนั้นควรจะทำกาวิเคราะห์ซ้ำหลายๆครั้ง และหาค่าเฉลี่ยและค่าความคาดเคลื่อนเพื่อความน่าเชื่อถือของข้อมูลผลการทดลอง

5.3 ข้อเสนอแนะ

- 1) ควรศึกษาปัจจัยอื่นเพิ่มเติม นอกจากปัจจัยหลักๆที่ส่งผลต่อกระบวนการเตรียมเช่นอัตราส่วนระหว่างของแข็งต่อของเหลวในกระบวนการเตรียมอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์
- 2) ควรทำการเคลือบกระเบื้องดินเผาชนิดอื่นๆ เพื่อศึกษาถึงเปรียบเทียบพื้นผิวของกระเบื้องที่ต่างชนิดกันกับกระบวนการเคลือบด้วยอนุภาคไทเทเนียมไดออกไซด์
- 3) ควรทำการทดลองเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงของกระเบื้องที่เคลือบอนุภาคนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมได้ โดยการย่อยสลายสารอินทรีย์ภายใต้แสงอาทิตย์จริง
- 4) ควรทำการทดสอบการย่อยสลายแก๊สพิษ เช่น NO_x , CO_x หรือแก๊สสารประกอบคาร์บอน เนื่องจากการใช้งานจริงของกระเบื้องดินเผานั้นจะใช้ในงานโครงสร้างต้องสัมผัสกับสิ่งแวดล้อมจริง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

- [1] H. Yaghoubi, N. Taghavinia, E.K. Alamdari, *Surface and Coatings Technology*, 203 (2010) 1562-1568
- [2] R.J. Pan, S.L. Yang, *Advanced Materials Research*, 704 (2013) 77-86
- [3] J. Yu, Y. Chen, *Journal of Alloys and Compounds*, 504S (2010) S364 - S367
- [4] L. Al-Naamani, S. Dobretsov, J. Dutta, J.G. Burgess, *Chemosphere* 168 (2017) 408-417.
- [5] O.S. Kushwaha, C.V. Avadhani, R.P. Singh, *Carbohydrate Polymer*, 123 (2015) 164-173.
- [6] J. Dai, J. Yang, X.Wang, L. Zhang, Y. Li, *Applied Surface Science*, 349 (2015) 343-352.
- [7] ไพโรจน์ วงศ์พุทธิสิน, เอกสารประกอบการสอนวิชาการสกัด (Extraction), เทคโนโลยีชีวภาพ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้
- [8] การผลิตหลังคากระเบื้องเซรามิก. http://www.thaiceramicsociety.com/pd_tile_roof.php
- [9] C.J. Brinker, *Chemical Solution Deposition of Functional Oxide Thin Films*, 2013. pp 233-261
- [10] A.T. Vu, Q.T. Nguyen, T.H. Linh Bui, M.C. Tran, T.P. Dang and T.K. Hoa Tran, *Advances in Natural Sciences.: Nanoscience and Nanotechnology* 1 (2010) 015009
- [11] http://faculty.sdmiramar.edu/fgarces/LabMatters/Instruments/UV_Vis/Cary50.htm
- [12] http://www.darclab.com/?page_id=13
- [13] <http://www.il.mahidol.ac.th/e-media/nano/Page/Unit4-5.html>
- [14] G.K. Das, Y. Pranolo, Z. Zhu and C.Y. Cheng. *Hydrometallurgy*. 133 (2013) 94-99
- [15] J. Zhang, Q. Zhu, Z. Xie, H. Li, *Hydrometallurgy*. 157 (2015) 226-233
- [16] N. El-Hazek, T. A. Lasheen, R. El-Sheikh, S. A. Zaki, *Hydrometallurgy*, 87 (2007) 45-50
- [17] G.K. Das, Y. Pranolo, Z. Zhu, C.Y. Cheng, *Hydrometallurgy*. 133 (2013) 94-99
- [18] P. García-Muñoz, G. Pliego, J.A. Zazo, A. Bahamocde, J.A. Casas, *Journal of Environmental Chemical Engineering*. 4 (2016) 542-548
- [19] J. Zhang, Q. Zhu, Z. Xie, H. Li, *Hydrometallurgy*. 157 (2015) 226-233
- [20] T.S. Mackey, *Industrial and Engineering Chemistry Product Research and Development*. 13 (1974) No. 1
- [21] <https://pavemaintenance.wikispaces.com/TiO2+Photocatalys++Shannon>
- [22] <http://www.tradekorea.com/product/detail/P291864/TiO2-Photocatalyst.html>
- [23] http://www.gimizu.de/cgi-bin/Kabinett.cgi?en:pics_4a/4_094.jpg
- [24] <http://www.dmr.go.th/main.php?filename=ilmenite>
- [25] <https://www.mindat.org/photo-95122.html>

