



บทที่ 3

การออกซิเดชัน

3.1 การออกซิเดชันแร่โอลิเมไนต์ดิบ

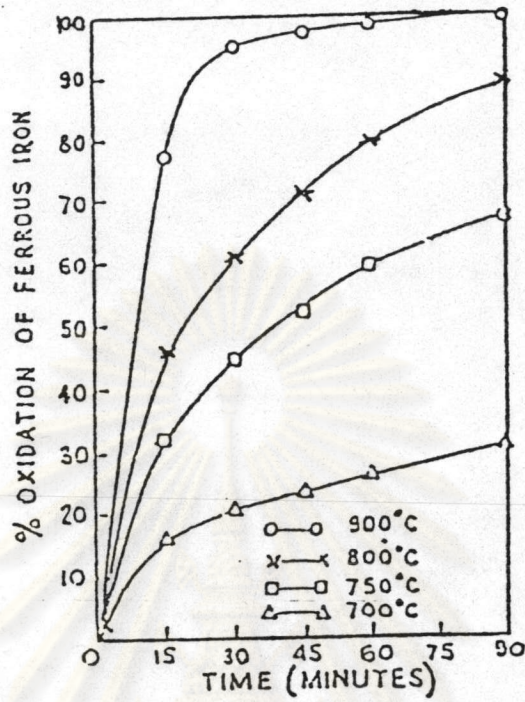
การออกซิเดชันแร่โอลิเมไนต์เป็นขั้นตอนการปรับสภาพแร่ให้มีสถานะเหมาะสมต่อการรีดักชัน การเผาออกซิไดส์แร่โอลิเมไนต์ก่อนจะเพิ่มอัตราการรีดักชันหรือคลอรีเนชัน (4) มักเผากันในช่วงอุณหภูมิ 500-1100 °C. เพราะถ้าอุณหภูมิสูงกว่านี้โอลิเมไนต์จะเริ่มจับตัวกันเป็นก้อน (Sintering) ซึ่งมีผลไม่ดีต่อการรีดักชัน การออกซิเดชันเป็นการออกซิไดส์เหล็กที่มีในแร่โอลิเมไนต์ให้อยู่ในรูปของเฟอร์ริกไอออน (Fe^{3+}) ปกติเหล็กในโอลิเมไนต์จะมีสถานะทั้งเฟอร์รัสไอออน (Fe^{2+}) และเฟอร์ริกไอออน (Fe^{3+}) อัตราส่วนระหว่างเฟอร์รัสและเฟอร์ริกไอออนขึ้นอยู่กับแหล่งกำเนิดและระดับขั้นการเปลี่ยนแปลงของแร่ในการกำเนิด (14)

การออกซิเดชันโอลิเมไนต์จะเริ่มตั้งแต่ที่อุณหภูมิ 250 °C. แต่มีอัตราการออกซิเดชันต่ำมากมีการเปลี่ยนแปลงน้อยจนกระทั่งถึงอุณหภูมิ 800 °C. จึงจะมีผล อัตราการออกซิเดชันจะสูงขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิดังรูปที่ 3.1 ในทางปฏิบัติการเลือกอุณหภูมิในการออกซิเดชันขึ้นอยู่กับอุณหภูมิการจับตัวกันเป็นก้อน ค่าเชื้อเพลิง และวัสดุที่มาทำเตาเผา ลักษณะการจับตัวกันเป็นก้อนของโอลิเมไนต์ขึ้นอยู่กับส่วนประกอบทางเคมีของแร่ ส่วนมากจะเริ่มจับตัวกันเป็นก้อนที่อุณหภูมิมากกว่า 1000 °C. การจับตัวกันเป็นก้อนจะลดบริเวณและอัตราการออกซิเดชัน ในการออกซิเดชันโอลิเมไนต์จึงมักเผาที่อุณหภูมิต่ำกว่า 1000 °C.

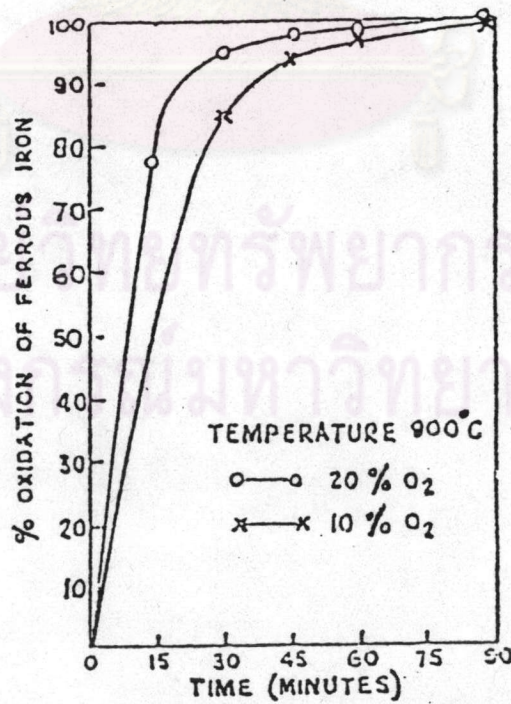
ปริมาณการใช้ออกซิเจนในการออกซิเดชันโอลิเมไนต์ค่อนข้างต่ำดังแสดงในรูปที่ 3.2 จะเห็นว่า การออกซิเดชันในอากาศ ($20\% O_2$) กับแก๊สที่มีออกซิเจน 10% มีผลต่ออัตราการออกซิเดชันใกล้เคียงกัน Shmakov (15) พบว่าการออกซิเดชันโอลิเมไนต์ในชั้นของไหลที่ช่วงอุณหภูมิ 500-1000 °C. จะออกซิเดชันได้ดีเมื่อปริมาณออกซิเจนในแก๊สที่ออกซิไดส์สูงกว่า 12%

ขนาดของโอลิเมไนต์ก็มีผลต่อการออกซิเดชัน ดังรูปที่ 3.3 จะเห็นว่าโอลิเมไนต์ขนาดเล็กจะออกซิไดส์ได้ดีกว่าขนาดหยาบ และเมื่อใช้เวลาในการออกซิเดชันมากขึ้นจะออกซิไดส์ได้ดีขึ้น (6)

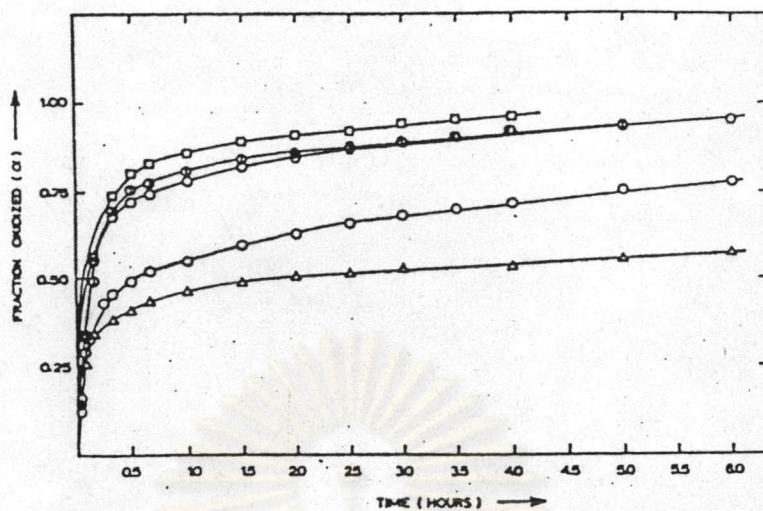
อนุกรมสารละลายของแข็งระหว่างโอลิเมไนต์กับฮีมาไทต์ และสารละลายของแข็งระหว่างโอลิเมไนต์ ($FeTiO_3$) โกลด์ไซด์ ($MgTiO_3$) กับไพโรไฟไนต์ ($MnTiO_3$) ในแร่มีผลต่อการออกซิเดชัน การรีดักชัน และการชะละลาย (4) สำหรับแร่ที่มาจากแหล่งแร่ต่างกัน



รูปที่ 3.1 ผลของอุณหภูมิที่มีต่อการออกซิเดชันอิลเมไนต์ (14)



รูปที่ 3.2 ผลของปริมาณออกซิเจนที่มีต่อการออกซิเดชันอิลเมไนต์ (14)



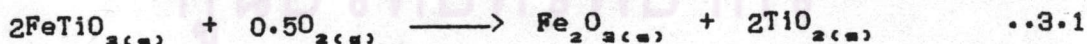
△ +100 mesh, ○ -150 +200 mesh, ○ -200 +325 mesh, ⊙ -325 +400 mesh, and □ -400 mesh fractions.

รูปที่ 3.3 ผลของขนาดเม็ดแร่ที่มีต่อการออกซิเดชันอิลเมไนต์ที่อุณหภูมิ 610 °ซ. (6)

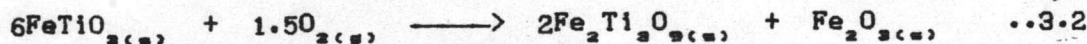
อาจจะมิมลทินเจือปนอยู่ไม่เหมือนกันซึ่งมลทินเหล่านี้จะมีผลทำให้ปฏิกิริยาเคมีที่เกิดขึ้นแตกต่างกันไป มลทินที่อาจมีผลมากต่อปฏิกิริยาเคมีคือ แมงกานีส (16)

Rao และ Rigaud (6,12) ศึกษาการออกซิเดชันแร่อิลเมไนต์พบว่าที่ช่วงอุณหภูมิ 500-750 °ซ. , 770-890 °ซ. และมากกว่า 900 °ซ. จะเกิดเฟส ฮีมาไทต์ (Fe_2O_3) และไทเทเนียมออกไซด์ (TiO_2) , ฮีมาไทต์และรูโดรไทล์ ($Fe_2Ti_3O_9$) , รูโดรไทต์ (Fe_2TiO_4) และรูไทล์ (TiO_2) ตามลำดับ ดังปฏิกิริยา และรูปที่ 3.4

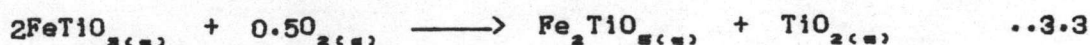
สำหรับ $500 < T < 750$ °ซ.



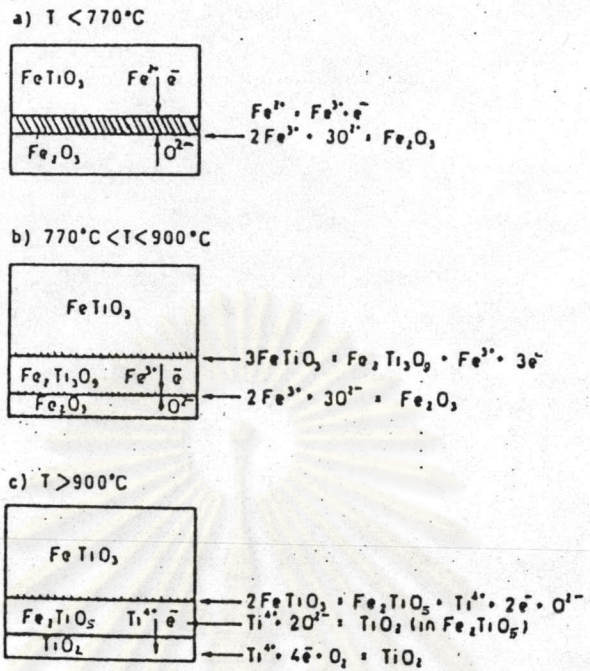
สำหรับ $770 < T < 890$ °ซ.



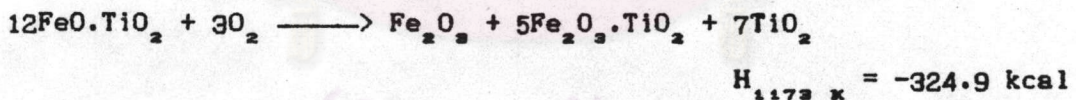
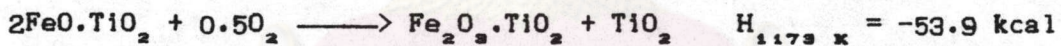
สำหรับ $T > 900$ °ซ.



Sinha (14) ได้แสดงว่าปฏิกิริยาการออกซิเดชันอิลเมไนต์ที่อุณหภูมิ 900 °ซ. เป็นปฏิกิริยาคายความร้อน (Exothermic Reaction) ดังนี้



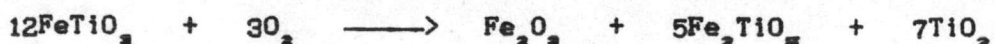
รูปที่ 3.4 แสดงกลไกการออกซิเดชันแร่โอลิเมไนต์ในช่วงอุณหภูมิต่าง ๆ (6)



Jones (17) พบว่าออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูงกว่า 800 °ซ. โอลิเมไนต์จะเปลี่ยนเป็น รูโดบรูคไคต์และรูไทล์ ที่อุณหภูมิต่ำกว่าจะเป็นฮีมาไทต์และรูไทล์ ซึ่งมีอัตราการเกิดปฏิกิริยาช้า

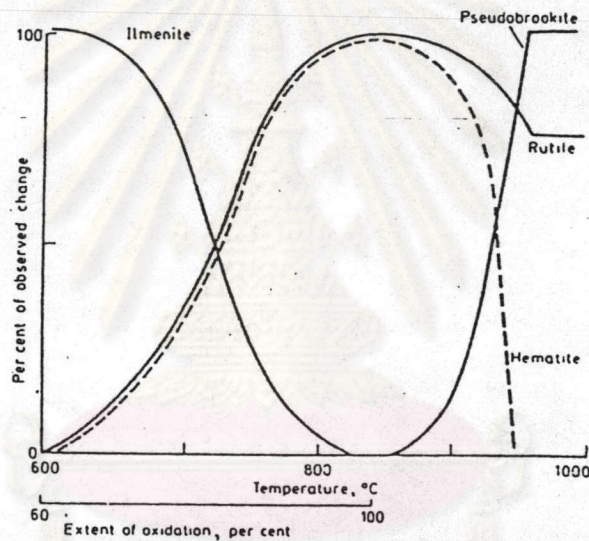
Borowiec และ Rosenqvist (18) พบว่าออกซิเดชันที่อุณหภูมิต่ำกว่า 850 °ซ. จะเป็นเฟสฮีมาไทต์และรูไทล์ ในช่วงอุณหภูมิ 950-1000 °ซ. จะเป็นเฟสรูโดบรูคไคต์และรูไทล์ ซึ่งการที่ผลการวิจัยแตกต่างกันบ้างอาจเกิดจากมลทินที่มีอยู่ในแร่โอลิเมไนต์ เพราะโอลิเมไนต์ที่แหล่งกำเนิดต่างกันก็จะมีลักษณะแตกต่างกันไปด้วย

ได้มีการศึกษาพบว่า (16) การออกซิเดชันโอลิเมไนต์ที่อุณหภูมิ 850 °ซ. ผลผลิตที่ได้จะเป็นของผสมระหว่างฮีมาไทต์ รูโดบรูคไคต์ และรูไทล์ ในอัตราส่วนโดยประมาณ 1:5:7 ดังปฏิกิริยา



ลักษณะของของผสมคล้ายกับแร่ที่เรียกว่าลูโคซีน ซึ่งเป็นแร่ที่เปลี่ยนแปลงมาจากแร่ที่มีไทเทเนียมสูงเช่น อิลเมไนต์ (FeTiO_3) เพอโรฟสไกต์ (Perovskite, CaTiO_3) และสเฟิน [Sphene, $\text{CaTiO}(\text{SiO}_4)$] (3)

Title (19) พบว่าสารละลายของแข็งระหว่างอิลเมไนต์กับอิมาทิตเกิดขึ้นในกระบวนการออกซิเดชัน จากการศึกษาด้วยเครื่องรังสีเอกซ์เลี้ยวเบนระหว่างการออกซิไดส์พบว่าเมื่ออุณหภูมิในการเผาสูงขึ้นเฟสอิลเมไนต์จะหายไปถูกแทนที่ด้วยเฟสรูโดบรูคไกต์ ในขณะที่เฟสรูไทล์เกิดขึ้นเรื่อย ๆ จนถึงขีดสูงสุดแล้วเริ่มลดลง ดังรูปที่ 3.5 ตัวอย่างที่ใช้ในการทดลองเป็นแร่อิลเมไนต์จากออสเตรเลียตะวันตก เฟสอิลเมไนต์และอิมาทิตช่วงแรกจะเป็นสารละลายของแข็งแต่ในภายหลังเฟสจะแยกออกจากกัน



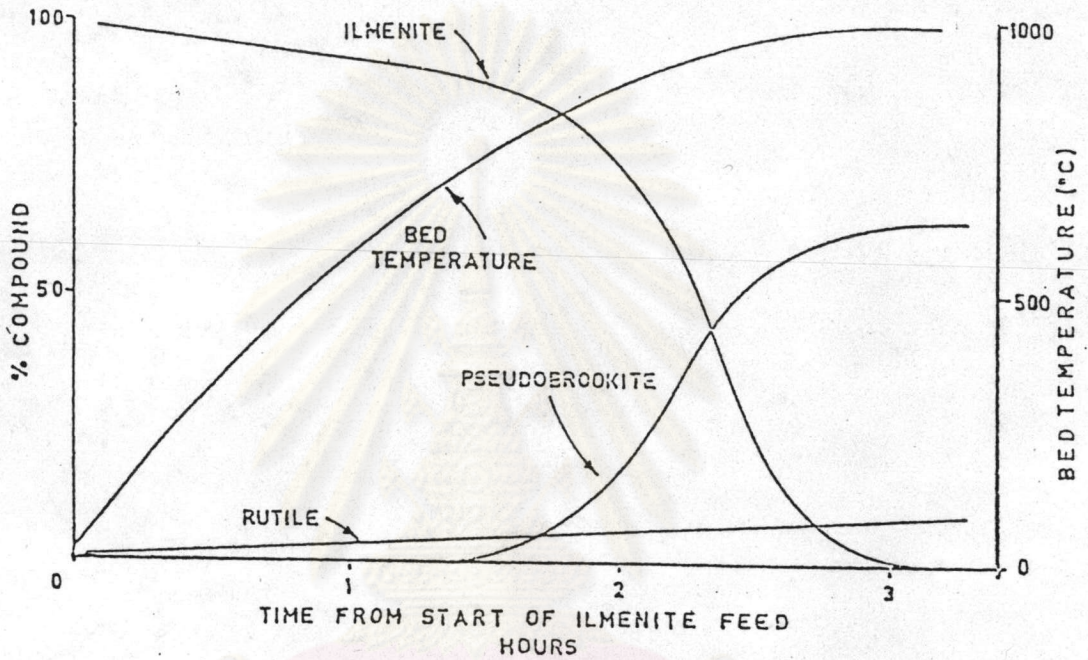
รูปที่ 3.5 การกระจายของเฟสระหว่างการออกซิเดชัน (19)

จะเห็นว่าผลที่วิจัยเกี่ยวกับการออกซิเดชันอิลเมไนต์มีแนวโน้ม ดังนี้

1. ออกซิเดชันที่อุณหภูมิต่ำกว่า 850 °ซ. จะเกิดเฟสอิมาทิตและรูไทล์ มีอัตราการเกิดปฏิกิริยาช้า
2. ออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูงมากกว่า 900 °ซ. เกิดเฟสรูโดบรูคไกต์และรูไทล์ อัตราการเกิดปฏิกิริยาเร็ว

Becher (15) พบว่าการออกซิเดชันอิลเมไนต์ก่อนมีผลให้รีดักชันได้ดีกว่าแร่ อิลเมไนต์ดิบที่อุณหภูมิรีดักชัน 950-1100 °ซ. แต่จะมีความแตกต่างเพียงเล็กน้อยที่อุณหภูมิ 1150 °ซ. ในทางปฏิบัติการออกซิเดชันก่อนยังช่วยป้องกันการจับตัวกันเป็นก้อนของแร่ระหว่างการรีดักชันที่อุณหภูมิสูง และทำให้สามารถรีดักชันด้วยแก๊สไฮโดรเจนหรือคาร์บอนมอนนอกไซด์ ได้ดีขึ้น

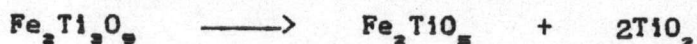
Bracanin และคณะ (15) ได้ศึกษาการออกซิเดชันอิลเมไนต์ที่อุณหภูมิและเวลาต่าง ๆ ดังรูปที่ 3.6 เส้นอุณหภูมิหมายถึงตำแหน่งที่เก็บตัวอย่าง จะเห็นว่ามีการเกิดขึ้นของเฟส ซุโดบรูคไคต์และรูไทล์ การหายไปของเฟสอิลเมไนต์เมื่ออุณหภูมิและเวลาสูงขึ้น อัตราการเกิด เฟสซุโดบรูคไคต์จะสูงในช่วงอุณหภูมิ 750-800 °ซ.



รูปที่ 3.6 ผลของอุณหภูมิและเวลาที่มีต่อการออกซิเดชันแร่อิลเมไนต์ (15)

ได้มีศึกษาการออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000 °ซ. เวลา 3-4 ชั่วโมง ซึ่งจะเกิดเฟส ซุโดบรูคไคต์ และรูไทล์ดังสมการ 3.3 ในทางทฤษฎีผลผลิตควรจะมีเฟอริกซุโดบรูคไคต์ ร้อยละ 75 โดยน้ำหนัก และรูไทล์ร้อยละ 25 แต่การทดสอบหาปริมาณด้วยเครื่องรังสีเอกซ์ เลี้ยวเบนจะมีซุโดบรูคไคต์ร้อยละ 70 และรูไทล์ร้อยละ 7 อาจเพราะว่ารูไทล์ที่เกิดขึ้นอยู่ใน รูปของอสัณฐาน (Amorphous) ไม่อยู่ในรูปผลึก หรือมีการก่อรูปแบบของสารละลายของแข็ง เฟอรัส-เฟอริกซุโดบรูคไคต์ Haggerty และ Lindsley (15) พบว่าสารละลายของแข็งนี้จะมีเฟอริกซุโดบรูคไคต์มากกว่า 50 โมลเปอร์เซ็นต์ที่อุณหภูมิมากกว่า 800 °ซ.

Grey และ Reid (15) พบว่าสามารถเตรียมซุโดรูไทล์ได้จากการเผาอิลเมไนต์ ผงละเอียดที่อุณหภูมิ 770 °ซ. จะเกิดปฏิกิริยาดังสมการ 3.2 และที่อุณหภูมิสูงกว่า 800 °ซ. ซุโดรูไทล์จะสลายตัวเป็นเฟสซุโดบรูคไคต์ดังปฏิกิริยา



Borowiec และ Rosenqvist (18) ได้ศึกษาการออกซิเดชันอิลเมไนต์จากประเทศนอร์เวย์ พบว่าเมื่อเผาที่อุณหภูมิต่ำกว่า 780 °ซ. มีเฟสสปินเนล (Spinel, $Fe_3O_4 + Fe_2TiO_4$) กับรูไทล์ โดยเฉพาะเฟสสปินเนลเกือบจะเป็นแมกนีไทต์ (Fe_3O_4) และได้นำแร่อิลเมไนต์จากแหล่ง Rodsand กับ Sogndal มาศึกษาโดยมีส่วนประกอบดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 ส่วนประกอบแร่อิลเมไนต์จากแหล่ง Rodsand และ Sogndal ประเทศนอร์เวย์ (18)

	Rodsand	Sogndal
TiO_2	34.3	45.8
FeO	33.8	30.5
Fe_2O_3	28.9	13.5
MgO	0.40	2.73
SiO_2	0.91	n.d.

n.d. = ไม่ได้วิเคราะห์ (not determined)

พบว่าการออกซิเดชันแร่อิลเมไนต์จาก Rodsand ที่อุณหภูมิต่ำกว่า 1000 °ซ. จะได้ผลผลิตที่ประกอบด้วยสปินเนลและรูไทล์เป็นเฟสหลัก พบเฟสอิลเมไนต์ อีมาไทต์ เล็กน้อย และที่อุณหภูมิ 1000 °ซ. พบเฟสรูโดบรูคไกต์ และยังคงมีเฟสรวมของสปินเนล รูไทล์ ซึ่งตามปกติเฟสรวมของสปินเนล รูไทล์จะไม่เสถียรที่อุณหภูมินี้ อาจเพราะว่ามีมลทินในแร่ทำให้เฟสรวมของสปินเนล รูไทล์มีความเสถียรซึ่งจะอยู่ในบริเวณที่มีสารละลายของแข็ง α -ออกไซด์ ($Fe_2O_3 + FeTiO_3$) และเฟสรูโดบรูคไกต์

สำหรับแร่จาก Sogndal มีการเผาออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 600-800 °ซ. มีการเปลี่ยนแปลงเพิ่มเติมเวลาในการเผา ซึ่งจะเกิดเฟสต่าง ๆ ดังนี้เรียงตามลำดับ

- อิลเมไนต์ + รูไทล์
- อิลเมไนต์ + รูไทล์ + อีมาไทต์
- อิลเมไนต์ + อีมาไทต์ + ซิซโกไนต์ ($Fe_{20}Ti_{10}O_{40}$) + รูไทล์
- อีมาไทต์ + รูไทล์ + ซิซโกไนต์
- อีมาไทต์ + รูไทล์

ที่อุณหภูมิ 850 °ซ. จะให้ผลดังนี้

- อิลเมไนต์ + รูไทล์
- อิลเมไนต์ + ซิมาไทต์ + รูไทล์
- ซิมาไทต์ + รูไทล์

ที่อุณหภูมิ 900 °ซ. ให้ผลดังนี้

- อิลเมไนต์ + รูไทล์
- อิลเมไนต์ + ซูโดบรูคไคต์ + รูไทล์
- ซิมาไทต์ + ซูโดบรูคไคต์ + รูไทล์

ที่อุณหภูมิ 950 และ 1000 °ซ. พบ

- ∞ -ออกไซด์ + ซูโดบรูคไคต์
- ซูโดบรูคไคต์ + รูไทล์

จะเห็นว่าผลที่เกิดขึ้นไม่มีเฟสบิเนลเกิดขึ้น สำหรับอัตราการออกซิเดชันสามารถประเมินค่าได้จากการลดลงของเฟอรัสไอออน ดังรูปที่ 3.7 อัตราการออกซิเดชันจะเพิ่มขึ้นที่อุณหภูมิ 750-800 °ซ. จะลดลงที่อุณหภูมิ 800-900 °ซ. และจะเพิ่มขึ้นอีกครั้งที่อุณหภูมิสูงกว่า 900 °ซ.

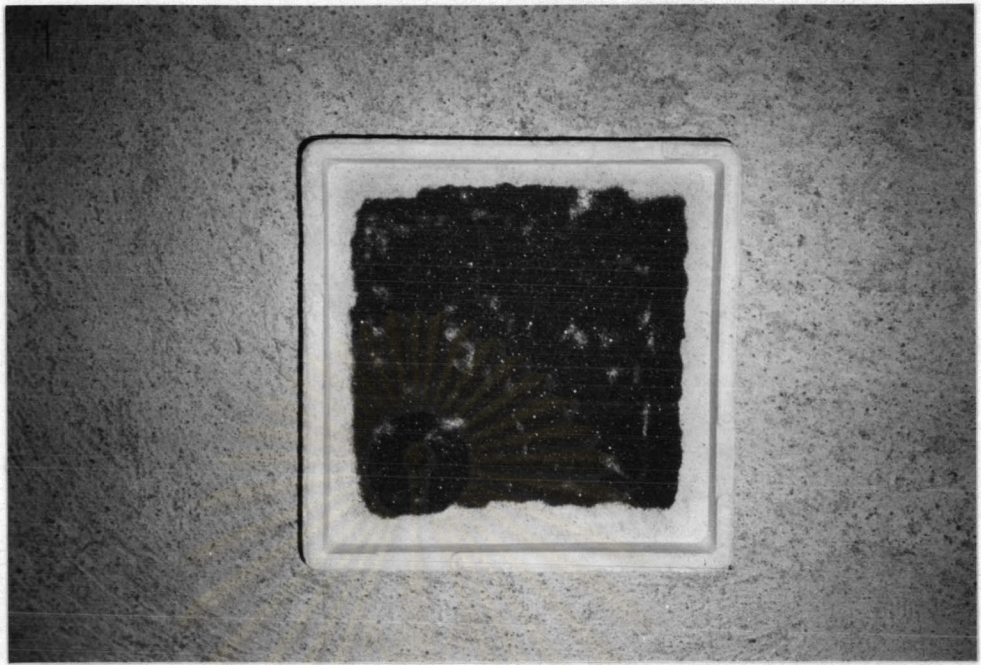
จากการศึกษาการออกซิเดชันอิลเมไนต์สองแหล่งนี้พบว่า ผลที่ได้จะแตกต่างกันอาจเพราะปริมาณเมลทินที่มีอยู่ในแร่ต่างกันโดยเฉพาะ MgO ในแหล่ง Sogndal มีปริมาณมากกว่าแหล่ง Rodsand ซึ่งโดยปกติ MnO และ MgO สามารถละลายและเสถียรในเฟสซูโดบรูคไคต์

