

ข้อมูลข่าวสารของกรมวิทยาศาสตร์บริการ *
ตาม พ.ร.บ. ข้อมูลข่าวสารของราชการ พ.ศ. 2540

วค
วพช
อว 8

เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมิน
เพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่งนักวิทยาศาสตร์ 7 ว

เรื่องที่ 2

เรื่อง การศึกษาวิธีวิเคราะห์ทดสอบเพื่อวินิจฉัยดินฟอกสี

ของ

นางชลัย ศรีสุข

ตำแหน่งนักวิทยาศาสตร์ 6 ว

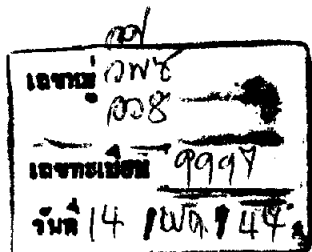
ฝ่ายวิเคราะห์และทดสอบ
ศูนย์วิจัยและพัฒนาอุตสาหกรรมเซรามิก
กรมวิทยาศาสตร์บริการ

ข้อมูลข่าวสาร
กรมวิทยาศาสตร์บริการ
ตาม พ.ร.บ. คุ้มครองข้อมูลส่วนบุคคล พ.ศ. 2540

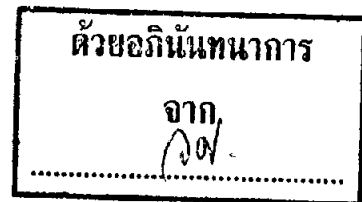
เอกสารผลงานที่เสนอให้ประเมิน
เพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่งนักวิทยาศาสตร์ 7 ว

เรื่องที่ 2

เรื่อง การศึกษาวิธีวิเคราะห์ทดสอบเพื่อวินิจฉัยดินฟอกสี



ของ
นางชลีย์ ศรีสุข



ตำแหน่งนักวิทยาศาสตร์ 6 ว

ฝ่ายวิเคราะห์และทดสอบ
ศูนย์วิจัยและพัฒนาอุตสาหกรรมเซรามิก
กรมวิทยาศาสตร์บริการ

บทคัดย่อ

ดินที่มีคุณสมบัติในการฟอกสีที่นิยมนำมาใช้ในขบวนการฟอกสีในอุตสาหกรรมน้ำมันพืช น้ำมันสัตว์ เพื่อให้สีของน้ำมันอ่อนใสบริสุทธิ์น่าบริโภค นั้นมีดินฟูลเลอร์เอิร์ท ซึ่งเป็นดินธรรมชาติที่มีคุณสมบัติในการฟอกสี และดินกัมมันต์ ซึ่งเป็นดินที่ผ่านการปรุงแต่งด้วยวิธีทางเคมีเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการฟอกสี จากการวิเคราะห์สารตัวอย่างที่ได้รับจากกรมศุลกากรชื่อ GRADE F-20 (FULLER'S EARTH) หมายเลขปฏิบัติการ SV.601 ซึ่งมีลักษณะเป็นผงละเอียดสีครีม โดยการตรวจดูโครงสร้างทางแร่ด้วยเครื่อง X-ray diffractometer การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีโดยวิธี elemental analysis และการทดสอบคุณสมบัติทางกายภาพต่างๆ ทำให้สามารถวินิจฉัยได้ว่า สีนํ้าตัวอย่างดังกล่าวจัดเป็นดิน กัมมันต์ (activated clay)

ผลที่ได้จากการวิเคราะห์ทดสอบและวินิจฉัยสามารถนำไปเป็นข้อมูลในการพิจารณาจัดพิทักษ์อัตราภาษีศุลกากร และนำไปเป็นแนวทางในการจัดทำคู่มือในการวิเคราะห์ทดสอบ ตัวอย่างดินฟอกสี และวัตถุตัวอย่างอื่นที่มีลักษณะและคุณสมบัติคล้ายกัน

สารบัญ

	หน้า
คำนำ	1
วัตถุประสงค์และสารเคมี	10
วิธีดำเนินการ	13
ผลการวิเคราะห์และวิจารณ์ผล	21
สรุป	25
คำขอบคุณ	26
เอกสารอ้างอิง	27

1. คำนำ

ดิน (clay) เป็นวัสดุสามัญที่สุดในโลก เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติมีเนื้อละเอียด โดยปกติดินจะประกอบไปด้วยแร่ดิน (clay mineral) ที่มีขนาดเม็ดละเอียดปนอยู่กับสารอินทรีย์ โดยทั่วไปแล้วจะเป็นพวก Hydrus Aluminous Silicate แต่ส่วนใหญ่จะมีอออนของพวกเหล็ก แคลเซียม แมกนีเซียม โซเดียม โพแทสเซียม และอออนของตัวอื่นประกอบอยู่ด้วย

โดยทั่วไปแล้วจะพบว่าดินมีอยู่หลายชนิดด้วยกัน องค์ประกอบทางเคมีของดินนั้นนับว่าสำคัญที่สุดในการควบคุมคุณสมบัติของดิน เช่น ปฏิกริยาของดินในขณะที่อุณหภูมิสูงขึ้น ความสามารถในการดูดซับ (absorptive capacity) ความสามารถในการแยกตัวกระจายออกเป็นของที่มีลักษณะกึ่งเหลวกึ่งแข็ง (colloidal activity) ความสามารถในการแลกเปลี่ยนอออน (ionexchange capacity) ดินบางชนิดลักษณะภายนอกเหมือนกัน แต่แท้จริงแล้วมีคุณสมบัติแตกต่างกันมากมาย ในรายงานฉบับนี้จะขอกล่าวถึงเฉพาะดินที่นำมาใช้ประโยชน์ในการฟอกหรือดูดซับสีเท่านั้น ดินดูดซับ (absorbent clay) มีคุณสมบัติที่เป็นประโยชน์ในการกำจัดสารที่มีสีหรือฟอกสี น้ำมัน ไขมัน ขี้ผึ้ง โดยสารที่มีสีในน้ำมันจะถูกดูดติดกับแผ่นผิวหน้าของโมเลกุลของเม็ดดิน ปริมาณของสีที่ถูกดูดซับขึ้นอยู่กับปริมาณของดินที่ใช้ ไม่ขึ้นกับความเข้มข้นของสีในน้ำมัน

แร่ดิน (clay mineral) ที่มีคุณสมบัติในการดูดซับได้แก่ แร่มอนต์มอริลโลไนต์ (montmorillonite) แอตตาปุลไกต์ (attapulgite) เกโอลิไนต์ (kaolinite) และแฮลลอยไซต์ (halloysite) ดินที่นำมาใช้ประโยชน์ในการฟอกสี (decolorization) นั้นมี ตั้งแต่ดินที่มีลักษณะเม็ดดินเนื้อละเอียดถึงดินที่ประกอบด้วยแร่ดินที่ค่อนข้างบริสุทธิ์ ซึ่งอาจเป็นดินที่เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติ ได้แก่ดินที่เรียกว่า ฟูลเลอร์เอิร์ท (Fuller's earth) และดินที่ได้จากการพัฒนาคุณภาพของดินบางชนิดโดยวิธีทางเคมีหรือฟิสิกส์ โดยการนำดินมาทำปฏิกิริยากับกรดหรือสารเคมีอื่น ๆ เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการดูดซับหรือฟอกสี ซึ่งดินพวกนี้จะถูกเรียกว่าดินกัมมันต์ (activated clay) ทั้งฟูลเลอร์เอิร์ท และดินกัมมันต์ นิยมใช้กันมากในอุตสาหกรรมน้ำมันพืชใช้ในการฟอกสี ใช้ในการกำจัดยาง (gum) ออกจากแก๊สโซลีน

การกำจัดกรดซัลฟูริก (acid sludge) ออกจากน้ำมันหล่อลื่น และยังใช้ในการทำความสะอาดน้ำมันก๊าดและซีฟิ่งอื่น ๆ

1.1 เหตุผลความเป็นมา

ปัจจุบันมีการใช้น้ำมันพืชสำหรับปรุงอาหารเพิ่มมากขึ้นเรื่อย ๆ เพราะน้ำมันพืชมีไขมันชนิดไม่อิ่มตัวผสมอยู่สูง เมื่อรับประทานแล้วไม่ก่อให้เกิดคอเรสเตอรอลที่ทำให้เกิดการอุดตันในเส้นเลือด ซึ่งเป็นสาเหตุให้เกิดโรคความดันโลหิตสูง โรคหัวใจ และอื่น ๆ อีก น้ำมันพืชมีกรรมวิธีการผลิตที่ต้องผ่านหลายขั้นตอน หนึ่งในขั้นตอนที่สำคัญเหล่านั้นคือ ขบวนการฟอกสี

การฟอกสีน้ำมันพืชให้อ่อนลงหรือไม่มีสี ทำให้ใสบริสุทธิ์น่าบริโภค มีการนำดินฟอกสีหรือบางทีใช้ดินฟอกสีร่วมกับถ่านกัมมันต์มาใช้ฟอกสีในขบวนการผลิตน้ำมันบริสุทธิ์ (refined oil) ก่อนนำไปบริโภค ปริมาณความต้องการใช้ดินฟอกสีในประเทศปีหนึ่งหลายพันตัน แต่เนื่องจากวัตถุดิบภายในประเทศของเรายังไม่มีคุณภาพดีพอที่จะนำมาใช้ ผู้ประกอบการจำเป็นต้องมีการนำเข้าดินฟอกสีจากต่างประเทศทั้งสิ้น ซึ่งส่วนใหญ่มีการนำเข้ามาจากประเทศญี่ปุ่น เนเธอร์แลนด์ สหรัฐอเมริกา ในลักษณะเป็นผงหรือก้อนเล็ก ๆ

ในการนำเข้าสินค้าจะต้องมีการจัดพิธีศุลกากรกำหนดอัตราภาษีศุลกากรว่าผู้นำเข้าจะต้องเสียภาษีอากรนำเข้าเป็นจำนวนเท่าไร ซึ่งขึ้นกับชนิดหรือประเภทของตัวอย่างสินค้าที่มีการนำเข้า เพื่อให้การจัดเก็บภาษีของรัฐเป็นไปอย่างถูกต้องตามมาตรฐานสากลและยุติธรรม กรมวิทยาศาสตร์บริการในฐานะเป็นห้องปฏิบัติการกลางของประเทศได้ให้ความร่วมมือบริการวิเคราะห์ทดสอบเพื่อวินิจฉัยตัวอย่างสินค้านำเข้าจากกรมศุลกากรมาโดยตลอด สินค้าที่ถูกส่งมาวิเคราะห์ทดสอบส่วนมากมักจะเป็นสินค้าที่มีปัญหาในการจัดพิธีศุลกากรอัตราภาษีศุลกากรเสมอ เนื่องจากผู้นำเข้าส่วนใหญ่แจ้งไม่ตรงความเป็นจริงของตัวอย่างทั้งชนิดและปริมาณ ทำให้การตรวจวิเคราะห์สินค้าจากกรมศุลกากรตัวอย่างหนึ่ง ๆ

เสียเวลามาก อีกทั้งต้องศึกษาหาวิธีดัดแปลงหรือปรับปรุงวิธีวิเคราะห์เพื่อให้เหมาะสมกับตัวอย่างสินค้านั้น ๆ ด้วย

ดินหรือวัตถุที่มีลักษณะคล้ายดินที่มีการนำเข้ามาในประเทศในชื่อต่าง ๆ กัน นั้นก็เช่นกัน มีทั้งดินที่เป็นดินธรรมชาติซึ่งจะถูกจัดเก็บภาษีนำเข้า 5% ของมูลค่าสินค้า หรืออาจจะเป็นดินหรือวัตถุธรรมชาติที่ผ่านการปรุงแต่งด้วยสารเคมี ซึ่งจะต้องเสียภาษีถึง 20% ดังนั้นจึงจำเป็นต้องมีการตรวจสอบคุณสมบัติทั้งทางกายภาพและเคมี เพื่อวินิจฉัยว่าสินค้านั้นเป็นประเภทใด เพื่อเป็นข้อมูลในการจัดพิกัดสินค้านำเข้ากำหนดอัตราภาษีศุลกากร ว่าผู้นำเข้าจะต้องเสียภาษีอากรนำเข้าเป็นจำนวนเท่าใด ซึ่งจะเป็นประโยชน์เกี่ยวข้องกับรายได้ของประเทศชาติ

ดินฟอกสี หมายถึง ดินที่มีคุณสมบัติในการดูดซับหรือฟอกสีน้ำมันได้ ซึ่งจะรวมทั้งดินที่มีความสามารถในการฟอกสีได้โดยธรรมชาติ และรวมถึงดินที่นำมาผ่านการปรุงแต่งด้วยวิธีทางเคมีหรือฟิสิกส์เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการดูดซับและฟอกสีให้มากขึ้น ดินฟอกสีนั้นแบ่งออกได้เป็น 2 ประเภท

ประเภทแรก เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติ ได้แก่ ดินฟูลเลอร์เอิร์ท ซึ่งเป็นดินที่ประกอบด้วยแร่ดิน (caly mineral) พวกแอตตาปุลไกต์ (attapulgite) และมอนต์มอริลโลไนต์ (montmorillonite) นอกจากนี้จะมีพวกเคโอลิไนต์ (kaolinite) แฮลลอยไซต์ (halloysite) และอิลไลต์ (illite) ปะปนอยู่บ้าง ฟูลเลอร์เอิร์ทเป็นดินที่มีลักษณะเนื้อละเอียด มีความเหนียวน้อย แต่ยังคงมีความละเอียดมากและปริมาณน้ำน้อย ค่า bulk density จะต่ำแต่จะมี absorptive power สูงขึ้น ซึ่งโดยปกติธรรมชาติแล้วฟูลเลอร์เอิร์ทจะมี absorptive power สูงอยู่แล้ว จึงมีคุณสมบัติในการฟอกสีและดูดซับไขมันได้ดี สามารถขจัดสารที่มีสีออกจากของเหลว จัดเป็น absorbent clay โดยธรรมชาติ มีส่วนประกอบเป็นดินมอนต์มอริลโลไนต์ที่มีแคลเซียม (calcium base montmorillonite) เป็นดินที่มีส่วนประกอบของ ซิลิกา (SiO_2) ต่อ อะลูมินา (Al_2O_3) ระหว่าง 4 ถึง 6 และมีค่าความเป็นกรดต่างอยู่ระหว่าง 6.5 ถึง 7.5 จึงสามารถนำมาใช้ฟอกสีได้เลย มีความสามารถในการดูดซับโดยธรรมชาติ

และนอกจากคุณสมบัติดังกล่าวแล้ว เนื่องจากฟูลเลอร์เอิร์ทมีคุณสมบัติที่ค่อนข้างเป็นกลาง อาจนำมาใช้เป็น Neutralizing agent ที่ดีมากสำหรับกรดแก่ คุณสมบัติที่ดีอีกอย่างหนึ่งของฟูลเลอร์เอิร์ท คือเป็นสารที่ค่อนข้างเฉื่อยต่อปฏิกิริยาเคมี แต่ตัวมันสามารถนำไปใช้เป็น ตัว catalyst ได้

ประโยชน์ของฟูลเลอร์เอิร์ท

1. ใช้ในอุตสาหกรรมการทำปิโตรเลียมให้บริสุทธิ์ ใช้ฟอกสีกำจัดสารปนเปื้อนที่ตกค้างในกรดแก่ (strong acid) ตลอดจนเป็นตัวทำละลายต่าง ๆ ในการผลิตปิโตรเคมี
2. ฟูลเลอร์เอิร์ทที่บริสุทธิ์สามารถนำมาใช้ฟอกสี และทำให้กรดไขมันในน้ำมันพืชและน้ำมันสัตว์บริสุทธิ์ได้
3. ใช้ทำความสะอาดพื้นโดยเฉพาะบริเวณที่มีน้ำมันปนอยู่ เพราะนอกจากจะทำให้พื้นแห้งได้ ยังสามารถป้องกันไฟไหม้ได้อีกด้วย

องค์ประกอบทางเคมีของฟูลเลอร์เอิร์ทที่เคยมีการวิเคราะห์ไว้ดังตารางที่ 1
 ตารางที่ 1 Analyses of Fullers' Earth ⁽⁴⁾

Component	I	II	III	IV	V
Silica (SiO ₂) , %	51.21	50.17	47.10	62.83	67.46
Alumina (Al ₂ O ₃) , %	12.25	10.00	16.27	10.35	10.08
Ferric oxide (Fe ₂ O ₃) , %	2.07	9.75	10.00	2.45	2.49
Lime (CaO) , %	2.13	0.50	2.63	2.43	3.14
Magnesia (MgO) , %	4.89	1.25	3.15	3.12	4.09
Potash (K ₂ O) , %	0.74
Soda (Na ₂ O) , %	0.20
Water (H ₂ O) , %	27.89	24.00	7.72	5.61
Moisture , %	15.12	6.41	6.28
Loss on ignition , %	5.73
Total.....	100.41	100.06	100.00	96.25	99.15

I. Smectite from Cilly. Ann., LXXVII,p.591, 1849

II. Malthacite from Steindorfel. Dana, Syst. Minl, 1893

III. Woburn sands, Eng. (Yellow), R. H. Harland, analyst.

IV. Gadsden County, Fla., P. Fireman, analyst. U.S. Geol. Surv., 17th Ann. Rept., Pt. III (ctd.),p.880

V. Decatur County, Ga., Ibid.

ประเภทที่สอง ดินกัมมันต์ (activated clay) เป็นดินที่ได้จากการพัฒนาดินบางชนิด โดยนำมาทำปฏิกิริยากับกรดหรือสารเคมีอื่น ๆ เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการฟอกสี ซึ่งกรรมวิธีนี้เรียกว่า การกระตุ้น (activation) คุณสมบัติของดินที่จะนำมากระตุ้นนั้นส่วนใหญ่จะประกอบขึ้นด้วย มอนต์มอริลโลไนต์ เช่น ดินฟูลเลอร์เอิร์ท ดินเบนทอไนต์ และเคโอลิน ก็สามารถกระตุ้นให้มีคุณสมบัติในการดูดซับหรือฟอกสีได้ดีขึ้น แต่ที่นิยมนำมากระตุ้นมากได้แก่ดินเบนทอไนต์ ที่มีปริมาณโซเดียมออกไซด์ต่ำ หรือควรเป็นดินเบนทอไนต์ชนิดที่เรียกว่า ซับเบนทอไนต์ (sub-bentonite) ซึ่งมีส่วนประกอบของ

แคลเซียมและแมกนีเซียมอ็อกไซด์ที่รวมตัวกับน้ำได้ดี แต่พองตัวเพียงเล็กน้อยและมีความเหนียวถูกกระตุ่นด้วยกรดได้ดี ทำให้มีประสิทธิภาพสูงในการดูดซับ จึงฟอกสีน้ำมันได้ดี

เบนทอไนต์ (Bentonite) เป็นดินที่มีมอนต์มอริลโลไนต์เป็นส่วนประกอบสำคัญ มีความเหนียวสูง มีแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลมาก เป็นดินที่มีส่วนประกอบของซิลิกา (SiO_2) ต่ออะลูมินา (Al_2O_3) ระหว่าง 2:1 ถึง 8:1 คุณสมบัติโดยทั่วไปของเบนทอไนต์นั้น ตัวมันเองไม่มีคุณสมบัติในการเป็น absorbent โดยธรรมชาติ แต่ก็ขึ้นกับแหล่งกำเนิด เมื่อนำมาผ่านกรรมวิธีเพิ่มประสิทธิภาพในการฟอกสีแล้ว จะมีความสามารถในการฟอกสีน้ำมันได้ องค์ประกอบทางเคมีของเบนทอไนต์ที่มีการวิเคราะห์กันไว้มีดังตารางที่ 2

ตารางที่ 2 Analyses of Bentonite ⁽⁴⁾

Component	I	II	III	IV	V
Silica (SiO_2) , %	51.10	50.30	49.56	51.56	50.33
Titanium dioxide (TiO_2) , %40	.78
Alumina (Al_2O_3) , %	15.40	15.96	15.08	13.42	16.42
Ferric oxide (Fe_2O_3) , %	4.50	.86	3.44	3.22	2.42
Calcium oxide (CaO) , %	5.20	1.24	1.08	2.04	1.39
Magnesium oxide (MgO) , %	3.80	6.53	7.84	4.94	4.10
Potash (K_2O) , %	1.50	.4538	1.00
Soda (Na_2O) , %	1.50	1.1924	.12
Water (H_2O) , %	17.10	23.61	22.96	23.46	23.95
Total.....	98.60	100.14	100.37	100.04	99.73

I. Selected crude, Ardmore, S. Dak., E.T. Wherry, analyst.

II. Bentonite (otaylite) crude selected white material, near Otay, San Diego Co., Calif., J.E. Whitfield, analyst.

III. Otaylite, crude selected pink, near Otay, San Diego Co., Calif., E.V. Shannon, analyst

IV. Pink friable matrix of bentonite tuff. Three miles north of the east end of Tierra Amarilla grant, New Mex. Purified.

V. Selected crude bentonite, Maricopa, Kem Co., E.V. Shannon, analyst.

เบนทอไนต์อาจแบ่งตามองค์ประกอบที่มีธาตุโซเดียม (Na) และแคลเซียม (Ca) ได้ดังนี้

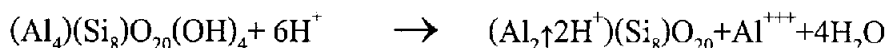
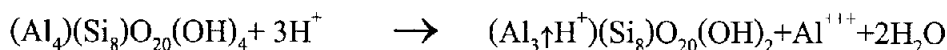
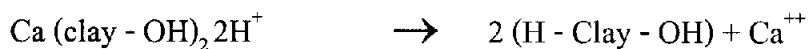
1. เบนทอไนต์ที่มีโซเดียม (Sodium base bentonite) เบนทอไนต์ชนิดนี้จะมีคุณสมบัติในการพองตัวได้มากเมื่อถูกกับน้ำ เบนทอไนต์ชนิดนี้มีโซเดียมไอออนเป็น base exchange position จึงนำมาผ่านกรรมวิธีเพิ่มประสิทธิภาพในการฟอกสีโดยการ กระตุ้นด้วยกรดอย่างมาก และเมื่อกระตุ้นได้แล้วยังฟอกสีได้ไม่คืนจึงไม่นิยมนำมาใช้ในการฟอกสี แต่จะนำมาใช้ประโยชน์ในการทำโคลนในบ่อเจาะ (drilling mud) วัสดุทนไฟ (refractories) และเป็นตัวเชื่อมประสานเม็ดทรายในการทำแบบหล่อโลหะที่ทำด้วยทราย (foundry sand)

2. เบนทอไนต์ที่มีแคลเซียม (calcium base bentonite) เป็นเบนทอไนต์ที่มีการพองตัวได้น้อย หรือไม่พองตัวเลยเมื่อถูกน้ำ เบนทอไนต์ชนิดนี้มีแคลเซียมไอออนเป็น base exchange แล้วทำให้คุณสมบัติในการฟอกสีได้ดีขึ้นมาก จึงนำมาใช้เป็นสารฟอกสี (absorbent) ในเครื่องกรองน้ำมันในโรงงาน กรองน้ำตาล กรองน้ำมันพืชให้ปราศจากมลทิน ใช้ในอุตสาหกรรมฟอกหนัง และกรองน้ำมันเครื่องที่ใช้แล้วให้คืนสู่สภาพเดิมได้

กรรมวิธีการผลิตดินกัมมันต์^(3,5)

กรรมวิธีการกระตุ้น (activation) โดยทั่วไปทำได้โดยการนำดินไปย่อยให้ละเอียด จากนั้นนำดินไปละลายน้ำแล้วเติมกรดซัลฟูริก หรือกรดไฮโดรคลอริกด้วยปริมาณที่เหมาะสม หรือปริมาณร้อยละ 35 ของดินแห้ง ปล่อยให้ปฏิกิริยาค่อย ๆ เกิด โดยทิ้งไว้ 5 - 6 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิประมาณ 200-210 องศาฟาเรนไฮต์ จะทำให้เกิดการแลกเปลี่ยนเบส (base exchange) ขึ้น โพแทสเซียมไอออน (K^+) โซเดียมไอออน (Na^+) และแคลเซียมไอออน (Ca^{++}) จะถูกแทนที่ด้วยไฮโดรเจนไอออน (H^+) จากกรด อะลูมิเนียมไอออน (Al^+) เหล็กไอออน (Fe^{++}) และแมกนีเซียมไอออน (Mg^+) ในดินบางส่วนก็จะถูกแทนที่ด้วยเหมือนกัน แล้วละลายไปในการล้าง ซึ่งจะทำให้มีรูพรุนเกิดเพิ่มมากขึ้นในเนื้อดิน

ปฏิกิริยาระหว่างดินกับกรดโดยย่อมีดังนี้⁽⁵⁾



ในการกระตุ้นควรคนให้น้อยที่สุดและช้าๆ เพื่อป้องกันไม่ให้ดินกัมมันต์ (activated clay) ที่ได้กรองยาก และควรใช้ภาชนะที่เก็บความร้อนได้เพราะอาจใช้ความร้อนที่เกิดจากกรดผสมน้ำเป็นความร้อนที่เกิดภายใน โดยไม่ต้องใช้ความร้อนจากภายนอกเลยก็ได้ จากนั้นจึงนำมากรองผ่าน filter press แล้วล้างเกลือและกรดที่เหลือจากปฏิกิริยาให้หมด แล้วจึงนำดินที่ได้ไปอบแห้ง แล้วบดให้เป็นผงละเอียดตามต้องการก็จะได้อินที่สามารถนำไปใช้ฟอกสีได้ การนำดินมากระตุ้นด้วยวิธีนี้เพื่อทำให้มีรูพรุนเกิดเพิ่มมากขึ้นในเนื้อดิน ซึ่งจะช่วยให้ดินสามารถฟอกสีได้โดยการดูดซับเอาสีไว้และไฮโดรเจนไอออน (H^+) ก็จะทำหน้าที่ฟอกสีทางเคมี (Electrochemically)

1.2 วัตถุประสงค์

1. เพื่อศึกษาหาแนวทางในการวิเคราะห์ทดสอบหาองค์ประกอบและคุณสมบัติของดินฟอกสี
2. เพื่อหาวิธีการในการวินิจฉัยดินฟอกสีว่าเป็นวัตถุธรรมชาติหรือวัตถุที่ผ่านการปรุงแต่งมาแล้วด้วยวิธีการอย่างไร

1.3 ประโยชน์ที่ได้รับ

1. ทำให้ทราบวิธีการและเทคนิคทางเคมีในการตรวจวิเคราะห์เพื่อวินิจฉัยวัตถุตัวอย่างที่มีลักษณะคล้ายดินและมีคุณสมบัติในการฟอกสีได้ว่าเป็นวัตถุจากธรรมชาติหรือวัตถุที่ผ่านการปรุงแต่งมา

2.สามารถนำไปเป็นแนวทางในการจัดทำเป็นคู่มือในการวิเคราะห์ทดสอบ
ตัวอย่างดินฟอสเฟตและวัตถุตัวอย่างที่มีลักษณะและคุณสมบัติคล้ายกัน

3. สามารถนำข้อมูลที่ได้ ไปประกอบการพิจารณาจัดเก็บพิกซ์อัตรากาบี
สุลกากร

1.4 ระยะเวลาดำเนินการ

สิงหาคม - ตุลาคม 2539 (3 เดือน)

2. วัสดุอุปกรณ์และสารเคมี

2.1 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

- 2.1.1 เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer)
ยี่ห้อ Phillips รุ่น PW 1710
- 2.1.2 เครื่องเฟลมโฟโตมิเตอร์มิเตอร์ (Flame photometer) ยี่ห้อ Corning
รุ่น 410
- 2.1.3 เครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง (pH meter) ยี่ห้อ Corning รุ่น 250
- 2.1.4 เตาเผาไฟฟ้า (Electric muffle furnace) ยี่ห้อ Carbolite อุณหภูมิ
สูงสุด 1400 องศาเซลเซียส
- 2.1.5 ตู้อบความร้อน (Oven) ยี่ห้อ Blue M ให้อุณหภูมิสูงสุด 275
องศาเซลเซียส
- 2.1.6 เครื่องชั่งไฟฟ้า (Analytical balance) ที่ชั่งได้ละเอียดถึง
0.0001 กรัม ยี่ห้อ Sartorius รุ่น 2462
- 2.1.7 แท่นให้ความร้อน (Hot plate)
- 2.1.8 ตะเกียงบุนเสน (Bunsen burner)
- 2.1.9 เบ้าทองคำขาว (Platinum crucible)
- 2.1.10 เครื่องแก้วสำหรับใช้ในห้องปฏิบัติการ

2.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

สารเคมีที่ใช้ในการทดลองจะต้องมีความบริสุทธิ์ และใช้ชนิด reagent grade

- 2.2.1 Fusion mixture ใช้ส่วนผสมของ anhydrous sodium carbonate
5 ส่วนและ anhydrous potassium carbonate 7 ส่วน
- 2.2.2 กรดไฮโดรคลอริก เข้มข้น (Hydrochloric acid, HCl)
- 2.2.3 กรดซัลฟูริก เข้มข้น (Sulphuric acid, H₂SO₄)

- 2.2.4 กรดไนตริก เข้มข้น (Nitric acid, HNO_3)
- 2.2.5 กรดไฮโดรฟลูออริก เข้มข้น (Hydrofluoric acid, HF)
- 2.2.6 กรดฟอสฟอริก เข้มข้น (Phosphoric acid, H_3PO_4)
- 2.2.7 สารละลายแอมโมเนีย (Ammonium solution, NH_4OH)
- 2.2.8 แอมโมเนียมคลอไรด์ (Ammonium chloride, NH_4Cl)
- 2.2.9 แอมโมเนียมไนเตรท (Ammonium nitrate, NH_4NO_3)
- 2.2.10 สารละลายเมทิลเรดอินดิเคเตอร์ (Methyl red indicator)
เตรียมโดย ละลายเมทิลเรด 2 กรัม ในเอทิลแอลกอฮอล์
ชนิดร้อยละ 95 จำนวน 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร
- 2.2.11 สารละลายอิมตัวเมอร์คิวรี (II) คลอไรด์ (Saturated mercuric
chloride solution , HgCl_2)
- 2.1.12 สารละลายสแตนนัสคลอไรด์ (Stannous chloride solution, SnCl_2)
ละลายสแตนนัสคลอไรด์ 5 กรัม ในกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น
10 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำจนครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร
ตั้งจนสารละลายใส เก็บในขวดที่ปิดสนิท ใส่ฉิ่งโลหะดีบุกใส่ลง
ไปในขวดด้วย
- 2.2.13 สารละลายโพแทสเซียมไดโครเมต (Potassium dichromate solution ,
 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร = 0.004 กรัม เฟร์ริกออกไซด์
บดโพแทสเซียมไดโครเมตขั้นมาตรฐานหลัก (primary standard)
อบที่อุณหภูมิ 180 ถึง 200 องศาเซลเซียสจนน้ำหนักคงที่
ชั่งโพแทสเซียมไดโครเมตที่อบแล้วให้ได้ปริมาณ 2.4570 กรัม
ละลายโพแทสเซียมไดโครเมตในขวดปริมาตร แล้วเติมน้ำให้ได้
ปริมาตร 1 ลูกบาศก์เดซิเมตรพอดี สารละลายนี้ถือเป็นสารละลาย
มาตรฐานหลัก

- 2.2.14 สารละลายแบเรียมไดฟีนีลามีนซัลโฟเนตอินดิเคเตอร์
(Barium diphenylaminesulphonate indicator) ละลายแบเรียม-
ไดฟีนีลามีนซัลโฟเนต 0.3 กรัม ในน้ำ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- 2.2.15 สารละลายไตรเอทานอลามีน (Triethanolamine) ความเข้มข้น 1:1
- 2.2.16 สารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (Potassium hydroxide
solution , KOH) ความเข้มข้น 250 กรัมต่อน้ำ 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร
- 2.2.17 สารละลายแบเรียมคลอไรด์ (Barium chloride solution , BaCl₂)
ละลายแบเรียมคลอไรด์ 100 กรัม ในน้ำ 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร
- 2.2.18 สกรีนด์แคลซีน (Screened calcein) ชั่ง 0.2 กรัมของ calcein
0.12 กรัมของ thymol phthalein และ 20 กรัมของ KCl
นำมาบดรวมกันให้ละเอียด
- 2.2.18 เมทิลไธมอลบลูคอมเพลกโซน (Methythymol blue complexone)
- 2.2.19 สารละลายเอทิลีนไดอะมีนเตตระอะซิติกแอซิดไดโซเดียมซอลท์
(Ethylene diamine tetra-acid disodium salt , EDTA)
standard solution 0.01 โมลาร์ ละลาย 3.72 กรัมของ
Na₂H₂ EDTA 2H₂O (99% purity) ในน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตร
1 ลูกบาศก์เดซิเมตร
- 2.2.20 สารละลายโพแทสเซียมโครเมต (Potassiumchromate , K₂CrO₄)
50 กรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร เตรียมโดยละลายโพแทสเซียมโครเมต
5 กรัมในน้ำ แล้วทำให้เจือจางเป็น 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

3. วิธีดำเนินการ

3.1 ขั้นตอนการวิเคราะห์ทดสอบ

- 3.1.1 หาวิธีวิเคราะห์โดยศึกษาจากรายละเอียดข้อมูลจากเอกสารวิชาการ
- 3.1.2 กำหนดขั้นตอนการตรวจพิสูจน์
- 3.1.3 ตรวจพิสูจน์โครงสร้างองค์ประกอบทางแร่ว่าเมืองค์ประกอบหลักเป็นอะไรโดยใช้เครื่องมือพิเศษ X-ray diffractometer
- 3.1.4 ตรวจวิเคราะห์ทดสอบคุณสมบัติทางกายภาพ
- 3.1.5 ตรวจวิเคราะห์ปริมาณโดยวิธีทางเคมี

3.2 วิธีการวิเคราะห์ทดสอบ

- 3.2.1 ตรวจพิสูจน์โครงสร้างทางองค์ประกอบของตัวอย่าง โดยใช้ X-ray diffractometer บดตัวอย่างให้ละเอียด ใส่ลงใน Specimen holder นำไปวัดมุมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ด้วย X-ray diffractometer จะได้ pattern ซึ่งมี peak ของสารประกอบต่าง ๆ ทางแร่
- 3.2.2 การทดสอบคุณสมบัติทางกายภาพ
 - (1) สังเกตลักษณะภายนอก

สังเกตลักษณะตัวอย่างด้วยตา บันทึกสีของตัวอย่างและใช้มือสัมผัสตัวอย่างว่าเนื้อละเอียดหรือหยาบ มีความเหนียวมากน้อยเพียงใดเมื่อเปียกน้ำ ขนาดเม็ด สี ความเหนียว
 - (2) ทดสอบการละลาย

นำสารตัวอย่างประมาณ 50 มิลลิกรัม ใส่ในหลอดทดสอบ เติมน้ำกลั่นลงไปพร้อมทั้งเขย่าให้เข้ากัน สังเกตผลที่เกิดขึ้น และนำสารตัวอย่างมาทดลองซ้ำในกรดไฮโดรคลอริก สังเกตผลที่เกิดขึ้น

(3) การทดสอบความเป็นกรด-ด่าง

ซึ่งตัวอย่างที่อบแห้งแล้ว 20 ± 0.2 กรัม เติมน้ำกลั่นซึ่งต้มเดือด และทิ้งไว้ให้เย็นแล้ว 80 ลูกบาศก์เซนติเมตร กวนด้วยเครื่องกวน ประมาณ 15 นาที แล้วนำไปวัดหาค่าความเป็นกรด - ด่าง ด้วยเครื่องวัดความเป็นกรดด่างให้ได้ค่าเฉลี่ยละเอียดถึง 0.1 หน่วย

(4) ทดสอบประสิทธิภาพการฟอกสี

ซึ่งตัวอย่างประมาณ 10 กรัม ใช้ทดสอบการฟอกสีโดยใช้น้ำมันพืชที่ยังไม่มีการฟอกสีหรือใช้น้ำมันถั่วที่มีสีฟ้า กนกับตัวอย่างให้เข้ากัน แล้วกรองผ่านกระดาษกรอง สังเกตสารละลายที่ได้จากการกรองว่ามีสีจางลงหรือไม่มีสี แสดงว่าสามารถฟอกสีได้

3.3 ตรวจสอบวิเคราะห์หาปริมาณโดยวิธีทางเคมี

3.3.1 น้ำหนักที่สูญเสียเนื่องจากการเผา (Loss on ignition)

ซึ่งตัวอย่างที่อบแห้งที่อุณหภูมิ 105 ถึง 110 องศาเซลเซียส จนน้ำหนักคงที่แล้วประมาณ 1 กรัม ให้ทราบน้ำหนักที่แน่นอน 0.1 มิลลิกรัม ใส่เข้าแพลทินัมที่สะอาด นำไปเผาในเตา เผาค่อย ๆ เร่งไฟจนอุณหภูมิถึง 1,000 องศาเซลเซียส ปล່อยทิ้งไว้ 1 ชั่วโมง นำออกมาใส่ไว้ในเคสิคเกตอร์ ทิ้งไว้ให้เย็น นำไปชั่งจนน้ำหนักไว้คำนวณการสูญเสียน้ำหนักเนื่องจากการเผาเป็นร้อยละจากน้ำหนักที่หายไป โดยเทียบกับน้ำหนักตัวอย่างก่อนเผา

$$\% \text{ Loss on ignition} = \frac{\text{น้ำหนักที่หายไปหลังจากเผา 1,000 องศาเซลเซียส}}{\text{น้ำหนักตัวอย่างก่อนเผา}} \times 100$$

3.3.2 ปริมาณซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO₂)

ซึ่งตัวอย่างที่อบแห้งที่อุณหภูมิ 105 ถึง 110 องศาเซลเซียส จนน้ำหนักคงที่แล้ว 0.5000 กรัม ใส่ในเบ้าหลอมแพลทินัม ซึ่งมี Fusing mixture อยู่ประมาณ 5 กรัม ผสมให้เข้ากัน โรย Fusing mixture อีกเล็กน้อย ทับผิวหน้าส่วนผสม นำตั้งบนสามเหลี่ยม ใช้ ตะเกียงที่มีเปลวไฟอ่อนในตอนแรก แล้วเร่งไฟทีละน้อย จนทำให้สิ่ง ที่อยู่ในเบ้าแพลทินัมหลอมละลาย จึงนำไปเข้าเตาเผาที่อุณหภูมิ 900 - 1,000 องศาเซลเซียส ประมาณ 30 นาที จนตัวอย่างหลอม ละลายหมด ทิ้งไว้ให้เย็น ใส่ลงในบีกเกอร์ ขนาด 400 ลูกบาศก์ เซนติเมตร เติมสารละลายกรดไฮโดร คลอริก (1 + 1) จำนวน 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร เพื่อละลายสารที่หลอมออกจากเบ้าให้หมด จนกระทั่งได้สารละลายที่สมบูรณ์ นำบีกเกอร์ ที่มีสารละลายไป ระเหยให้แห้งบนแท่นให้ความร้อน จนแห้งสนิทเพื่อจะ dehydration silicic acid เป็น silica หมด นำบีกเกอร์ทิ้งไว้ให้เย็น เติมสาร ละลายกรดไฮโดรคลอริก 1+1 จำนวน 20 ลูกบาศก์เซนติเมตร และเติมน้ำร้อน 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร เมื่อเกลือต่าง ๆ ละลายหมด แล้วปล่อยให้ตะกอนนอนกันสักครู่กรองผ่านกระดาษกรองไร้ถั่ว ชนิดพรุนปานกลาง แล้วล้างซิลิกอนไดออกไซด์ด้วยน้ำร้อนจนหมด คลอไรด์ นำตะกอนอบให้แห้ง แล้วนำไปเผาในเบ้าแพลทินัม โดย ตอนแรกใช้ไฟอ่อน ๆ ให้กระดาษกรองค่อย ๆ ไหม้ไฟทีละน้อยจน ดำเกรียมหมดแล้วนำเข้า muffle ที่อุณหภูมิ 1,000 องศาเซลเซียส ประมาณ 30 นาที นำเบ้าแพลทินัมทิ้งให้เย็นในเดสิคเคเตอร์ซึ่ง จดน้ำหนักไว้

ค่อย ๆ หยคน้ำลงใส่ตะกอนในเบ้าแพลทินัมจนชุ่ม เติม กรดไฮโดรฟลูออริกเข้มข้น 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร และกรดซัลฟูริก เข้มข้น 3 ถึง 4 หยด ระเหยสารละลายจนแห้งเผาอย่างระมัดระวัง

เพื่อป้องกันการปะทุโดยเพิ่มอุณหภูมิที่ละน้อยจนถึง 1,000 องศาเซลเซียส รักษาอุณหภูมิไว้สักครู่ ปล่อยให้เย็นในเดสิกเกตอร์นำไปซึ่ง น้ำหนักที่หายไป คือ ปริมาณซิลิคอนไดออกไซด์

$$\% \text{SiO}_2 = \frac{\text{น้ำหนักที่หายไปหลังจากที่สกัดด้วย HF}}{\text{น้ำหนักของตัวอย่างที่ใช้ (0.5)}} \times 100$$

3.3.3 ปริมาณ อะลูมินา (Al_2O_3)

นำสารละลายที่กรองเอาซิลิคอนไดออกไซด์ออกแล้วจากข้อ 3.3.2 ทำให้ปริมาตรเป็น 250 ลูกบาศก์เซนติเมตรด้วยน้ำกลั่นในขวดปริมาตร เก็บไว้เป็นสารละลายสต็อก นำสารละลายที่เก็บสต็อกไว้มา 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 400 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำกลั่น 150 ลูกบาศก์เซนติเมตร หยดกรดไนตริกเข้มข้น 2 ถึง 3 หยด เติมแอมโมเนียมคลอไรด์ลงไป 5 กรัม และสารละลายเมทิลเรด 3 หยด ต้มสารละลายที่ได้จนเกือบเดือด เติมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (1+1) ลงไปช้า ๆ จนกระทั่งอินดิเคเตอร์ เปลี่ยนจากสีแดงเป็นสีเหลือง ต้มอีกสักครู่ใหญ่เพื่อไล่แอมโมเนียที่มากเกินไป ปล่อยให้ตะกอนนอนกันประมาณ 30 นาที แล้วเทซ้ำ ๆ ลงบนกระดาษกรองชนิดหยาบจนหมด ล้างบีกเกอร์และกระดาษกรองหลาย ๆ ครั้ง ด้วยสารละลายแอมโมเนียมคลอไรด์ 20 กรัมต่อลิตรที่อุ่น นำตะกอนและกระดาษกรองที่ได้ใส่ในเบ้าแพลทินัมที่ทราบน้ำหนักแล้วเผาจนถึงอุณหภูมิ 1,100 องศาเซลเซียส รักษาอุณหภูมิไว้ประมาณ 30 นาที ปล่อยให้เย็นในเดสิกเกตอร์ แล้วชั่งพร้อมเบ้าตะกอนที่ได้เป็นตะกอนของ mixed oxide ซึ่งจะประกอบด้วย อะลูมิเนียมออกไซด์ (Al_2O_3) และเฟอร์ริกออกไซด์ (Fe_2O_3)

$$\% \text{ Alumina} = \% \text{ Mixed oxide} - \% \text{ Fe}_2\text{O}_3$$

3.3.4 ปริมาณ เฟอร์ริกออกไซด์ (Fe_2O_3)

ชั่งตัวอย่างที่อบแห้งที่อุณหภูมิ 105 ถึง 110 องศาเซลเซียส ปริมาณ 0.500 กรัม ใส่ในบีกเกอร์ 100 มิลลิเมตร เติมสารละลายกรดซัลฟูริก (1+9) 2-3 หยด และกรดไฮโดรฟลูออริกเข้มข้น 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ต้มระเหยบนแท่นให้ความร้อนไฟอ่อน ๆ จนแห้งแล้วนำมาละลายในบีกเกอร์ 400 ลูกบาศก์เซนติเมตร ด้วยน้ำกลั่น 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมสารละลายกรดไนตริก 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร ทำเป็นสารละลายสต็อกชุดที่สองปริมาตร 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร

เปิดสารละลายสต็อกชุดที่สอง 50 ลูกบาศก์เซนติเมตรลงในบีกเกอร์ขนาด 400 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมสารละลายกรดไฮโดรคลอริก (1+1) จำนวน 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วต้มจนเดือด รีดิวซ์ (reduce) เหล็กโดยหยดสารละลายสแตนนัสคลอไรด์ด้วยปิเปตลงไปช้า ๆ แล้วควนอย่างสม่ำเสมอหยดเพิ่มอีก 1 หยด ทำให้เย็นอย่างรวดเร็ว โดยปล่อยน้ำไหลผ่าน เติมสารละลายอิมตัวเมอร์คิวรี (II) คลอไรด์ 15 ลูกบาศก์เซนติเมตรลงไปให้หมดในครั้งเดียว ปล่อยไว้ 3 นาที เติมกรดฟอสฟอริก (1+1) 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร เขย่าให้เข้ากัน หยดแบเรียมไดฟีนีลอะมิโนซัลโฟเนตอินดิเคเตอร์ 2 หยด เติมน้ำกลั่นเพื่อให้ได้ปริมาตรอยู่ระหว่าง 75 ถึง 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร นำไปติเตรตด้วยสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไดโครเมตและจะถือว่าการติเตรตสมบูรณ์เมื่อ สารละลายมาตรฐานไปจนเกิดสีม่วงเข้มและจะเข้มคงเดิมไม่ เปลี่ยนแม้จะหยดสารละลายมาตรฐานลงไปอีก

$$\% \text{Fe}_2\text{O}_3 = \frac{0.004 \times \text{ปริมาตรของ } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}{\text{น้ำหนักตัวอย่าง (0.1)}} \times 100$$

3.3.5 ปริมาณแคลเซียมออกไซด์ (CaO)

ปีเปตสารละลายจากสารละลายสต็อก ข้อ 3.3.4 มา 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ลงในฟลาสก์ขนาด 400 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมสารละลาย triethanolamine (1+1) จำนวน 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (25%) จำนวน 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร เขย่าให้เข้ากันแล้วทำเป็น 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติม screined calcein เป็นอินดิเคเตอร์ ประมาณ 0.015 กรัม เขย่าให้เข้ากันแล้วนำมาไตเตรตด้วยสารละลายมาตรฐาน EDTA สีของสารละลายจะเปลี่ยนจากสีเขียวเป็นสีชมพู เมื่อถึงจุดสมมูล

$$\% \text{CaO} = \frac{0.00056 \times \text{ปริมาณ EDTA ที่ใช้กับ CaO}}{\text{น้ำหนักของตัวอย่าง (0.1)}}$$

3.3.6 ปริมาณแมกนีเซียมออกไซด์ (MgO)

นำสารละลายสต็อกชุดที่สอง ข้อ 3.3.4 มา 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมกรดไฮโดรคลอริก เข้มข้น 10 หยด เขย่าให้เข้ากันเติมสารละลาย triethanolamine (1+1) จำนวน 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร เขย่าให้เข้ากัน แล้วเติมสารละลายแอมโมเนีย 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร เขย่าให้เข้ากันเติมน้ำกลั่นให้ได้ปริมาตรของสารละลาย 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติม methylthymol-blue complexone ประมาณ 0.04 กรัมเป็นอินดิเคเตอร์ นำมาไตเตรตกับสารละลายมาตรฐาน EDTA เมื่อถึงจุดสมบุรณ์ สารละลายจะเปลี่ยนจากสีฟ้าเป็นไม่มีสี ปริมาตรของ EDTA ที่ได้เป็นปริมาตรรวมที่ใช้กับ CaO + MgO เมื่อต้องการทราบปริมาตรของ EDTA ที่ใช้ในการหาปริมาณ MgO ต้องนำปริมาตรที่ใช้กับ CaO มาหักออกเสียก่อนที่เหลือจึงเป็นปริมาตรที่ใช้กับ MgO

$$\% \text{MgO} = \frac{0.000403 \text{ ปริมาตร EDTA ที่ใช้กับ MgO}}{\text{น้ำหนักตัวอย่าง (0.1)}} \times 100$$

3.3.7 ปริมาณโซเดียมออกไซด์ (Na_2O) และโพแทสเซียมออกไซด์ (K_2O)

นำสารละลายสกัดจากข้อ 3.3.4 มาวัดด้วยเครื่องเฟลมโฟโตมิเตอร์ โดยเปรียบเทียบกับสารละลายมาตรฐานของโซเดียมและโพแทสเซียมแล้วคำนวณค่าที่ได้เป็นโซเดียมออกไซด์และโพแทสเซียมออกไซด์

3.3.8 ปริมาณซัลเฟต (SO_4)

ละลายตัวอย่างที่อบแล้ว 0.5 กรัม ในกรดไฮโดรคลอริก (1:5) 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร ต้มให้เดือด เติมน้ำร้อน 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ต้มให้เดือดต่อไปอีก 5 นาที กรองตะกอนทันที ล้างตะกอนด้วยน้ำร้อนให้ทั่ว นำสารละลายที่กรองได้ไปต้มให้เดือดขณะที่เดือดเติมสารละลายแบเรียมคลอไรด์ 20 ลูกบาศก์เซนติเมตร คนให้เข้ากันทำให้น้ำร้อนต่อไปอีก 1 ชั่วโมง จนกระทั่งตะกอนนอนก้น กรองแล้วล้างตะกอนด้วยน้ำร้อน อบตะกอนให้แห้ง นำตะกอนมาเผาบนตะเกียงด้วยความร้อนต่ำสุดจนกระดาษกรองไหม้ นำไปเผาต่อในเตาเผาที่อุณหภูมิ 800 ถึง 900 องศาเซลเซียส ทำให้เย็นในแคลิเกตเตอร์ ชั่งน้ำหนักไว้

$$\% \text{SO}_4 = \frac{0.4116 \times \text{น้ำหนักตะกอน}}{\text{น้ำหนักตัวอย่าง (0.5)}} \times 100$$

3.3.9 ปริมาณคลอไรด์ (Cl)

ชั่งตัวอย่างที่อบแห้งแล้ว 2 กรัม ละลายในน้ำกลั่น 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ต้มจนเดือด ปล่อยให้เย็น กรองแล้วนำ

สารละลายที่กรองได้ใส่ขวดปริมาตร 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร
 เติมน้ำกลั่นจนครบ ปิดสารละลายมา 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร
 เติม K_2CrO_4 5% 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร (indicator) นำไปไตเตรต
 กับ 0.1 N ของ $AgNO_3$ จนปริมาตรถึงจุด end point สารละลาย
 เปลี่ยนเป็นสีน้ำตาลปนแดง ซึ่งไม่จางหายไปเมื่อเขย่าแรง ๆ โดย
 คำนวณปริมาณ Cl จาก 0.1 N $AgNO_3 \equiv 0.003546$ กรัม Cl

$$\% Cl = \frac{\text{Factor} \times \text{ปริมาตรของ } AgNO_3 \times \text{dilution factor}}{\text{น้ำหนักตัวอย่าง}} \times 100$$

4. ผลการวิเคราะห์และวิจารณ์

ผลการวิเคราะห์ทดสอบวัตถุตัวอย่างที่ได้จากกรมอุตสาหกรรม ชื่อ GRAD F - 20 (Fuller's earth) หมายเลขปฏิบัติการ SV.601 ซึ่งมีลักษณะภายนอกเป็นผงละเอียดสีครีม ซึ่งเมื่อผ่านการวิเคราะห์ทดสอบด้วย X-ray diffractometer การทดสอบทางกายภาพและการวิเคราะห์ทางปริมาณแล้วได้ผลดังนี้

หมายเลขปฏิบัติการ	SV.601
ลักษณะตัวอย่าง	เป็นผงละเอียดสีครีม
องค์ประกอบทางแร่	มอนต์มอริลโลไนต์และควอทซ์
ความเป็นกรดค้าง	3.0
ความสามารถในการฟอกสี	ฟอกได้
ความสามารถในการละลายน้ำ	ได้เล็กน้อย
ความสามารถในการละลายกรด	ไม่ละลาย
Loss on ignition, %	13.3
Silica (SiO ₂), %	61.1
Alumina (Al ₂ O ₃), %	12.8
Ferric oxide (Fe ₂ O ₃), %	2.7
Calcium oxide (CaO), %	2.9
Magnesium oxide (MgO), %	2.8
Sodium oxide (Na ₂ O), %	0.7
Potassium oxide (K ₂ O), %	0.5
Sulphate (SO ₄ ²⁻), %	3.1
Chloride (Cl ⁻), %	ไม่พบ

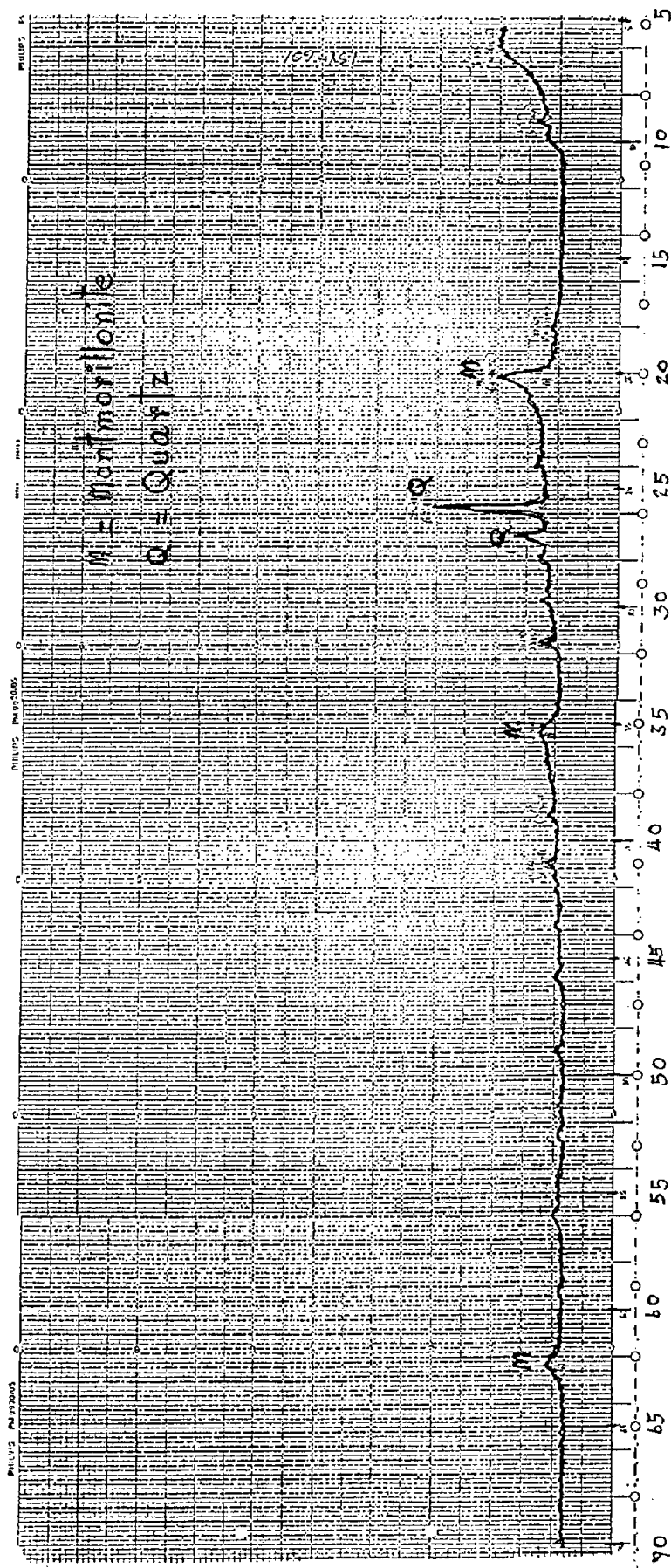
หมายเหตุ : เป็นผลการวิเคราะห์โดยคำนวณจากน้ำหนักแห้ง (on dry basic) basis

4.1 ผลการวิเคราะห์ทดสอบหาโครงสร้างองค์ประกอบทางแร่ ของวัตถุตัวอย่างโดยใช้ X-ray diffractometer พบว่ามีองค์ประกอบหลักเป็นพวกมอนต์มอริลโลไนต์ และ ควอทซ์ ดังรูปที่ 1 ซึ่งเมื่อศึกษาจากเอกสารวิชาการ^(3,5) เกี่ยวกับดินที่มีคุณสมบัติในการฟอกสี กล่าวไว้ว่าดินที่มีองค์ประกอบส่วนใหญ่เป็นมอนต์มอริลโลไนต์ จะมีความสามารถในการฟอกสีหรือดูดซับได้ค่อนข้างดี หรือสามารถนำมาทำปฏิกิริยากับสารเคมีบางชนิดสามารถเพิ่มประสิทธิภาพในการฟอกหรือดูดซับได้ดีขึ้น ซึ่งดินที่มีองค์ประกอบเป็นพวกมอนต์มอริลโลไนต์ จะเป็นดินพวกฟูลเลอร์เอิร์ท หรือเบนทอไนต์อย่างใดอย่างหนึ่ง

4.2 ผลจากการนำวัตถุตัวอย่าง ไปวิเคราะห์ทดสอบคุณสมบัติทางกายภาพ โดยนำไปทดสอบละลายน้ำ พบว่าสามารถละลายน้ำได้เพียงเล็กน้อย และเมื่อนำส่วนที่ละลายได้ไปทดสอบความเป็นกรด-ด่าง พบว่าสารละลายที่ได้มีคุณสมบัติเป็นกรด มีค่า pH 3.0 แสดงว่าวัตถุตัวอย่างมีสภาพเป็นกรดอยู่ และเมื่อทดสอบคุณสมบัติอื่นต่อไป โดยการนำไปทดสอบความสามารถในการฟอกสีน้ำมันก๊าดซึ่งมีสีฟ้าพบว่าหลังจากใส่ดินตัวอย่างลงไปใต้น้ำมันก๊าดซึ่งมีสีฟ้าพบว่าสีของน้ำมันก๊าดจางลง แสดงว่าตัววัตถุตัวอย่างนี้มีคุณสมบัติในการดูดซับและฟอกสีได้

4.3 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณองค์ประกอบทางเคมีของวัตถุตัวอย่าง พบว่ามี องค์ประกอบของ ซิลิกา อะลูมินา และน้ำ (น้ำในผลึกของดินซึ่งจะถูกเผาออกไปในระหว่างการหาค่า Loss on ignition) เป็นหลักและยังพบเหล็ก แคลเซียม แมกนีเซียม โซเดียม และโพแทสเซียมปนอยู่ด้วย นอกจากนี้ยังพบอนุผลของซัลเฟตปนอยู่ด้วย ซึ่งเมื่อนำผลที่ได้ไปเปรียบเทียบกับผลการวิเคราะห์ของดินเบนโทไนต์และฟูลเลอร์เอิร์ทที่เคยมีการวิเคราะห์เอาไว้จะพบว่าวัตถุตัวอย่างมีองค์ประกอบทางเคมีใกล้เคียงกับดินทั้งสองมาก ซึ่งจากผลการวิเคราะห์ในข้อนี้ สนับสนุนผลการวิเคราะห์ในข้อ 4.1 ที่พบว่าองค์ประกอบส่วนใหญ่ของตัวอย่างดังกล่าวเป็นพวกมอนต์มอริลโลไนต์และควอทซ์ จะต่างกันก็ตรงที่ว่า เบนทอไนต์และฟูลเลอร์เอิร์ทในธรรมชาติที่มีการวิเคราะห์กันไว้นั้นแทบจะไม่พบปริมาณอนุผลของซัลเฟตเลย แต่สำหรับวัตถุตัวอย่างที่เราวิเคราะห์พบว่ามีปริมาณซัลเฟตอยู่ถึงร้อยละ 3.1 ซึ่งไปสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ในข้อ 4.2 ซึ่งพบว่าสารละลายของตัวอย่างมีคุณสมบัติเป็นกรด แสดงว่าวัตถุตัวอย่างนี้มีกรดซัลฟูริกปะปนอยู่ด้วย

จากผลการวิเคราะห์ทั้งหมดข้างต้นเมื่อนำไปเปรียบเทียบกับข้อมูลจากเอกสารวิชาการต่าง ๆ ที่เกี่ยวข้องกับดินที่มีคุณสมบัติในการฟอกสีแล้ว พอสรุปได้ว่า วัตถุตัวอย่างดังกล่าวเป็นดินชนิดหนึ่งที่มีคุณสมบัติในการฟอกสีหรือดูดซับสีได้ แต่ไม่ใช่ดินธรรมชาติ เนื่องจากดินธรรมชาติที่มีความสามารถในการฟอกสีและดูดซับสีได้นั้น จะเป็นดินพวกฟลูเลอไรท์ ซึ่งจะเป็ดินที่มีคุณสมบัติที่ค่อนข้างเป็นกลาง คือมีค่า pH อยู่ระหว่าง 6.5 - 7.5 แต่ดินตัวอย่างดังกล่าวมีคุณสมบัติเป็นกรด ดังนั้นดินตัวอย่างนี้จึงไม่ใช่ดินธรรมชาติอย่างแน่นอนแต่อาจเป็นดินฟลูเลอไรท์ หรือดินเบนทอไนต์ที่นำมาผ่านการปรุงแต่งโดยการกระตุ้นด้วยกรดซัลฟูริก เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการดูดซับหรือฟอกสีให้เพิ่มมากขึ้น ซึ่งจัดเป็นดินกัมมันต์ (activated clay)



รูปที่ 1 X-ray diffractogram ตัวอย่าง GRADE F-20 (FULLER S EARTH) หมายเลขปฏิบัติการ SV.601

5. สรุป

5.1 จากการวิเคราะห์วัตถุตัวอย่างจากกรมศุลกากรชื่อ GRADF - 20

(FULLER' S EARTH) หมายเลขปฏิบัติการที่ SV.601 โดยใช้ X-ray diffractometer ร่วมกับวิธี elemental analysis และการทดสอบคุณสมบัติทางกายภาพทำให้สามารถวินิจฉัยได้ว่าวัตถุตัวอย่างดังกล่าวเป็นดินที่ถูกปรุงแต่งด้วยกรดซัลฟูริกเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการฟอกสี ซึ่งก็คือ ดินกัมมันต์ (activated clay)

5.2 ผลการวิเคราะห์ดังกล่าว ทำให้กรมศุลกากรสามารถนำไปใช้เป็นข้อมูลในการพิจารณาพิศัยอัตราภาษีนำเข้าของสินค้าที่เป็นวัตถุธรรมชาติหรือวัตถุที่ผ่านการปรุงแต่ง

5.3 นำวิธีการวิเคราะห์มาเป็นแนวทางในการพิจารณาวินิจฉัยตัวอย่างดินและวัตถุที่มีลักษณะและคุณสมบัติคล้ายดินในครั้งต่อไปว่าเป็นตัวอย่างจากธรรมชาติหรือเป็นวัตถุที่ปรุงแต่งขึ้น

6. คำขอบคุณ

ผู้เขียนขอแสดงความขอบคุณนายสุรพันธ์ บริสุทธิ์ ผู้อำนวยการศูนย์วิจัยและพัฒนาอุตสาหกรรมเซรามิก ซึ่งได้ให้คำแนะนำที่เป็นประโยชน์อย่างมากในการเขียนรายงานฉบับนี้ รวมทั้งขอขอบคุณกรมวิทยาศาสตร์บริการที่ได้เอื้อเฟื้อ วัสดุอุปกรณ์และสารเคมีต่าง ๆ ทำให้งานวิเคราะห์ครั้งนี้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

7. เอกสารอ้างอิง

1. สมพูล สุยะสินธุ์ และมัณฑนา พงษ์ไทยพัฒน์. **ดินฟอกสี**. กรุงเทพมหานคร : กรมวิทยาศาสตร์บริการ. กองการวิจัย , 2518. 11 หน้า.
2. Griffin , Roger Castle. **Technical method of analysis**. 2nd ed. New York: McGraw - Hill Book company inc., 1927.
3. Kirk - Othmer. **Encyclopedia of chemical technology**. 3rd ed. vol.5. New York: Wiley , 1977. p. 1-13.
4. Rie , Heinrich . **Clay** . 3rd ed. New York : Wiley , 1927. p.365 – 383.
5. Siddiqui , M.K. Hasnuddin. **Bleaching earths**. Oxford : Pergamon Press, 1968. p. 1-55.
6. Houdry Process Co. Activated of clay. **US. Patent 2, 934 , 504**. 1940 – 04 – 26.