- [26] <http://www.minerals.net/mineral/rutile.aspx>
- [27] D.H. Kim, H.S. Hong, S.J. Kim, J.S. Song, K.S. Lee, *Journal of Alloys and Compound*. 375 (2004) 259-264.
- [28] Y. Sun, S. Liu, S. Zhang, J. Zhang, *Advanced Materials Research*. 581-582 (2012) 1119-1122.
- [29] H. Yaghoubi, N. Taghavinia, E.K. Alamdari, *Surface and Coating Technology*. 204 (2010) 1562-1568.
- [30] K. Murugan, R. Subasri, T.N. Rao, A.S. Gandhi, B.S. Murty, *Progress in Organic Coatings*. 76 (2013) 1756-1760
- [31] B. Bharti, S. Kumar, R. Kumar, *Applied Surface Science*. 364 (2016) 51-60
- [32] S. George, S. Pokhrel, Z. Ji, B.L. Henderson, T. Xia, L.J. Li, J.I. Zink, A.E. Nel, L. Mädler, *Journal of the American Chemical Society*. 133 (2011) 11270–11278
- [33] M. H. H. Mahmoud, A. A. I. Afifi, I. A. Ibrahim, *Hydrometallurgy* 73 (2004) 99 - 109
- [34] S. Wahyuningsih et al, *International Journal of Scientific and Research Publications*, Volum 4, Issue 11 (2014)
- [35] F. Han, V.S.R. Kambala, M. Srinivasan, D. Rajarathnam, R. Naidu, *Applied Catalysis A: General* 359 (2009) 25–40
- [36] A. Houas, H. Lachheb, M. Ksibi, E. Elaloui, C. Guillard, J. Herrmann, *Applied Catalysis B: Environmental* 31 (2001) 145–157
- [37] W. Jo, R. J. Tayade, *Chinese Journal of Catalyst* 35 (2014) 1781–1792
- [38] Z. A. Alothman, *Material*. 5 (2012) 2874-2902
- [39] I. Fontana, A. Lauria, G. Spinolophys, *Physica Status Solidi (b)*. 244 (2007) 4669 – 4677
- [40] <https://www.quora.com/What-is-the-difference-between-surface-tension-and-surface-energy>
- [41] https://www.mtec.or.th/mcu/phcl/files/presentation/Technique_for_PC.pdf.
[Accessed: 30-Oct-2018]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Comparison Study of Photocatalytic Activity of Titanium-Rich Materials Derived from Natural Minerals Ores Using Acidic Leaching

Thanaphon Kansaard^{1,a*}, Weerachon Phoothong^{1,b},
Wanichaya Mekprasart^{1,c}, Samanya Sanguanpak^{2,d}, Anucha Wannakon^{2,e}
and Wisanu Pecharapa^{1,f}

¹College of Nanotechnology, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang,
Ladkrabang, Bangkok, 10520 Thailand

²Nation Metal and Materials Technology Center, National Science and Technology
Development Agency, Pathumthani, 12120 Thailand

^{a*}tkansaard@gmail.com, ^bp_veerachon@hotmail.com, ^cwani.mek@gmail.com,
^dsamunys@mtec.or.th, ^eanuchaw@mtec.or.th and ^fkpewisan@gmail.com

Keywords: Photocatalyst, Titanium-rich materials, Acid Leaching and Rhodamine B

Abstract. Over past decades, titanium dioxide-based materials have been recognized as effectively practical photocatalysts for purification of toxicity waste. However, pure TiO₂ photocatalyst is highly active under ultraviolet illumination. In this work, the effort has been focused on the synthesis of titanium-rich materials starting from minerals ores ilmenite ores and leucoxene ores by ball-milling process in combined with hydrochloric acid leaching method with optimized conditions. Crystallinity and morphologies of as-prepared samples were characterized by X-rays diffraction technique and scanning electron microscope. The photocatalytic activities of both derived-materials were studied and compared by degradation of Rhodamine B organic dye as organic toxicity compound under ultraviolet light and visible light. The results illustrate that the leucoxene-derived sample exhibits superior catalytic performance to the sample derived from ilmenite ores due to the greater Ti-content of the starting leucoxene ores.

Introduction

Titanium dioxide (TiO₂) is one of promising materials and applied in various industries, for example, white pigment in painting industry, photocatalyst reaction, photovoltaic layer and ceramic coating material [1]. The prominent properties in TiO₂ material is proposed to good photocatalyst especially in photocatalytic applications. TiO₂ surface coating based on photocatalytic application is notable for public furniture, manufacturing and building [2, 3]. Normally, TiO₂ component is naturally found in animal, plant and mineral ores. Leucoxene, rutile and ilmenite ores are main phases in mineral ores composed of titanium (Ti) iron (Fe) and oxygen (O) element [4]. Various processes present to extract TiO₂ product from mineral ore via hydrothermal process and leaching process [5]. Comparing with both processes, the leaching process is highly interested method due to non-complex system and facile equipment during the synthesis. The crucial parameters of TiO₂ synthesis from ores are studied with acid concentration, retention time, retention temperature and solid/liquid ratio [7, 8]. The optimized condition of chloride leaching process was revealed in literature reviews. Therefore, the important key roles of leaching process are studied to the purification in the product. Meanwhile, high energy ball milling process is one of potential process for the reduction precursor size relating to the enhancement of leaching reaction between precursor and acid solution [6]. It is consequently believed that, the enhancement of purified TiO₂ extraction can be significantly improved by leaching process assisted with ball milling process causing the effective photocatalyst in photodegradation process.

This research is focused on the preparation of titanium rich materials for low cost ilmenite and leucoxene ores using chloride leaching process. Before leaching process, precursor was loaded in high energy ball milling process. The optimized condition in leaching process was determined at 7 molar of hydrochloric acid, retention time 5 h at 80 °C. Moreover, photocatalytic activity

comparing with raw ore and leached products were investigated by dye degradation reaction under ultraviolet and visible irradiation.

Experimental

Ilmenite and leucoxene ores were supported from Sakorn minerals Co. Ltd., Prachuapkirikhun province in the south of Thailand. Hydrochloric acid 36% concentration (analytical grade) was purchased from Univar Ajax Finechem Pty Ltd. Firstly, ilmenite ore and leucoxene ores were milled by high energy ball milling at speed 600 rpm for milling time 30 min. After that, 3 g of ilmenite ore was added in heated 7 M hydrochloric acid at 80 °C. This solution was continuously stirred for 5 h at same temperature. After completely retention time, the residual was separated from the suspension. The leached residue was several washed with deionized water to obtain pH 7 and dried at 100 °c for 24 h to remove the moisture in the residue. For leucoxene ore, synthesized process was used as same condition for leached leucoxene residue.

The morphologies and crystalline properties of raw ores and leached residue were observed by scanning electron microscope (EVO MA10) and X-Rays diffraction (PANalytical X'PeoPro) technique. The photocatalyst activity of leached residue was investigated by dye degradation of Rhodamine B dye under ultraviolet (UV) and visible light irradiation. The photocatalytic activity was continuously measured by UV-Vis spectrometer.

Results and Discussion

- Crystalline structural properties

XRD patterns of raw mineral and leached residue of ilmenite and leucoxene are shown in Fig. 1. For ilmenite ores and leached ilmenite residue as in Fig. 1(a) and 1(b), the diffraction fingerprints of these materials were identical patterns with FeTiO_3 structure corresponding to ilmenite phase [JCPDS 01-073-1255]. However, diffraction peaks located at $2\theta = 27.5^\circ$ and 36.2° corresponded to rutile structure in plane (110) and (101), respectively [JCPDS 01-075-1755]. To investigate TiO_2 extraction from ilmenite leaching process, intensity ratio between I(104) peak at $2\theta = 32.5^\circ$ and R(110) peak at $2\theta = 27.5^\circ$ was calculated. The intensity ratios of raw ilmenite and leached residue were obtained at 0.96 and 0.72, respectively. The decrease of the peak intensity ratio in leached ilmenite residue was occurred because of the elimination of iron composition from raw ore after leaching process relating to the weak intensity peak of ilmenite phase in leached residue. Meanwhile, the diffraction peaks leucoxene ore and leached leucoxene residue in Fig. 1(c) and 1(d) located at $2\theta = 27.5^\circ$, 36.2° , 41.4° , 44.1° and 54.5° were corresponding to rutile structure in plane (110), (101), (111), (201) and (211), respectively. Anatase phase in the samples was investigated at $2\theta = 25.4^\circ$ and 48.1° corresponding to plane 101 and 200 [JCPDS 21-1272]. Moreover, the other peaks of Fe_2TiO_5 phase was obviously detected at $2\theta = 27.0^\circ$ and 45.0° [JCPDS 89-8066] after leaching process. In case of the intensity ratio of leucoxene material, the diffraction peaks of A(101) and R(110) were investigated for the comparison of TiO_2 extraction. The intensity ratios of raw leucoxene and leached residue were obtained at 0.13 and 0.18, respectively. The intensity ratios of leached leucoxene residue were increased due to the removal of iron concentration after leaching process leading to high concentration of Ti content in XRD pattern [10].

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

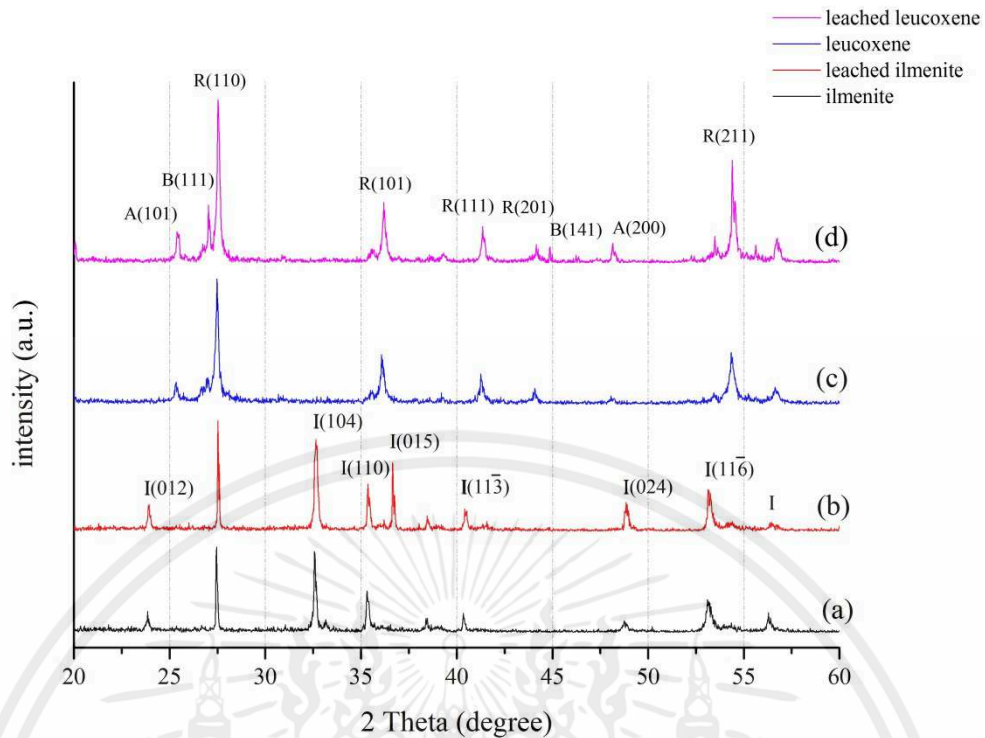


Fig. 1 Diffraction pattern of (a) raw ilmenite, (b) leached ilmenite residue, (c) raw leucoxene ore and (d) leached leucoxene residue.

- *Morphology characteristic*

The morphologies of raw ores and leached product of ilmenite and leucoxene monitored by SEM characterization are illustrated in Fig. 2. The raw ores of ilmenite and leucoxene appeared in fine and coarse powder liked irregular structure with various particle size and dimension as depicted in Fig. 2(a) and 2(c). After leaching process, the morphologies of ilmenite and leucoxene residue combined with fine and coarse particles identical to raw minerals as shown in Fig. 2(b) and 2(d). However, the particle sizes of leached ilmenite and leucoxene were slightly decreased due to the reaction of acid solution on mineral surface [11].

- *Chemical element analysis*

Chemical composition in the samples analyzed by EDX analysis is shown in Table1. The chemical compositions of all materials were composed of titanium (Ti) iron (Fe) and oxygen (O). The amount of Ti element was investigated in leucoxene ore compared with ilmenite ore. This result interpreted that titanium rich material must be occurred in leucoxene ore. For the composition of ilmenite ore, it was consisted of 29.73 %Ti, 36.89 %Fe and 33.72 %O, respectively. After leaching process, Ti content of leached ilmenite residue was increased especially 37.40%. Meanwhile, the amount of Fe in leached ilmenite decreased to 23.0% due to the removal of Fe ion in chemical reaction by acidic solution [7]. Similarly to leucoxene ore, the starting composition was composed of 49.79 %Ti, 1.52 %Fe and 48.69 %O, respectively.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

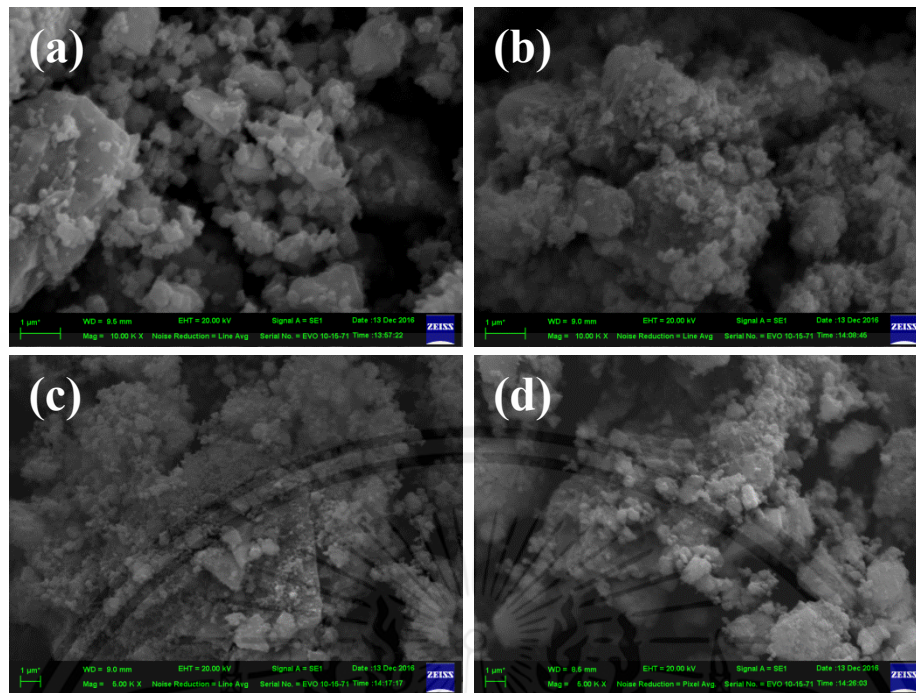


Fig. 2 SEM images of (a) raw ilmenite, (b) leached ilmenite residue, (c) raw leucoxene and (d) leached leucoxene residue.

Table 1 Chemical element from EDX analytic.

Element (%wt.)	raw ilmenite	leached ilmenite	raw leucoxene	leached leucoxene
Ti	29.73	37.40	49.79	53.18
Fe	36.89	23.00	1.52	0.64
O	33.72	39.59	48.69	46.18

After leaching process, Fe concentration was decreased to 0.64 % because of the reaction of acidic solution with raw leucoxene ore relating to the increase of Ti concentration (53.18 wt%). Therefore, Fe contaminated composition in raw ores was removed by leaching process to obtain high titanium content or synthetic rutile phase in the product according to XRD result.

- Photocatalytic activity

Photocatalyst activities of leached residue by ilmenite and leucoxene were studied under ultraviolet (UV) and visible light irradiation using Rhodamine B (RhB) organic dye as organic compound as illustrated in Fig. 3. Leached leucoxene photocatalyst showed the best performance of photocatalyst activity by 40% RhB degradation under visible irradiation for 120 min. Meanwhile, 10% of RhB concentration could be decomposed by leached leucoxene residue under ultraviolet irradiation. For leached ilmenite residue, RhB concentration was slightly changed after UV and visible irradiation. Leached leucoxene residue showed good performance in photocatalytic reaction owing to the influence of more titanium concentration and strong rutile phase after acidic leaching process as confirmed by XRD and EDX results. Meanwhile, leached ilmenite residue performed less photocatalyst activity compared with leached leucoxene because of the stable ilmenite phase as shown in XRD pattern [12].

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

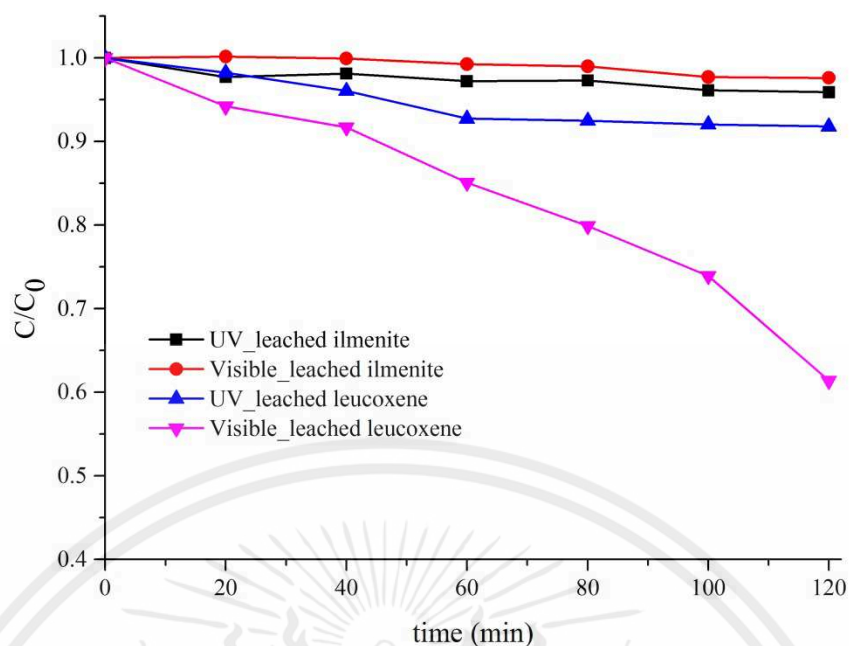


Fig. 3 Degradation of Rhodamine B as organic dye concentration using leached ilmenite and leached leucoxene residue as photocatalyst materials under ultraviolet and visible light irradiation.

Conclusion

The titanium rich material was successfully prepared from leucoxene ore using chloride leaching process as purification method assisted with high energy ball milling process. The intensity ratios of leached leucoxene and ilmenite residue were increased due to the decrease of iron concentration after leaching process as calculated from XRD peaks. These results could be proved by EDX analysis that Fe composition from leached leucoxene was leached out to 58%, while, 38% of Fe element in ilmenite was removed compared with mineral ore. Meanwhile, high performance of photocatalytic property was obtained from the photocatalyst of leached leucoxene residue by the decomposition of 40% RhB concentration under visible light irradiation.

Acknowledgments

This work has been partially supported by the National Science and Technology Development Agency (NSTDA), Ministry of Science and Technology, Thailand. The authors would like to thanks Sakorn Minerals Co., Ltd., Thailand for providing ilmenite and leucoxene ores. The authors would like to deep thanks to Faculty of Engineering, RMUTT for XRD measurement. The author would like to thank Thailand Graduate Institute of Science and Technology (TGIST) (grant number JRA-CO-2558-857-TH) for graduation fund and King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang (KMUTL) for research support.

References

- [1] El-Hazek, N., Lasheen, T.A., El-Sheikh, R. and. Zaki, S. A. Hydrometallurgical criteria for TiO₂ Leaching from Rosetta ilmenite by hydrochloric acid. *Hydrometallurgy*. 2007; 87(1-2): 45-50
- [2] H. Yaghoubi, N. Taghavinia, E.K. Alamdari. Self cleaning TiO₂ coating on polycarbonate: Surface treatment, photocatalytic and nanomechanical properties. *Surf. Coat. Tech.*, 2010;14: 1562-1568
- [3] P. Garcia-Munoz, G. Pliego, J.A. Zazo, A. Bahamonde, J.A. Casas. Ilmenite (FeTiO₃) as low cost catalyst for advance oxidation process. *JECE*, 2016; 4: 542-548

- [4] Das, G.K., Pranolo, Y., Zhu, Z. and Cheng, C.Y. Leaching of ilmenite ores by acidic chloride solution. *Hydrometallurgy*, 2013; 133: 94-99
- [5] S. Samal, D.W. Park, Nano-particle synthesis of titanium oxide from ilmenite in a thermal plasma reactor, *Chem. Eng. Res. Des.*, 2012; 90: 548-554
- [6] A.A. Baba, F.A. Adekola, O.A. Arodora, L. Ibrahim, R.B. Bale, M.K. Ghosh, A.R. Sheik, Simultaneous recovery of total iron and titanium from ilmenite ore by hydrometallurgy processing, *Metall. Mater. Eng.*, 2012; 18: 67-78
- [7] Thomas S. Mackey: Acid Leaching of Ilmenite Into Synthetic Rutile, *Industrial & Engineering Chemistry Product Research and Development*, 13; 1974
- [8] G.K. Das, Y. Pranolo, Z. Zhu, C.Y. Cheng, Leaching of ilmenite ores by acidic chloride solutions, *Hydrometallurgy*, 2013; 133: 94-99
- [9] M. Pelaeza, N.T. Nolanb, S.C. Pillai b, M.K. Seeryc, P. Falarasd, A.G. Kontosd, P.S.M. Dunlope, J.W.J. Hamilton, J.A. Byrne, K.O'Sheaf, M.H. Entezarig, D.D. Dionysioua, A review on the visible light active titanium dioxide photocatalysts for environmental applications, *Applied Catalysis B: Environmental*, 2012; 125: 331– 349
- [10] Z. Tao, G. Hou, N. Xu, Determination of The maximum Ca content in $\text{La}_{2-x}\text{Ca}_x\text{Zr}_2\text{O}_7 \pm \delta$ by XRD intensity ratio, *Ceramic International*, 2014; 40: 3823-3826
- [11] J. Zhang, Q. Zhu, Z. Xie, H. Li, Influence of redox pretreatment on the pulverization of panzhihua ilmenite during hydrochloric acid leaching, 2015; 157: 226-233
- [12] S. Wahyuningsih, E. Pramono, F. Firdiyono, E. Sulistiyono, S.B. Rahardjo, H. Hidayattullah, F.A. Anatolia, Decomposition of Ilmenite in Hydrochloric Acid to Obtain High Grade Titanium Dioxide, *Asian Journal of Chemistry*, 2013; 25(12) : 6791-6794

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



NanoThailand2016

Hydrophilic and photocatalytic properties of dip-coated synthetic rutile-based thin films derived from minerals ores

Thanaphon Kansa-ard^{a,*}, Wadweaw Yimwan^a, Weerachon Poohinkong^a, Wanichaya Mekprasart^a, Samunya Sanguanpak^b, Anucha Wannakon^b and Wisanu Pecharapa^a

^a College of Nanotechnology, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang, Bangkok, 10520 Thailand

^b Nation Metal and Materials Technology Center, National Science and Technology Development Agency, Pathumthani, 12120 Thailand

Abstract

This article focuses on the investigation of hydrophilic property and photocatalytic activity of synthetic rutile-based thin films prepared by conventional dip coating method. The synthetic rutile was prepared by chloride leaching process for purification of synthetic rutile from mineral ores and was coated on glass substrate with binder for several times to reach designated thickness. UV-Visible spectroscopy technique was employed to study relevant optical properties meanwhile the crystalline structure of synthetic rutile-based thin films was characterized by X-ray diffraction. Surface morphologies of the coated films were monitored by scanning electron microscope while hydrophilic property was observed by contact angle measurement. Photocatalytic activity was evaluated by mean of the degradation of organic dye Rhodamine B under ultraviolet light and visible light. The improvement of photocatalytic efficiency was obtained by synthetic rutile-based thin film under visible irradiation compared with reference film without leached photocatalyst.

© 2017 Elsevier Ltd. All rights reserved.

Selection and/or Peer-review under responsibility of The 5th Thailand International Nanotechnology Conference (NanoThailand2016).

Keywords: hydrophilic; photocatalytic; synthetic rutile and minerals ores.

* Corresponding author. Tel.: +66-034-219-363; fax: +66-034-219-363.

E-mail address: tkansaard@gmail.com

1. Introduction

Nowadays, titanium dioxide (TiO_2) materials are populating in many industrials because of their various properties such as self-cleaning application, antibacterial, white pigment and sunscreen component in cosmetic industrial [1] resulting to the increase of TiO_2 demand. Therefore, several research try to studying the product of synthesize TiO_2 from natural because TiO_2 is found in the natural in form of mineral ores such as ilmenite, leucoxene and rutile ores. There are various processes to synthesize TiO_2 from mineral, for example, hydrothermal and leaching process.[2-3]. The leaching process was interested method due to non-complex system and facile equipment during synthesis. Meanwhile, high energy ball milling process is one of potential process for the reduction in precursor size relating to the enhancement of leaching reaction between precursor and acid solution [4]. TiO_2 material is proposed to good photocatalyst material in photocatalytic application. The applications of TiO_2 surface coating base on photocatalytic application were used in public furniture, manufacturing and building [6,7]. TiO_2 coating process on substrate has been reported by various methods such as thermal evaporation method, sputtering and wet chemical process [8]. Among of these methods, wet chemical processes via spin coating and dip coating process is proposed due to facile operation and low cost. Mostly, TiO_2 films prepared from sol-gel solution process were chosen by optimized method depending on the application and specimen size.

This research focuses on the synthesis of rutile TiO_2 composite film by leached leucoxene residue prepared by hydrochloric leaching process with high concentration. After that leached leucoxene films were prepared by dip coating method on glass substrate using TEOS as mixing binder. The photocatalyst efficiency of composite film was investigated by dye degradation under visible irradiation.

2. Experiment

2.1. Chemicals and materials

On this research, tetraethyl orthosilicate (TEOS) was purchased from Sigma Aldrich, hydrochloric acid from Ajax Finechem, absolute ethanol from Merck. Leucoxene ores was supported by Sakorn Minerals Co.,Ltd

2.2. Synthesis of synthetic rutile materials

Synthetic rutile powder was prepared by hydrochloric acid leaching process from leucoxene ores [6]. Firstly, the leucoxene ores was milled by high energy ball milling at 600 rounds per minute (rpm) for 30 minutes. After that, 3 g of the milled ores was added to 100 ml of hydrochloric acid solution at 80 °C and continuously stirred for 5 h. After that the precipitate was separated and washed with deionized water several times to obtain pH 7 and dried at 100 °C for 24 h. The synthetic rutile powder was obtained in yellow powder.

2.3. Preparation of leucoxene/TEOS ores gel.

The gel solution was used TEOS solution as binder solution. 20 ml of TEOS was continuously stirred in 70 ml of absolute ethanol at 70 °C. After that, 5 ml water and 4 ml hydrochloric acid were added to solution and kept stirring for 2 h. Then, the leucoxene leached powder was added to TEOS solution and stirred overnight at 70 °C to obtain viscous solution.

2.4. Preparation of leucoxene/TEOS thin films.

Firstly, glass substrate was cleaned by using ultrasonic bath for 15 minute with DI water, acetone, methanol and isopropanol, respectively and dried at 100 °C for 10 min. The leucoxene/TEOS films were prepared by dipped coating method using 70 mm/min as dip coating speed and bake at 100 °C for 5 min to obtain leucoxene/TEOS film [7]. การนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.5. Characterizations

Optical properties of synthetic rutile-based thin films were investigated by UV-Visible spectroscopy technique, meanwhile, the relevant crystalline structure was characterized by X-ray diffraction. Surface morphologies of the coated films were monitored by scanning electron microscope while hydrophilic property was observed by contact angle measurement. Photocatalytic activity was evaluated by the leucoxene/TEOS photocatalytic films of the degradation of organic dye Rhonamine B under ultraviolet light and visible light irradiation.

3. Results and discussion

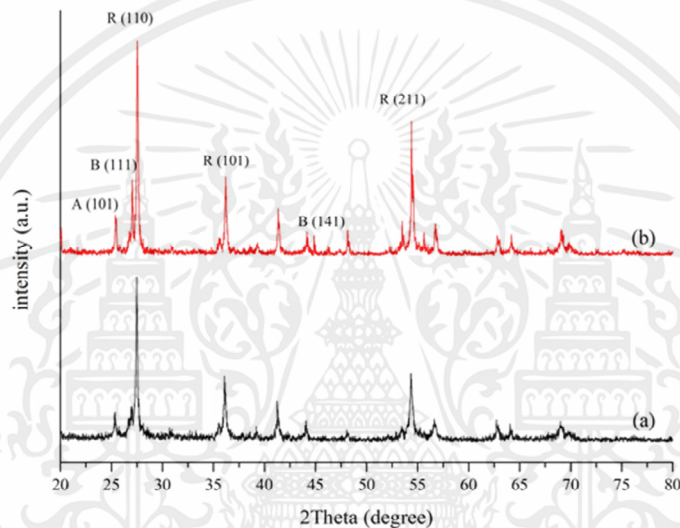


Fig. 1 XRD patterns of (a) raw leucoxene ore and (b) leached leucoxene residue powder.

The crystalline structures of leucoxene raw powder and leached leucoxene were observed by XRD technique as illustrated in Fig.1. The XRD patterns of leucoxene ore and leached leucoxene powder at $2\theta = 27.5^\circ$, 36.1° and 54.4° were related to rutile (R) phase relating to 110, 101 and 211 plane [JCPDS 01-075-1755]. Anatase (A) phase obtained in diffraction peak at located $2\theta = 25.4^\circ$ was identified to 101 plane [JCPDS 21-1272]. Meanwhile, the contaminated material as brookite (B) phase was detected at $2\theta = 27^\circ$ and 45° [JCPDS 89-8066]. Other diffraction fingerprints were similar to FeTiO_3 structure as ilmenite phase [JCPDS 01-073-1255]. The presence of anatase phase in the product was calculated by intensity ratio between A(101) and R(110) diffraction peaks by XRD pattern. The increase of anatase phase intensity of leached leucoxene residue was evidently occurred. The intensity ratio of A(101):R(110) of raw leucoxene ore was approximately 0.13, while, the leached leucoxene residue was valued as 0.18. This result indicated that strong anatase phase and synthetic rutile materials could be purified by using leucoxene ore in leaching process [3].

The absorption spectra of raw leucoxene ore and leached leucoxene residue were shown in Fig.2. High absorbance spectra of both materials at 300 nm in raw leucoxene and leached residue were corresponding to titanium dioxide phase. After leaching process, the absorption spectrum of leached leucoxene residue between wavelength 400 – 900 nm was obviously decreased because of the extraction of ilmenite (FeTiO_3) phase from raw leucoxene. These results implied that strong synthetic rutile of TiO_2 product was obtained after leaching process corresponding to XRD results [3, 4].

ไม่ว่าการฉีดยาทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

The morphologies of leucoxene/TEOS films were investigated by SEM images in Fig. 3. The morphology was obtained flack liked structure from TEOS used as binder solution and dispersion of leached leucoxene residue particle in film were obtained in SEM image. To confirm the presence of leached leucoxene residue in film, the element compositions of film, raw mineral and leached leucoxene powder were investigated by EDX technique as shown in Table 1. Ti element on the film from EDX data was identified by the leached leucoxene in film. However, high concentration of silicon element detected because of TEOS binder and glass substrate. The low concentration of Ti element on films because the TiO₂ was dispersed as particle

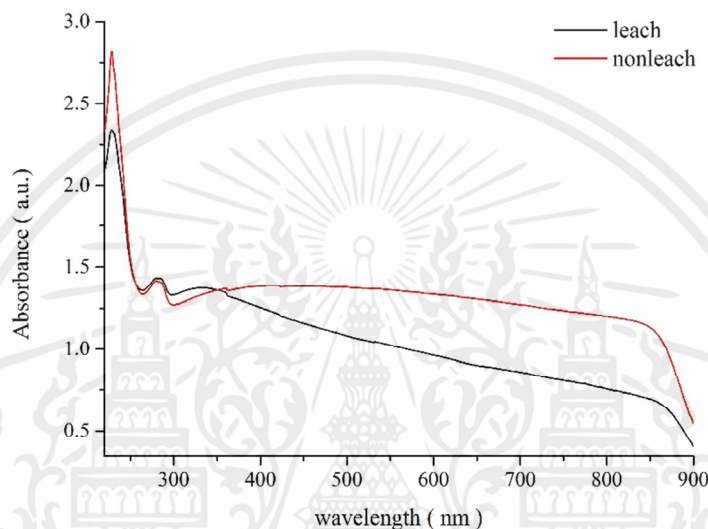


Fig.2 Absorption spectra of raw leucoxene ore and leached leucoxene residue

The hydrophilic property on leucoxene/TEOS films with different dip coating speed was investigated by contact angle measurement under various light source irradiation. The contact angle measurement data of leucoxene/TEOS films was shown in Table 2. High values of contact angle on leucoxene/TEOS films in non-irradiation condition were approximately 68° and 49° by dip coating speed at 70 and 100 mm/min, respectively. For UV irradiation on the films, the contact angle value of dip coating speed 70 and 100 mm/min were 22.28° and 15.12°. Meanwhile, the reduction of contact angle value on the film under visible light irradiation was approximately 40.18° and 22.00°, respectively. The improvement of hydrophilic property by leucoxene/TEOS films was obtained at dip coating speed at 70 mm/min due to high Ti content on the film according to EDX result in Table 1. The decrease of contact angle of leached leucoxene films under light irradiation was obtained due to hydrophilic property from the amount of TiO₂ on the films. The lowest value of contact angle by leucoxene/TEOS film was occurred under visible irradiation corresponding to the proper activated region of this material due to Fe impurity in leached leucoxene [12]. Therefore, the active wavelength of leached leucoxene photocatalyst showed high absorption spectra in visible region compared with non-irradiation and UV treatment

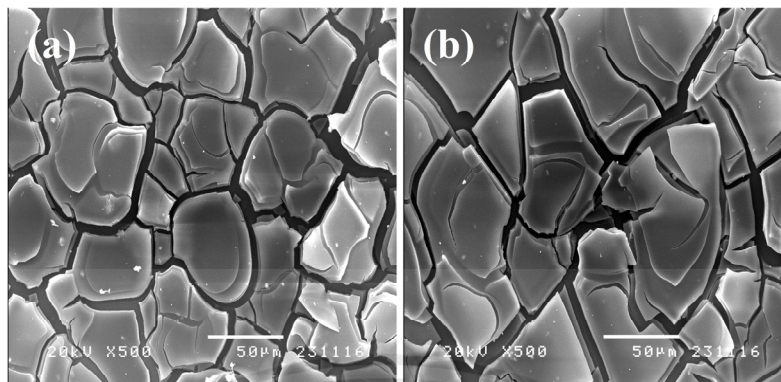


Fig. 3 SEM images of leucoxene films varies dip coating speed (a) 70 mm/min and (b) 100 mm/min

Table 1. Chemical elements on leucoxene/TEOS film by EDX analysis.

Element	70 mm/min		100 mm/min		Raw leucoxewne		leached leucoxene	
	wt%	Atomic%	wt%	Atomic%	wt%	Atomic%	wt%	Atomic%
C	26.28	38.03	26.82	38.27	-	-	-	-
O	35.22	38.27	37.27	39.93	48.69	73.99	46.18	71.98
Si	57.99	23.51	35.46	21.64	-	-	-	-
Ti	0.51	0.19	0.45	0.16	49.79	25.35	53.18	27.73
Total	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00

Table 2. Contact angle measurement of leucoxene/TEOS films using different light source irradiation.

Sample	non irradiation	UV	Visible
TEOS+Leu 70mm/min	68.497	22.285	15.120
TEOS+Leu 100mm/min	49.472	40.184	22.002

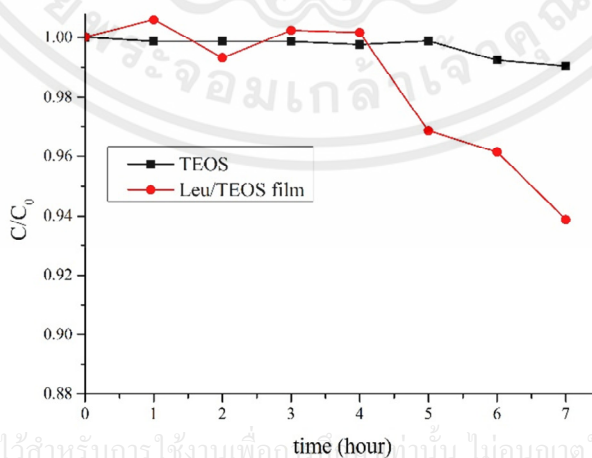


Fig. 4 Photocatalytic activity of leucoxene/TEOS film compared with pure TEOS film.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่าจะกรณีใดๆ

The photocatalytic activity of Rhodamine B (RhB) degradation using leucoxene/TEOS photocatalyst film under visible light irradiation was conducted as illustrated in Fig. 4. RhB degradation rate was obviously occurred under visible light by leucoxene/TEOS photocatalyst film. RhB concentration was decreased after prolong irradiation time compared with pure TEOS film due to the influence of high Ti content by leached leucoxene photocatalyst on the film. Low efficiency of RhB degradation by TEOS film occurred owing to non-activated TEOS photocatalyst under visible irradiation.

4. Conclusions

In this work, leucoxene/TEOS film was successfully obtained by dip coating leached leucoxene powder on glass substrate using TEOS as binding solution. XRD results showed that the increase of anatase phase and synthetic rutile phase of leached leucoxene residue was evidently occurred. Meanwhile, well-defined formation of TiO₂ structure was occurred after leaching process as corresponding to absorbance spectrum. The photocatalyst and hydrophilic properties were depended on TiO₂ from leached leucoxene. The improvement of hydrophilic property of leached-leucoxene/TEOS film was shown by the decrease of contact angle under light irradiation. Due to the highest Ti element concentration on dip coating speed at 70 mm/s on the films as shown in EDX results, the lowest value of contact angle was obtained under visible light approached by mean of contact angle at 15.120° from 68.497° compared with non-irradiation condition. Meanwhile, the photocatalytic activity of leucoxene/TEOS film was higher than pure TEOS film due to the influence of high Ti composition and Fe dopant by leached leucoxene residue in the film.

Acknowledgement

This work has been partially supported by the National Science and Technology Development Agency (NSTDA), Ministry of Science and Technology, Thailand, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang (KMUTL) research fund and Thailand Graduate Institute of Science and Technology (TGIST) (grant number JRA-CO-2558-857-TH). The authors would like to thank Sakorn Minerals Co., Ltd., Thailand for providing ilmenite ore. The authors would like to deep thank to Faculty of Engineering, RMUTT for XRD measurement.

References

- [1] El-Hazek, N., Lasheen, T.A., El-Sheikh, R. and Zaki, S. A. Hydrometallurgy, 87(2007) 45-50
- [2] Das, G.K., Pranolo, Y., Zhu, Z. and Cheng, C.Y. Hydrometallurgy. 133(2013) 94-99
- [3] García-Muñoz, P., Pliego, G., Zazo, J.A., Bahamonde, A. and Casas, J.A. Journal of Environmental Chemical Engineering. 4(2016), 542-548
- [4] Zhang, J., Zhu, Q., Xie, Z. and Li, H. Hydrometallurgy, 157(2015) 226-233
- [5] Mackey, T. S. Industrial and Engineering Chemistry Product Research and Development Volme. 13(1974) No. 1
- [6] H. Yaghoubi, N. Taghavinia, E.K. Alamdari, Surf Coat Tech. 203 (2010) 1562-1568
- [7] R.J. Pan, S.L. Yang, Adv. Matter. Res. 704 (2013) 77-86.
- [8] J. Yu, Y. Chen, J. Alloys. Compd. 504S (2010) S364 - S367.
- [9] L. Al-Naamani, S. Dobretsov, J. Dutta, J.G. Burgess, Chemosphere 168 (2017) 408-417.
- [10] O.S. Kushwaha, C.V. Avadhani, R.P. Singh, Carbohydr. Polym. 123 (2015) 164-173.
- [11] J. Dai, J. Yang, X.Wang, L. Zhang, Y. Li, Appl. Surf. Sci. 349 (2015) 343-352.
- [12] D.H. Kim, H.S. Hong, S.J. Kim, J.S. Song, K.S. Lee, J. Alloys. Compd. 375 (2004) 259-264.
- [13] Y. Sun, S. Liu, S. Zhang, J. Zhang, Adv. Matter. Res. 581-582 (2012) 1119-1122.
- [14] H. Yaghoubi, N. Taghavinia, E.K. Alamdari, Surf. Coat. Technol. 204 (2010) 1562-1568.
- [15] K. Murugan, R. Subasri, T.N. Rao, A.S. Gandhi, B.S. Murty, Prog. Org. Coat. 76 (2013) 1756-1760.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ - นามสกุล นายธนพนธ์ กาญจาสอาด

วัน/เดือน/ปีเกิด วันจันทร์ที่ 26 ตุลาคม 2535

สถานที่เกิด จังหวัดราชบุรี

ประวัติการศึกษา

ปีการศึกษา 2547	ระดับประถมศึกษา โรงเรียนวิริยะวิทยามูลนิธิ
ปีการศึกษา 2550	ระดับมัธยมศึกษาตอนต้น โรงเรียนศรัทธาสมุทร
ปีการศึกษา 2553	ระดับมัธยมศึกษาตอนปลาย โรงเรียนศรัทธาสมุทร
ปีการศึกษา 2557	ระดับปริญญาตรี สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ผลงานทางวิชาการ

- ตีพิมพ์วารสารวิชาการ Key Engineering Materials Vol. 751(2017) 813-818
- ตีพิมพ์วารสารวิชาการ Materials Today: Proceedings 5 (2018) 11068-11073

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้