

11. ภิญโญ มีชำนะ, "การแยกแร่ด้วยเครื่องไฟฟ้าสถิต-ไฟฟ้าแรงสูง และเครื่องแยกแร่แม่เหล็ก," เอกสารประกอบการสอนวิชา Physical Mineral Processing, ภาควิชาวิศวกรรมเหมืองแร่และธรณีวิทยาเหมืองแร่ คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, กรุงเทพมหานคร, 2532.
12. Jun - ichiro Yagi, Reijiro Takahashi, and Walmen Simandjuntak, "Kinetics of Gas - solid Reactions for Upgrading Ilmenite Ores," การสัมมนาทางชาติทางวิชาการ เรื่อง กระบวนการโลหกรรม, ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2531.
13. Goto, S., "Upgrading of Ilmenite," รายงานการบรรยายเกี่ยวกับแร่, คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, กรุงเทพมหานคร, 2531.
14. Sinha, H.N., "Ilmenite Upgrading by the Murso Process," 101 st. Annual Meeting AIME, Paper Selection NO. A72-32, pp. 261-274, San Francisco, 1972.
15. Bracanin, B.F., et. al., "The Development of a Direct Reduction and Leach Process for Ilmenite Upgrading," 101 st. Annual Meeting AIME, Paper Selection NO. A72-31, pp.209-259, San Francisco, 1972.
16. สุทธิพงษ์ วานิชชัชวาล, วีระ คาร์สุวรรณ และ พรศักดิ์ ศรีบุญมา, "การศึกษาคุณสมบัติของแร่โอลิเมนไนต์ในประเทศไทยและการย่างแร่โอลิเมนไนต์เพื่อผลิตเป็นสารไทเทเนียมไดออกไซด์" รายงานโครงการวิจัยเกี่ยวกับแร่, ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, กรุงเทพมหานคร, 2530.
17. Jones, D.G., "Reaction Sequences in the Reduction of Ilmenite : 2 - Gaseous Reduction by Carbon Monoxide," Transactions of the Institution of Mining and Metallurgy (Section c : Mineral Processing and Extractive Metallurgy), 82, C186-C192, 1973.
18. Borowiec, K., and T. Rosenqvist, "Phase Relations and Oxidation Studies in the System Fe-Fe₂O₃-TiO₂ at 700-1100 °C," Scandinavian Journal of Metallurgy, 10, 217-224, 1981.

19. Grey, I.E., D.G. Jones, and A.F. Reid, "Reaction Sequences in the Reduction of Ilmenite : 1 - Introduction," Transactions of the Institution of Mining and Metallurgy (Section c : Mineral Processing and Extractive Metallurgy), 83, C151-C152, 1974.
20. Shozo Kataoka, and Shigeki Yamada, "Beneficiation of Ilmenite Ore by Ishihara Process," Joint Meeting MMIJ - AIME, pp. 1-10, Tokyo, 1972.
21. Grey, I.E., and A.F. Reid, "Reaction Sequences in the Reduction of Ilmenite : 3 - Reduction in a Commercial Rotary Kiln : an X-Ray Diffraction Study," Transactions of the Institution of Mining and Metallurgy (Section c : Mineral Processing and Extractive Metallurgy), 83, C39-C46, 1974.
22. Jones, D.G., "Optical Microscopy and Electron Probe Microanalysis Study of Ilmenite Reduction," Transactions of the Institution of Mining and Metallurgy (Section c : Mineral Processing and Extractive Metallurgy), 83, C1-C9, 1974.
23. Farrow, J.B., I.M. Ritchie, and P. Mangano, "The Reaction between Reduced Ilmenite and Oxygen in Ammonium Chloride Solutions," Hydrometallurgy, 18, 21-38, 1987.
24. Ramakrishna, R.S., A.A. Paul, and J.P.R. Fonseka, "Sea water as a 'Rusting Agent' in Direct Reduction Technology for the Production of Synthetic Rutile," Transactions of the Institution of Mining and Metallurgy (Section c : Mineral Processing and Extractive Metallurgy), 97, C125-C128, 1988.
25. Thomas S. Mackey, "Selective Leaching of Iron from Ilmenite to Produce Synthetic Rutile," Australian Mining, 66 (9), 44-53, 1974.
26. Roberts, J.M.C., "Ilmenite Upgrading," Mining Magazine, 125 (6), 543-551, 1971.
27. Sinha, H.N., "Hydrochloric Acid Leaching of Ilmenite," Extractive Metallurgy Symposium, pp. 163-168, The Australian Institute of Mining and Metallurgy, Australia, 1984.

28. Ismail, M.G.M.U., J. Amarasekera, and J.S.N. Kumarasinghe, "The Upgrading of Ilmenite from Sri Lanka by the Oxidation - Reduction - Leach Process," International Journal of Mineral Processing, 10, 161-164, 1983.
29. วิรุฬห์ มังคละวิรัช และ ไพบูลย์ นวลนิล, "รังสีเอ็กซ์วิเคราะห์," วิศวกรรมสาร, 5, 53-60, 2528.
30. Ewing, G.W., Instrumental Methods of Chemical Analysis, pp. 188-214, McGraw-Hill Book Co., Singapore, 5th ed., 1987.
31. ไพรัตน์ เตชะวิวัฒนาการ, "การแต่งแร่เฟลด์สปาร์โดยเทคนิคการแยกแร่แบบแม่เหล็ก ความเข้มข้นสูงและการลอยแร่," วิทยานิพนธ์ปริญญาโท สาขาวิชาวิศวกรรมเหมืองแร่และธรณีวิทยาเหมืองแร่ คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2533.
32. วิรุฬห์ มังคละวิรัช และ ไพบูลย์ นวลนิล, "รังสีเอ็กซ์วิเคราะห์ ภาคที่ 2 การวิเคราะห์ธาตุด้วยรังสีเอ็กซ์ในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน," วิศวกรรมสาร, 5, 113-118, 2529.
33. กรมทรัพยากรธรณี, แร่ (กองเศรษฐกิจและเผยแพร่), หน้า 88-94, ศรีนิพนธ์การพิมพ์, กรุงเทพมหานคร, พิมพ์ครั้งที่ 3, 2526.
34. กองเศรษฐกิจและเผยแพร่ กรมทรัพยากรธรณี, คุณลักษณะของแร่ตามมาตรฐานการใช้งานและมาตรฐานการซื้อขายในตลาดแร่, หน้า 81-87, โรงพิมพ์ชุมชนสหกรณ์การเกษตรแห่งประเทศไทย จำกัด, กรุงเทพมหานคร, 2526.
35. เฉลน ฐิตินารา, "ประโยชน์ของไทเทเนียม," ข่าวสารการธรณี, 30 (1), 46-50, 2528.
36. วิชาญ อมตาริยกุล, "แร่พลอยได้จากแรดิวก," เอกสารวิชาการเล่มที่ ต.1/2531, ฝ่ายแต่งแร่และใช้แร่ สำนักงานทรัพยากรธรณีเขต 2, ภูเก็ต, 2531.
37. อำนาจ ตันติธรรมโสภณ, "แร่อิลเมไนต์ (Ilmenite)," เอกสารวิชาการเกี่ยวกับแร่, สำนักงานทรัพยากรธรณีเขต 2, ภูเก็ต, ม.ป.ป.
38. Robert C. Weast, Handbook of Chemistry and Physics, pp. B67-B161, CRC Press, Florida, 66th ed., 1985-1986.
39. Lynd, L.E., and S.J. Lefond, "Titanium Minerals," Industrial Minerals and Rocks Vol 2 (Lefond, S.J., eds.), pp. 1303-1362, Port City Press, Maryland, 5th ed., 1983.


40. Brian Coope, "Titanium Dioxide Pigments - Focus on Production," Industrial Minerals, 181, 45-51, 1982.
41. Gerry Clarke, "Titanium Minerals Expansions in all the Continents," Industrial Minerals, 225, 47-55, 1986.
42. Gerry Clarke, "Titanium Dioxide Pigment Expansions Worldwide," Industrial Minerals, 251, 17-31, 1988.
43. Collingwood, J.A., "Market Outlook for Titanium Dioxide Pigments," Industrial Minerals, 178, 21-25, 1982.
44. Brian Coope, "Titanium Minerals - Focus on Production," Industrial Minerals, 178, 27-35, 1982.
45. Fieldner, A.C., and W.A. Selvig, "Determination of Ferric Oxide, Ferrous Oxide, and Metallic Iron in Coal - Ash Slags and Clinkers," Bulletin 492 Bureau of Mines, pp. 50-51, U.S. Government Printing Office, 1938.
46. David M. Callow, "The Prospect for Titanium Dioxide Pigment," Industrial Minerals, 209, 59-61, 1985.
47. Shigeki Yamada, "Ilmenite Beneficiation and Its Implications for Titanium Dioxide Manufacture," Industrial Minerals, 100, 33-40, 1976.
48. Rik Turner, "Brazilian Titanium," Engineering and Mining Journal, 187 (1), 40-42, 1986.
49. Peter Harben, "Titanium Minerals in Brazil - Progress and Potential." Industrial Minerals, 169, 45-49, 1984.
50. Phillip Crowson, Minerals Handbook 1982-1983, pp. 207-216, Macmillan Publishers Ltd., Hong Kong, 1982.
51. Wort, M.J., and M.P. Jones, "Magnetic Properties of Ilmenite, Detrital Altered Ilmenite and Pseudorutile," Transactions of the Institution of Mining and Metallurgy (Section c : Mineral Processing and Extractive Metallurgy), 90, C130-C137, 1981.
52. มนุ วีรบุรุษ, "การใช้ถ่านไม้ในกรรมวิธีโคเรกซ์ดักซ์ของแร่เหล็ก," โครงการวิจัย เลขที่ 5-MN-2516, คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, กรุงเทพมหานคร, 2523.

53. ไพลิน วีโรทัย, "โลหวิทยาสารละลาย," ข่าวสารการธรณี, 25 (6), 10-16, 2523.
54. Pinyo Meechumna, Wikrom Vajragupta, and Tienchai Tonthai, "Upgrading of Ilmenite," การสัมมนาทางชาติทางวิชาการ เรื่อง กระบวนการโลหกรรม, ภาควิชาวิศวกรรมโลหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2531.
55. Smith, T.J.J., Maddocks W.R., and Nixon E.W., "Reduction of Iron Ore Sinters by Carbon Monoxide," Mineral Processing and Extractive Metallurgy (Jones, M.J. ed.), pp. 313-336, Alden & Mowbray Ltd., Great Britain, 1970.
56. Habashi Fathi, Extractive Metallurgy Volume 2 Hydrometallurgy, pp. 57-96, Gordon & Breach, New York, 1970.
57. Pehlke, R.d., Unit Processes of Extractive Metallurgy, pp. 7-60, 176-195, Elsevier, New York, 1982.
58. Moore, J.J., Chemical Metallurgy, pp. 209-261, Butterworth & Co., London, 1981.
59. Burkin, A.R., The Chemistry of Hydrometallurgical Processes, pp. 43-85, E. & F. N. Spon Ltd., London, 1966.
60. Norman L. Weiss, SME Mineral Processing Handbook Volume 2, pp. 13-6 to 13-26, Kingsport Press, Kingsport, 1985.
61. Lemi Turker, Ismail Girgin, and David Goodall, "The Dissolution of Ilmenite in $\text{HCl-H}_2\text{O}$, $\text{HCl-CH}_3\text{OH}$ and $\text{HCl-C}_2\text{H}_5\text{OH}$ Systems - A Theoretical Approach," International Journal of Mineral Processing, 24, 173-184, 1988.
62. Grey, I.E., A.F. Reid, and D.G. Jones, "Reaction Sequences in the Reduction of Ilmenite : 4 - Interpretation in Terms of the Fe-Ti-O and Fe-Mn-Ti-O Phase Diagrams," Transactions of the Institution of Mining and Metallurgy (Section c : Mineral Processing and Extractive Metallurgy), 83, C105-C110, 1974.
63. Tittle, K., and E. Foley, "Investigation of the Segregation of Iron from Ilmenite," Transactions of the Institution of Mining and Metallurgy (Section c : Mineral Processing and Extractive Metallurgy), 82, C135-C139, 1973.

64. Chadwick, B.K., and Y.K. Rao, "Carbon and Energy Requirements of Chlorination of Titanium Oxides - an Equilibrium Analysis," Transactions of the Institution of Mining and Metallurgy (Section c : Mineral Processing and Extractive Metallurgy), 97, C143-C149, 1988.
65. Donnelly, R.P., L.J. Brennan, W. McMullan, and A. Rouillard, "Reduction of Iron Oxide in Ilmenite Beach Sands Parts 1," Australian Mining, 62(3), 58-65, 1970.
66. _____, _____, _____, and _____, "Reduction of Iron Oxide in Ilmenite Beach Sands Parts 2," Australian Mining, 62(4), 52-59, 1970.
67. Thomas S. Mackey, "Alteration and Recovery of Ilmenite and Rutile," Australian Mining, 64 (11), 18-44, 1972.
68. Julian Glasser, "Potential Extractive Processes for Titanium Scrap Reclamation," Joint Meeting MMIJ-AIME, pp. 1-13, Tokyo, 1972.
69. Grau, A., and D. Poggi, "Physico - Chemical Properties of Molten Titania Slags," The Metallurgical Society of CIM., Annual Volume, 97-102, 1978.
70. Ferry, D.M., G.S. Picard, and B.L. Tremillon, "Low-Temperature Molten-Salt Process for Extraction of Titanium Metal Electrochemical Study of Chlorination and Reduction Stages," Transactions of the Institution of Mining and Metallurgy (Section c : Mineral Processing and Extractive Metallurgy), 97, C21-C30, 1988.
71. Jacques E. Astier, "The Future of Mineral Processing," Transactions of the Institution of Mining and Metallurgy (Section c : Mineral Processing and Extractive Metallurgy), 97, C109-C114, 1988.
72. Jones, G.K., "Chemical Treatment Methods," Industrial Minerals, 54, 25-34, 1972.

73. Peter W. Cassidy, et. al., "The AMC Narngulu Synthetic Rutile Plant," Australia : A World Source of Ilmenite, Rutile, Monazite and Zircon, The Australian Institute of Mining and Metallurgy, Victoria, 1986.
74. Hamor, L., "Titanium Dioxide Manufacture," Australia : A World Source of Ilmenite, Rutile, Monazite and Zircon, The Australian Institute of Mining and Metallurgy, Victoria, 1986.
75. Hitching, K.D., and E.G. Kelly, "Carburization / Chlorination Process for Production of Titanium Tetrachloride from a Titaniferous Slag," Transactions of the Institution of Mining and Metallurgy (Section c : Mineral Processing and Extractive Metallurgy), 91, C97-C99, 1982.
76. Swinden, D.J., and D.G. Jones, "Arc-Furnace Smelting of Western Australian Beach Sand Ilmenite," Transactions of the Institution of Mining and Metallurgy (Section c : Mineral Processing and Extractive Metallurgy), 87, C83-C86, 1978.
77. Tittle, K., "Hydrochlorination of Beach Sand Ilmenite," Transactions of the Institution of Mining and Metallurgy (Section c : Mineral Processing and Extractive Metallurgy), 83, C203-C208, 1974.
78. Smith, I.C., and H.B. Bell, "Thermodynamics of FeO-MnO-TiO_2 Melts Saturated with Iron at 1475 °C," Transactions of the Institution of Mining and Metallurgy (Section c : Mineral Processing and Extractive Metallurgy), 80, C55-C59, 1971.
79. Martin, E., and H.B. Bell, "Activities in the System MnO-TiO_2 at 1500 °C," Transactions of the Institution of Mining and Metallurgy (Section c : Mineral Processing and Extractive Metallurgy), 83, C193, 1974.
80. Freund, H., Applied Ore Microscopy ; Theory and Technique, pp. 421-428, The Macmillan Company, New York, 1966.

81. Girgin, I., "Leaching of Ilmenite in $\text{HCl-H}_2\text{O}$, $\text{HCl-CH}_3\text{OH-H}_2\text{O}$ and $\text{HCl-CH}_3\text{OH}$ Solution," Hydrometallurgy, 24(1), 127-134, 1990.
82. Toromanoff, I., and F. Habashi, "Transformation of a low-grade Titanium Slag into Synthetic Rutile," International Journal of Mineral Processing, 15, 65-81, 1985.
83. Sinha, H.N., "Chemical Processing of Titanium Minerals," International Symposium on Research and Development in Extractive Metallurgy of Tin and Related Metals, paper No. 18, pp. 1-10, Ipoh, 1988.



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ภาคผนวก

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ก

การจำแนกแร่ด้วยเครื่องรังสีเอกซ์เลี้ยวเบน
(Mineral Identification by X-Ray Diffractometer)

หลักการจำแนกแร่ด้วยรังสีเอกซ์เลี้ยวเบน

รังสีเอกซ์เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าชนิดหนึ่งมีความยาวคลื่นสั้นประมาณ 0.1-100 อังสตรอม แต่ความยาวคลื่นที่ใช้ในรังสีเอกซ์เลี้ยวเบนประมาณ 0.5-2.5 อังสตรอม (29) ดังรูปที่ ก.1 เมื่อธาตุใดถูกระดมยิง (Bombard) ด้วยลำอิเล็กตรอนจะให้รังสีเอกซ์ออกมา

ความยาวคลื่น	รังสี	การวิเคราะห์
100µm	อินฟราเรด	ไออาร์ (IR)
10µm		
1µm	แสงที่เห็นได้	ยูวี เอเอ ไอซีพี (UV AA ICP)
100nm	เทมอม่วง	
10nm	รังสีเอกซ์	เอ็กซ์อาร์ดี (XRD) - เอ็กซ์อาร์เอพ (XRF)
1nm		
0.1nm		
0.01nm		

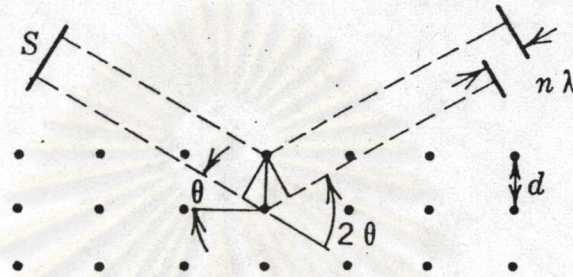
รูปที่ ก.1 แสดงความยาวคลื่นที่ใช้สำหรับในงานวิเคราะห์ต่าง ๆ (29)

โดยปกติหน้าผลึกของแร่มีลักษณะเป็นระนาบ (Plane) ซึ่งมีขนาดเล็กและขนานกันเป็นจำนวนมาก ระยะระหว่างระนาบ (d-spacing) ของแต่ละหน้าผลึกจะมีค่าคงที่ซึ่งเป็นคุณสมบัติเฉพาะของแร่ชนิดนั้น เมื่อรังสีเอกซ์ปฐมภูมิ (Primary X-Ray) มากกระทบระนาบของผลึกแร่จะเกิดการเลี้ยวเบนของรังสี ซึ่งเป็นไปตามกฎของเบรค (Bragg) คือ

$$n\lambda = 2d\sin \theta$$

โดย λ = ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ปฐมภูมิ
 d = ระยะห่างระหว่างระนาบ
 θ = มุมที่เกิดจากการเลี้ยวเบน

ดังรูปที่ ก.2



รูปที่ ก.2 แสดงหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (30)

ก็จะสามารถคำนวณหาระยะห่างระหว่างระนาบได้ โดยแสดงผลออกมาเป็นความเข้มของการนับ (Count) หรือยอด (Peak) การแปลค่าความหมายของความเข้มของการนับมุม 2θ และระยะห่างระหว่างระนาบ สามารถกระทำได้โดยการเปรียบเทียบค่าดังกล่าวจาก JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standard) หรือใช้การประยุกต์ทางคอมพิวเตอร์เปรียบเทียบก็สามารถจำแนกชนิดแร่ที่นำมาวิเคราะห์ได้ (31)

เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

1. เครื่องรังสีเอกซ์เลี้ยวเบนยี่ห้อริกาคุ (Rigaku) หลอดรังสีเอกซ์เป็นทองแดง (Cu) ตัวกรอง (Filter) นิกเกิล (Ni) ดังรูปที่ ก.3
2. เครื่องรังสีเอกซ์เลี้ยวเบนยี่ห้อฟิลิป (Philips) ตัวแบบ PW 1710 หลอดรังสีเอกซ์เป็นโคบอลต์ (Co) ตัวกรองเป็นเหล็ก (Fe)

การเตรียมตัวอย่าง

1. ชักตัวอย่างแร่ที่ต้องการวิเคราะห์น้ำหนักประมาณ 5 กรัม บดด้วยครกอะเกต (Agate Mortar) ให้ได้ขนาดเล็กกว่า 200 เมช นำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 105°C .
2. เติงตัวอย่างลงในแผ่นกระดาษใส่ตัวอย่างที่มีหลุมสี่เหลี่ยมผืนผ้าขนาด $1.5 \times 2.5 \times 0.1$ ซม. อัดให้แน่น



รูปที่ ก.3 เครื่องรังสีเอกซ์เลี้ยวเบนยี่ห้อฟ็อก

เพลของแร่ที่เกี่ยวข้องในการวิจัยครั้งนี้จาก JCPDS

d = ระยะระหว่างระนาบ

I = ความเข้มของการนับ

ดัชนีบัตร	เพล	สูตร				
6-696	เหล็ก	(Fe)2B	d	2.03	1.17	1.43
			I	100	30	20
8-98	เลพิโดโครไซต์	γ -FeOOH	d	6.26	3.29	2.47
			I	100	90	80
9-182	รูโดบรูคโกต์	Fe_2TiO_5	d	3.48	2.75	4.90
			I	100	80	45
19-629	แมกนีไทต์	Fe_3O_4	d	2.53	1.49	2.97
			I	100	40	30
21-1272	อะนาเทส	TiO_2	d	3.52	1.89	2.38
			I	100	35	20

ดัชนีบัตร	เฟส	สูตร				
21-1276	รูไทล์	TiO_2	d	3.52	1.69	2.49
			l	100	60	50
29-733	อิลเมนไนต์	FeTiO_3	d	2.75	2.54	1.73
			l	100	70	55



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ข

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกนนิ่ง (เอสอีเอ็ม) (Scanning Electron Microscope : SEM)

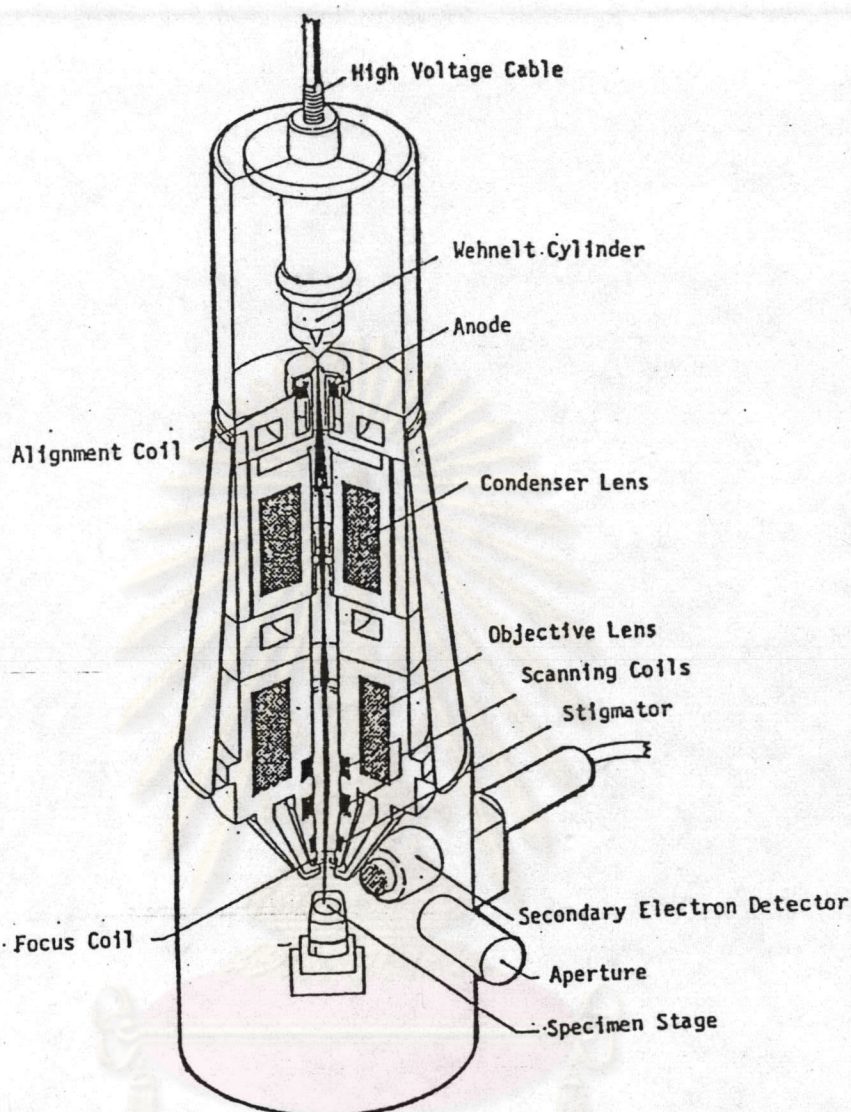
เอสอีเอ็มเป็นเครื่องมือที่ใช้สำหรับการศึกษาวิจัยวิทยาศาสตร์ชีวภาพและวิทยาศาสตร์กายภาพ เนื่องจากมีกำลังขยายและความสามารถในการแยกแยะ (Resolution) สูงมาก มีประโยชน์สำหรับศึกษาลักษณะโครงสร้างพื้นผิวหรือภาคตัดขวาง โดยการสแกนลำอิเล็กตรอนบนพื้นผิวของตัวอย่างและแสดงผลเป็นภาพของโครงสร้างพื้นผิวบนจอภาพ (32)

ส่วนประกอบที่สำคัญที่สุดของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนคือ คอลัมน์ (Column) ดังรูปที่ ข.1 ภายในคอลัมน์ประกอบด้วยต้นกำเนิดอิเล็กตรอน เลนส์ ขดลวดแม่เหล็กไฟฟ้า สำหรับควบคุมการสแกนของลำอิเล็กตรอน ช่องใส่ตัวอย่าง และหัววัดอิเล็กตรอน

อิเล็กตรอนที่ถูกปล่อยจากต้นกำเนิดจะถูกเร่งด้วยศักดาไฟฟ้าสูงที่สามารถปรับค่าได้ตั้งแต่ 0-40 กิโลโวลต์ ให้วิ่งพุ่งลงมาหาตัวอย่างด้วยความเร็วสูงภายใต้ความดันต่ำใกล้สุญญากาศ โดยผ่านคอนเดนเซอร์เลนส์ เพื่อปรับลำอิเล็กตรอนให้มีขนาดเล็กลงเป็นการเพิ่มความเข้มของลำอิเล็กตรอน จากนั้นจะวิ่งผ่านออบเจกทีฟเลนส์ซึ่งจะทำหน้าที่ปรับลำอิเล็กตรอนให้มีจุดโฟกัสบนผิวตัวอย่างพอดี อิเล็กตรอนที่ตกบนพื้นผิวตัวอย่างนี้เรียกว่าอิเล็กตรอนปฐมภูมิ ซึ่งสามารถควบคุมให้ลำอิเล็กตรอนนี้สแกนไปบนพื้นผิวของตัวอย่างหรือจะอยู่กับที่เฉพาะจุดก็ได้ ขณะที่ลำอิเล็กตรอนกระทบกับผิวของตัวอย่างจะทำให้เกิดอนุภาคชนิดต่าง ๆ เช่น อิเล็กตรอนทุติยภูมิ อิเล็กตรอนสะท้อนกลับ ซึ่งใช้ประโยชน์ในการศึกษาลักษณะพื้นผิวของตัวอย่าง และรังสีเอกซ์เฉพาะตัวที่ใช้สำหรับวิเคราะห์ธาตุ

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่มีอุปกรณ์วิเคราะห์ธาตุประกอบอยู่ด้วยจะจัดอยู่ในประเภทกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนวิเคราะห์ (Analytical Electron Microscope) และการวิเคราะห์นี้เป็นการวิเคราะห์เฉพาะจุดหรือพื้นที่เล็ก ๆ ที่เรียกว่า อีพีเอ็มเอ (Electron Probe Microanalysis : EPMA) การวิเคราะห์ธาตุในตัวอย่างโดยวิธีอีพีเอ็มเอ สามารถกระทำได้ 3 วิธี คือ

1. การวิเคราะห์เป็นพื้นที่ (Area Analysis) เป็นการวิเคราะห์โดยใช้ลำอิเล็กตรอนสแกนบนผิวของตัวอย่างเป็นพื้นที่เล็ก ๆ ซึ่งความกว้างของพื้นที่ขึ้นอยู่กับกำลังขยาย ลักษณะการสแกนของลำอิเล็กตรอนจะสแกนจากทางซ้ายไปขวา จากบนลงล่าง รังสีเอกซ์เฉพาะตัวที่พุ่งออกมาจากตัวอย่างจะเป็นจุดต่อจุด ภาพที่ได้ในลักษณะจุดของรังสีเอกซ์นี้จะบ่งบอกถึง



รูปที่ ๓.1 ส่วนประกอบที่สำคัญของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกนนิ่ง (16)

ลักษณะการกระจายของธาตุบนพื้นที่นั้น เมื่อนำมาเปรียบเทียบกับภาพที่ได้จากอิเล็กตรอนทิวติยภูมิ ก็สามารภที่ทราบได้ว่าตำแหน่งของธาตุที่สนใจนั้นมีการกระจายอยู่ในบริเวณใด อย่างไร

2. การวิเคราะห์ในแนวเส้น (Line Analysis) เป็นการวิเคราะห์โดยสแกนลำอิเล็กตรอนเป็นเส้นในแนวนอนบนตัวอย่างตรงตำแหน่งที่สนใจ เพื่อวัดความเข้มของรังสีเอ็กซ์เฉพาะตัวของธาตุ ในกรณีที่ต้องการจะหาขอบเขตของรอยต่อ (Boundaries) หรือเฟสของจุลโครงสร้าง (Microstructure)

3. การวิเคราะห์เฉพาะจุด (Point Analysis) เป็นการวิเคราะห์ที่ให้ค่า

อิเล็กตรอนอยู่ร่วมกับพื้นผิวตัวอย่างเพื่อวัดปริมาณรังสีเอกซ์เฉพาะตัวตรงจุดที่ต้องการ สามารถวิเคราะห์ได้ทั้งเชิงคุณภาพและปริมาณ

เครื่องมือ

เครื่องกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกน (Scanning Electron Microscope)

ตัวแบบ 35 CF

การเตรียมตัวอย่าง

1. สำหรับตัวอย่างที่ต้องการแสดงลักษณะผิวภายนอก นำตัวอย่างแรกที่แห้งไปติดกับตัวยึดที่เป็นโลหะ โดยใช้วัสดุประเภทกาวเหนียวสังเคราะห์ชนิดต่าง ๆ ที่นิยมใช้กันคือ แผ่นเทปกาวสองหน้า การเลือกใช้กาวหรือวัสดุสำหรับยึดตัวอย่างจะต้องคำนึงถึงคุณสมบัติการเป็นตัวนำไฟฟ้าที่ดีไว้เป็นหลัก

2. สำหรับตัวอย่างที่ต้องการแสดงลักษณะภายใน ต้องนำไปทำภาคตัดขัดมัน (Polished Section) โดย

2.1 นำตัวอย่างแรมมาโรยลงในแบบสำหรับหล่อภาคตัดขัดมัน
 2.2 เทยางเรซินลงไปให้หนาประมาณ 1 นิ้ว ทิ้งไว้ให้แห้ง
 2.3 นำมาขัดด้วยกระดาษขัดซิลิคอนคาร์ไบด์ (Silicon Carbide Abrasive Paper) ชนิดหยาบเบอร์ 300 ที่ติดบนล้อหมุน โดยโรยผงขัดอะลูมิเนียมออกไซด์ (Al_2O_3) หรือที่เรียกว่า อะลูมินา (Alumina) ชั่ว

2.4 ขัดด้วยกระดาษขัดละเอียดเบอร์ 500 800 และ 1200 ตามลำดับ จนได้ผิวแร่ที่เรียบโดยการตรวจสอบจากการดูด้วยกล้องจุลทรรศน์

3. นำชิ้นงานมาเคลือบชั้นบางด้วยโลหะหรือคาร์บอน เพื่อให้ผิวหน้าของตัวอย่างมีคุณสมบัติการนำไฟฟ้าได้ดี

ภาคผนวก ค

การวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์ไทเทเนียม (Titanium , Ti)

อุปกรณ์และเครื่องมือ

1. ครกอะเกต (Agate Mortar) และสาก (Pestle)
2. ตู้อบ (Drying Oven)
3. เดสิคเคเตอร์ (Desiccator)
4. เครื่องชั่งละเอียด (Analytical Balances)
5. เบ้ากระเบื้อง (Porcelain Crucible) และฝาปิด (Lid)
6. ตะเกียงแก๊ส (Bunsen Burner)
7. รูปสามเหลี่ยมสำหรับวางเบ้า (Triangle)
8. คีมจับเบ้า (Crucible Tongs)
9. ขวดน้ำกลั่น (Wash Bottle)
10. กระจกตวง (Graduated Cylinders)
11. บีกเกอร์ (Beaker) ขนาด 250 มล.
12. กระจกนาฬิกา (Watch Glass)
13. แท่งแก้วสำหรับคน (Stirring Rod)
14. เตาไฟฟ้า (Electric Hotplate)
15. คีมจับบีกเกอร์ (Beaker Tongs)
16. กระดาษกรอง (Filter Paper) เบอร์ 42
17. กรวยแก้ว (Funnel)
18. ที่สำหรับกรอง (Filter Stand)
19. ขวดวัดปริมาตร (Volumetric Flask) ขนาด 100 , 200 มล.
20. บีเปต (Pipet)
21. บิวเรต (Buret)
22. เครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Spectrophotometer)

สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. โพแทสเซียมไบซัลเฟต (Potassium bisulphate , KHSO_4) เกรดปฏิบัติการ
2. กรดซัลฟิวริก (Sulfuric acid , H_2SO_4) เกรดงานวิเคราะห์
3. กรดฟอสฟอริก (Phosphoric acid , H_3PO_4) เกรดปฏิบัติการ
4. ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (Hydrogen peroxide , H_2O_2) เกรดงานวิเคราะห์
5. ไทเทเนียมออกไซด์ (Titanium oxide , TiO_2) เกรดงานวิเคราะห์

วิธีการทดลอง

1. นำแร่ประมาณ 5 กรัม มาบดให้ละเอียดด้วยครกอะเกต นำไปอบให้แห้งในตู้อบ แล้วเก็บไว้ในเดซิเคเตอร์ป้องกันการดูดความชื้น
2. ชั่งแร่หนัก 0.5 กรัม ด้วยเครื่องชั่งละเอียดชนิดนิยม 4 ตำแหน่ง ใส่ในเบ้ากระเบื้องมีฝาปิด
3. เติม KHSO_4 6 กรัม หรือประมาณ 10 เท่าของตัวอย่างแร่
4. นำเบ้าไปตั้งบนรูปสามเหลี่ยมสำหรับวางเบ้า ใช้ไฟอ่อน ๆ เป็นเวลา 30 นาที แล้วใช้ไฟแรงเป็นเวลาประมาณ 30 นาที จนสารละลายในเบ้าเป็นสีแดง ทิ้งไว้ให้เย็น
5. ใส่น้ำกลั่น 75 มล. ในบีกเกอร์ขนาด 250 มล. ที่มีกระจกนาฬิกาและแท่งแก้วสำหรับคน
6. เติม H_2SO_4 25 มล. ลงในบีกเกอร์
7. ใส่น้ำกลั่นในบีกเกอร์ นำไปอุ่นบนเตาไฟฟ้าเป็นเวลา 1 ชั่วโมง
8. ล้างเบ้าด้วยน้ำกลั่น จนสารละลายเป็นเวลาประมาณ 3 ชั่วโมง จนสารละลายไม่มีสี มีปริมาตรประมาณ 100 มล.
9. นำสารละลายไปกรองผ่านกระดาษกรองเบอร์ 42 ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มล. ใช้น้ำกลั่นฉีดล้างบีกเกอร์และกระดาษกรอง 3-4 ครั้ง เติมน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 250 มล. ปิดจุกขวดให้แน่น เขย่าสารละลายในขวดให้กระจายอย่างสม่ำเสมอ
10. บีบสารละลายมา 2 มล. ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มล.
11. เติม 50 % H_2SO_4 5 มล. เขย่าขวดให้สารละลายกระจายอย่างสม่ำเสมอ
12. เติม 50 % H_3PO_4 5 มล. เขย่าขวดให้สารละลายกระจายอย่างสม่ำเสมอ
13. เติม H_2O_2 1 มล. เขย่าขวดให้สารละลายกระจายอย่างสม่ำเสมอ
14. เติมน้ำกลั่นลงไปให้ได้ปริมาตร 100 มล.
15. นำสารละลายไปวัดค่าแอมบอร์แมนซ์ด้วยเครื่องสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ที่ความยาวคลื่น 430 นาโนเมตร โดยเทียบกับสารละลายไร้สิ่งตัวอย่าง (Blank)

การทำกราฟมาตรฐาน

1. นำ TiO_2 ประมาณ 2 กรัม มาบดให้ละเอียดด้วยครกอะเกต นำไปอบให้แห้งในตู้อบ แล้วเก็บไว้ในเดซิเคเตอร์ป้องกันการดูดความชื้น
2. ชั่ง TiO_2 หนัก 0.1 กรัม ด้วยเครื่องชั่งละเอียดชนิดนิยม 4 ตำแหน่ง ใส่ในเบ้ากระเบื้องมีฝาปิด
3. วิธีการทดลองทำนองเดียวกับตัวอย่างแร่ ตั้งแต่ข้อ 3-9 แต่ไม่จำเป็นต้องกรอง
4. แบ่งสารละลายนำไปเตรียมสารละลายมาตรฐานที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ กัน ประมาณ 5 ค่า
5. นำไปวัดค่าแอมพลิจูดแบนซ์ที่ความยาวคลื่น 430 นาโนเมตร โดยเทียบกับสารละลายไร้สิ่งตัวอย่าง
6. นำค่าแอมพลิจูดแบนซ์ที่ได้กับค่าความเข้มข้นหรือปริมาณของไทเทเนียมมาเขียนกราฟ เพื่อใช้หาปริมาณไทเทเนียมในตัวอย่างแร่

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ง

การวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์เหล็ก (Iron , Fe)

อุปกรณ์และเครื่องมือ

1. ครกอะเกต (Agate Motar) และสาก (Pestle)
2. ตู้อบ (Drying Oven)
3. เดสิคเคเตอร์ (Desiccator)
4. เครื่องชั่งละเอียด (Analytical Balances)
5. เมากระเบื้อง (Porcelain Crucible) และฝาปิด (Lid)
6. ตะเกียงแก๊ส (Bunsen Burner)
7. รูปสามเหลี่ยมสำหรับวางเมา (Triangle)
8. คีมจับเมา (Crucible Tongs)
9. ขวดน้ำกลั่น (Wash Bottle)
10. กระจกตวง (Graduated Cylinders)
11. บีกเกอร์ (Beaker) ขนาด 600 , 250 มล.
12. กระจกนาฬิกา (Watch Glass)
13. แท่งแก้วสำหรับคน (Stirring Rod)
14. เตาไฟฟ้า (Electric Hotplate)
15. คีมจับบีกเกอร์ (Beaker Tongs)
16. กระดาษกรอง (Filter Paper) เบอร์ 42
17. กรวยแก้ว (Funnel)
18. ที่สำหรับกรอง (Filter Stand)
19. ขวดวัดปริมาตร (Volumetric Flask) ขนาด 1000 , 250 มล.
20. ปิเปต (Pipet)
21. บิวเรต (Buret)
22. ใยแก้ว (Glass Wool)

สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. โพแทสเซียมไบซัลเฟต (Potassium bisulphate , KHSO_4) เกรดปฏิบัติการ
2. กรดซัลฟิวริก (Sulfuric acid , H_2SO_4) เกรดงานวิเคราะห์
3. แผ่นอะลูมิเนียม (Aluminium Foil)
4. โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต (Potassium permanganate , KMnO_4)

เกรดงานวิเคราะห์

5. โซเดียมออกซาเลต (Sodium oxalate , $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$) เกรดงานวิเคราะห์

วิธีการทดลอง

1. ทำนองเดียวกับวิธีการทดลองข้อ 1 ถึง 9 ในภาคผนวก ค
2. บีบสารละลายมา 50 มล. ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 250 มล. ที่มีกระดาษฟิลาและแท่งแก้วสำหรับคน
3. ใส่แผ่นอะลูมิเนียม 1 ชิ้นลงไป นำไปอุ่นบนเตาไฟฟ้าเป็นเวลา 2 ชั่วโมง จนสารละลายไม่มีสี
4. แช่น้ำทิ้งไว้ให้เย็น ล้างแผ่นอะลูมิเนียมที่เหลืออยู่ด้วยน้ำกลั่น
5. นำสารละลายไปติเตรตกับ 0.1 นอร์มัล KMnO_4 จนกระทั่งสารละลายเปลี่ยนสีจากไม่มีสีเป็นสีชมพู และวางทิ้งไว้ไม่จางหายไปภายในเวลา 30 วินาที

การเตรียมและการหาความเข้มข้นของสารละลายโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต

1. ชั่ง KMnO_4 หนัก 3.2 กรัม ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 600 มล. เติมน้ำกลั่นลงไปประมาณ 500 มล. ตั้งทิ้งไว้ประมาณ 12 ชั่วโมง
2. นำสารละลายมากรองด้วยใยแก้วลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 1000 มล. ล้างด้วยน้ำกลั่นและเติมให้ได้ปริมาตร 1000 มล. เก็บสารละลายใส่ขวดสีน้ำตาล ตรวจหาความเข้มข้นที่แท้จริงของสารละลาย
3. นำ $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ไปอบให้แห้งในตู้อบที่อุณหภูมิ 105-110 °ซ. เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง แล้วเก็บไว้ในเดซิเคเตอร์ป้องกันการดูดความชื้น
4. นำมาชั่ง 0.1 กรัมด้วยเครื่องชั่งละเอียดทศนิยม 4 ตำแหน่ง ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 250 มล.
5. เติม 10 % H_2SO_4 100 มล. คนให้ $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ละลาย นำไปตั้งบนเตาไฟฟ้าจนถึงอุณหภูมิ 90 °ซ.

6. ตีเตรตกับสารละลายโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต พร้อมทั้งเขย่าสารละลาย
อยู่เสมอ จนกระทั่งสารละลายเปลี่ยนสีจากไม่มีสีเป็นสีชมพู และวางทิ้งไว้ไม่จางหายไปภายใน
เวลา 30 วินาที

การคำนวณ

สมมติ

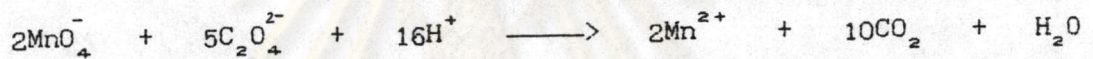
น้ำหนัก $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ = A กรัม

น้ำหนักแร่ = B กรัม

ปริมาตร KMnO_4 ที่ใช้ในการตีเตรตกับ $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ = C มล.

ปริมาตร KMnO_4 ที่ใช้ในการตีเตรตกับ Fe = D มล.

จากการตีเตรต $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ กับ KMnO_4 เกิดปฏิกิริยา



$$\begin{aligned} \text{ดังนั้น น้ำหนักกรัมสมมูล } \text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 &= \frac{\text{น้ำหนักโมเลกุล } \text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4}{2} \\ &= \frac{134}{2} = 67 \text{ กรัม} \end{aligned}$$

จากการตีเตรต

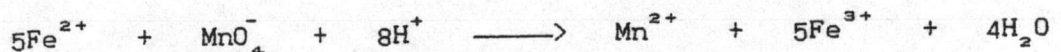
$$\text{ปริมาณ } \text{KMnO}_4 \text{ C มล.} \equiv \frac{A}{67} \text{ กรัมสมมูล } \text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$$

$$\text{ปริมาณ } \text{KMnO}_4 \text{ 1000 มล.} \equiv \frac{A \times 1000}{C \times 67} \text{ กรัมสมมูล } \text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$$

$$\text{จำนวนกรัมสมมูล } \text{KMnO}_4 = \text{จำนวนกรัมสมมูล } \text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$$

$$\text{นั่นคือ ความเข้มข้นที่แท้จริงของ } \text{KMnO}_4 = \frac{A \times 1000}{C \times 67} \text{ นอร์แมล}$$

จากการตีเตรตไอออนเหล็กกับ KMnO_4 เกิดปฏิกิริยา



$$\text{ดังนั้น น้ำหนักกรัมสมมูล Fe} = \frac{\text{น้ำหนักอะตอม Fe}}{1} = 55.847 \text{ กรัม}$$

จากการทดลองจะได้

จำนวนกรัมสมมูล $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ = จำนวนกรัมสมมูล KMnO_4 = จำนวนกรัมสมมูล Fe

$$\text{ดังนั้น } \frac{A}{67} \text{ กรัมสมมูล } \text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4 = \frac{A}{67} \text{ กรัมสมมูล Fe}$$

นั่นคือ

$$\% \text{ Fe total} = \frac{A \times D \times 55.847 \times 250 \times 100}{C \times 67 \times B \times 50}$$

หรือใช้สูตร

1.0	มล. ของ	0.1	นอร์แมล $\text{KMnO}_4 \equiv \text{Fe}$	0.0055847	กรัม
D	มล. ของ	$\frac{A \times 1000}{C \times 67}$	นอร์แมล $\text{KMnO}_4 \equiv \text{Fe}$	$\frac{0.0055847 \times A \times 1000 \times D}{C \times 67 \times 0.1}$	กรัม
			= Fe	$\frac{55.847 \times A \times D}{C \times 67}$	กรัม

$$\% \text{ Fe total} = \frac{A \times D \times 55.847 \times 250 \times 100}{C \times 67 \times B \times 50}$$

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก จ

การวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์เฟอร์ริกออกไซด์ (FeO)

อุปกรณ์และเครื่องมือ

1. ครกอะเกต (Agate Mortar) และสาก (Pestle)
2. ตู้อบ (Drying Oven)
3. เดสิคเคเตอร์ (Desiccator)
4. เครื่องชั่งละเอียด (Analytical Balances)
5. ขวดรูปกรวย (Erlenmeyer Flask) ขนาด 500 มล.
6. จุกยาง (Rubber Stoppers)
7. ขวดน้ำล้าง (Wash Bottle)
8. กระจกตวง (Graduated Cylinders)
9. บีกเกอร์ (Beaker) ขนาด 600 , 250 มล.
10. เตาไฟฟ้า (Electric Hotplate)
11. ขวดวัดปริมาตร (Volumetric Flask) ขนาด 1000 , 200 มล.
12. ปิเปต (Pipet)
13. บิวเรต (Buret)
14. ใยแก้ว (Glass Wool)

สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

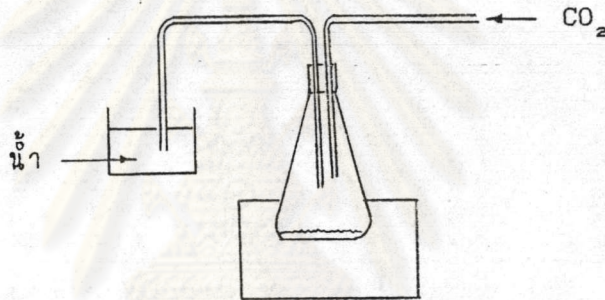
1. แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ (Carbon dioxide , CO_2)
2. กรดซัลฟิวริก (Sulfuric acid , H_2SO_4) เกรดงานวิเคราะห์
3. กรดโบริก (Boric acid , H_3BO_3) เกรดปฏิบัติการ
4. กรดไฮโดรฟลูออริก (Hydrofluoric acid , HF) เกรดงานวิเคราะห์
5. โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต (Potassium permanganate , KMnO_4)

เกรดงานวิเคราะห์

6. โซเดียมออกซาเลต (Sodium oxalate , $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$) เกรดงานวิเคราะห์

วิธีการทดลอง

1. นำแร่ประมาณ 2 กรัมมาคให้ละเอียดด้วยครกอะเกต นำไปอบให้แห้งในตู้อบ แล้วเก็บไว้ในเคสิคเคเตอร์ป้องกันการดูดความชื้น
2. ชั่งแร่หนัก 0.2 กรัม ด้วยเครื่องชั่งละเอียดชนิดนิยม 4 ตำแหน่ง ใส่ขวดรูปกรวยขนาด 500 มล.
3. เติมน้ำกลั่นลงไปประมาณ 20 มล. เขย่าขวดให้แร่กระจายอย่างสม่ำเสมอที่ก้นขวด นำขวดไปตั้งบนเตาไฟฟ้า
4. ผ่านแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ อัตราการไหลประมาณ 0.8 ลิตรต่อนาที ลงในขวด ดังรูปที่ จ.1



รูปที่ จ.1 การผ่านแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ลงในขวดรูปกรวย

5. ผ่านแก๊สได้ประมาณ 15 นาที เติม H_2SO_4 10 มล. อุณหภูมิละลายเดือดเป็นเวลา 15 นาที
ตั้งแต่ข้อ 6-10 ก่อนที่จะเติมสารเคมี ให้สารละลายเย็นตัวลงหายเดือดเสียก่อน ในขณะที่ยังผ่านแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์อยู่
6. เติม 5% H_3BO_3 (น้ำหนักต่อปริมาตร) ประมาณ 40 มล. เขย่าขวดให้กระจายอย่างสม่ำเสมอ
7. เติม HF 4 มล. อุณหภูมิละลายเดือดเป็นเวลา 10 นาที เขย่าขวด
8. เติม H_2SO_4 4 มล. อุณหภูมิละลายเดือดเป็นเวลา 15 นาที
9. เติม HF 1 มล. อุณหภูมิละลายเดือดเป็นเวลา 15 นาที เขย่าขวด
10. เติม H_2SO_4 2 มล. อุณหภูมิกระทั่งตัวอย่างแร่ละลายเป็นสารละลายหมดอย่าให้ความร้อนจนสารละลายเดือดจะทำให้มีการคั่งจุกของแก๊สออกมา
11. ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นในน้ำ เติมน้ำกลั่นลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 200 มล. เติมน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 200 มล.

12. บีเปิดสารละลายมา 100 มล. ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 มล.
 13. นำสารละลายไปติเตรตกับ 0.1 นอร์แมล KMnO_4 จนกระทั่งสารละลายเปลี่ยนสีจากไม่มีสีเป็นสีชมพู และวางทิ้งไว้ไม่จางหายไปภายในเวลา 30 วินาที

การเตรียมและการหาความเข้มข้นของสารละลายโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต

ทำนองเดียวกับในภาคผนวก ง

การคำนวณ

ทำนองเดียวกับในภาคผนวก ง

$$\% \text{Fe}^{2+} = \frac{A \times D \times 55.847 \times 200 \times 100}{C \times 67 \times B \times 100}$$

$$= E$$

$$\% \text{FeO} = E \times 1.2865$$

ศูนย์วิทยทรัพยากร
 จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ฉ

การวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์แมงกานีส (Manganese , Mn)

อุปกรณ์และเครื่องมือ

1. ครกอะเกต (Agate Mortar) และสาก (Pestle)
2. ตู้อบ (Drying Oven)
3. เดสิคเคเตอร์ (Desiccator)
4. เครื่องชั่งละเอียด (Analytical Balances)
5. เบ้ากระเบื้อง (Porcelain Crucible) และฝาปิด (Lid)
6. ตะเกียงแก๊ส (Bunsen Burner)
7. รูปสามเหลี่ยมสำหรับวางเบ้า (Triangle)
8. คีมจับเบ้า (Crucible Tongs)
9. ขวดน้ำกลั่น (Wash Bottle)
10. กระบอกตวง (Graduated Cylinders)
11. บีกเกอร์ (Beaker) ขนาด 600 , 250 มล.
12. กระจกนาฬิกา (Watch Glass)
13. แท่งแก้วสำหรับคน (Stirring Rod)
14. เตาไฟฟ้า (Electric Hotplate)
15. คีมจับบีกเกอร์ (Beaker Tongs)
16. กระดาษกรอง (Filter Paper) เบอร์ 42
17. กรวยแก้ว (Funnel)
18. ที่สำหรับกรอง (Filter Stand)
19. ขวดวัดปริมาตร (Volumetric Flask) ขนาด 1000 , 250 มล.
20. บีเปต (Pipet)
21. บิวเรต (Buret)
22. กูช (Gooch) หรือครุชีเบิ้ลซินเตอร์กลาส (Sintered Glass Crucible)
23. ขวดรูปกรวย (Erlenmeyer Flask) ขนาด 250 มล.
24. หลอดหยด (Dropper)

สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. โพแทสเซียมไบซัลเฟต (Potassium bisulphate , KHSO_4) เกรดปฏิบัติการ
2. กรดซัลฟิวริก (Sulfuric acid , H_2SO_4) เกรดงานวิเคราะห์
3. กรดไนตริก (Nitric acid , HNO_3) เกรดงานวิเคราะห์
4. โซเดียมบิสมูเทต (Sodium bismuthate , NaBiO_3) เกรดปฏิบัติการ
5. เฟอรัสแอมโมเนียมซัลเฟต [Ferrous ammonium sulphate , $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$] เกรดงานวิเคราะห์
6. กรดฟอสฟอริก (Phosphoric acid , H_3PO_4) เกรดปฏิบัติการ
7. โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต (Potassium permanganate , KMnO_4) เกรดงานวิเคราะห์
8. โซเดียมออกซาเลต (Sodium oxalate , $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$) เกรดงานวิเคราะห์

วิธีการทดลอง

1. ทำนองเดียวกับวิธีการทดลองข้อ 1 ถึง 9 ในภาคผนวก ค
2. บีเปิดสารละลายมา 25 มล. เติม HNO_3 11 มล. แล้วเติม NaBiO_3 ประมาณ 2 กรัม คน 5 นาที แล้วจึงกรองโดยใช้กฐหรือครุชีเบิ้ลซินเตอร์กลาส ลงในขวดรูปกรวยขนาด 250 มล. ล้างตะกอนบนกฐด้วยน้ำกลั่นหลาย ๆ ครั้ง จนกระทั่งไม่มีสีม่วงแดงของกรดเปอร์แมงกาเนต (HMnO_4)
3. นำสารละลายที่กรองได้มาเติม 0.1 นอร์แมล $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ด้วยบิวเรต จนกระทั่งสารละลายเปลี่ยนสีจากสีม่วงแดงเป็นไม่มีสี แล้วเติมลงไปอีก 5 มล. อ่านจำนวนมิลลิลิตรของ 0.1 นอร์แมล $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ไว้ เติม H_3PO_4 1 หยด
4. นำสารละลายมาติเตรตกับ 0.1 นอร์แมล KMnO_4 ทันที จนกระทั่งสารละลายเปลี่ยนสีจากไม่มีสีเป็นสีชมพู และวางทิ้งไว้ไม่จางหายไปภายในเวลา 30 วินาที อ่านจำนวนมิลลิลิตรของ 0.1 นอร์แมล KMnO_4 ไว้ สมมติใช้ 0.1 นอร์แมล KMnO_4 ไปเท่ากับ x มล.
5. โซสารละลาย 0.1 นอร์แมล $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ จำนวนเดียวกับที่ใช้ในข้อ 3 ลงไปในขวดรูปกรวยขนาด 250 มล. เติมน้ำกลั่น 50 มล. เติม H_3PO_4 2 หยด แล้วนำสารละลายมาติเตรตกับ 0.1 นอร์แมล KMnO_4 จนกระทั่งสารละลายเปลี่ยนสีจากไม่มีสีเป็นสีชมพู และวางทิ้งไว้ไม่จางหายไปภายในเวลา 30 วินาที สมมติใช้ 0.1 นอร์แมล KMnO_4 ไปเท่ากับ y มล.

การเตรียมสารละลายที่ใช้ในการวิเคราะห์

1. 0.1 นอร์แมล $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

ซึ่งเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟตหนัก 39.2 กรัม ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 600 มล. เติมน้ำกลั่น 500 มล. เติม H_2SO_4 10 มล. คนจนละลายหมด นำสารละลายมากรองผ่านกระดาษกรองเบอร์ 42 ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 1000 มล. ใช้น้ำกลั่นล้างกระดาษกรองหลาย ๆ ครั้ง เติมน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 1000 มล. ปิดจุกขวดให้แน่น เขย่าสารละลายในขวดให้กระจายอย่างสม่ำเสมอ

2. 0.1 นอร์แมล KMnO_4

ทำนองเดียวกับการเตรียมและการหาความเข้มข้นของสารละลายโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต ในภาคผนวก ง

การคำนวณ

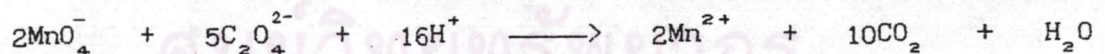
สมมติ

น้ำหนัก $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ = A กรัม

น้ำหนักแร่ = B กรัม

ปริมาตร KMnO_4 ที่ใช้ในการติเตรตกับ $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ = C มล.

จากการติเตรต $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ กับ KMnO_4 เกิดปฏิกิริยา



ดังนั้นน้ำหนักกรัมสมมูล $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ = $\frac{\text{น้ำหนักโมเลกุล } \text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4}{2}$

$$= \frac{134}{2} = 67 \text{ กรัม}$$

จากการติเตรต

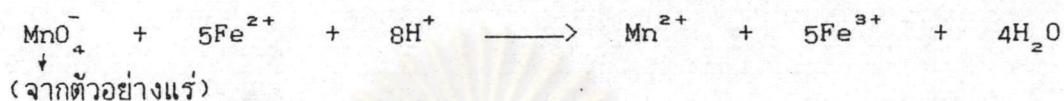
ปริมาณ KMnO_4 C มล. $\equiv \frac{A}{67}$ กรัมสมมูล $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$

ปริมาณ KMnO_4 1000 มล. $\equiv \frac{A \times 1000}{C \times 67}$ กรัมสมมูล $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$

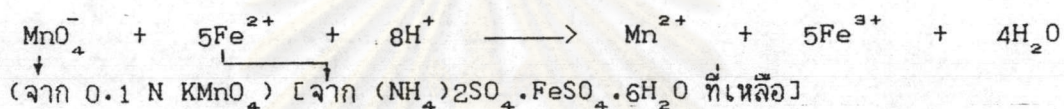
จำนวนกรัมสมมูล KMnO_4 = จำนวนกรัมสมมูล $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$

$$\text{นั่นคือ ความเข้มข้นที่แท้จริงของ } \text{KMnO}_4 = \frac{A \times 1000}{C \times 67} \text{ นอร์แมล}$$

จากการไตเตรตตัวอย่างแร้วกับ 0.1 นอร์แมล $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ เกิดปฏิกิริยา



จากการไตเตรตกับ 0.1 นอร์แมล KMnO_4 ดังปฏิกิริยา



$$\text{ดังนั้น น้ำหนักกรัมสมมูล Mn} = \frac{\text{น้ำหนักอะตอม Mn}}{5} = 10.988 \text{ กรัม}$$

จากการทดลองจะได้

$$\begin{aligned} \text{จำนวนกรัมสมมูล Mn (ตัวอย่างแร้ว)} &= \text{จำนวนกรัมสมมูล } \text{MnO}_4^- \text{ (ตัวอย่างแร้ว)} = \\ \text{จำนวนกรัมสมมูล } (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O} &= \text{จำนวนกรัมสมมูล } \text{KMnO}_4 \text{ } y-x \text{ มล.} \end{aligned}$$

$$\text{KMnO}_4 \text{ } 1000 \text{ มล.} \equiv \frac{A \times 1000}{C \times 67} \text{ กรัมสมมูล } \text{MnO}_4^-$$

$$\text{KMnO}_4 \text{ } y-x \text{ มล.} \equiv \frac{A \times (y-x)}{C \times 67} \text{ กรัมสมมูล } \text{MnO}_4^-$$

$$\equiv \frac{A \times (y-x)}{C \times 67} \text{ กรัมสมมูล Mn}$$

$$\equiv \frac{A \times (y-x) \times 10.988}{C \times 67} \text{ กรัม Mn}$$

$$\% \text{ Mn} = \frac{A \times (y-x) \times 10.988 \times 250 \times 100}{C \times 67 \times B \times 25}$$

$$= E$$

$$\% \text{ MnO} = E \times 1.2912$$

หรือใช้สูตร

$$\begin{array}{l}
 1.0 \text{ มล. ของ } 0.1 \text{ นอร์แมล } \text{KMnO}_4 \equiv \text{Mn} \quad 0.0010988 \quad \text{กรัม} \\
 \therefore y-x \text{ มล. ของ } \frac{A \times 1000}{C \times 67} \text{ นอร์แมล } \text{KMnO}_4 \equiv \text{Mn} \quad \frac{0.0010988 \times A \times 1000 \times (y-x)}{C \times 67 \times 0.1} \text{ กรัม}
 \end{array}$$

$$= \text{Mn} \quad \frac{10.988 \times A \times (y-x)}{C \times 67} \quad \text{กรัม}$$

$$\% \text{ Mn} = \frac{A \times (y-x) \times 10.988 \times 250 \times 100}{C \times 67 \times B \times 25}$$

$$= E$$

$$\% \text{ MnO} = E \times 1.2912$$

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

เครื่องรังสีเอกซ์เรืองแสงแบ่งออกเป็น 2 แบบตามวิธีการวัดรังสีเอกซ์เรืองที่เกิดขึ้นดังนี้ (29,31)

1. ระบบการกระจายพลังงาน หรืออีดีเอส (Energy Dispersive Spectrometer : EDS) หลอดรังสีเอกซ์ที่ใช้ในเครื่องวิเคราะห์ธาตุด้วยรังสีเอกซ์เรืองแบบอีดีเอส เป็นประเภทกำลังงานต่ำขนาด 10-50 วัตต์ และสามารถให้กำเนิดรังสีเอกซ์ปฐมภูมิที่มีพลังงานต่อเนื่องได้ตั้งแต่ 0-50 keV หัววัดรังสีจะเปลี่ยนพลังงานของรังสีเอกซ์ให้เป็นสัญญาณไฟฟ้าในรูปของศักดาไฟฟ้า โดยขนาดของสัญญาณไฟฟ้าที่ทางออกหัววัดจะเป็นปฏิภาคโดยตรงกับพลังงานของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบบนหัววัด การแสดงผลการวิเคราะห์สามารถแสดงบนจอภาพหรือบันทึกลงบนกระดาษกราฟ

2. ระบบการกระจายความยาวคลื่น หรือดับเบิลยูดีเอส (Wavelength Dispersive Spectrometer : WDS) ในระบบวิเคราะห์ธาตุด้วยรังสีเอกซ์เรืองแบบดับเบิลยูดีเอส ระบบการกระตุ้นจะเป็นแบบที่ใช้หลอดรังสีเอกซ์พลังงานสูงขนาด 1-3 กิโลวัตต์ การที่ต้องใช้หลอดรังสีเอกซ์พลังงานสูงเพราะรังสีเอกซ์เรืองที่เกิดขึ้นก่อนที่จะเข้าไปยังหัววัดรังสีนั้นจะต้องผ่านช่องรวมรังสี (Slit) หลายครั้งทำให้ความเข้มของรังสีเอกซ์เรืองลดลง รังสีเอกซ์เรืองจากตัวอย่างซึ่งประกอบด้วยรังสีเฉพาะตัวของธาตุต่าง ๆ ในตัวอย่างจะถูกแยกออกตามความยาวคลื่นด้วยผลึกวิเคราะห์ (Analyzing Crystal) ซึ่งมุมรับลำรังสีเอกซ์เรืองเป็นมุม θ ผลึกวิเคราะห์จะเบี่ยงเบนรังสีเอกซ์เรืองที่มีความยาวคลื่นที่สมนัยกับสมการ $2d\sin\theta = n\lambda$ เท่านั้น โดยที่ d คือระยะห่างระหว่างระนาบที่ทราบค่าของผลึกวิเคราะห์ ดังนั้นหัววัดรังสีจะต้องอยู่ในตำแหน่งที่ทำมุม 2θ กับทิศทางของรังสีเอกซ์เรืองที่ตกลงบนผลึกวิเคราะห์ จึงจะพบรังสีเอกซ์เรืองที่เบี่ยงเบนออกมา

เมื่อเปรียบเทียบการใช้ประโยชน์ของระบบการวัดทั้งสอง ระบบการวัดแบบดับเบิลยูดีเอสมีข้อเสียเปรียบที่การวิเคราะห์ธาตุหลายธาตุในตัวอย่างเดียวกันกระทำได้อ่อนช้ากว่า แต่มีข้อดีที่ความสามารถในการแจกแจงพลังงานมากกว่าในระบบอีดีเอสประมาณ 10 เท่า

เครื่องมือ

เครื่องรังสีเอกซ์เรืองแบบกระจายพลังงาน (Energy Dispersive X-Ray Fluorescence Spectrometer) ตัวแบบ EDXRF XR-200

การเตรียมตัวอย่าง

ตัวอย่างในการวิเคราะห์ด้วยเครื่องรังสีเอกซ์เรื่อนั้นสามารถเตรียมได้หลายรูปแบบ ขึ้นอยู่กับตัวอย่างนั้นอยู่ในลักษณะใด ในการวิจัยนี้ตัวอย่างเป็นของแข็ง มีลักษณะเป็นเม็ด

1. ชักตัวอย่างน้ำหนักประมาณ 10 กรัม บดด้วยครกอะเกตให้ได้ขนาดเล็กกว่า 200 เมช นำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 105 °ซ.
2. ชั่งน้ำหนักสารเชื่อมซึ่งใช้ผงกรดบอริก (Boric Acid Powder , H_3BO_3) ในอัตราส่วนตัวอย่างแร่ต่อสารเชื่อมเท่ากับ 10:3 โดยน้ำหนัก ผสมให้เป็นเนื้อเดียวกัน
3. ใส่ตัวอย่างลงในวงแหวนอะลูมิเนียมเส้นผ่าศูนย์กลาง 35 มม. โดยให้มีความหนาแน่นสม่ำเสมอ อัดให้แน่นด้วยเครื่องอัด

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ข

การวัดค่าสภาพรับแม่เหล็กไว้ได้

(Magnetic Susceptibility Measurement)

ค่าสภาพรับแม่เหล็กไว้ได้ (Magnetic Susceptibility)

เมื่อสารที่เป็นแม่เหล็ก (Magnetizable Substance) วางบนสนามแม่เหล็ก (Magnetic Field, H) จะมีความเข้มของการเป็นแม่เหล็ก (Intensity of Magnetization) หรือการเป็นแม่เหล็ก (Magnetization, J) ซึ่งอัตราส่วนระหว่าง J และ H จะเป็นค่าสภาพรับแม่เหล็กไว้ได้ k ซึ่งไม่มีหน่วย (Dimensionless)

$$k = \frac{J}{H}$$

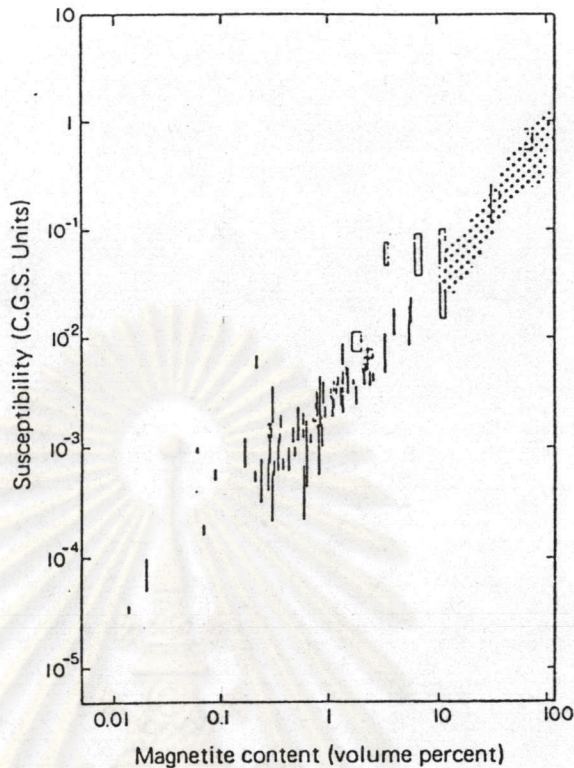
ขนาดของแร่จะเป็นตัวกำหนดสภาพรับแม่เหล็กไว้ได้ แร่เม็ดเล็กจะมีค่าสภาพรับแม่เหล็กไว้ได้น้อยกว่าแร่เม็ดโต สภาพรับแม่เหล็กไว้ได้จะสัมพันธ์กับสภาพให้ซึมแม่เหล็กได้ (Magnetic Permeability, μ) โดยที่

$$k = \mu - 1 \quad \text{หน่วยเอ็มเคเอส (MKS) หรือ}$$

$$k = (\mu - 1)4\pi \quad \text{หน่วยซีจีเอส (CGS)}$$

โดยที่ 10^{-2} จูล.เทสลา⁻².กิโลกรัม⁻¹ (หน่วยเอสไอ) = 10^{-6} เอิร์ก.เออร์สเตด⁻².กรัม⁻¹ (หน่วยซีจีเอส)

คุณสมบัติทางแม่เหล็กของหินและสสารบนพื้นโลกขึ้นอยู่กับปริมาณของแร่ติดแม่เหล็กอย่างแรง (Ferromagnetic Mineral) ที่ปนอยู่เช่น แร่แมกนีไทต์ ซึ่งแร่พวกนี้จะมีค่าสภาพรับแม่เหล็กไว้ได้สูง โดยส่วนมากแล้วค่าสภาพรับแม่เหล็กไว้ได้ของหินหรือแร่จะเป็นสัดส่วนโดยตรงกับปริมาณเปอร์เซ็นต์โดยปริมาตรของแมกนีไทต์หรือปริมาณเหล็กในตัวอย่าง ดังรูปที่ ข.1



รูปที่ ๗.๑ แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพรับแม่เหล็กไว้ได้กับปริมาณแมกนีไทต์

อุปกรณ์ที่ใช้ในการวัด

1. เครื่องวัดสภาพรับแม่เหล็กไว้ได้ ยี่ห้อ Bison รุ่น 3101
2. หลอดแก้วหรือพลาสติก ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 1 นิ้ว ยาวประมาณ

3 นิ้ว

ส่วนประกอบของเครื่องมือ

ดังรูปที่ ๗.๒ มีดังนี้

1. ช่องใส่ตัวอย่าง (Specimen Sampler) ซึ่งเป็นช่องกลม มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 1.4 นิ้ว ลึก 3 นิ้ว ใช้สำหรับใส่ตัวอย่างที่มีลักษณะเป็นแท่งกลมสั้น (Short Cores) หรือเป็นผง ถ้าตัวอย่างเป็นผงควรบรรจุในขวดแก้วหรือพลาสติกเพื่อป้องกันไม่ให้ตัวอย่างตกลงไปในช่องเครื่องมือ

2. ช่องเข็มสมดุล (Null Galvanometer)

3. ปุ่มหน้าปัด (Read Control) สำหรับอ่านค่าสภาพรับแม่เหล็กไว้ได้ มีสเกล



รูปที่ ข.2 ส่วนประกอบของเครื่องวัดสภาพรับแม่เหล็กไว้ได้ยี่ห้อ Bison รุ่น 3101

ตั้งแต่ 0 ถึง 10,000 ซึ่งตัวเลขตำแหน่งสุดท้ายอ่านจากสเกลที่ด้านขวามือ

4. สวิตช์ฟังก์ชัน (Function Switch) มีสองด้านคือ ด้านซ้ายสำหรับปรับดุล (Balance) และด้านขวาสำหรับอ่าน (Read) หรือปรับศูนย์ (Zero)
5. สวิตช์ตัวคูณ (Multiplier Switch) สำหรับปรับค่าสภาพรับแม่เหล็กไว้ได้ให้เหมาะสม ตำแหน่ง 1 สำหรับวัดค่าสภาพรับแม่เหล็กไว้ได้น้อยกว่า $10,000 \times 10^{-6}$ ซีจีเอส และ 10 สำหรับค่าในช่วง $10,000 \times 10^{-6} - 100,000 \times 10^{-6}$ ซีจีเอส
6. ปุ่มปรับดุล (Balance Control) สำหรับให้ช่องเข็มสมดุลอยู่ที่กึ่งกลาง
7. ปุ่มปรับศูนย์ (Zero Control) สำหรับปรับศูนย์ในตอนแรกของการวัด

วิธีการวัด

การวัดค่าสภาพรับแม่เหล็กไว้ได้แบ่งเป็น 2 ขั้นตอนคือ

ขั้นตอนที่ 1 ปรับค่าสมดุล ซึ่งในช่องใส่ตัวอย่างจะต้องไม่มีวัตถุ

1. ปรับปุ่มหน้าปิดให้มีค่า 0000
2. ปรับที่สวิตช์ตัวคูณที่ตำแหน่ง 1
3. ที่สวิตช์ฟังก์ชัน ย้ายมาทางขวาที่ตำแหน่งสำหรับอ่านหรือปรับศูนย์ (Read/Zero)

หมุนที่ปุ่มปรับศูนย์จนเข็มสมดุลในช่องเข็มสมดุลเคลื่อนเข้าสู่ที่กึ่งกลาง

4. ย้ายสวิตช์ฟังก์ชันมาทางซ้ายที่ตำแหน่งสำหรับปรับดุล (Balance) หมุนปรับดุลจนเข็มสมดุลเคลื่อนเข้าอยู่ที่กึ่งกลาง
5. ทำซ้ำข้อ 3 และ 4 จนเข็มสมดุลอยู่ที่กึ่งกลางไม่เคลื่อนที่

ขั้นตอนที่ 2 วัดค่าสภาพรับแม่เหล็กไว้ได้ของตัวอย่าง ระหว่างการวัดอย่าแตะต้อง
ปั๊มปรับศูนย์ที่ได้ตั้งไว้ในขั้นตอนที่ 1

1. ที่สวิตช์ตัวคุณ ตั้งอยู่ในตำแหน่งที่คาดหมายค่าสภาพรับแม่เหล็กไว้ได้ของตัวอย่าง
ที่จะวัด
2. ใส่ตัวอย่างในช่องใส่ตัวอย่าง ควรวางไว้กึ่งกลาง
3. ย้ายสวิตช์ฟังก์ชันมาทางขวาที่ตำแหน่งสำหรับอ่านหรือปรับศูนย์ และหมุนที่ปั๊ม
หน้าปัดจนเข็มสมดลเคลื่อนที่เข้าอยู่ที่กึ่งกลาง
4. ย้ายสวิตช์ฟังก์ชันมาทางซ้ายที่ตำแหน่งปรับดล หมุนปั๊มปรับดล จนเข็มสมดลเคลื่อน
เข้าอยู่ที่กึ่งกลาง
5. ทำซ้ำข้อ 3 และ 4 จนเข็มสมดลอยู่ที่กึ่งกลางไม่เคลื่อนที่
6. อ่านค่าสภาพรับแม่เหล็กไว้ได้ที่ปั๊มหน้าปัด ซึ่งค่าที่แท้จริงต้องคูณ 10^{-6} ,
แฟกเตอร์ที่เลือกบนสวิตช์ตัวคุณ และค่าปรับแก้ (Correction Factor) ซึ่งจะอธิบายใน
หัวข้อต่อไป ค่าที่ได้อยู่ในหน่วย ซีจีเอส

แฟกเตอร์การเทียบค่ามาตรฐานและค่าปรับแก้ (Calibration Factor and Correction)

มีแฟกเตอร์ค่าปรับแก้อยู่ 3 ค่าสำหรับเปลี่ยนค่าสภาพรับแม่เหล็กไว้ได้ที่วัดได้เป็นค่า
สภาพรับแม่เหล็กไว้ได้ที่แท้จริงคือ

1. เส้นผ่าศูนย์กลางของตัวอย่าง สำหรับค่ามาตรฐานคือ 1 นิ้วหรือ 25.4 มิลลิเมตร ถ้าตัวอย่างที่วัดแตกต่างกันไปจากขนาดนี้ มีแฟกเตอร์สำหรับแก้เท่ากับ

$$\left(\frac{1 \text{ นิ้ว}}{\text{เส้นผ่าศูนย์กลางของตัวอย่าง, นิ้ว}} \right)^2 \quad \text{หรือ} \quad \left(\frac{25.4 \text{ มม.}}{\text{เส้นผ่าศูนย์กลางของตัวอย่าง, มม.}} \right)^2$$

2. ความยาวของตัวอย่าง สำหรับค่ามาตรฐานคือความลึกของช่องใส่ตัวอย่าง 3 นิ้ว ถ้าตัวอย่างที่วัดแตกต่างกันไปจากขนาดนี้ มีแฟกเตอร์สำหรับแก้เท่ากับ

$$\frac{\text{ความลึกของช่องใส่ตัวอย่าง}}{\text{ความยาวของตัวอย่าง}} = \frac{3 \text{ นิ้ว}}{\text{ความยาวของตัวอย่าง, นิ้ว}}$$

3. ช่องว่างในตัวอย่าง โดยปกติการวัดค่าสภาพรับแม่เหล็กไว้ได้ตัวอย่างจะเป็น
ของแข็งตัน แต่ถ้าตัวอย่างเป็นก้อนเล็ก ๆ หรือผง ก็มีค่าปรับแก้มาปรับโดยใช้อัตราส่วน

ความหนาแน่นที่แท้จริงของตัวอย่าง

ความหนาแน่นที่ปรากฏของตัวอย่าง

ซึ่งอัตราส่วนดังกล่าวสามารถหาได้ดังนี้ เทตัวอย่างลงในภาชนะที่มีขีดบอก ปริมาตร 100 ลบ.ซม. จนถึงระดับ 100 ลบ.ซม. เทน้ำลงไปจนน้ำขึ้นตัวอย่างถึงระดับ 100 ลบ.ซม. จดปริมาตรน้ำที่เต็มลงไปไว้ สมมติเป็น V ดังนั้นอัตราส่วนด้านบนสามารถคำนวณแทน ได้ด้วยอัตราส่วน $100/100-V$

ตัวอย่าง อ่านค่าสภาพรีบแม่เหล็กไว้ได้ $17,650 \times 10^{-6}$ ซึ่งในการวิจัยครั้งนี้ ใช้หลอดแก้วที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.9 นิ้ว ยาว 1.5 นิ้ว เป็นภาชนะใส่สำหรับวัด

ให้ค่าปรับแก้สำหรับช่องว่างในตัวอย่าง = 1.74

$$\begin{aligned} \text{ดังนั้น ค่าสภาพรีบแม่เหล็กไว้ได้ที่แท้จริง} &= (17,650 \times 10^{-6}) \left(\frac{1}{0.9} \right)^2 \left(\frac{3}{15} \right) (1.74) \\ &= 75,830 \times 10^{-6} \quad \text{ซีจีเอส} \end{aligned}$$

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ฅ

การวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์โลหะเหล็ก (Metallic Iron)

อุปกรณ์และเครื่องมือ

1. ครกอะเกต (Agate Motar) และสาก (Pestle)
2. ตู้อบ (Drying Oven)
3. เดสิคเคเตอร์ (Desiccator)
4. เครื่องชั่งละเอียด (Analytical Balances)
5. ขวดรูปกรวย (Erlenmeyer Flask) ขนาด 250 มล. และจุกยาง
6. แท่งแม่เหล็ก (Magnetic Bar)
7. เครื่องกวนแม่เหล็ก (Magnetic Stirrer)
8. ขวดน้ำกลั่น (Wash Bottle)
9. กระบอกตวง (Graduated Cylinders)
10. บีกเกอร์ (Beaker) ขนาด 1500 , 600 , 250 มล.
11. แท่งแก้วสำหรับคน (Stirring Rod)
12. เตาไฟฟ้า (Electric Hotplate)
13. กระดาษกรอง (Filter Paper) เบอร์ 40
14. กรวยแก้ว (Funnel)
15. ที่สำหรับกรอง (Filter Stand)
16. ขวดวัดปริมาตร (Volumetric Flask) ขนาด 500 , 200 มล.
17. บีเปต (Pipet)
18. บิวเรต (Buret)
19. หลอดหยด (Dropper)

สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. ไบรอมีน (Bromine , Br_2) เกรดงานวิเคราะห์
2. เมทานอล (Methanol , CH_3OH) เกรดงานวิเคราะห์
3. กรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric acid , HCl) เกรดงานวิเคราะห์

4. แอมโมเนียมเปอร์ซัลเฟต [Ammonium per sulphate , $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$]
เกรดปฏิบัติการ
5. แอมโมเนียมแอสีเตต (Ammonium acetate , $\text{NH}_4\text{CH}_3\text{COO}$) เกรดปฏิบัติการ
6. กรดซัลโฟซาลิไซลิก [Sulphosalicylic acid , $\text{C}_6\text{H}_4(\text{CO}_2\text{H})(\text{OH})(\text{SO}_3\text{H})$]
เกรดงานวิเคราะห์
7. อีดีทีเอ [EDTA , Ethylene Diamine Tetraacetic Acid ,
 $(\text{CH}_2)_4(\text{COOH})_4\text{N}_2$]
8. โลหะสังกะสี (Zinc)
9. เฮกซามีน (Hexamine)
10. ไซลีนอลออเรนจ์ (Xylenol Orange)

วิธีการทดลอง

1. นำแร่ประมาณ 5 กรัม มาบดให้ละเอียดด้วยครกสะอาด นำไปอบให้แห้งในตู้อบ แล้วเก็บไว้ในเดซิเคเตอร์ ป้องกันการดูดความชื้น
2. ชั่งแร่หนัก 0.5 กรัมด้วยเครื่องชั่งละเอียดชนิดนิยม 4 ตำแหน่ง ใส่ในขวดรูปกรวยขนาด 250 มล.
3. เติม 2 % $\text{Br}_2\text{-CH}_3\text{OH}$ 50 มล. ใส่แท่งแม่เหล็กลงไป ปิดขวดด้วยจุกยาง นำไปตั้งบนเครื่องกวนแม่เหล็กเป็นเวลา 20 นาที
4. นำสารละลายมากรองผ่านกระดาษกรองเบอร์ 40 ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 200 มล. ใช้เมทานอลล้างตะกอนจนสีเหลืองของโบรมีนหายไป เติมเมทานอลให้ได้ปริมาตร 200 มล. ปิดจุกขวดให้แน่น เขย่าสารละลายในขวดให้กระจายสม่ำเสมอ
5. บีบสารละลายมา 20 มล. ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 250 มล.
6. เติม 50 % HCl 3 มล. คนให้สารละลายกระจายสม่ำเสมอ
7. เติม $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ ประมาณ 0.5 กรัม เติมน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตรประมาณ 150 มล. คนให้สารละลายกระจายสม่ำเสมอ
8. เติม 50 % $\text{NH}_4\text{CH}_3\text{COO}$ ให้สารละลายมี pH 2.0 + 0.2
9. เติม 20 % (น้ำหนักต่อปริมาตร) $\text{C}_6\text{H}_4(\text{CO}_2\text{H})(\text{OH})(\text{SO}_3\text{H})$ 2-3 หยด
เป็นอินดิเคเตอร์
10. นำสารละลายไปไตเตรตกับ 0.02 โมลาร์ EDTA จนกระทั่งสารละลายเปลี่ยนสีจากสีม่วงแดงเป็นสีเหลือง

การเตรียมและการหาความเข้มข้นของสารละลายอีดีทีเอ

1. นำ EDTA ไปอบให้แห้งในตู้อบที่อุณหภูมิ 80 °C. เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วทิ้งไว้ให้เย็นในเดซิเคเตอร์
2. นำมาชั่งหนัก 7.445 กรัม ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 1500 มล. เติมน้ำกลั่น 1000 มล.
3. ชั่ง Zn หนัก 0.6537 กรัม ด้วยเครื่องชั่งละเอียดทศนิยม 4 ตำแหน่ง ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 600 มล. เติมน้ำลงไปประมาณ 50 มล. และเติม HCl 10 มล. คนให้กระจายสม่ำเสมอ นำไปตั้งบนเตาไฟฟ้า จนกระทั่ง Zn ละลายหมด ตั้งทิ้งไว้ให้เย็น นำสารละลายใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาด 500 มล. เติมน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร 500 มล. ปิดจุกขวดให้แน่น เขย่าสารละลายในขวดให้กระจายอย่างสม่ำเสมอ
4. บีบเปิดสารละลายมา 25 มล. ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 มล. เติมน้ำกลั่น 75 มล.
5. เติมเอ็กซามีน (สารละลายบัฟเฟอร์ pH ประมาณ 6) ประมาณ 1 กรัม หยดไซลิคอลออเรนจ์ 2-3 หยด
6. นำสารละลายไปติเตรตกับ 0.02 โมลาร์ EDTA จนสีของสารละลายเปลี่ยนจากสีม่วงแดงเป็นสีเหลือง

การคำนวณ

สมมติ

น้ำหนักแร่ = A กรัม

ปริมาตร 0.02 โมลาร์ EDTA ที่ใช้ในการติเตรตกับแร่ = B มล.

ปริมาตร 0.02 โมลาร์ EDTA ที่ใช้ในการติเตรตกับ Zn = C มล.

จากการทดลองจะได้

1000 มล. ของ	1	โมลาร์ EDTA	≡ Fe	55.847	กรัม
B มล. ของ	0.02	โมลาร์ EDTA	≡ Fe	$\frac{55.847 \times B \times 0.02}{1000}$	กรัม

จากการหาความเข้มข้นของสารละลายอีดีทีเอ

จำนวนกรัมสมมูล Zn = จำนวนกรัมสมมูล EDTA

นั่นคือ ความเข้มข้นที่แท้จริงของสารละลายอีดีทีเอ = $0.02 \times \frac{25}{C}$

$$\begin{aligned}\% \text{ Fe metal} &= \frac{55.847 \times 0.02 \times 25 \times 200 \times 100 \times B}{1000 \times 20 \times A \times C} \\ &= \frac{27.9235 \times B}{A \times C}\end{aligned}$$



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ประวัติผู้เขียน

นายเทียนไชย ต้นไทย เกิดวันที่ 30 พฤษภาคม พ.ศ. 2505 ที่อำเภอท้ายเหมือง จังหวัดพังงา สำเร็จการศึกษาปริญญาตรีวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิศวกรรมเหมืองแร่และโลหวิทยา มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ ในปีการศึกษา 2525 และเข้ารับราชการ ตำแหน่ง วิศวกรเหมืองแร่ระดับ 4 ที่ฝ่ายแต่งแร่และใช้ประโยชน์แร่ กองการเหมืองแร่ กรมทรัพยากรธรณี กระทรวงอุตสาหกรรม



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย