

บทที่ 4

ผลการทดลองและวิเคราะห์ผล

ในบทที่ 4 นี้ เป็นการนำเสนอผลการทดลองของการหาเงื่อนไขที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมซีลิกาจากขี้เถ้าแกลบ และการวิเคราะห์เชิงปริมาณและคุณภาพของซีลิกาที่เตรียมได้ โดยใช้เครื่องมือวิเคราะห์ต่างๆ เพื่อเป็นองค์ความรู้สำหรับการค้นคว้าวิจัย นอกจากการเตรียมซีลิกาให้บริสุทธิ์แล้ว ในตอนท้ายได้นำเสนอวิธีการเตรียมซีลิกอนจากขี้เถ้าแกลบ ซึ่งเป็นเป้าหมายหลักของอุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์ซีลิกอน

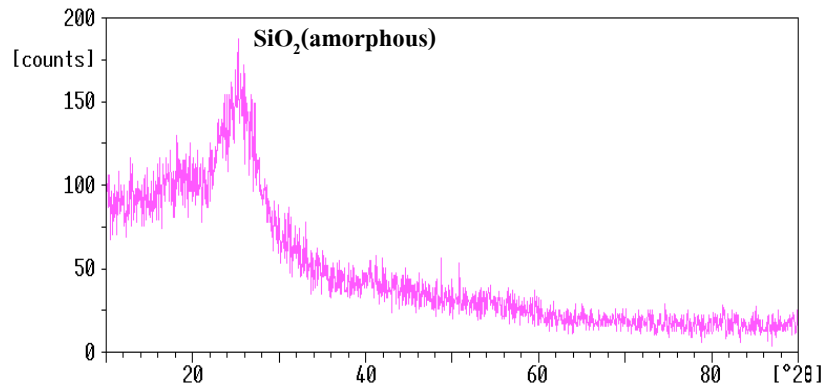
4.1 การศึกษาปริมาณของซีลิกาและสารประกอบออกไซด์ในแกลบ

ตารางที่ 4.1 แสดงปริมาณสารประกอบออกไซด์ของแกลบก่อนการเผา

สารประกอบ	ปริมาณ(%wt)
MgO	0.26
Al ₂ O ₃	0.28
SiO ₂	21.72
P ₂ O ₅	0.31
SO ₃	0.25
K ₂ O	1.22
CaO	0.61
Fe ₂ O ₃	0.29
ไฮโดรคาร์บอน	75.06

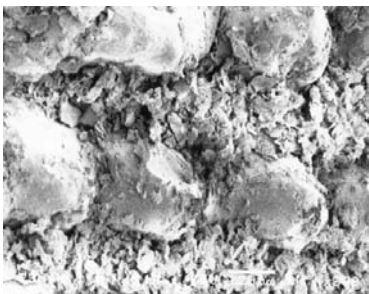
หมายเหตุ ปริมาณไฮโดรคาร์บอนลบออกจาก 100 %

4.2 การศึกษาเฟสของซิลิกาในแกลบ

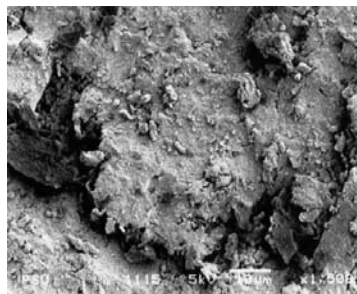


ภาพประกอบที่ 4.1 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของแกลบ

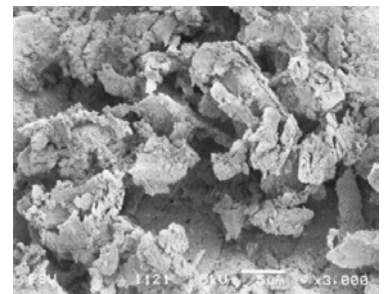
4.3 การศึกษาการพื้นผิวของแกลบบดละเอียดก่อนการเผา



a)



b)



c)

ภาพประกอบที่ 4.2 แสดงการกระจายของพื้นผิวแกลบดิบก่อนการเผา a) กำลังขยาย 800 เท่า
b) กำลังขยาย 1,500 เท่า c) กำลังขยาย 3,000 เท่า

4.4 การศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้เผาเคลือบในอากาศ

ตารางที่ 4.2 แสดงปริมาณสารประกอบออกไซด์ของซีเมนต์ที่อุณหภูมิเผาต่างๆ ด้วยอัตรา
การเพิ่มอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที ในอากาศ ด้วยเครื่องเรืองรังสีเอกซ์แบบ
กระจายความยาวคลื่น

สารประกอบ	ปริมาณ(%wt)					
	500 °C	600 °C	700 °C	800 °C	900 °C	1000 °C
Al ₂ O ₃	0.38	0.33	0.49	0.40	0.31	<<
SiO ₂	88.72	86.83	85.61	85.36	86.07	83.96
P ₂ O ₅	1.06	1.22	1.39	1.36	0.92	<<
SO ₃	0.44	0.48	<<	<<	<<	-
K ₂ O	3.30	4.44	5.32	5.15	5.37	6.15
CaO	2.04	2.22	2.28	2.21	2.55	2.72
MnO ₂	0.94	0.99	1.32	1.34	1.40	1.78
Fe ₂ O ₃	2.16	2.25	2.56	3.02	2.96	4.71
MgO	0.96	1.24	1.40	1.16	0.42	0.67

หมายเหตุ << ปริมาณน้อยมาก (trace element)

- ตรวจไม่พบ

4.5 ศึกษาอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิเผาต่อปริมาณซิลิกาในขี้เถ้าแกลบ

ตารางที่ 4.3 แสดงปริมาณสารประกอบออกไซด์ในขี้เถ้าแกลบที่อุณหภูมิเผาต่างๆ ภายใต้บรรยากาศออกซิเจน โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที นาน 3 ชั่วโมง

สารประกอบ	ปริมาณ(%wt)					
	500 °C	600 °C	700 °C	800 °C	900 °C	1000 °C
Al ₂ O ₃	0.38	0.39	0.46	0.37	0.31	0.34
SiO ₂	87.32	87.94	85.78	86.57	87.28	87.17
P ₂ O ₅	1.24	1.34	1.16	1.30	1.30	1.00
SO ₃	0.39	0.46	<<	<<	0.53	0.53
K ₂ O	4.26	3.60	4.48	4.90	4.62	4.54
CaO	1.82	1.63	2.80	2.30	2.23	2.27
MnO ₂	0.93	0.80	1.09	1.08	1.05	0.93
Fe ₂ O ₃	2.18	2.35	2.45	2.50	1.85	2.03
Cr ₂ O ₃	0.27	0.32	<<	<<	<<	0.34
MgO	1.21	1.17	1.42	0.98	1.11	0.86

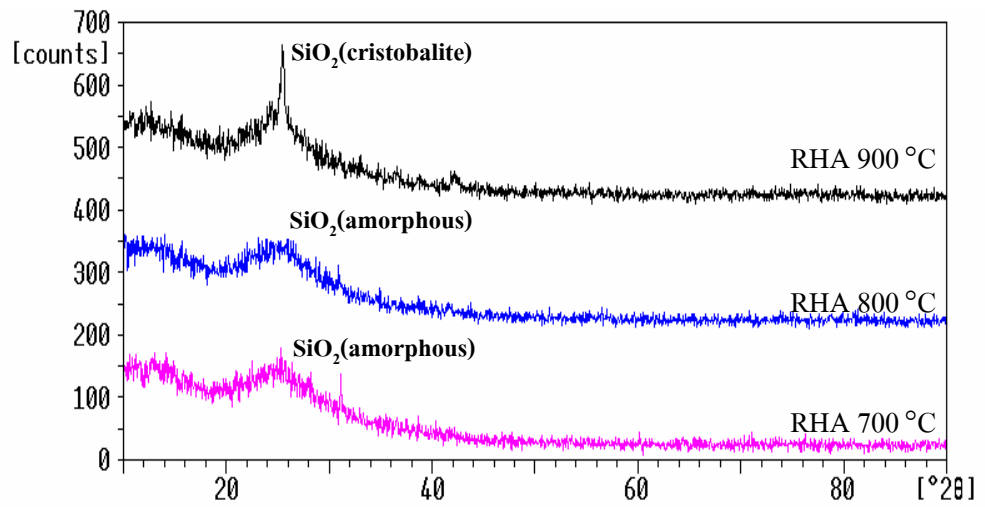
ตารางที่ 4.4 แสดงปริมาณสารประกอบออกไซด์ในซีเมนต์ที่อุณหภูมิเผาต่างๆ ภายใต้บรรยากาศออกซิเจนโดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 10 องศาเซลเซียสต่อหน้าที่ นาน 3 ชั่วโมง

ปริมาณ(%wt)						
สารประกอบ	500 °C	600 °C	700 °C	800 °C	900 °C	1000 °C
Al ₂ O ₃	0.46	0.31	0.34	0.27	0.40	0.32
SiO ₂	88.71	89.59	88.83	89.56	88.08	86.10
P ₂ O ₅	1.00	0.87	0.86	0.98	1.07	0.83
SO ₃	0.52	<<	<<	<<	<<	<<
K ₂ O	4.86	4.69	4.51	4.17	4.92	4.94
CaO	1.48	1.84	2.34	2.32	1.71	2.58
MnO ₂	0.98	0.89	1.04	1.00	1.28	1.66
Fe ₂ O ₃	1.99	1.80	2.08	1.7	2.52	3.55

ตารางที่ 4.5 แสดงปริมาณสารประกอบออกไซด์ในซีเมนต์ที่อุณหภูมิเผาต่างๆ ภายใต้บรรยากาศของออกซิเจนโดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 15 องศาเซลเซียสต่อหน้าที่ นาน 3 ชั่วโมง

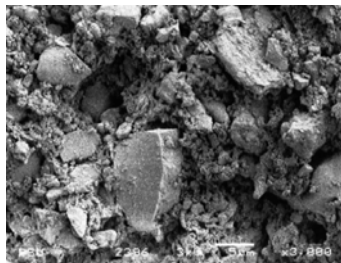
ปริมาณ(%wt)						
สารประกอบ	500 °C	600 °C	700 °C	800 °C	900 °C	1000 °C
Al ₂ O ₃	0.34	0.38	0.68	0.39	0.30	0.31
SiO ₂	88.73	88.12	87.16	88.16	88.56	86.25
P ₂ O ₅	0.93	1.08	1.27	1.24	0.90	0.68
K ₂ O	4.69	4.92	5.00	4.46	4.48	5.13
CaO	2.35	1.87	2.16	2.34	2.22	2.49
MnO ₂	0.92	1.25	1.12	1.04	1.10	1.41
Fe ₂ O ₃	2.04	2.39	2.60	2.37	2.43	3.73

4.6 ศึกษาเฟสของซิลิกาในซีเมนต์

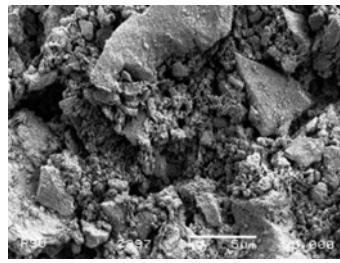


ภาพประกอบที่ 4.3 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของซีเถ้าเคลือบที่อุณหภูมิเผา
ต่าง ๆ ในอากาศ

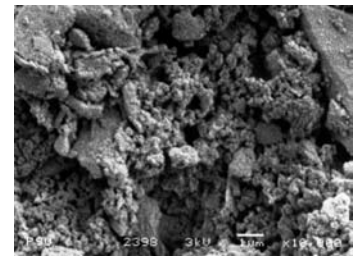
4.7 การศึกษาการกระจายของพื้นผิวซิลิกาที่อุณหภูมิเผาต่าง ๆ



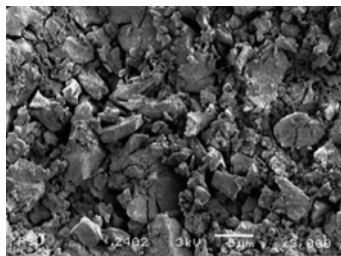
a)



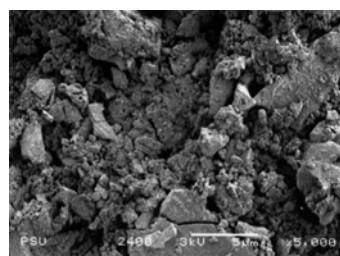
b)



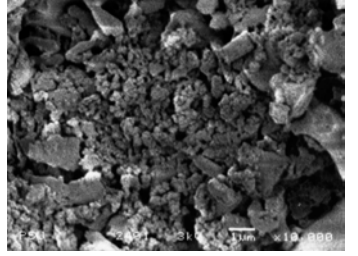
c)



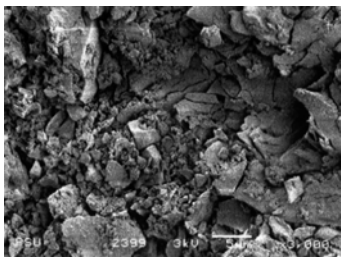
d)



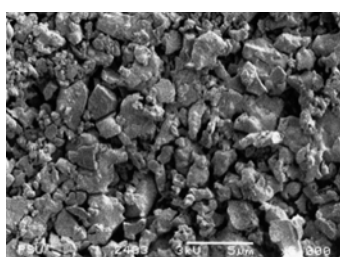
e)



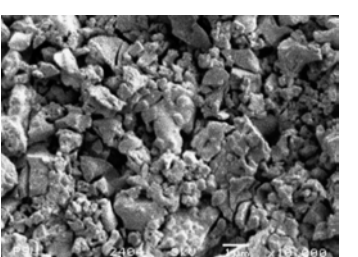
f)



g)



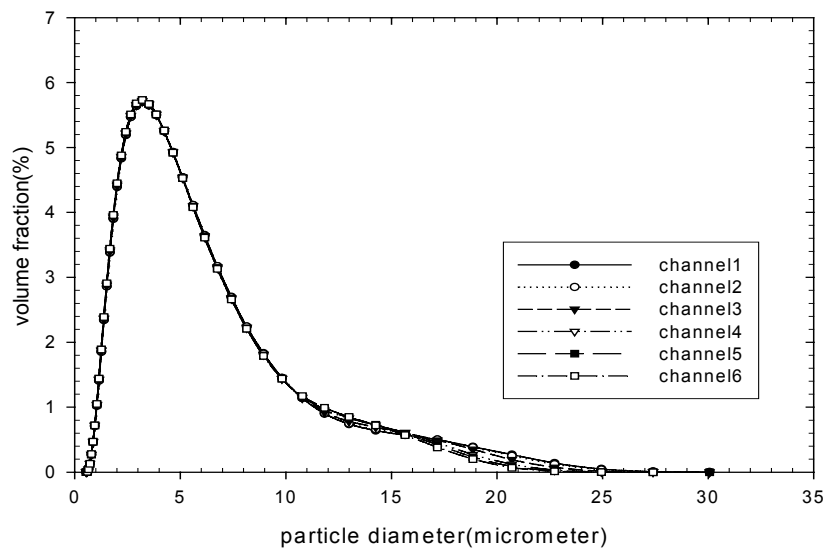
h)



i)

ภาพประกอบที่ 4.4 ภาพแสดงการกระจายของพื้นผิวที่อุณหภูมิต่าง ๆ a-c) เเผาที่อุณหภูมิ 700°C
d-f) เเผาที่อุณหภูมิ 800°C g-i) เเผาที่อุณหภูมิ 900°C

4.8 การวัดขนาดอนุภาคของซีเมนต์แกลบ



ภาพประกอบที่ 4.5 แสดงการกระจายของอนุภาคของซีเมนต์แกลบที่ผ่านการบดละเอียด 24 ชั่วโมง

4.9 การศึกษาความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริกที่ใช้ในการกำจัดสารประกอบออกไซด์บางอย่าง





ภาพประกอบที่ 4.6 แสดงให้เห็นถึงสีของแกลบที่ผ่านการทำปฏิกิริยากับกรดไฮโดรคลอริกที่ความเข้มข้นต่างๆ และขี้เถ้าแกลบ ซึ่งผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียสนาน 3 ชั่วโมง

4.9.1 เผาแกลบที่ผ่านทำปฏิกิริยากับกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1N ที่อุณหภูมิเผาต่างๆ

ตารางที่ 4.6 แสดงปริมาณซิลิกาและสารประกอบออกไซด์ในขี้เถ้าแกลบที่อุณหภูมิเผาต่างๆผ่านการทำปฏิกิริยากับกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1 N ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง

ปริมาณ(%wt)						
สารประกอบ	500 °C	600 °C	700 °C	800 °C	900 °C	1000 °C
Al ₂ O ₃	0.18	0.22	0.25	0.23	0.21	0.28
SiO ₂	97.54	97.03	97.27	96.86	97.07	97.16
P ₂ O ₅	0.28	0.24	0.34	0.33	0.30	0.29
SO ₃	0.28	0.29	0.16	0.25	0.20	0.08
K ₂ O	0.29	0.47	0.38	0.39	0.46	0.35
CaO	0.71	0.88	0.84	0.92	0.92	0.98
MnO ₂	0.26	0.30	0.24	0.33	0.30	0.31
Fe ₂ O ₃	0.21	0.24	0.20	0.28	0.25	0.28
MgO	0.26	0.32	0.32	0.42	0.29	0.28

4.9.2 เพลากลอบที่ผ่านทำปฏิกิริยากับกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 3N ที่อุณหภูมิเผาต่างๆ

ตารางที่ 4.7 แสดงปริมาณซิลิกาและสารประกอบออกไซด์ในจีเถ้ากลอบที่อุณหภูมิเผาต่างๆ

โดยกลอบทำปฏิกิริยากับกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 3N ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง

ปริมาณ(%wt)						
สารประกอบ	500 °C	600 °C	700 °C	800 °C	900 °C	1000 °C
Al ₂ O ₃	0.12	0.10	0.09	0.12	0.11	0.11
SiO ₂	99.84	99.77	99.82	99.79	99.89	99.82
K ₂ O	-	0.10	<<	0.06	-	<<
CuO	<<	0.03	<<	0.03	<<	-
NiO	0.04	-	<<	-	-	-
Fe ₂ O ₃	<<	<<	0.09	<<	<<	0.07

4.9.3 เผาเคลือบที่ผ่านทำปฏิกิริยากับกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 5N ที่อุณหภูมิเผาต่างๆ

ตารางที่ 4.8 แสดงปริมาณซิลิกาและสารประกอบออกไซด์ในจี้เถ้าเคลือบที่อุณหภูมิเผาต่างๆ ผ่านการทำปฏิกิริยากับกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 5N ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง

สารประกอบ	ปริมาณ(%wt)					
	500 °C	600 °C	700 °C	800 °C	900 °C	1000 °C
Al ₂ O ₃	0.13	0.18	0.13	0.16	0.13	0.14
SiO ₂	99.87	99.65	99.80	99.72	99.74	99.76
K ₂ O	-	0.10	-	0.12	0.08	<<
Fe ₂ O ₃	<<	0.07	0.07	<<	0.05	0.09

4.9.4 เผาเคลือบที่ผ่านทำปฏิกิริยากับกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 7N ที่อุณหภูมิเผาต่างๆ

ตารางที่ 4.9 แสดงปริมาณซิลิกาและสารประกอบออกไซด์ในจี้เถ้าเคลือบที่อุณหภูมิเผาต่าง ๆ โดยเคลือบผ่านการทำปฏิกิริยากับกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 7N ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง

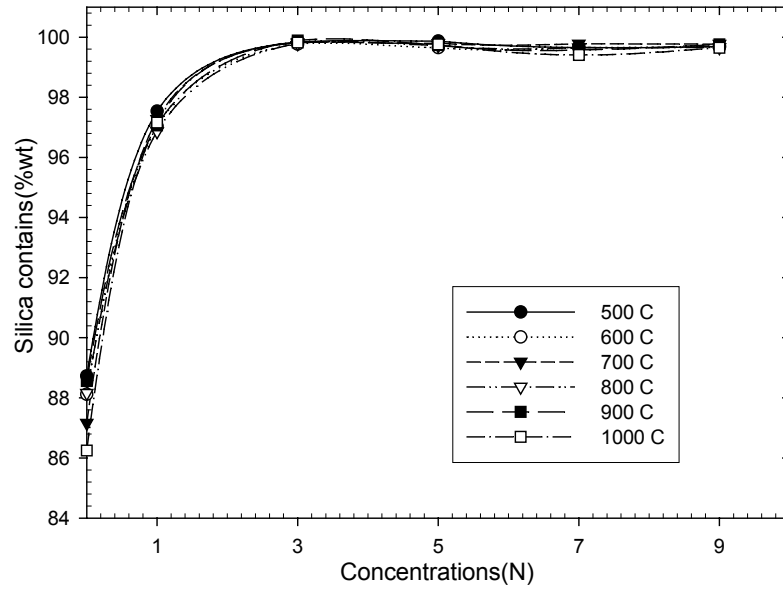
ปริมาณ(%wt)						
สารประกอบ	500 °C	600 °C	700 °C	800 °C	900 °C	1000 °C
Al ₂ O ₃	0.2	0.18	0.16	0.15	0.23	0.25
SiO ₂	99.66	99.65	99.78	99.65	99.58	99.41
K ₂ O	0.07	0.07	<<	0.08	0.09	0.13
Fe ₂ O ₃	0.07	0.10	0.06	0.08	0.10	0.16
CuO	-	<<	<<	0.03	<<	0.05
ZrO ₂	0.005	-	-	-	-	-

4.9.5 เพลากลอบที่ผ่านทำปฏิกิริยากับกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 9N ที่อุณหภูมิเผาต่างๆ

ตารางที่ 4.10 แสดงปริมาณซิลิกาและสารประกอบออกไซด์ในจีเถ้ากลอบที่อุณหภูมิเผาต่างๆ

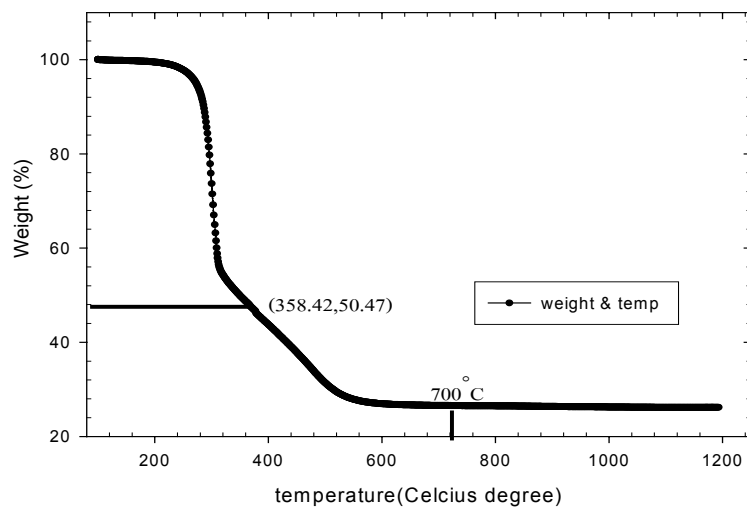
ผ่านการทำปฏิกิริยากับกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 9N ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง

ปริมาณ(%wt)						
สารประกอบ	500 °C	600 °C	700 °C	800 °C	900 °C	1000 °C
Al ₂ O ₃	0.14	0.12	0.11	0.14	0.12	0.13
SiO ₂	99.69	99.68	99.77	99.66	99.76	99.65
K ₂ O	0.07	0.09	-	0.08	<<	-
Fe ₂ O ₃	0.10	0.11	0.12	0.12	0.12	0.16
CuO	<<	<<	<<	<<	<<	0.05



ภาพประกอบที่ 4.7 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของไฮโดรคอลลอยลกับปริมาณซิลิกา

4.10 ศึกษาการลดลงของไฮโดรคาร์บอนกับอุณหภูมิเผา



ภาพประกอบที่ 4.8 แสดงปริมาณการลดลงของไฮโดรคาร์บอนที่ได้จากการเผาแกลบที่ทำปฏิกิริยากับกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 3N ในช่วงอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ถึง 12, 00 องศาเซลเซียส

4.11 ศึกษาปริมาณสารประกอบออกไซด์ของซิลิกาหลังจากทำปฏิกิริยากับกรดไนตริกเข้มข้น

ตารางที่ 4.11 แสดงปริมาณของธาตุในขี้เถ้าแกลบหลังทำปฏิกิริยากับกรดไนตริกเข้มข้น

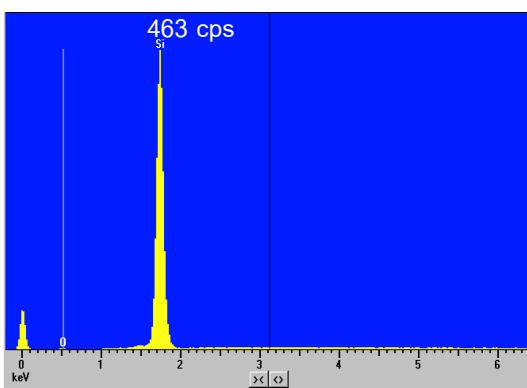
ลำดับที่	ธาตุ	ปริมาณ(mg/kg)
1	Mg	34.75
2	Al	324.0
3	Ca	49.88
4	Fe	83.12
5	Mn	11.0
6	P	<<
7	K	20.25
8*	C	<<0.01(%wt)

หมายเหตุ * วิเคราะห์ด้วยเครื่อง CHSN

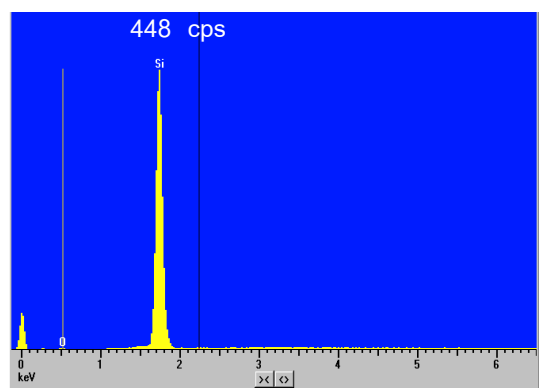
ตารางที่ 4.12 แสดงปริมาณสารประกอบออกไซด์ของซิลิกาหลังทำปฏิกิริยากับกรดไนตริกเข้มข้น

ลำดับที่	สารประกอบ	ปริมาณ(%wt)
1	MgO	0.057
2	Al ₂ O ₃	0.245
3	CaO	0.007
4	Fe ₂ O ₃	0.048
5	MnO ₂	0.0017
6	P ₂ O ₅	<<
7	K ₂ O	0.0074
8	SiO ₂	99.66

4.12 การศึกษาเชิงคุณภาพของซิลิกาบริสุทธิ์ (สารตัวอย่างมาตรฐาน) และซิลิกาที่เตรียมได้



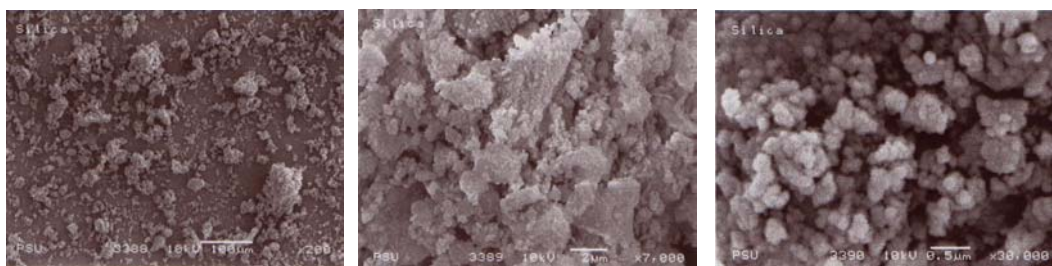
a)



b)

ภาพประกอบที่ 4.9 แสดงความสูงยอดกราฟของ a) ซิลิกามาตรฐาน 99.99% b) ซิลิกาที่เตรียมจากแกลบ

4.13 การศึกษาพื้นผิวของซิลิกาที่เตรียมจากขี้เถ้าแกลบ โดยผ่านการบดละเอียด นาน 24 ชั่วโมง



a)

b)

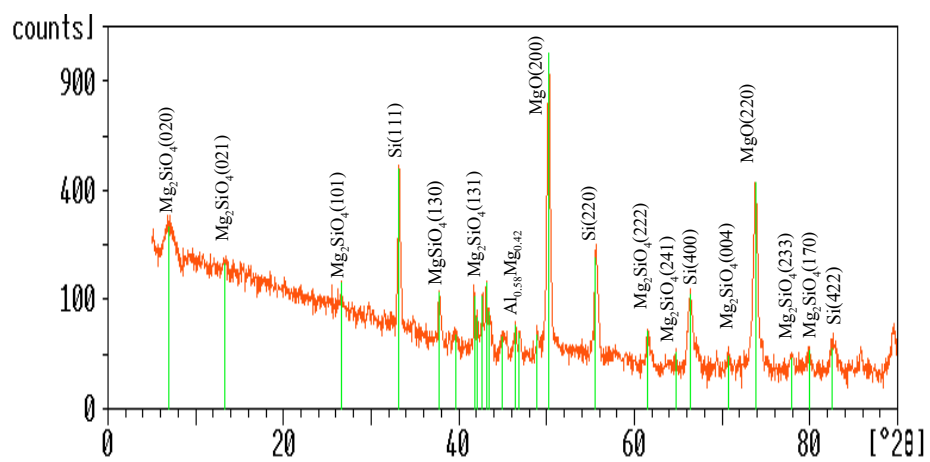
c)

ภาพประกอบที่ 4.10 แสดงภาพถ่ายพื้นผิวของซิลิกาในขี้เถ้าแกลบกำลังขยาย

a) 200 เท่า b) 7,000 เท่า c) 30,000 เท่า

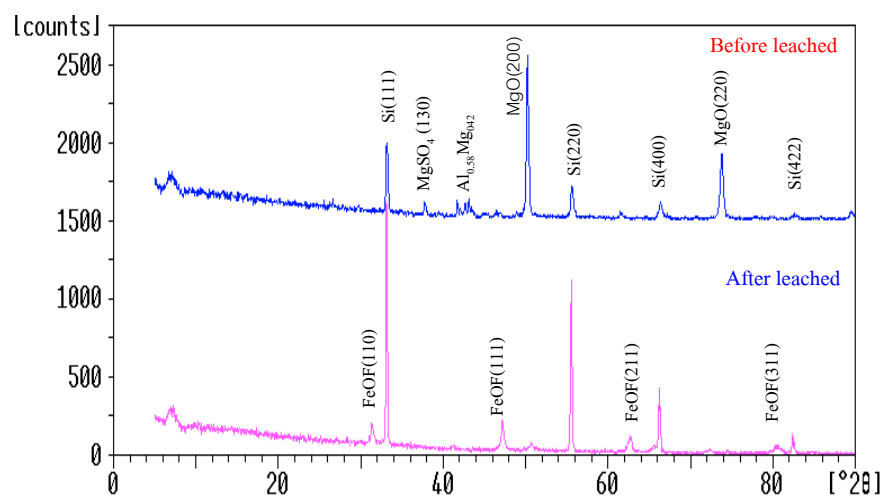
4.14 การเตรียมซิลิกอนบริสุทธิ์จากซิลิกาในขี้เถ้าแกลบ

4.14.1 ปฏิกริยาระหว่างซิลิกา กับแมกนีเซียมซึ่งเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง

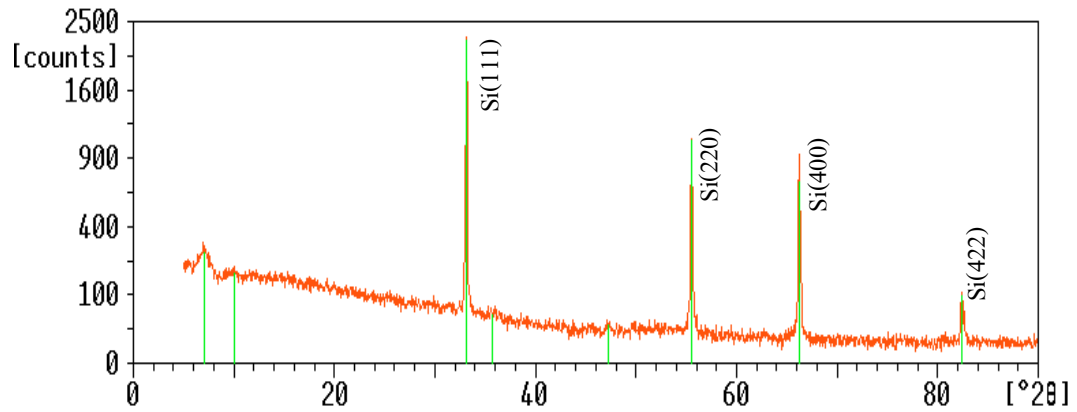


ภาพประกอบที่ 4.11 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารที่ได้จากปฏิกริยาระหว่างซิลิกา กับแมกนีเซียมที่เผาในอากาศ

4.14.2 ซิลิกอนบริสุทธิ์ที่ผ่านการทำปฏิกริยากับกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น และกรดไฮโดรฟลูออริกเข้มข้น



ภาพประกอบที่ 4.12 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารก่อนและหลังการทำปฏิกิริยากับกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นและกรดไฮโดรฟลูออริกเข้มข้น

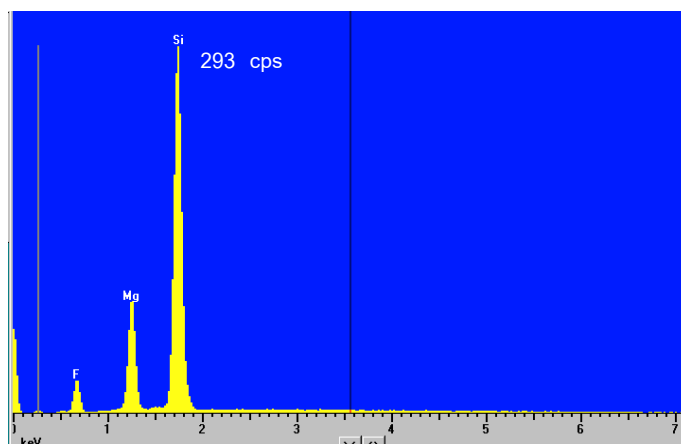


ภาพประกอบที่ 4.13 แสดงการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของซิลิกอนที่เตรียมจากจีเอ็มแอลบโดยใช้อัตราส่วนซิลิกาต่อแมกนีเซียมเท่ากับ 10:3 โดยน้ำหนัก

4.14.3 การวิเคราะห์เชิงปริมาณของซิลิกอนที่เตรียมด้วยอัตราส่วนซิลิกาต่อแมกนีเซียม 2:1 โดยน้ำหนัก

ตารางที่ 4.13 แสดงปริมาณของธาตุต่างๆและซิลิกอนที่เตรียมจีเอ็มแอลบโดยใช้อัตราส่วนซิลิกาต่อแมกนีเซียม 2:1 โดยน้ำหนัก

ธาตุ	ปริมาณ(%)
O	2.63±0.20
F	17.80±0.29
Mg	17.44±0.14
Si	62.12±0.45

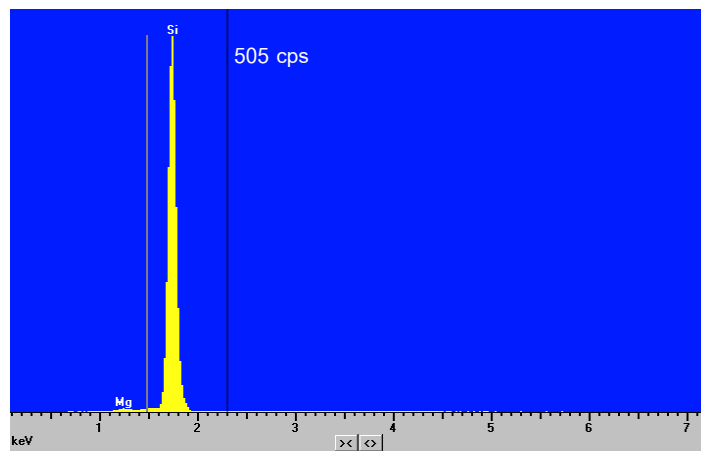


ภาพประกอบที่ 4.14 แสดงสเปกตรัมรังสีเอกซ์ของธาตุต่าง ๆ และซิลิกอน โดยใช้อัตราส่วนซิลิกาต่อแมกนีเซียมเท่า 2:1 โดยน้ำหนัก

4.14.4 การวิเคราะห์เชิงปริมาณของซิลิกอนที่เตรียมด้วยอัตราส่วนซิลิกาต่อแมกนีเซียมเท่ากับ 10:3 โดยน้ำหนัก

ตารางที่ 4.14 แสดงปริมาณของแมกนีเซียมและซิลิกอนของสารตัวอย่างที่เตรียมจากซิลิกาและแมกนีเซียมด้วยอัตราส่วน 10:3 โดยน้ำหนัก

ธาตุ	ปริมาณ(%)
Mg	0.39 ± 0.04
Si	99.61 ± 0.04

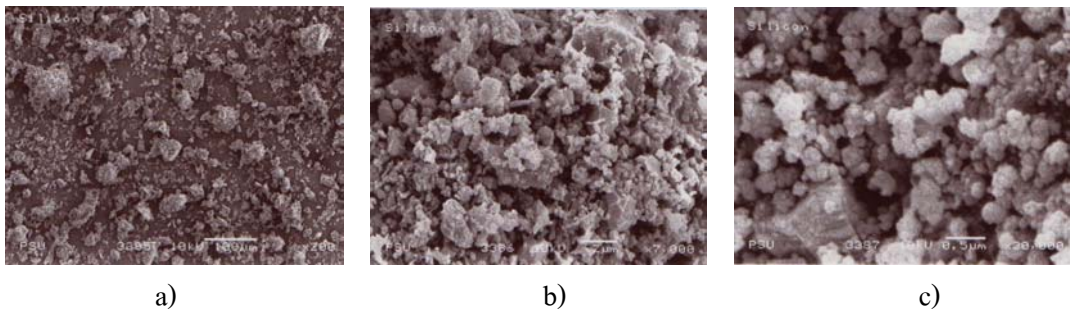


ภาพประกอบที่ 4.15 แสดงสเปกตรัมรังสีเอกซ์ของธาตุต่างๆและซิลิกอน ของสารตัวอย่างที่เตรียมจากซิลิกาและแมกนีเซียมด้วยอัตราส่วน 10:3 โดยน้ำหนัก



ภาพประกอบที่ 4.16 ซิลิกอนบริสุทธิ์ที่เตรียมจากซีเถ้าแอลบ

4.15 การศึกษาพื้นผิวของซิลิกอนบริสุทธิ์ที่เตรียมจากแอลบ โดยผ่านการบดละเอียด นาน 24 ชั่วโมง



ภาพประกอบที่ 4.17 แสดงภาพถ่ายจุลทรรศน์อิเล็กตรอนของพื้นผิวของซิลิกอนบริสุทธิ์กำลังขยาย

a) 200 เท่า b) 7,000 เท่า c) 30,000 เท่า

วิเคราะห์ผลการทดลอง

จากตารางที่ 4.1 พบว่าในแอลบมีซิลิกาอยู่ 21.72 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก มีสารประกอบออกไซด์อยู่ 3.22 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และส่วนที่เหลือเป็นสารประกอบไฮโดรคาร์บอน 75.06 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก จากรายงานของ Krishnarao(2002) กล่าวว่า “ปริมาณซิลิกาในแอลบอยู่ในช่วง 13-29 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก” และจากภาพประกอบที่ 4.1 ซิลิกาในแอลบมีโครงสร้างแบบบอสันฐาน มียอดกราฟเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากเป้า Co มีมุม 2 θ เท่ากับ 26.84 องศา

จากภาพประกอบที่ 4.2 เป็นภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของแอลบที่ผ่านการบดละเอียด พบว่าขนาดของเกรนเฉลี่ยอยู่ในระดับ 4.2 ไมโครเมตร การกระจายของพื้นผิวแอลบมีการกระจายตัวไม่สม่ำเสมอ

จากตารางที่ 4.2 การเผาแอลบในอากาศที่อุณหภูมิระหว่าง 500 - 1,000 องศาเซลเซียส โดยเพิ่มอุณหภูมิจากอุณหภูมิห้องถึงอุณหภูมิเผาด้วยอัตรา 5 องศาเซลเซียสต่อนาที เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ได้ซิลิกาปริมาณ 83.96 ถึง 88.72 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก สารประกอบออกไซด์บางชนิดมีเปอร์เซ็นต์เพิ่มขึ้น เพราะไฮโดรคาร์บอนในแอลบหายไปจากการสลายตัวเชิงความร้อน (เมื่อ

อุณหภูมิเผาสูงขึ้นสารจะเปลี่ยนสถานะจากของแข็งเป็นก๊าซ) แต่บางชนิดมีเปอร์เซ็นต์ลดลง เนื่องจากการสลายตัวเชิงความร้อนของสารนั้น

จากตารางที่ 4.3 ถึง 4.5 พบว่าปริมาณซิลิกาที่เตรียมได้ค่อนข้างคงที่ไม่ขึ้นกับอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิเผา แต่ไม่พบสารประกอบออกไซด์บางตัว เช่น ไม่พบ MgO เมื่ออัตราการเพิ่มอุณหภูมิเผาตั้งแต่ 10 องศาเซลเซียสต่อนาทีขึ้นไป และไม่พบ SO₃ เมื่ออัตราการเพิ่มอุณหภูมิเผาตั้งแต่ 15 องศาเซลเซียสต่อนาทีขึ้นไป นอกจากนี้ SO₃ มีปริมาณลดลงจนเครื่องวิเคราะห์ไม่สามารถตรวจวัดได้ เมื่ออุณหภูมิเผาสูงกว่า 600 องศาเซลเซียส และอัตราการเพิ่มอุณหภูมิเผาตั้งแต่ 10 องศาเซลเซียสต่อนาทีขึ้นไป ทั้งนี้เนื่องจากสลายตัวเชิงความร้อนของสารประกอบดังกล่าว ดังนั้นสรุปได้ว่า เมื่ออัตราการเพิ่มของอุณหภูมิเผาสูงขึ้น สารประกอบออกไซด์บางอย่างสลายตัวไป โดยเฉพาะที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิเผาเท่ากับ 15 องศาเซลเซียสต่อนาที จำนวนสารประกอบออกไซด์ในซีเมนต์แกลบมีน้อยที่สุดซึ่งเป็นอุณหภูมิเผาที่เร็วประหยัดเวลาในการมากที่สุดและอัตราการเพิ่มอุณหภูมิไม่ผลต่อปริมาณซิลิกา (ซิลิกาคงที่)

จากภาพประกอบที่ 4.3 แสดงให้เห็นว่าความเป็นผลึกของซิลิกาในซีเมนต์แกลบเกิดขึ้นเมื่ออุณหภูมิเผาสูงกว่า 900 องศาเซลเซียส ส่วนอุณหภูมิเผาที่ต่ำกว่า 900 องศาเซลเซียส โครงสร้างของซิลิกาอยู่ในรูปอสัณฐานทั้งหมด และจากผลการวิเคราะห์นี้สามารถบ่งชี้ว่าซิลิกาในซีเมนต์แกลบที่เผาที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส มีสูตรทางเคมีเป็น SiO₂ โครงผลึกเป็นแบบทรงสี่เหลี่ยม (tetragonal) เฟสเป็นแบบ คริสโตบาไลต์ (cristobalite)

จากภาพประกอบที่ 4.4 นำซีเมนต์แกลบที่เผาในช่วงอุณหภูมิ 700 ถึง 900 องศาเซลเซียส มาถ่ายภาพจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่าอนุภาคมีความหนาแน่นที่สุดที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส เนื่องจากเป็นอุณหภูมิที่สารเริ่มจัดเรียงตัวเป็นผลึกทำให้เกิดความเป็นระเบียบในเนื้อสารมากที่สุดจึงทำให้ความหนาแน่นมีค่ามากที่สุด (ที่ถ้ำลังขยาย 10,000)

จากภาพประกอบที่ 4.5 การกระจายตัวของขนาดอนุภาคของซีเมนต์แกลบที่ได้จากบดละเอียดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเท่ากับ 4.510 ± 3.374 ไมโครเมตร เส้นผ่านศูนย์กลางที่เล็กสุดเท่ากับ 0.545 ไมโครเมตร และเส้นผ่านศูนย์กลางที่ใหญ่ที่สุดเท่ากับ 30.07 ไมโครเมตร

จากตารางที่ 4.4 ถึง 4.9 พบว่า ความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริก 3N เป็นความเข้มข้นต่ำสุดที่ทำให้ได้ปริมาณซิลิกาสูงกว่า 99 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริกให้สูงกว่า 3N พบว่าปริมาณซิลิกาที่ได้ค่อนข้างคงที่ แต่เมื่อลดความเข้มข้นของกรดลงน้อยกว่า 3N (ใช้ความเข้มข้น 1N) ปริมาณซิลิกาลดเป็น 97 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

จากภาพประกอบที่ 4.8 พบว่าน้ำหนักของแคลบลดลงจนเริ่มคงที่ที่อุณหภูมิเผา 635 องศาเซลเซียส ซึ่งแสดงว่าไฮโดรคาร์บอนได้สลายตัวไปหมดแล้ว ดังนั้นจึงเลือกอุณหภูมิเผา 700 องศาเซลเซียส เป็นอุณหภูมิที่ใช้ในการกำจัดไฮโดรคาร์บอนในซีเถ้าแคลบ

จากภาพประกอบที่ 4.7 และ 4.8 สรุปได้ว่าเงื่อนไขที่เหมาะสมของการเตรียมซิลิกาบริสุทธิ์ ต้องใช้กรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้นเท่ากับ 3N ทำปฏิกิริยากับแคลบ แล้วเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศของออกซิเจนนาน 3 ชั่วโมง

จากตารางที่ 4.11 แสดงปริมาณสารประกอบออกไซด์ของซีเถ้าหลังทำปฏิกิริยากับกรดไนตริกเข้มข้นนาน 2 ชั่วโมง พบว่าสารประกอบออกไซด์ที่วิเคราะห์ได้มีปริมาณ 0.34 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ซึ่งส่วนที่เหลือคือปริมาณของซิลิกา จากกระบวนการเตรียมข้างต้นทำให้ได้ซิลิกาบริสุทธิ์ 99.66 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

จากภาพประกอบที่ 4.9 พบว่ายอดกราฟเรอริงส์เอกซ์แบบกระจายพลังงานของซิลิกาที่เตรียมได้จากซีเถ้าแคลบและซิลิกามาตรฐาน 99.99% มีความสูงใกล้เคียงกัน หมายความว่าซิลิกาที่เตรียมได้จากแคลบมีความบริสุทธิ์ที่ใกล้เคียงกับสารตัวอย่างมาตรฐาน

จากภาพประกอบที่ 4.10 แสดงภาพถ่ายจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่าซิลิกาที่เตรียมได้บางส่วนมีความพรุนตัว แต่มีบางส่วนอัดกันแน่น จากรายงานของ Yalcin (2001) ซิลิกาที่มีความพรุนตัวสูง (มากกว่า 200 m²/g) มีสมบัติเป็นแอคทีฟซิลิกา (active silica) มีความว่องไวในการทำปฏิกิริยา

จากภาพประกอบที่ 4.11 เป็นรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารจากปฏิกิริยาระหว่างซิลิกากับผงแมกนีเซียมในอัตราส่วน 2:1 โดยน้ำหนัก จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ พบว่าเกิด ซิลิกอน และสารประกอบ แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) แมกนีเซียมซิลิเกต (Mg₂SiO₄) และ อะลูมิเนียมแมกนีเซียม (Al_{0.58}Mg_{0.42}) ส่วนจากภาพประกอบที่ 4.11 เป็นรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารจากภาพประกอบที่ 4.11 หลังผ่านการทำปฏิกิริยากับกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นและกรดไฮโดรฟลูออริกเข้มข้น แล้วล้างออกด้วยน้ำปอดไอออนหลายๆครั้ง แล้วอบแห้ง ความบริสุทธิ์ของซิลิกอนสูงขึ้น สังเกตจากความเข้มยอดกราฟรังสีเอกซ์ที่เพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตามยังพบการปนเปื้อนของไฮดรอกไซด์ฟลูออไรด์ (FeOF) จากภาพประกอบที่ 4.13 เป็นรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารจากปฏิกิริยาระหว่างซิลิกากับผงแมกนีเซียมในอัตราส่วน 10:3 โดยน้ำหนัก ซึ่งไม่พบสารประกอบอื่นๆในสารตัวอย่าง ซึ่งผลนี้ตรงกับภาพประกอบ 4.14 และ 4.15

จากภาพประกอบที่ 4.17 ภาพถ่ายจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่าซิลิกอนที่เตรียมได้ มีขนาดของเกรนเฉลี่ยในระดับ 2.2 ไมโครเมตร

วิจารณ์ผลการทดลอง

ปริมาณซิลิกาที่ได้ขึ้นอยู่กับสองปัจจัย คือ วิธีการเตรียมและเครื่องที่ใช้วิเคราะห์ ในงานวิจัยนี้ได้เลือกใช้การเตรียมโดยวิธีการเชิงความร้อนและกระบวนการเชิงเคมี ซึ่งเป็นวิธีที่วิจัยที่ใช้กันโดยทั่วไป แต่ละวิธีการเตรียมจะให้เปอร์เซ็นต์ของซิลิกาที่แตกต่างกัน ส่วนเครื่องมือวิเคราะห์ที่ใช้เครื่องเรืองรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่นที่สามารถวิเคราะห์ธาตุได้ตั้งแต่ธาตุ Be ถึง U ปริมาณธาตุของธาตุที่สามารถวิเคราะห์ได้ตั้งแต่ระดับหนึ่งในล้านส่วนขึ้นไป ทำให้เครื่องเรืองรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่นมีค่าการแยก (resolution) ได้ดีกว่าเครื่องเรืองรังสีเอกซ์แบบกระจายพลังงาน

ข้อด้อยประการหนึ่ง การหาปริมาณซิลิกาด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์ คือไม่สามารถหาปริมาณของซิลิกาได้โดยตรง เพราะเมื่อนำซิลิกาที่เตรียมได้ มาใช้วิธีเดิมสารมาตรฐาน แล้ววิเคราะห์ผลการเรืองรังสีเอกซ์ จะได้กราฟเปรียบเทียบมาตรฐานของซิลิกา ในการทดลองนี้พบว่าปริมาณซิลิกาที่วิเคราะห์ได้สูงกว่าปริมาณที่ควรจะเป็น (สูงกว่า 100 เปอร์เซ็นต์) ดังนั้นจึงเปลี่ยนวิธีหาความบริสุทธิ์ของซิลิกาด้วยวิธีอื่น คือ การละลายซิลิกาด้วยกรดไฮโดรฟลูออริกเข้มข้น แล้ววิเคราะห์สารเจือปน (ด้วยเทคนิค ICP) ในซิลิกาแทน แล้วหักออกจากหนึ่งร้อยเปอร์เซ็นต์ และเมื่อเปรียบเทียบกับสารตัวอย่างมาตรฐานซิลิกาที่ซื้อมา พบว่าการหาความบริสุทธิ์ของซิลิกาใช้เทคนิคการวัดปริมาณสารเจือปนแล้วหักออกจากหนึ่งเปอร์เซ็นต์เช่นกัน (ยืนยันจากใบ certification of analysis)