3.2 การศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อการออกซิเดชัน

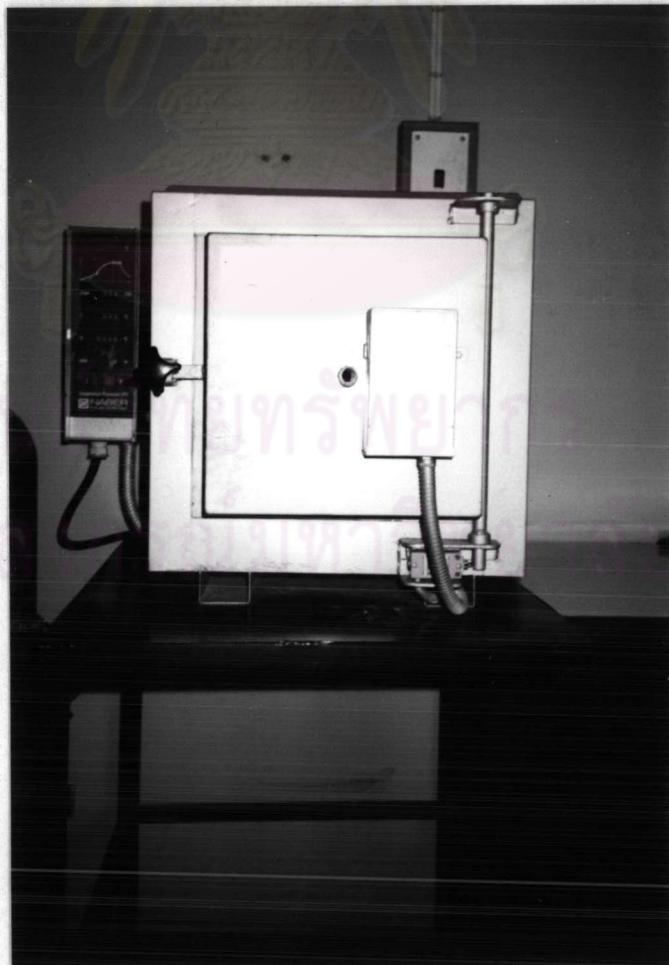
3.2.1 อุปกรณ์

อุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัยมีดังนี้

1. ถาดเซรามิก (Ceramic Tray) ดังรูปที่ 3.8
2. เตาเผาแบบ Muffle ยี่ห้อ Naber ดังรูปที่ 3.9
3. แท่งแม่เหล็ก (Magnetic Bar)
4. เครื่องวัดสภาพรับแม่เหล็กไว้ได้ (Magnetic Susceptibility Meter) ยี่ห้อ Bison รุ่น 3101 ดังรูปที่ 3.10



รูปที่ 3.8 ถาดเซรามิก



รูปที่ 3.9 เตาเผาแบบ Muffle



รูปที่ 3.10 เครื่องวัดสภาพรับแม่เหล็กไว้ได้

3.2.2 วิธีการวิจัย

1. ชั่งแร่โอลิเมไนต์ประมาณ 40 กรัม ใส่ถาดเซรามิกให้กระจายอย่างสม่ำเสมอ นำไปเผาในเตาเผาที่อุณหภูมิและเวลาต่าง ๆ ดังนี้

ที่อุณหภูมิ 600 , 650 , 700 , 750 °ซ. เผาในเวลา 30 , 60 , 120 , 240 , 480 , 960 และ 1920 นาที

ที่อุณหภูมิ 800 °ซ. เผาในเวลา 15 , 30 , 60 , 120 , 240 , 480 , 960 และ 1920 นาที

ที่อุณหภูมิ 850 °ซ. เผาในเวลา 10 , 15 , 30 , 60 , 120 , 240 , 480 , 960 และ 1920 นาที

ที่อุณหภูมิ 900 , 950 และ 1000 °ซ. เผาในเวลา 5 , 10 , 15 , 30 , 60 , 120 , 240 และ 480 นาที

2. วางทิ้งไว้ให้เย็น นำแร่ที่ผ่านการเผาไปทดสอบความเป็นแม่เหล็กกับแท่งแม่เหล็ก วัดค่าสภาพรับแม่เหล็กไว้ได้โดยเครื่องวัดสภาพรับแม่เหล็กไว้ได้ (ดูภาคผนวก ข) ตรวจสอบผลของตัวอย่างโดยเครื่องรังสีเอกซ์เลี้ยวเบน และวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์เฟอรัสไอออนด้วยวิธีทางเคมี

3.2.3 ผลการวิจัย

1. ผลการทดสอบคุณสมบัติทางแม่เหล็กของแร่โอลิเมไนต์ที่ผ่านการออกซิเดชันที่อุณหภูมิและเวลาต่าง ๆ ดังแสดงในตารางที่ 3.2
2. ผลการตรวจสอบเฟสของแร่โอลิเมไนต์ที่ผ่านการออกซิเดชันที่อุณหภูมิและเวลาต่าง ๆ โดยเครื่องรังสีเอกซ์เลี้ยวเบน ดังแสดงในรูปที่ 3.11 , 3.12 , 3.13 , 3.14 , 3.15 , 3.16 , 3.17 , 3.18 และ 3.19 แบบอย่างรังสีเอกซ์เลี้ยวเบน (XRD Pattern) ของแร่โอลิเมไนต์ที่ผ่านการออกซิเดชันอุณหภูมิ 600 , 650 , 700 , 750 , 800 , 850 , 900 , 950 และ 1000 °C. ตามลำดับ ที่เวลาต่าง ๆ
3. ผลการวัดค่าสภาพรับแม่เหล็กไว้ได้ของแร่โอลิเมไนต์ที่ผ่านการออกซิเดชันที่อุณหภูมิและเวลาต่าง ๆ ดังแสดงในตารางที่ 3.3 และรูปที่ 3.20
4. ผลการวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์เฟอร์รัสไอออนของตัวอย่างแร่โอลิเมไนต์ที่ผ่านการออกซิเดชันที่อุณหภูมิและเวลาต่าง ๆ ดังแสดงในตารางที่ 3.4 และรูปที่ 3.21

3.2.4 สรุปและอภิปรายผลการวิจัย

1. จากผลการทดสอบคุณสมบัติทางแม่เหล็กของแร่โอลิเมไนต์ที่ผ่านการออกซิเดชันที่อุณหภูมิและเวลาต่าง ๆ เปรียบเทียบกับผลการตรวจสอบเฟสของแร่ ค่าสภาพรับแม่เหล็กไว้ได้

ที่อุณหภูมิ 600 °C. เมื่อเผาเป็นเวลา 2 ชั่วโมงขึ้นไป จะมีเฟสรูไทล์เกิดขึ้นเล็กน้อย มีคุณสมบัติไม่ติดแม่เหล็ก

ที่อุณหภูมิ 650 °C. เมื่อเผาเป็นเวลา 2 ชั่วโมงขึ้นไป จะมีเฟสรูไทล์ขึ้นมา เมื่อเผาเวลาเพิ่มขึ้นเฟสรูไทล์จะปรากฏเพิ่มขึ้น ทำให้เฟสของโอลิเมไนต์เริ่มลดลง แร่มีคุณสมบัติติดแม่เหล็ก อาจเกิดปฏิกิริยา 3.1



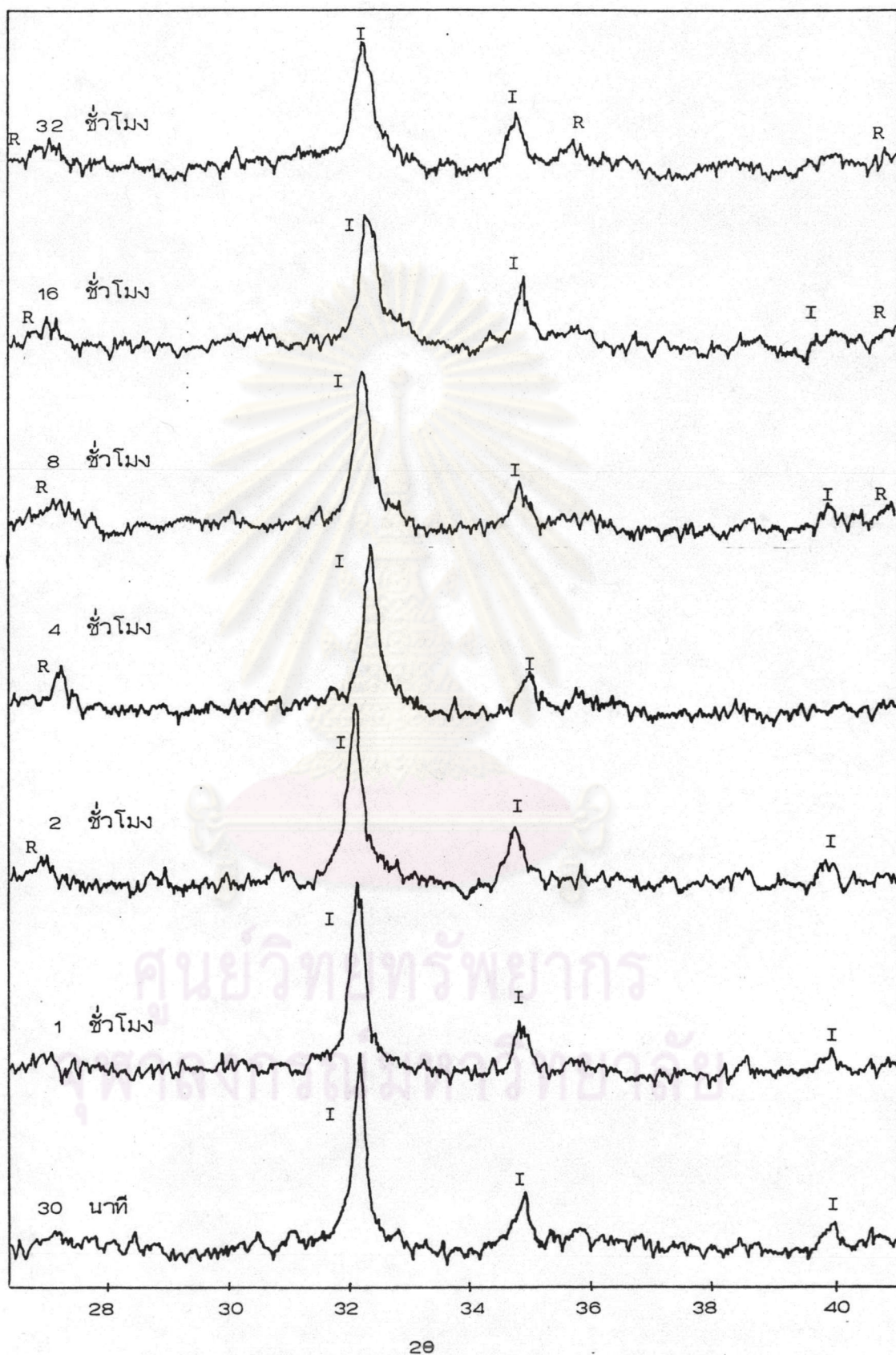
จะเห็นว่าในการตรวจสอบด้วยรังสีเอกซ์เลี้ยวเบนไม่พบเฟสเหล็กออกไซด์ อาจเพราะว่าในการตรวจสอบได้ใช้หลอดรังสีทองแดง ซึ่งอาจไม่เหมาะสมต่อเฟสเหล็กออกไซด์ก็เป็นได้

ที่อุณหภูมิ 700 °C. เฟสรูไทล์จะเกิดขึ้นเมื่อเผาเป็นเวลา 1 ชั่วโมงขึ้นไป จะเห็นว่าแร่มีคุณสมบัติติดแม่เหล็กเมื่อมีเฟสรูไทล์ขึ้นมา เพราะมี Fe_2O_3 เกิดขึ้นดังปฏิกิริยา 3.1

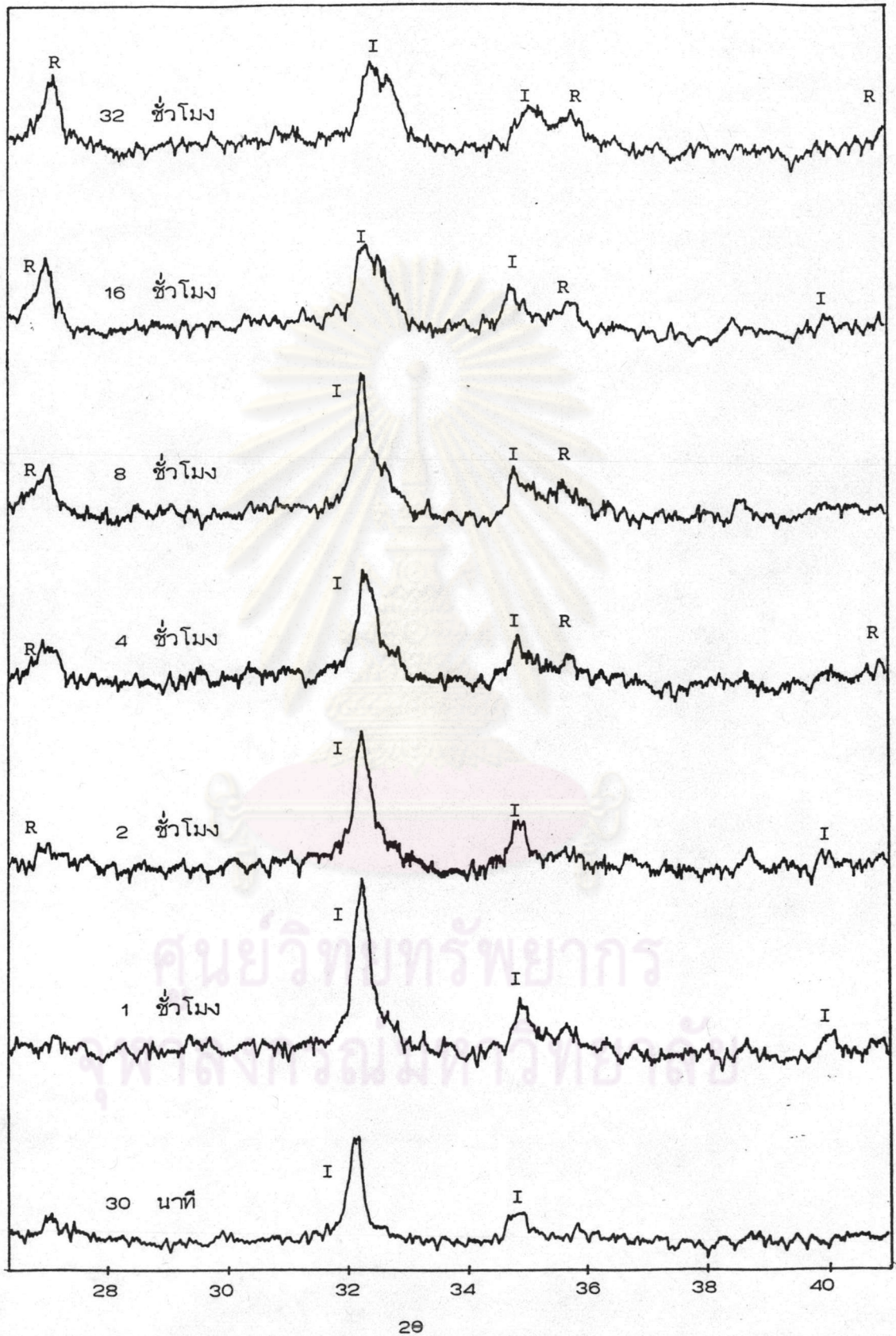
ตารางที่ 3.2 ผลการทดสอบคุณสมบัติทางแม่เหล็กของแร่โอลิเวอไรต์ที่ผ่านการออกซิเดชันที่อุณหภูมิและเวลาต่าง ๆ

เวลา (นาที) อุณหภูมิ (°C)	5	10	15	30	60 (1 ชม)	120 (2 ชม)	240 (4 ชม)	480 (8 ชม)	960 (16 ชม)	1920 (32 ชม)
600				ติดเล็กน้อย	ติดเล็กน้อย	ไม่ติด	ไม่ติด	ไม่ติด	ไม่ติด	ไม่ติด
650				ติดเล็กน้อย	ติดเล็กน้อย	ติดเล็กน้อย	ติด	ติด	ติด	ติด
700				ติดเล็กน้อย	ติด	ติด	ติด	ติด	ติด	ติด
750				ติดเล็กน้อย	ติด	ติด	ติด	ติด	ติด	ติด
800			ติด	ติด	ติด	ติด	ติด	ติด	ไม่ติด	ไม่ติด
850		ติด	ติด	ติด	ติด	ติด	ติด	ไม่ติด	ไม่ติด	ไม่ติด
900	ติด	ติด	ติด	ติด	ติด	ติดเล็กน้อย	ไม่ติด	ไม่ติด	ไม่ติด	ไม่ติด
950	ติด	ติด	ติด	ติด	ติด	ไม่ติด	ไม่ติด	ไม่ติด	ไม่ติด	ไม่ติด
1000	ติด	ติด	ไม่ติด	ไม่ติด	ไม่ติด	ไม่ติด	ไม่ติด	ไม่ติด	ไม่ติด	ไม่ติด

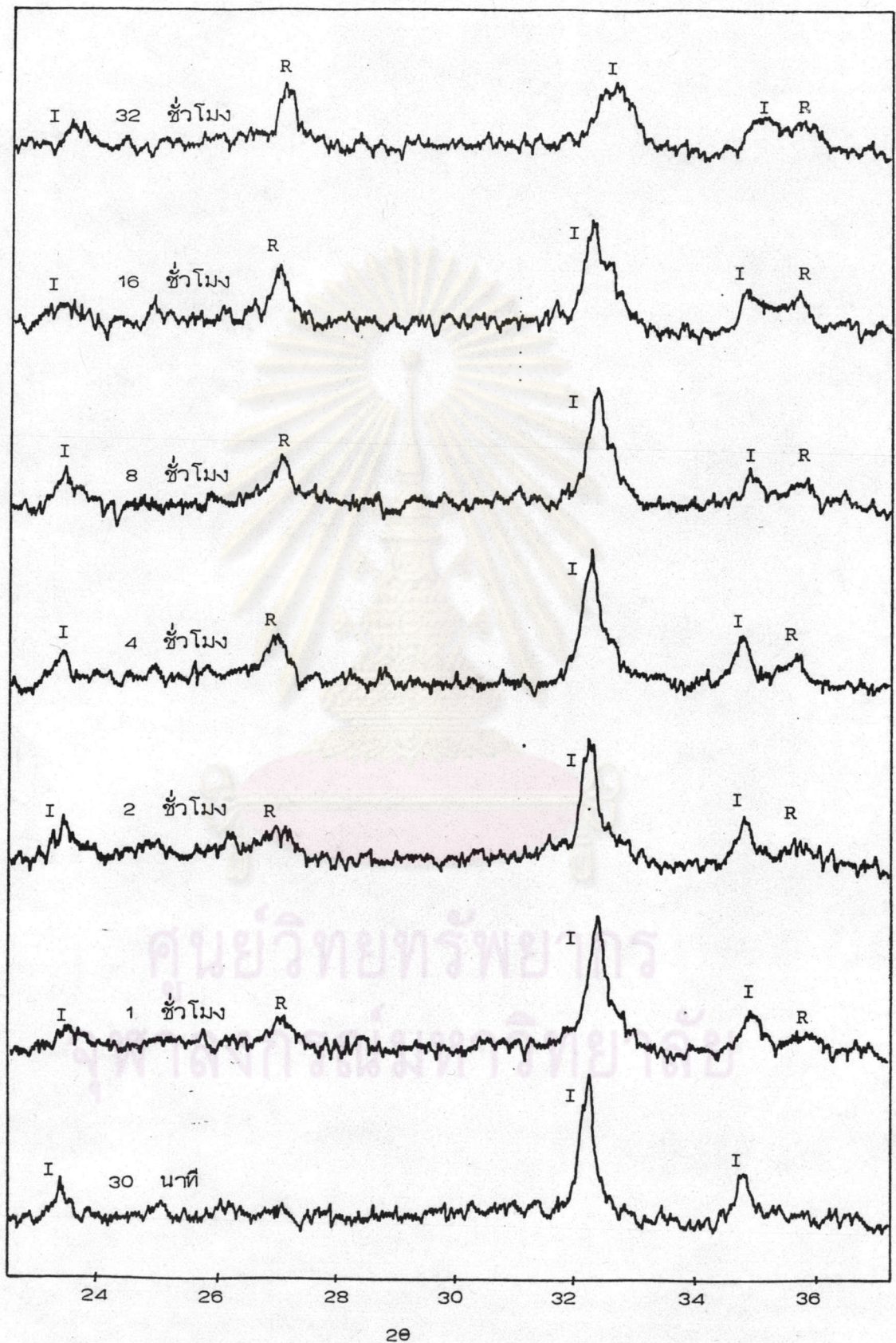
หมายเหตุ ติดเล็กน้อย = ติดแม่เหล็กเล็กน้อย
 ติด = ติดแม่เหล็ก
 ไม่ติด = ไม่ติดแม่เหล็ก



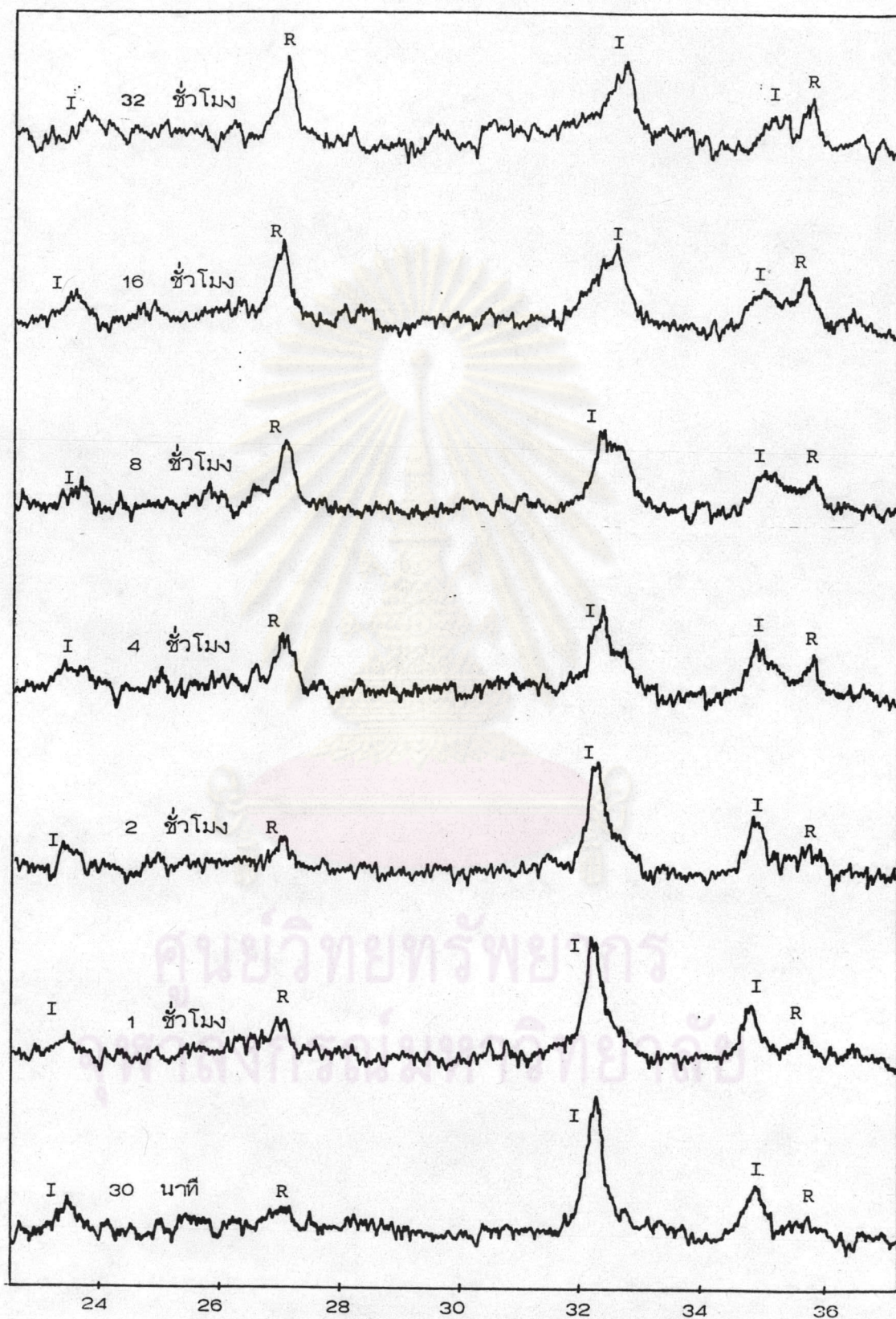
รูปที่ 3.11 แบบอย่างรังสีเอกซ์เลี้ยวเบนของแร่ซิลิเกตที่ผ่านการออกซิเดชันอุณหภูมิ 600°C . ที่เวลาต่าง ๆ การแผ่รังสี $\text{CuK}_{\alpha 1}$ ตัวกรอง Ni
 I = ซิลิเกต R = รูไทล์



รูปที่ 3.12 แบบอย่างรังสีเอกซ์เลี้ยวเบนของแร่ซิลิเกตที่ผ่านการออกซิเดชันอุณหภูมิ 650 °C. ที่เวลาต่าง ๆ การแผ่รังสี $\text{CuK}_{\alpha 1}$ ตัวกรอง Ni
I = อิลเมไนต์ R = รูไทล์

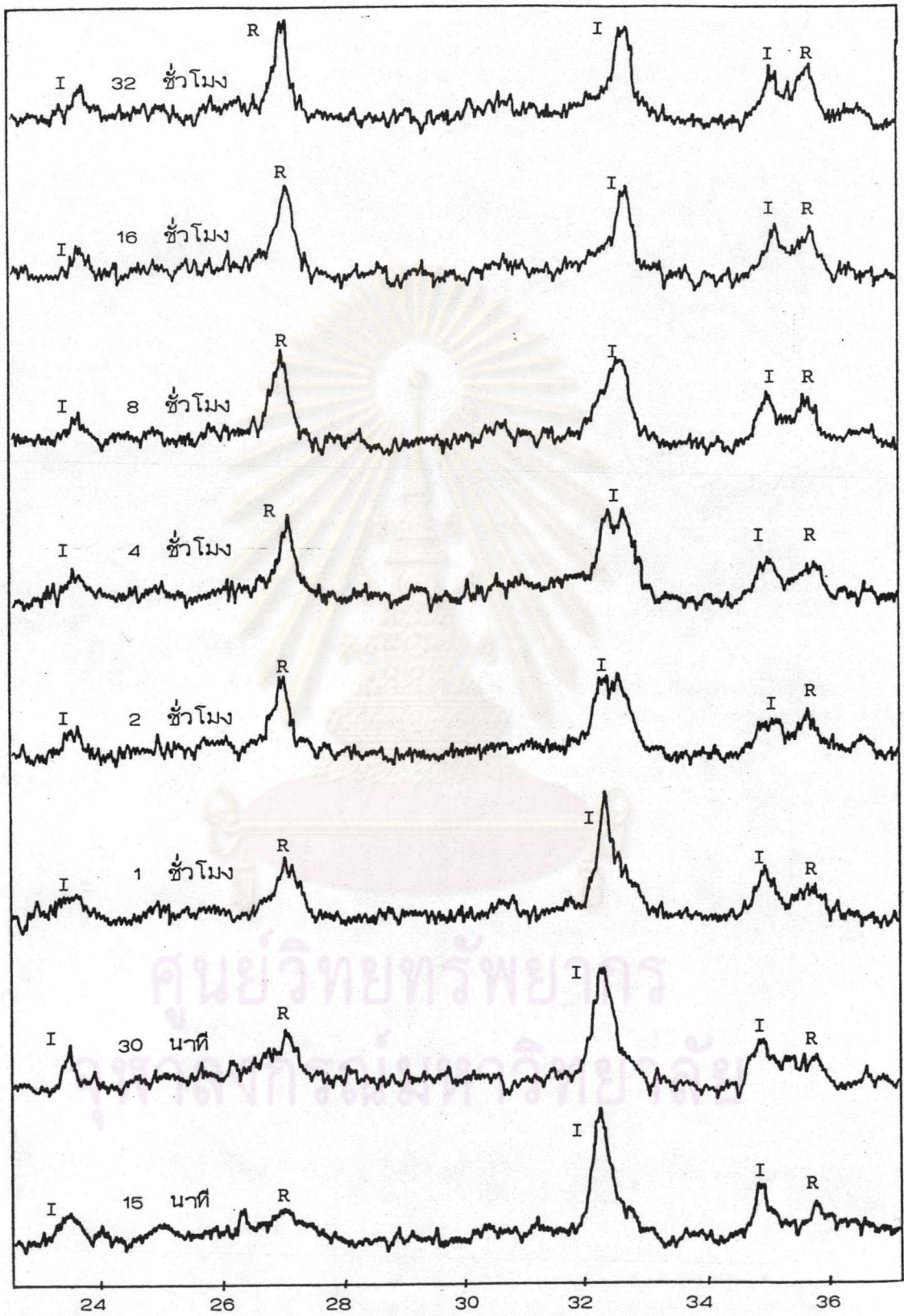


รูปที่ 3.13 แบบอย่างรังสีเอกซ์เลี้ยวเบนของแรอนิกเกิลเมทัลที่ผ่านการออกซิเดชันอุณหภูมิ 700 °ซ.
 ที่เวลาต่าง ๆ การแผ่รังสี $\text{CuK}_{\alpha 1}$ ตัวกรอง Ni
 I = นิกเกิลเมทัล R = นิกเกิลออกไซด์



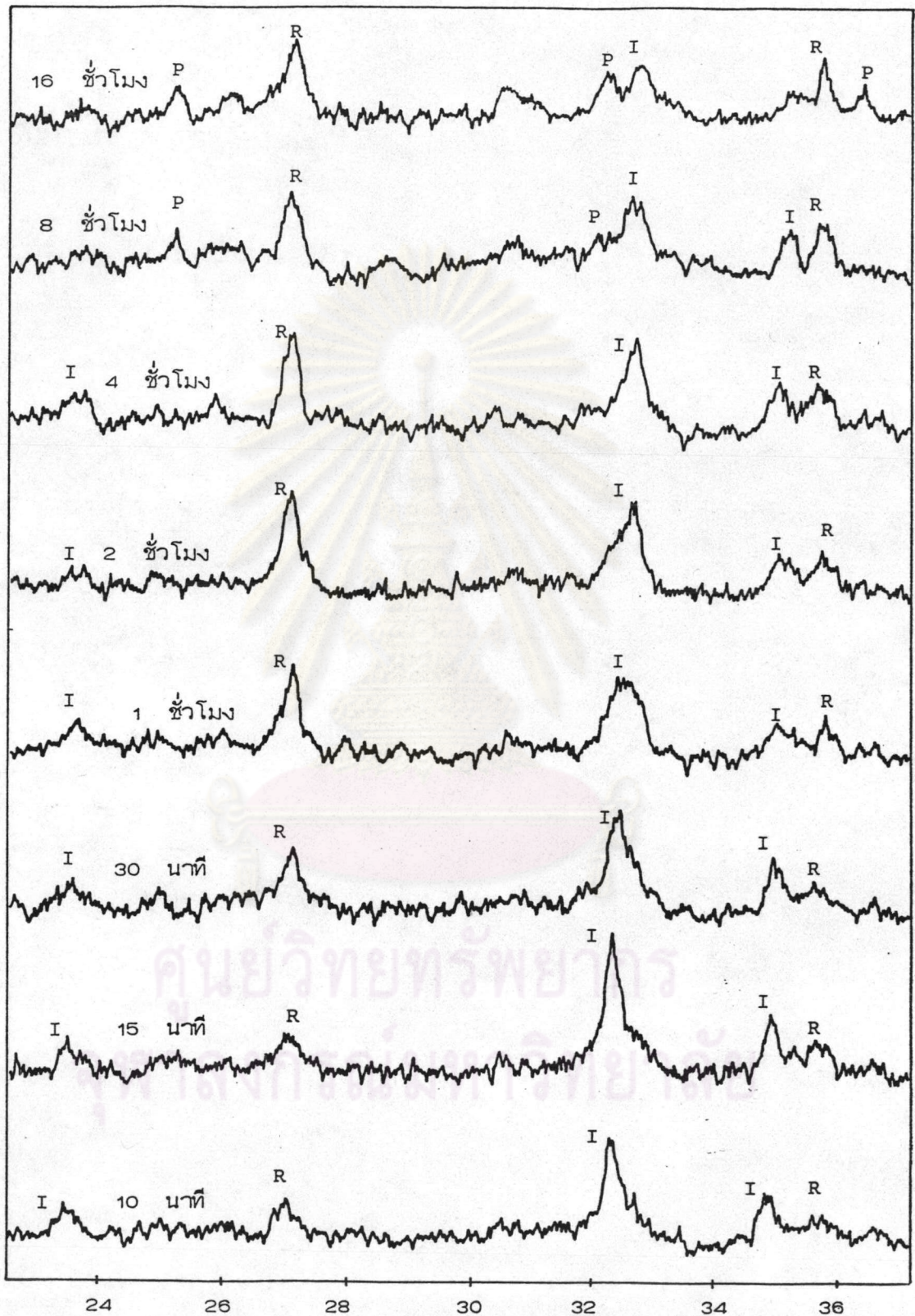
29

รูปที่ 3.14 แบบอย่างรังสีเอกซ์เลี้ยวเบนของแร่อิลเมไนต์ที่ผ่านการออกซิเดชันอุณหภูมิ 750 °ซ.
 ที่เวลาต่าง ๆ การแผ่รังสี $\text{CuK}_{\alpha 1}$ ตัวกรอง Ni
 I = อิลเมไนต์ R = รูไทล์

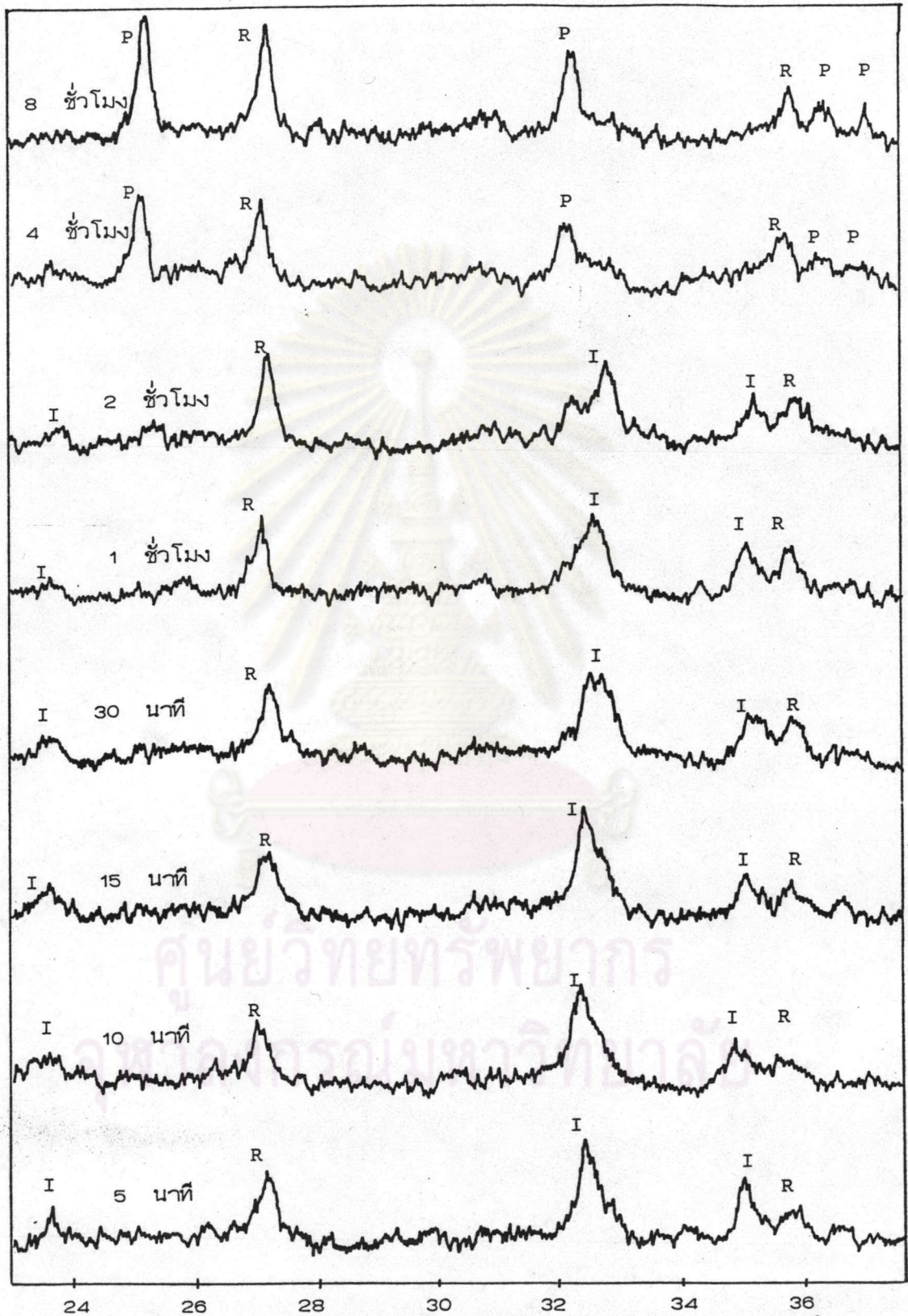


20

รูปที่ 3.15 แบบอย่างรังสีเอกซ์เลี้ยวเบนของแร่ซิลิเกตที่ผ่านการออกซิเดชันอุณหภูมิ 800 °ซ. ที่เวลาต่าง ๆ การแผ่รังสี $\text{CuK}_{\alpha 1}$ ตัวกรอง Ni
 I = ซิลิเกต R = รูไทล์

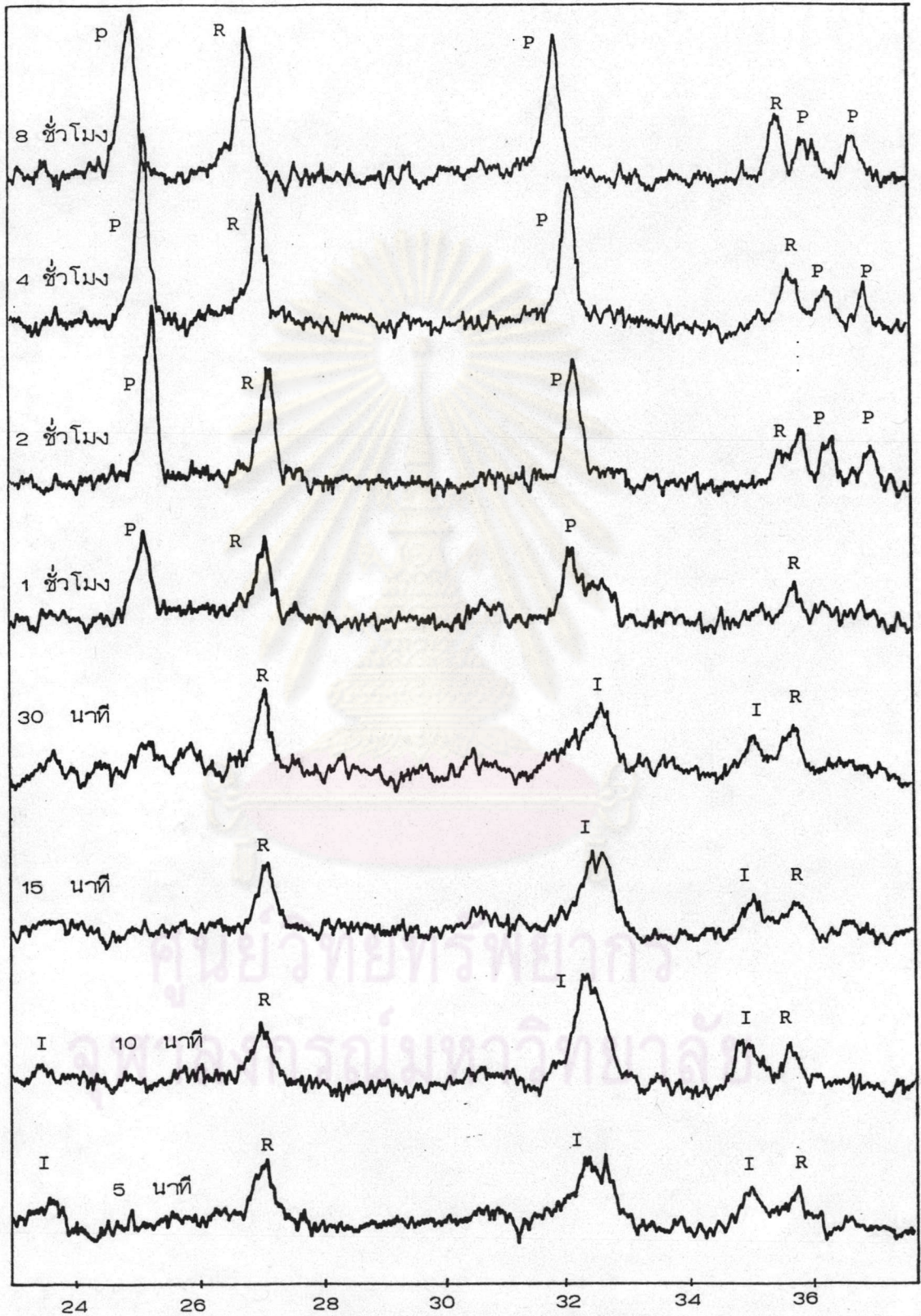


รูปที่ 3.16 แบบอย่างรังสีเอกซ์เลี้ยวเบนของแร้อิลเมไนด์ที่ผ่านการออกซิเดชันอุณหภูมิ 850 °ซ.
 ที่เวลาต่าง ๆ การแผ่รังสี $\text{CuK}_{\alpha 1}$ ตัวกรอง Ni
 I = อิลเมไนด์ P = ซุโดมรูดโกต์ R = รูไทล์



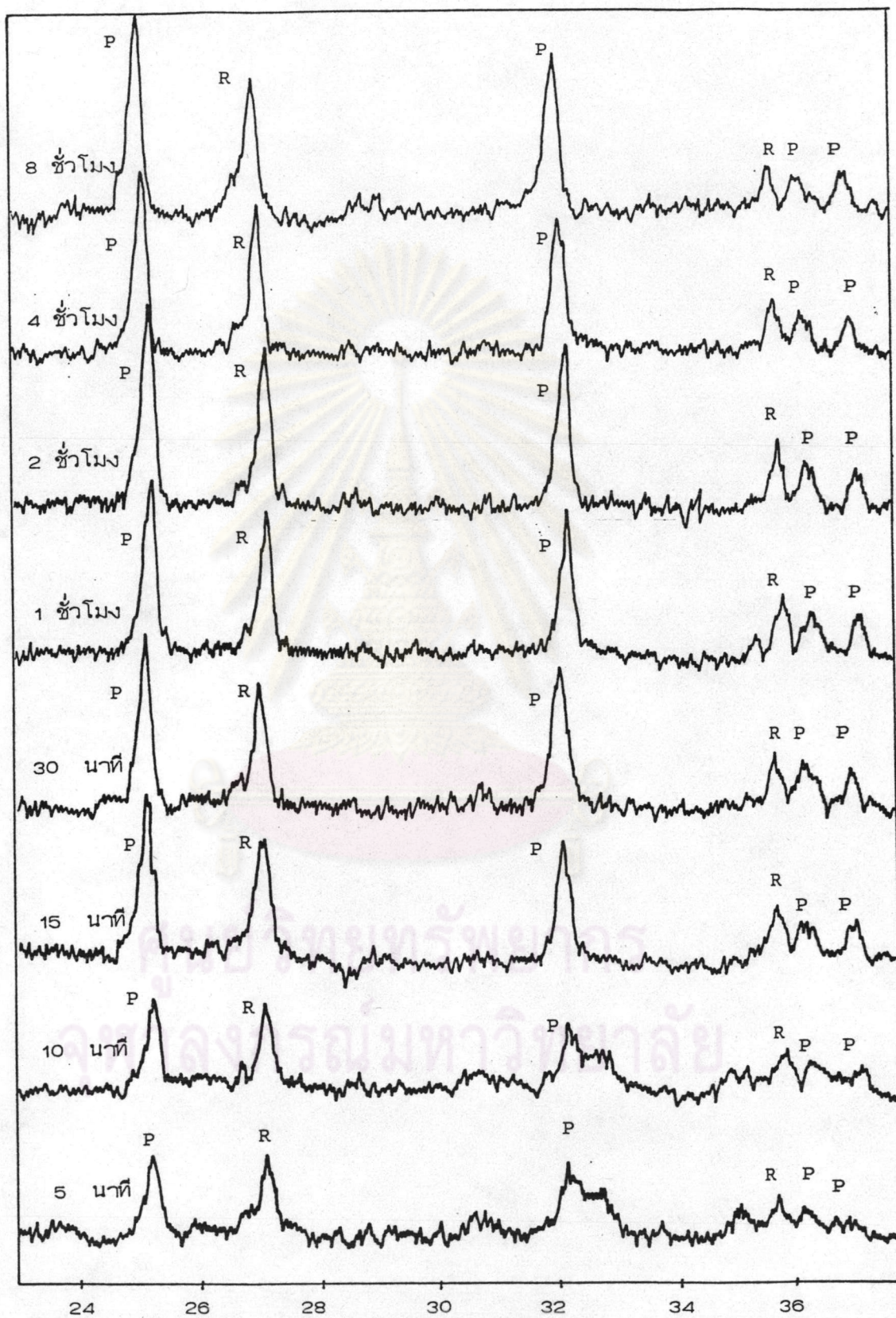
29

รูปที่ 3.17 แบบอย่างรังสีเอกซ์เลี้ยวเบนของแร่อิลเมไนด์ที่ผ่านการออกซิเดชันอุณหภูมิ 900 °ซ. ที่เวลาต่าง ๆ การแผ่รังสี $CuK_{\alpha 1}$ ตัวกรอง Ni
 I = อิลเมไนด์ P = ซูโดบรูคไทต์ R = รูไทล์



20

รูปที่ 3.18 แบบอย่างรังสีเอกซ์เลี้ยวเบนของแร่นิลเมไนด์ที่ผ่านการออกซิเดชันอุณหภูมิ 950 °ซ. ที่เวลาต่าง ๆ การแผ่รังสี CuK_{α_1} ตัวกรอง Ni
 I = นิลเมไนด์ P = ซุโดบรูคไคต์ R = รูไทล์



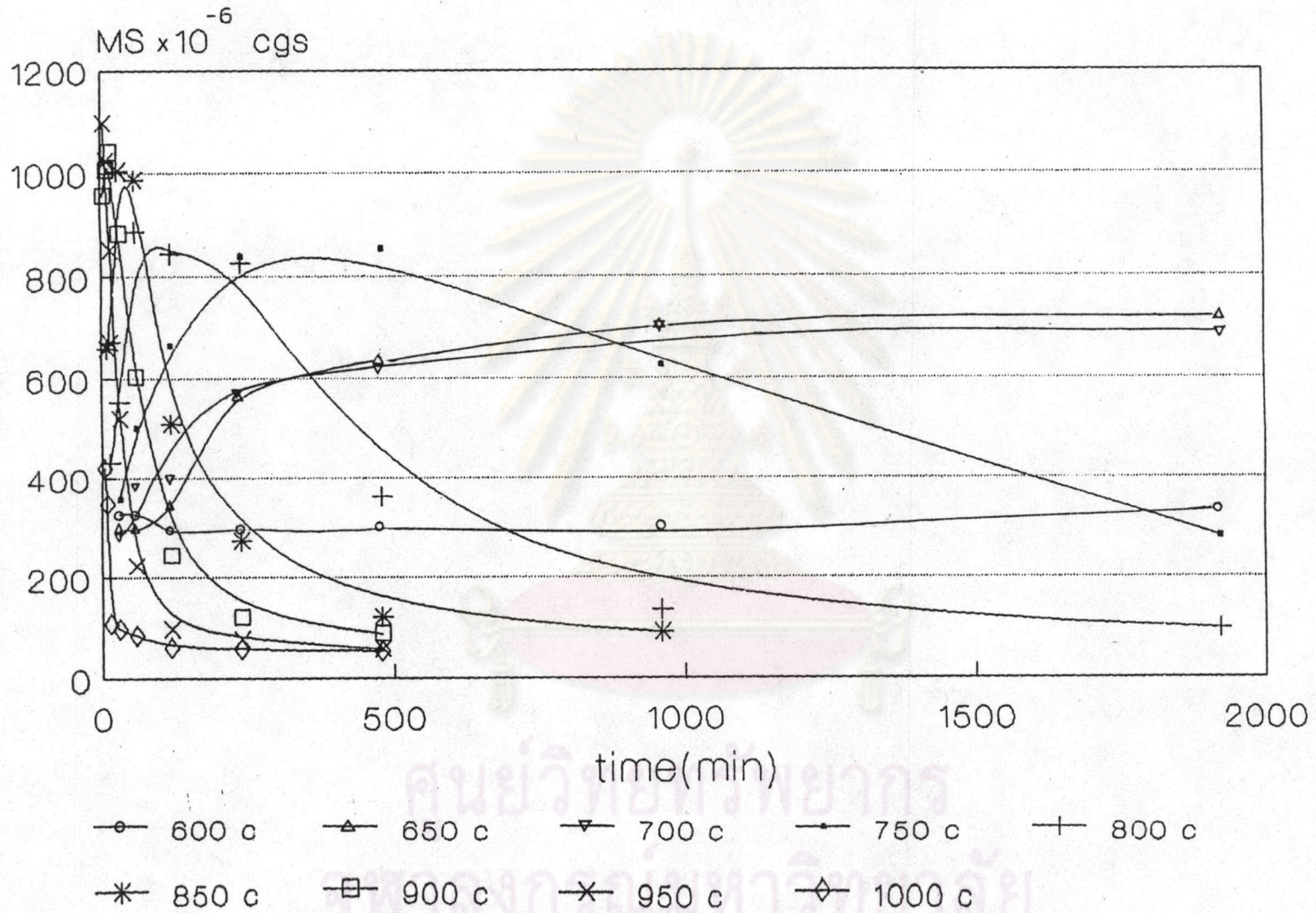
26

รูปที่ 3.19 แบบอย่างรังสีเอกซ์เดี่ยวเบนของแร่ซิลิเกตที่ผ่านการออกซิเดชันอุณหภูมิ 1000 °ซ.
 ที่เวลาต่าง ๆ การแผ่รังสี $\text{CuK}_{\alpha 1}$ ตัวกรอง Ni
 I = อิลเมไนต์ P = ชูโดบรูคไคต์ R = รูไทล์

ตารางที่ 3.3 ผลการวัดค่าสภาพรับแม่เหล็กไว้ได้ของแร่โอลิเมไนต์ที่ผ่านการออกซิเดชันที่อุณหภูมิและเวลาต่าง ๆ หน่วย $\times 10^{-6}$ ซีจีเอส

เวลา (นาที) อุณหภูมิ (°C)	5	10	15	30	60 (1 ชม)	120 (2 ชม)	240 (4 ชม)	480 (8 ชม)	960 (16 ชม)	1920 (32 ชม)
600				325	324	295	295	303	302	335
650				304	302	348	569	639	713	728
700				284	383	407	575	623	711	694
750				357	500	666	839	853	627	282
800			431	552	886	844	826	363	135	97
850		660	672	1004	987	508	275	121	90	
900	956	1005	1039	881	602	245	119	87		
950	1096	1023	850	519	224	97	77	58		
1000	420	347	108	97	84	61	58	53		

หมายเหตุ แร่โอลิเมไนต์ดิบมีค่าสภาพรับแม่เหล็กไว้ได้เท่ากับ 294×10^{-6} ซีจีเอส

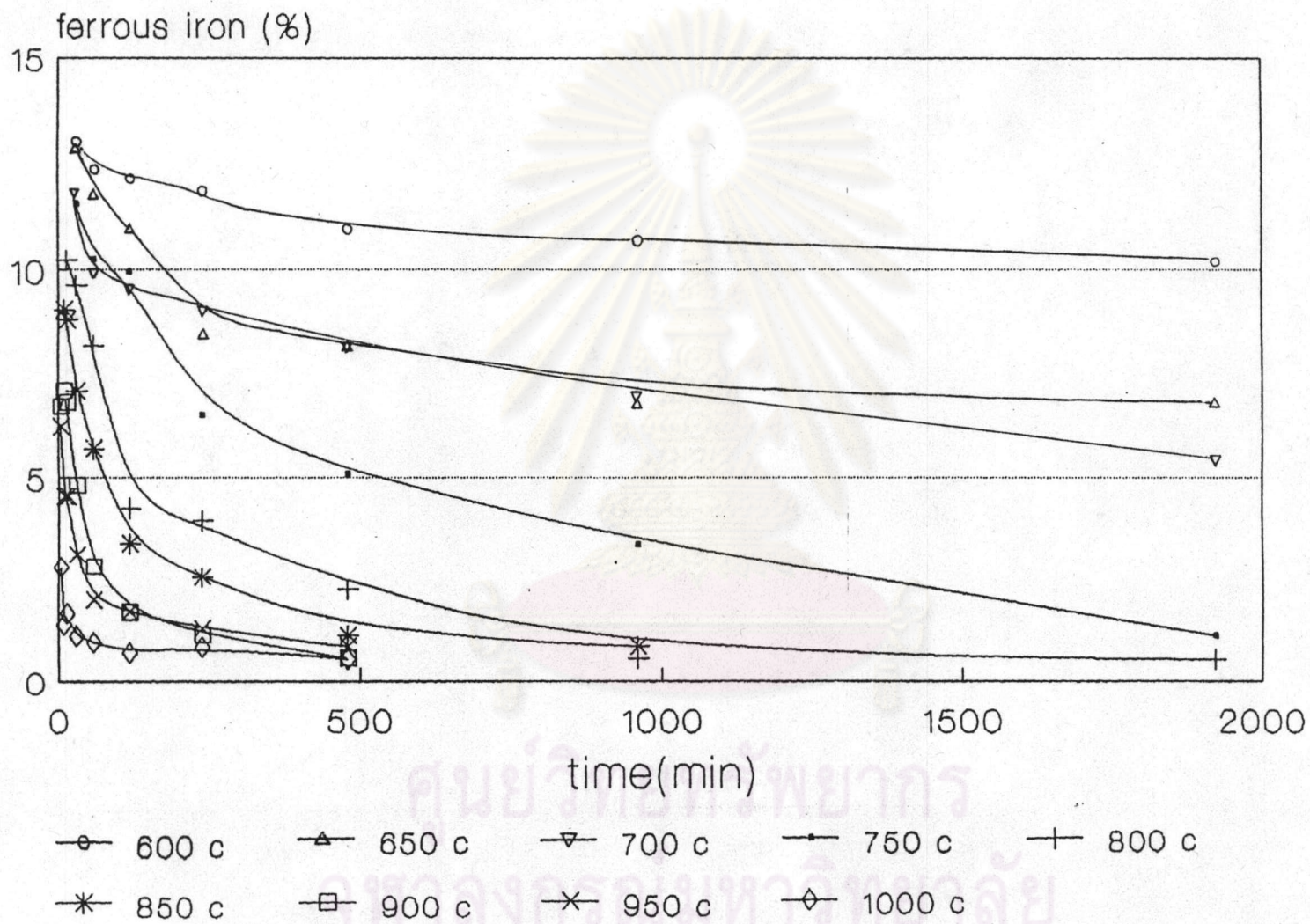


รูปที่ 3.20 ผลการวัดค่าสภาพรับแม่เหล็กไว้ได้ของแร่โอลิเมไนต์ที่ผ่านการออกซิเดชันที่อุณหภูมิและเวลาต่าง ๆ

ตารางที่ 3.4 ผลการวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์เฟอร์รัสไอออนของแร่ฮิลเมไนต์ที่ผ่านการออกซิเดชันที่อุณหภูมิและเวลาต่าง ๆ

เวลา (นาที) อุณหภูมิ (°C)	5	10	15	30	60 (1 ชม)	120 (2 ชม)	240 (4 ชม)	480 (8 ชม)	960 (16 ชม)	1920 (32 ชม)
600				13.10	12.43	12.20	11.91	11.04	10.70	10.19
650				12.93	11.88	11.04	8.53	8.21	6.78	6.81
700				11.89	9.95	9.57	9.03	8.21	6.98	5.39
750				11.58	10.25	9.95	6.51	5.08	3.40	1.13
800			10.22	9.62	8.19	4.26	3.97	2.26	0.57	0.56
850		9.05	8.81	7.10	5.69	3.41	2.55	1.13	0.85	
900	6.71	7.09	6.80	4.80	2.82	1.68	1.13	0.57		
950	6.22	4.55	4.54	3.15	1.98	1.70	1.30	0.85		
1000	2.82	1.40	1.67	1.11	0.96	0.70	0.84	0.56		

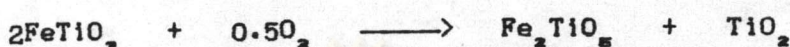
หมายเหตุ แร่ฮิลเมไนต์ดิบมีเปอร์เซ็นต์เฟอร์รัสไอออนเท่ากับ 17.68



รูปที่ 3.21 ผลการวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์เฟอร์รัสไอออนของแร่ฮีมาไทต์ที่ผ่านการออกซิเดชันที่อุณหภูมิและเวลาต่าง ๆ

ที่อุณหภูมิ 750 และ 800 °ซ. เมื่อเผาเป็นเวลา 30 และ 15 นาที
ขึ้นไป ตามลำดับก็มีเฟสรูไทล์ขึ้นมา

ที่อุณหภูมิ 850 °ซ. เมื่อเผาเป็นเวลา 10 นาทีขึ้นไปก็มีเฟสรูไทล์
และเมื่อเผาเป็นเวลา 8 ชั่วโมงเริ่มมีเฟสซุโดบรูคไคต์ขึ้นมา ดังปฏิกิริยา 3.3



จะเห็นว่าเมื่อมีเฟสซุโดบรูคไคต์เกิดขึ้น แร่จะมีคุณสมบัติไม่ติดแม่เหล็ก
ค่าสภาพรับแม่เหล็กไว้ได้ของแร่จะเริ่มลดลง

ที่อุณหภูมิ 900 และ 950 °ซ. เมื่อเผาเป็นเวลา 4 และ 1 ชั่วโมง
ตามลำดับ จะมีเฟสซุโดบรูคไคต์เกิดขึ้น เฟสอิลเมไนต์หายไป แร่มีแนวโน้มไม่ติดแม่เหล็ก ค่า
สภาพรับแม่เหล็กไว้ได้ของแร่เริ่มลดลง

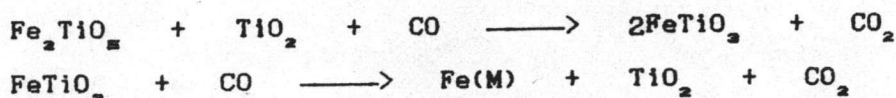
ที่อุณหภูมิ 1000 °ซ. เมื่อเผาเป็นเวลา 5 นาที มีเฟสซุโดบรูคไคต์
และรูไทล์เกิดขึ้น เฟสอิลเมไนต์หายไป เมื่อออกซิไดส์เวลายาวมากขึ้นแร่มีแนวโน้มไม่ติดแม่เหล็ก
ค่าสภาพรับแม่เหล็กไว้ได้ของแร่เริ่มลดลง จะเห็นว่าเมื่อเผาเป็นเวลามากกว่า 15 นาทีเวลา
มีผลต่อเฟสที่เกิดขึ้นน้อยเฟสจะไม่เปลี่ยนแปลง

2. จากผลการวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์เฟอร์รัสไอออนของแร่อิลเมไนต์ที่ผ่าน
การออกซิเดชันที่อุณหภูมิและเวลาต่าง ๆ ในการออกซิเดชันจะใช้ออกซิเจนออกซิไดส์เฟอร์รัส
ไอออนในอิลเมไนต์เป็นเฟอร์ริกไอออน ดังตารางที่ 3.4 และรูปที่ 3.21 จะเห็นว่าแร่ที่ผ่าน
การออกซิเดชันจะมีค่าเปอร์เซ็นต์เฟอร์รัสไอออนน้อยกว่าแร่อิลเมไนต์ดิบ เมื่อเผาที่อุณหภูมิและ
เวลายาวขึ้นเฟอร์รัสไอออนจะมีค่าลดลง

จากกราฟรูปที่ 3.20 และ 3.21 จะเห็นว่าตั้งแต่อุณหภูมิ 800-1000 °ซ.
กราฟของค่าสภาพรับแม่เหล็กไว้ได้และค่าเปอร์เซ็นต์เฟอร์รัสไอออนจะมีลักษณะใกล้เคียงกัน และ
กราฟที่อุณหภูมิต่ำกว่า 800 °ซ. ในรูปที่ 3.20 (ค่าสภาพรับแม่เหล็กไว้ได้) ไม่สัมพันธ์กับรูปที่ 3.21
(ค่าเปอร์เซ็นต์เฟอร์รัสไอออน) เหตุที่เป็นเช่นนี้ยังไม่สามารถอธิบายได้ในขณะนี้

3.3 การเตรียมตัวอย่างแร่ที่ผ่านการออกซิเดชันสำหรับขั้นตอนรีดักชัน

ในขั้นตอนรีดักชันมีการวิจัยพบว่าแร่ที่ผ่านการออกซิเดชันจะรีดิวซ์เหล็กออกไซด์ให้อยู่
ในรูปโลหะเหล็กได้ง่ายกว่าแร่อิลเมไนต์ดิบ โดยใช้แก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ (CO) เป็นตัว
รีดิวซ์ ดังปฏิกิริยา



จะเห็นว่าเฟสของแร่ที่เหมาะสมสำหรับการรีดักชันคือซูโดบรูคไทต์ (Fe_2TlO_5) และ รูไทล์ (TlO_2)

ในการเตรียมตัวอย่างแร่ที่ผ่านการออกซิเดชันสำหรับขั้นตอนรีดักชัน นำแร่โอลิเมไนต์ดิบ น้ำหนักประมาณ 5 กิโลกรัม เผาในเตาหมุน (Rotary Kiln) ในระบบเปิด มีขนาด เส้นผ่าศูนย์กลาง 40 ซม. ความเร็วรอบ 3 รอบต่อนาที ดังรูปที่ 3.22 โดยมีเงื่อนไขการออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1000 °ซ. เวลา 4 ชั่วโมง

การตรวจสอบเฟสของแร่ที่ผ่านการเผาโดยเครื่องรังสีเอกซ์เลี้ยวเบน เป็นเฟส ซูโดบรูคไทต์และรูไทล์ ดังรูปที่ 3.23

รูปที่ 3.24 แสดงภาพแร่โอลิเมไนต์ที่ผ่านการออกซิเดชันด้วยเตาหมุนที่อุณหภูมิ 1000 °ซ. เวลา 4 ชั่วโมง ด้วยกล้องสองตา จะเห็นว่าแร่จะเปลี่ยนเป็นสีเทาเมื่อเปรียบเทียบกับสีของแร่โอลิเมไนต์ดิบซึ่งได้แสดงไว้ดังรูปที่ 2.14

รูปที่ 3.25 แสดงเม็ดแร่และผิวแร่โอลิเมไนต์ที่ผ่านการออกซิเดชันด้วยเตาหมุนที่อุณหภูมิ 1000 °ซ. เวลา 4 ชั่วโมง ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน

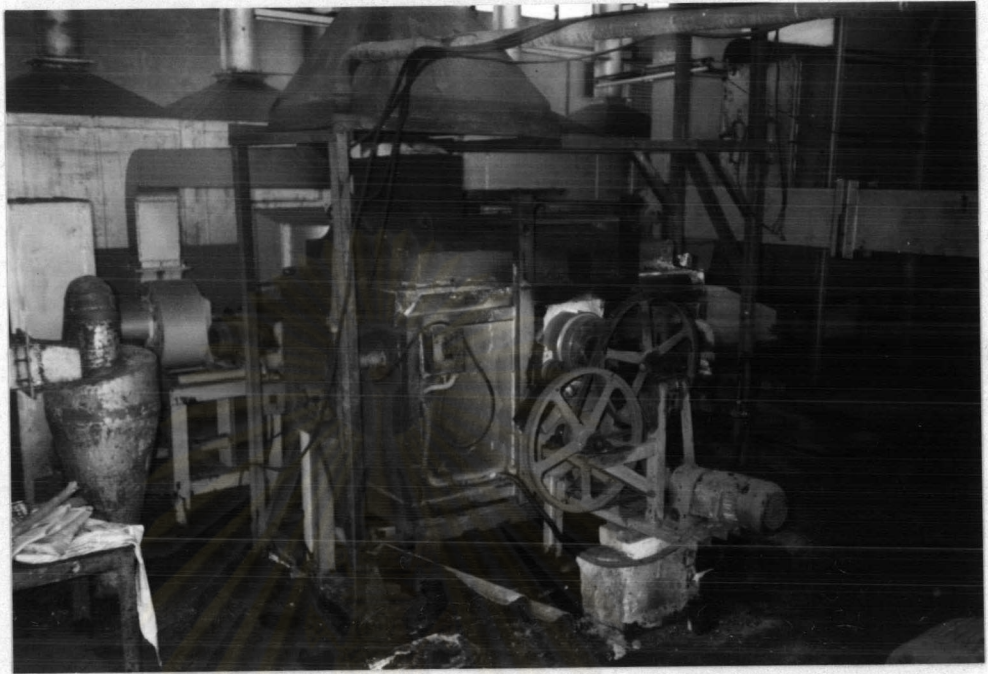
รูปที่ 3.26 แสดงภาพแร่ซัคมันของแร่โอลิเมไนต์ที่ผ่านการออกซิเดชันด้วยเตาหมุนที่อุณหภูมิ 1000 °ซ. เวลา 4 ชั่วโมง ด้วยกล้องจุลทรรศน์

รูปที่ 3.27 แสดงภาพแร่ซัคมันของแร่โอลิเมไนต์ที่ผ่านการออกซิเดชันด้วยเตาหมุนที่อุณหภูมิ 1000 °ซ. เวลา 4 ชั่วโมง ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน และการกระจายตัวของธาตุไทเทเนียม เหล็ก แมงกานีส จะเห็นว่ามีลักษณะเหมือนกับรูปที่ 2.17 ซึ่งแสดงลักษณะของแร่โอลิเมไนต์ดิบ เพราะการออกซิเดชันเป็นการออกซิไดส์เฟอร์รัสไอออนเป็นเฟอร์ริกไอออนไม่ได้สกัดธาตุได้ออกไป

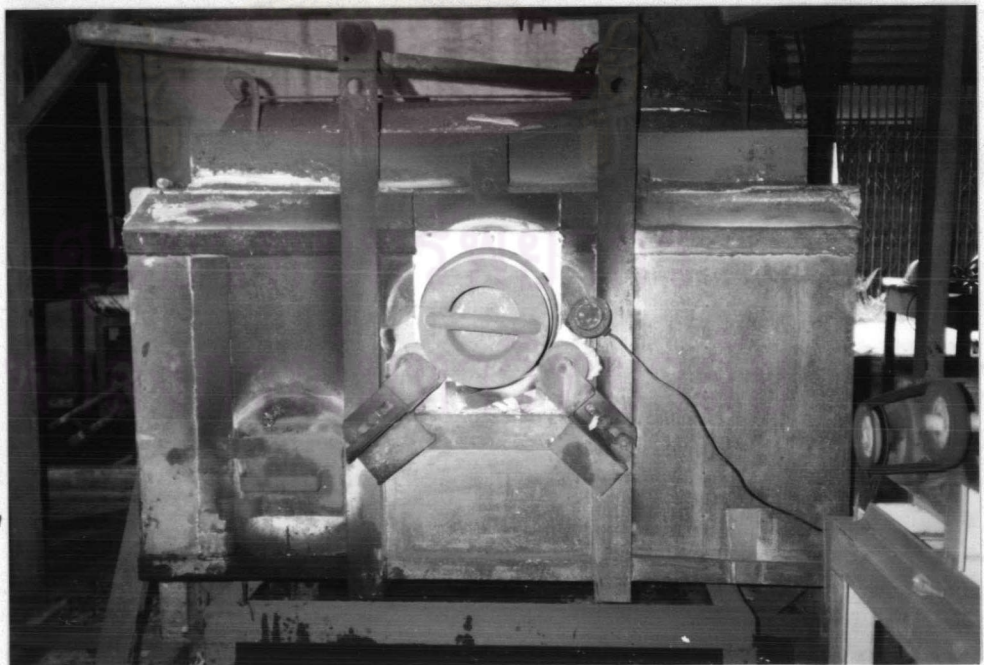
ส่วนประกอบของแร่โอลิเมไนต์ที่ผ่านการออกซิเดชันด้วยเตาหมุนที่อุณหภูมิ 1000 °ซ. เวลา 4 ชั่วโมง โดยการวิเคราะห์ทางเคมีมีดังนี้

TlO_2	51.86 %
Fe total	31.98 %
FeO	0.99 %
Fe_2O_3	44.62 %
MnO	4.10 %

จะเห็นว่าค่าเฟอร์ริกออกไซด์ (FeO) ในแร่โอลิเมไนต์ที่ผ่านการออกซิเดชันจะลดลง จาก 22.74 % ในแร่โอลิเมไนต์ดิบเป็น 0.99 % ค่าเฟอร์ริกออกไซด์ (Fe_2O_3) จะเพิ่มขึ้น จาก 20.44 % เป็น 44.62 %

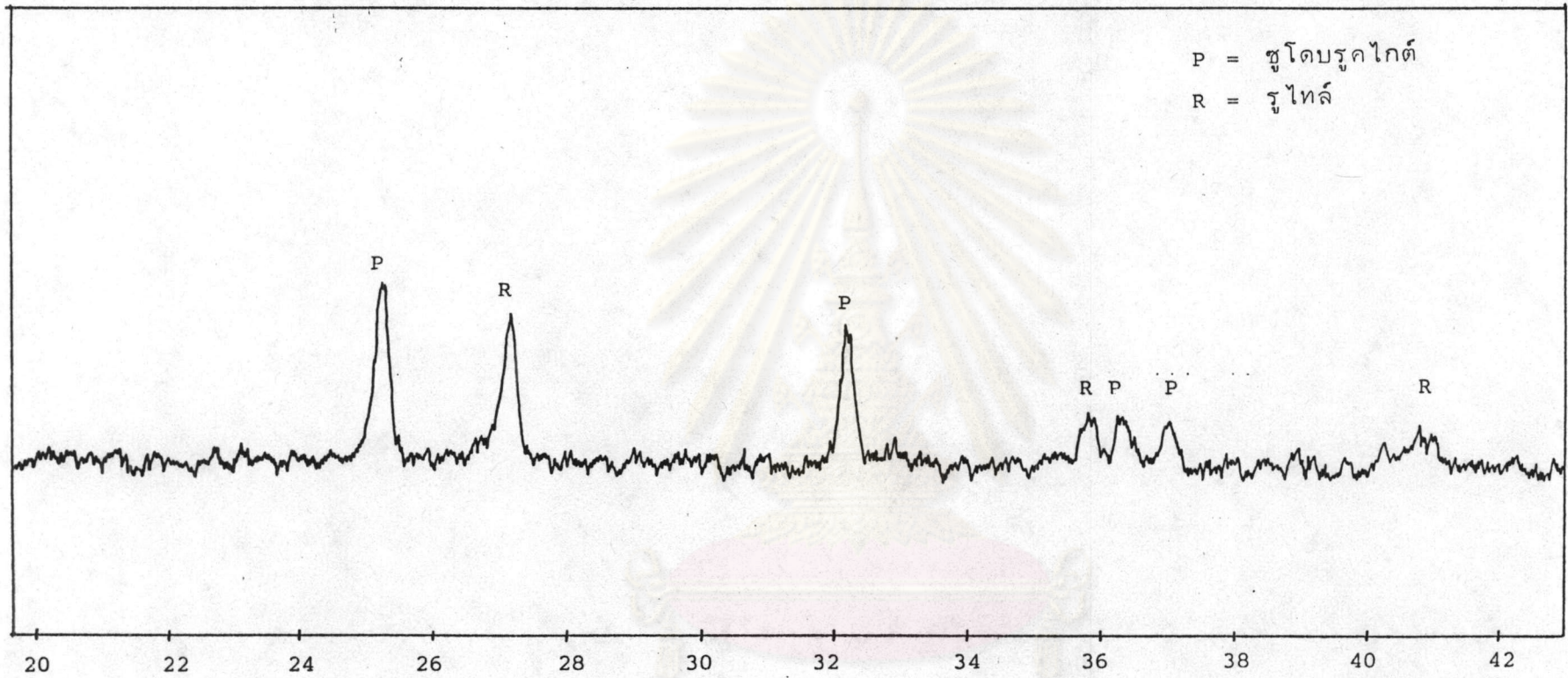


(ก) ด้านหน้า



(ข) ด้านหลัง

รูปที่ 3.22 เตาหมუნ



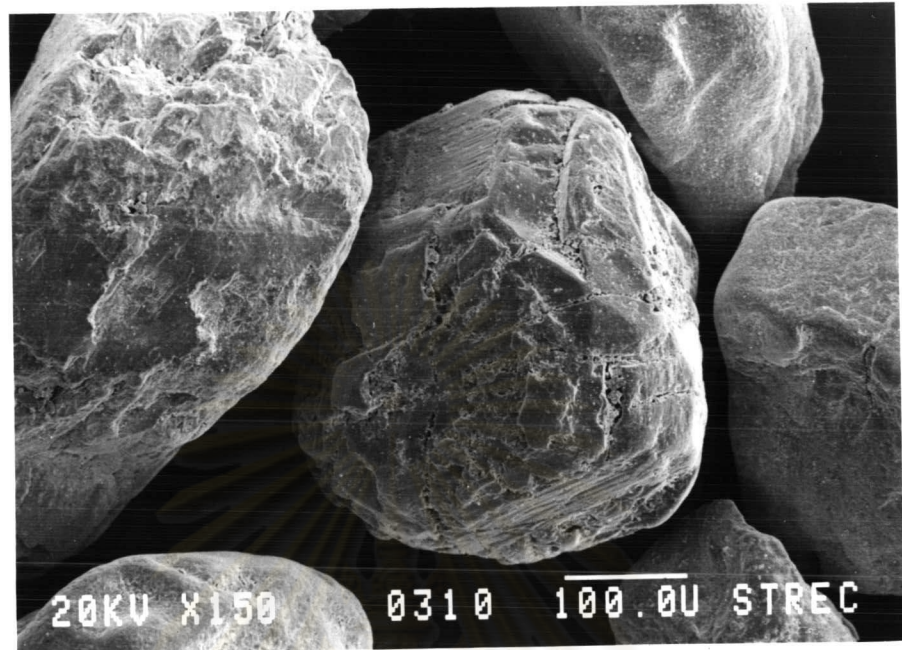
2θ

รูปที่ 3.23 แบบอย่างรังสีเอกซ์เลี้ยวเบนของแร่ นิกเกิลเมทัล ที่ผ่านการออกซิเดชันด้วยเตาหมุนที่อุณหภูมิ 1000 °ซ. เวลา 4 ชั่วโมง การแผ่รังสี $\text{CuK}_{\alpha 1}$ ตัวกรอง Ni

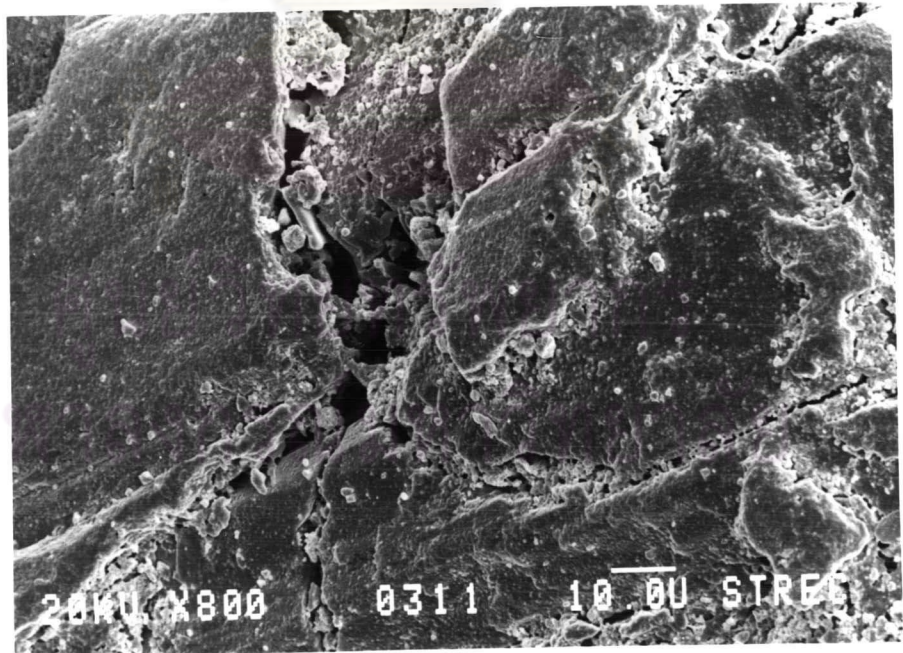


รูปที่ 3.24 แร้อิลเมนไนต์ที่ผ่านการออกซิเดชันด้วยเตาหมุนที่อุณหภูมิ 1000 °ซ. เวลา 4 ชั่วโมง ถ่ายด้วยกล้องสองตา $\times 20$ (สังเกตได้ว่ามีสีเทา)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

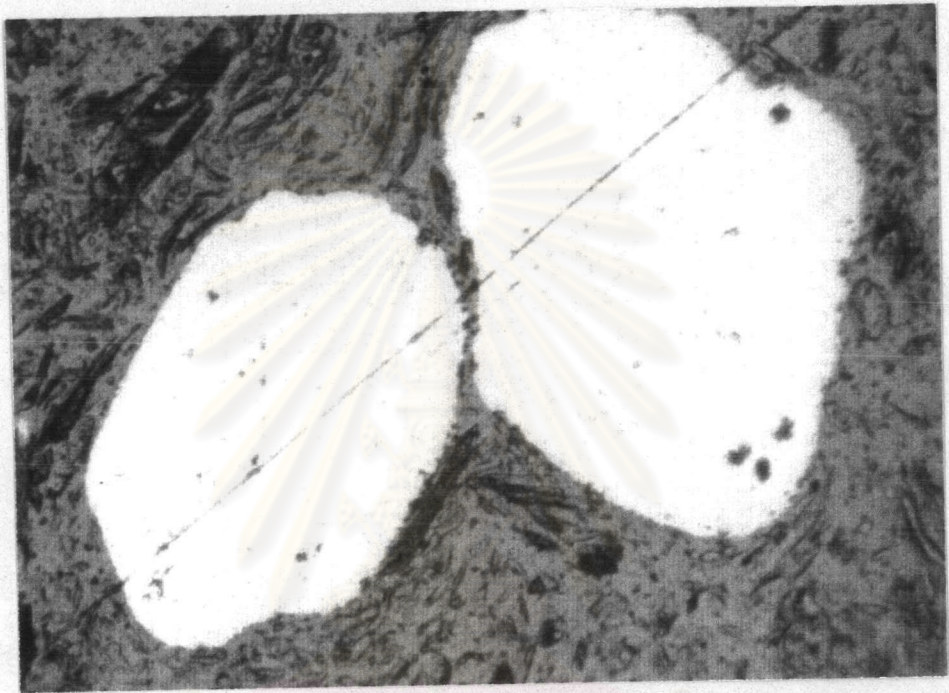


(ก) × 150



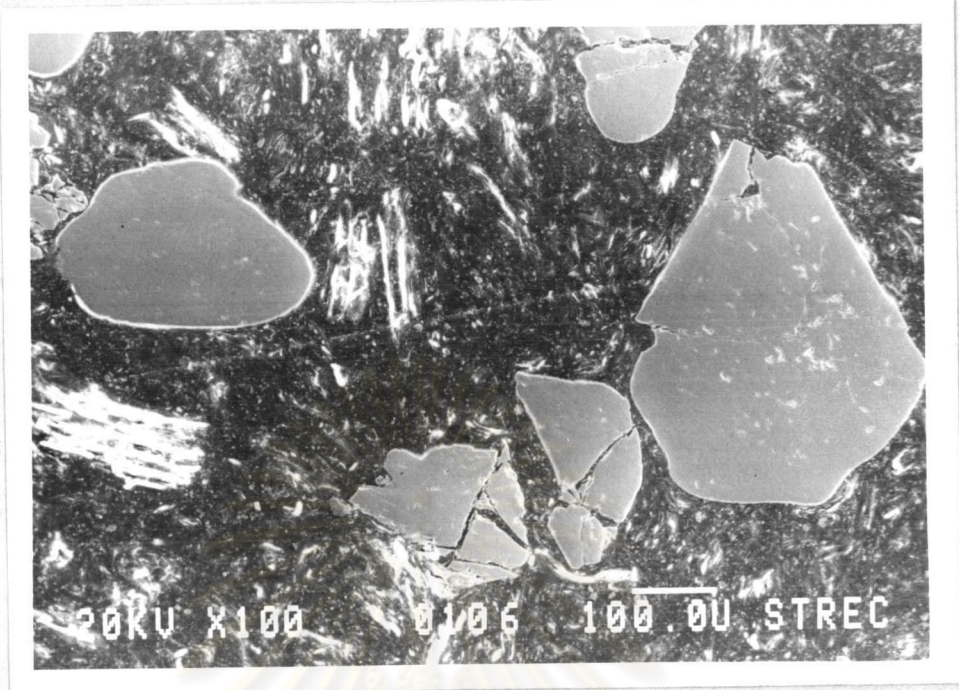
(ข) × 800

รูปที่ 3.25 เม็ดแร่และผิวแร่โอลเมไนต์ที่ผ่านการออกซิเดชันด้วยเตาหมุนที่อุณหภูมิ 1000 °ซ.
เวลา 4 ชั่วโมง ถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน

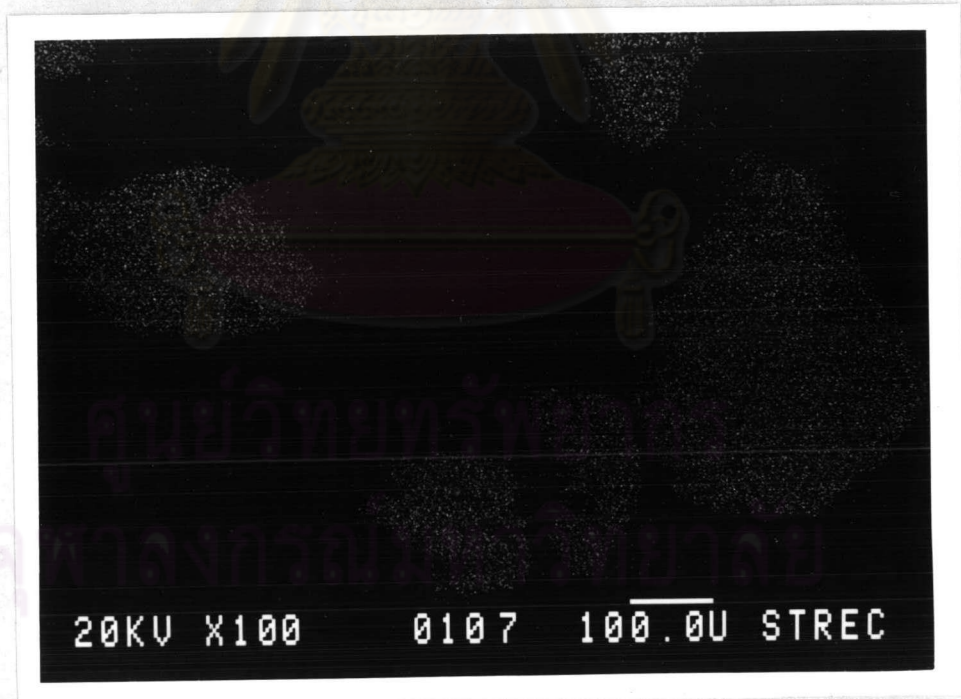


รูปที่ 3.26 ภาพแร่ไขมันของแอสปอร์มาไนต์ที่ผ่านการออกซิเดชันด้วยเตาหมุ่ที่อุณหภูมิ 1000 °ซ.
เวลา 4 ชั่วโมง ถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์ $\times 100$

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



(ก)

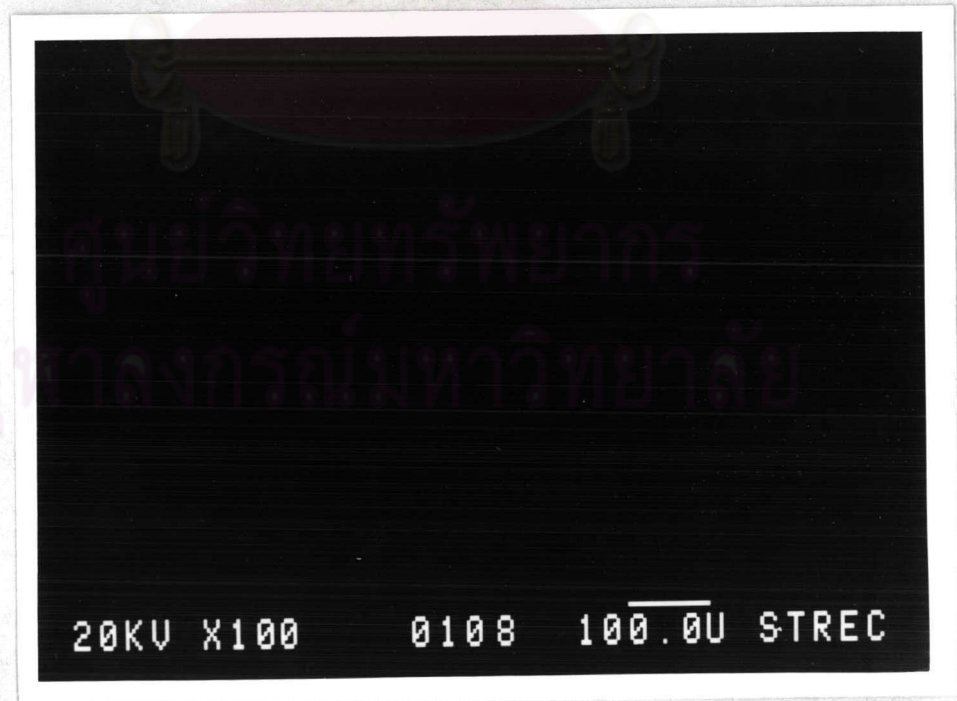


(ข)

- รูปที่ 3-27 (ก) ภาพแว็กซ์คิมของแร้อิลเมไนด์ที่ผ่านการออกซิเดชันด้วยเตาหมุ่ที่อุณหภูมิ 1000 °ซ. เวลา 4 ชั่วโมง ถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน $\times 100$
 (ข) การกระจายตัวของธาตุไทเทเนียม (ค) การกระจายตัวของธาตุเหล็ก
 (ง) การกระจายตัวของธาตุแมงกานีส



(ค)



(ง)

แร่ที่ผ่านการออกซิเดชันนี้มีคุณสมบัติไม่ติดแม่เหล็ก มีค่าสภาพรับแม่เหล็กไว้ได้ 111×10^{-6} ซีจีเอส โดยที่แวลูเมไนต์ดิบมีค่าเท่ากับ 264×10^{-6} ซีจีเอส ค่าสภาพรับแม่เหล็กไว้ได้ลดลง



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย