

บทที่ 3

วัสดุและวิธีการวิจัย

ในบทที่ 2 ได้กล่าวถึงทฤษฎีและหลักการเตรียมซิลิกาจากแกลบและการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์ในการวิเคราะห์ผลของปริมาณซิลิกาที่เตรียมได้จากแกลบทั้งในเชิงปริมาณและคุณภาพ ในบทที่ 3 นี้เป็นการนำเสนอเกี่ยวกับวัสดุอุปกรณ์ที่เกี่ยวข้องกับวิธีการเตรียมและวิธีการดำเนินวิจัยเพื่อให้ได้ซิลิกาบริสุทธิ์จากแกลบ

3.1 วัสดุ

วัสดุที่ใช้แล้วหมดไปหรือสิ้นเปลืองในงานวิจัยนี้มีหลายชนิดดังนี้

- 3.1.1 แกลบจากข้าวพันธุ์เล็บนก อำเภอเชียรใหญ่ จ.นครศรีธรรมราช
- 3.1.2 กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 37 เปอร์เซ็นต์
- 3.1.3 กรดไนตริกเข้มข้น 65 เปอร์เซ็นต์
- 3.1.4 สารละลายเมทานอล
- 3.1.5 สารละลายอะซิโตน
- 3.1.6 โพลีไวนิลแอลกอฮอล์
- 3.1.7 กรดไฮโดรฟลูออริกเข้มข้น 40 เปอร์เซ็นต์
- 3.1.8 กระดาษทราย (SiC grinding paper) เบอร์ P1200, P800 และ P400 ยี่ห้อ Buehler
- 3.1.9 น้ำกลั่น (distilled water)
- 3.1.10 น้ำปลอดไอออน (deionized water)
- 3.1.11 กระดาษกรองเบอร์ MN615 เส้นผ่านศูนย์กลาง 125 มิลลิเมตร ยี่ห้อ MACHEREY-NAGEL
- 3.1.12 สารตัวอย่างมาตรฐาน ซิลิกาบริสุทธิ์ 99.9 เปอร์เซ็นต์ ยี่ห้อ ALDRICH
- 3.1.13 สารตัวอย่างมาตรฐาน แมกนีเซียมบริสุทธิ์ 99 เปอร์เซ็นต์ ยี่ห้อ PANREAC

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

3.2.1 อุปกรณ์ที่เกี่ยวข้องกับการเตรียมสารตัวอย่างมีดังนี้

3.2.1.1 กะละมังขนาดกลางความจุ 10 ลิตร จำนวน 2 ใบ ขนาดใหญ่ความจุ 20 ลิตร จำนวน 1 ใบ

3.2.1.2 บีกเกอร์แก้วขนาด 3000 ml จำนวน 1 ใบ ขนาด 500 ml จำนวน 4 ใบ ขนาด 1000 ml จำนวน 2 ใบ พร้อมแท่งแก้วคน

3.2.1.3 บีกเกอร์พลาสติกชนิด PP ขนาด 500 ml, 1000 ml อย่างละ 2 ใบ ยี่ห้อ NALGENE

3.2.1.4 เครื่องชั่งแบบดิจิทัล 4 ตำแหน่ง (Digital electronic balance) รุ่น 7550 ยี่ห้อ CAHN

3.2.1.5 เตาเผาอุณหภูมิสูง 1,600 องศาเซลเซียส ยี่ห้อ Lenton 1600

3.2.1.6 เตาเผาอุณหภูมิสูง 1200 องศาเซลเซียส ชนิดไหลผ่านก๊าซ ยี่ห้อ Carbolite 1200

3.2.1.7 เครื่องอัดระบบไฮดรอลิก สามารถอัดด้วยแรงสูงสุด 25 ตัน

3.2.1.8 โกร่งบดอะลูมินา พร้อมสากบด ลูกบดอะลูมินาขนาด 5 และ 15 มิลลิเมตร

3.2.1.9 เทอร์โมมิเตอร์ชนิดกะเปาะ

3.2.1.10 เครื่องบดย่อยอนุภาค (grinding mill machine) ยี่ห้อ FRITSCH

3.2.1.11 ถ้วยอะลูมินาบริสุทธิ์ 95 เปอร์เซ็นต์และ ถ้วยที่ทำเองจากดินเผา (เผาที่อุณหภูมิ 1,400 องศาเซลเซียส)

3.2.2 เครื่องมือวิเคราะห์ที่ใช้บริการจากศูนย์เครื่องมือกลาง มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

3.2.2.1 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope:SEM) ยี่ห้อ JEOL JSM รุ่น 5800LV

3.2.2.2 เครื่องเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer) ยี่ห้อ Philips รุ่น X'Pert MPD

3.2.2.3 เครื่องเรืองรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น (wave dispersive x-ray fluorescence spectrometer) ยี่ห้อ PHILIPS รุ่น PW2400

3.2.2.4 เครื่องวัดขนาดอนุภาคด้วยลำแสงเลเซอร์ (laser particle size analyzer) ยี่ห้อ COULTER รุ่น LS230

3.2.2.5 เครื่องวิเคราะห์ปริมาณ CHNS-O (CHNS-O analyzer) รุ่น EA

3.2.2.6 เครื่องวิเคราะห์เชิงความร้อน ทีจีเอ (thermogravimetry analyzer) ยี่ห้อ PerkinElmer รุ่น TGA7

3.2.2.7 เครื่องวิเคราะห์ธาตุในระดับต่ำมาก (inductively coupled plasma optical emission spectrometry) ยี่ห้อ Perkin-Elmer รุ่น Optima 4300DV

3.2.2.8 เครื่องเรืองรังสีเอกซ์แบบกระจายพลังงาน (energy dispersive x-ray spectrometer: EDS) ยี่ห้อ Oxford รุ่น ISIS 300

3.3 วิธีดำเนินการ

3.3.1 การวิเคราะห์เชิงปริมาณและเชิงคุณภาพของแกลบ

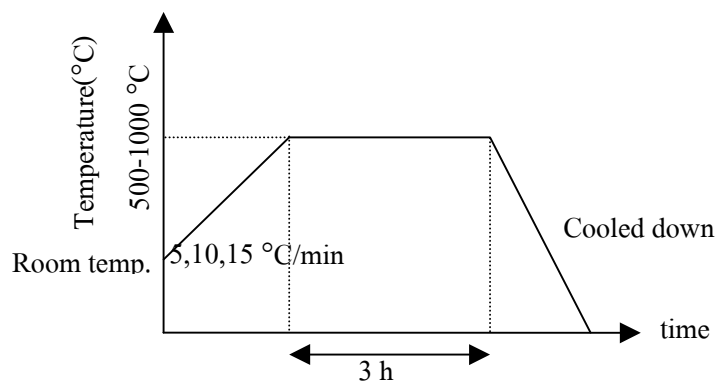
3.3.1.1 นำแกลบดิบมาคัดแยกสิ่งเจือปนและเศษดินที่ติดมาออกแล้วล้างทำความสะอาดด้วยน้ำกลั่นเพื่อขจัดสิ่งสกปรกที่ติดมากับแกลบ แล้วผึ่งให้แห้งหมาดๆ หลังจากนั้นอบแห้งที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง โดยนำแกลบดิบมาบดให้เล็กลงด้วยเครื่องด้วยย่อยอนุภาค โดยใช้ปริมาณแกลบดิบ 25 กรัม (ต่อการบดหนึ่งครั้ง) ทำการบดเป็นเวลา 30 นาที ด้วยอัตราเร็วรอบ 350 รอบต่อนาที จากนั้นนำแกลบที่ผ่านการบดด้วยวิธีการดังกล่าวมาวิเคราะห์หาปริมาณซิลิกาและสารประกอบโลหะออกไซด์ ด้วยเครื่องเรอริงส์เอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น

3.3.1.2 ศึกษาเฟสของซิลิกาด้วยเครื่องเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ จากตัวอย่างในข้อ 3.3.1.1

3.3.1.3 ศึกษาพื้นผิวของผลแกลบที่บด ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

3.3.2 การศึกษาผลของอุณหภูมิ ที่มีผลต่อปริมาณซิลิกา เฟส การกระจายของพื้นผิว และสารเจือปนโลหะออกไซด์ในแกลบ

3.3.2.1 การศึกษาผลของอุณหภูมิที่เผาต่อปริมาณซิลิกาที่ได้ ทั้งในอากาศและในบรรยากาศของก๊าซออกซิเจน ที่อุณหภูมิของการเผา 500, 600,...,1000 องศาเซลเซียส โดยเพิ่มอุณหภูมิจากอุณหภูมิห้องด้วยอัตรา 5, 10 และ 15 องศาเซลเซียสต่อนาที และด้วยอัตราการไหลผ่านของก๊าซออกซิเจน 1 ลิตรต่อนาที สำหรับการเผาในบรรยากาศของก๊าซออกซิเจน



ภาพประกอบที่ 3.1 แสดงอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิกับช่วงเวลาในการเผาซีเมนต์แกลบ



ภาพประกอบที่ 3.2 แสดงลักษณะเตาเผาที่ใช้ในการทำวิจัย

3.3.2.2 ศึกษาผลของอัตราการเพิ่มอุณหภูมิต่อปริมาณซิลิกาที่ได้ (ปริมาณซิลิกาที่เตรียมได้ขึ้นอยู่กับอัตราการเพิ่มอุณหภูมิหรือไม่)

3.3.2.3 ศึกษาผลของอุณหภูมิของการเผาในช่วง 700 ถึง 900 องศาเซลเซียส ต่อความเป็นผลึกของซิลิกาที่เตรียมได้ โดยขึ้นรูปจี้แก้วกลายเป็นทรงกระบอกสูง 5.00 ± 0.05 มิลลิเมตร เส้นผ่านศูนย์กลาง 13 ± 0.05 มิลลิเมตร เพื่อจำแนกว่าซิลิกาที่เตรียมได้มีผลึกอยู่ในรูปแบบใด



ภาพประกอบที่ 3.3 เบ้าอัดขึ้นรูปจี้แก้วเคลือบ

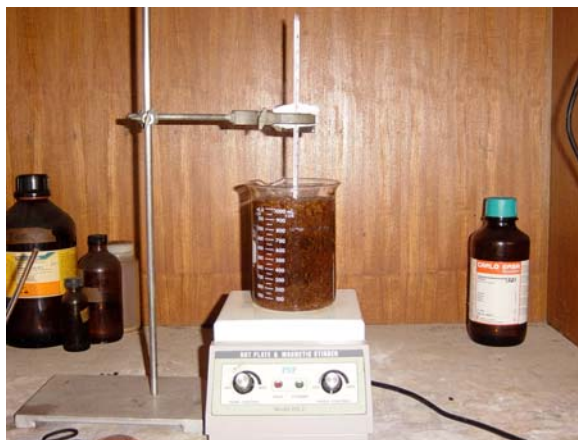
3.3.2.4 วัดขนาดอนุภาคของซีเมนต์แกลบที่ผ่านการบดละเอียดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาคจากลำแสงเลเซอร์

3.3.3 หาเงื่อนไขของความเข้มข้นกรดไฮโดรคลอริกที่ใช้ในการกำจัดสารประกอบออกไซด์ ทั้งก่อนและหลังการเผา

3.3.3.1 หาความเข้มข้นกรดไฮโดรคลอริกที่เหมาะสมในการกำจัดโลหะออกไซด์ โดยใช้ น้ำหนักของแกลบเท่ากับ 65 กรัมต่อการทดลองหนึ่งครั้ง โดยใช้ความเข้มข้นของกรดเท่ากับ 1, 3, 5, 7 และ 9 N แล้วให้ความร้อนแก่สารตัวอย่างเท่ากับ 80 ± 5 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นล้างกรดออกด้วยน้ำกลั่นหลายๆครั้งจนหมดเนื้อกรด (สังเกตจากค่า pH ของน้ำที่ใช้ล้าง จนกว่าค่า pH ของน้ำที่ใช้ล้างแกลบเป็น 7 ± 0.5) หลังจากนั้นเผาแกลบที่ผ่านการทำปฏิกิริยากับกรดที่ อุณหภูมิ 500, 600, 700, 800, 900 และ 1,000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ภายใต้การไหลผ่าน ก๊าซออกซิเจน 1 ลิตรต่อนาที แล้ววิเคราะห์ปริมาณซิลิกาและสารประกอบออกไซด์ด้วยเครื่องเรืองรังสีเอกเรย์แบบกระจายพลังงาน

3.3.3.2 หาอุณหภูมิเผาที่ทำให้ปริมาณคาร์บอนตกค้างในซีเมนต์น้อยที่สุด ด้วยเครื่องวิเคราะห์เชิงความร้อน TGA

3.3.3.3 นำซีเมนต์แกลบในข้อ 3.3.3.1 และ 3.3.3.2 มาทำปฏิกิริยากับกรดไนตริกเข้มข้น ที่ อุณหภูมิ 80 ± 5 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วล้างด้วยน้ำปอดไอออนจนกรดหมด จากนั้น อบแห้งที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



ภาพประกอบที่ 3.4 แสดงการทำปฏิกิริยาของกรดไฮโดรคลอริกกับแกลบก่อนการเผา

3.3.3.4 นำขี้เถ้าแกลบปริมาณ 0.200 กรัม มาทำปฏิกิริยากับกรดไฮโดรฟลูออริกเข้มข้นที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส (ใส่ตัวอย่างในเตาไมโครเวฟ แล้วให้ความร้อนอย่างช้าๆ จนกว่าขี้เถ้าแกลบจะละลายจนหมด) แบ่งสารละลายขี้เถ้าแกลบมาเจือจางในน้ำปooledไอออนโดยใช้อัตราส่วนของน้ำปooledไอออน: สารละลายขี้เถ้าแกลบ 250:1 โดยปริมาตร แล้วนำไปวิเคราะห์ธาตุด้วยเครื่องวิเคราะห์ธาตุในระดับต่ำมาก (ICP) นำผลที่ได้ไปคำนวณกลับเป็นเปอร์เซ็นต์ของสารประกอบออกไซด์ แล้วนำเปอร์เซ็นต์ทั้งหมดของโลหะออกไซด์ลบออกจาก 100 ก็จะได้เปอร์เซ็นต์ของซิลิกา

3.3.3.5 เปรียบเทียบความบริสุทธิ์ของซิลิกาที่เตรียมได้ กับสารตัวอย่างมาตรฐานซิลิกาบริสุทธิ์ 99.9 เปอร์เซ็นต์ในเชิงคุณภาพ ด้วยเครื่องรังสีเอกซ์แบบกระจายพลังงาน จากความเข้มยอดรังสีเอกซ์ของธาตุที่เตรียมได้

3.3.3.6 ถ่ายภาพพื้นผิวของขี้เถ้าแกลบที่เตรียมได้ หลังจากบดละเอียดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

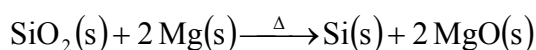
3.3.4 การเตรียมซิลิกอนบริสุทธิ์จากซิลิกาที่ได้จากขี้เถ้าแกลบ

3.3.4.1 นำซิลิกาในข้อ 3.3 มาใช้เป็นวัตถุดิบในการเตรียมซิลิกอน โดยใช้อัตราส่วนของซิลิกาต่อผงแมกนีเซียมบริสุทธิ์ 99.9 เปอร์เซ็นต์ ในสองอัตราส่วนโดยน้ำหนัก คือ

ก. อัตราส่วนของซิลิกาต่อผงแมกนีเซียมเท่ากับ 2:1 โดยน้ำหนัก

ข. อัตราส่วนของซิลิกาต่อผงแมกนีเซียมเท่ากับ 10:3 โดยน้ำหนัก

บดซิลิกากับผงแมกนีเซียมให้เข้ากันให้ดี นำไปเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วปล่อยให้เย็นลงที่อุณหภูมิห้อง ซิลิกาจะเกิดปฏิกิริยากับผงแมกนีเซียมได้ซิลิกอน ดังสมการ



แบ่งสารตัวอย่างไปวิเคราะห์หาสารประกอบที่เกิดขึ้นด้วยเครื่องเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์(ตรวจสอบว่ามีซิลิกอนเกิดขึ้นหรือไม่) และไปถ่ายภาพพื้นผิว

3.3.4.2 นำสารตัวอย่างที่เตรียมได้ในข้อ 3.4.1 มาต้มในกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นที่อุณหภูมิ 80 ± 5 องศาเซลเซียส เวลา 2 ชั่วโมง เพื่อกำจัด MgO ดังกรดออกด้วยน้ำปooledไอออนจนหมดเนื้อกรด แล้วกรองเอาเฉพาะตะกอน หลังจากนั้นนำตะกอนที่ได้มาต้มด้วยกรดไฮโดรฟลูออริกเข้มข้นที่อุณหภูมิ 80 ± 5 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ต้องใส่ในบีกเกอร์พลาสติก PP) เพื่อกำจัด

SiO₂ และ Mg₂SiO₄ แล้วล้างกรดออกด้วยน้ำปลอดไอออน วัดค่า pH หลังล้างกรด (ล้างจนกว่าค่า pH ของน้ำที่ล้างเท่ากับ 7 ± 0.5) แล้วนำตะกอนที่ได้มาอบแห้งที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง สุดท้ายจะได้ซิลิกอนบริสุทธิ์



ภาพประกอบที่ 3.5 แสดงการกรองตะกอนซิลิกอนที่เตรียมจากจี๊ด้าเกลบ

3.3.4.3 นำสารตัวอย่างในข้อ 3.3.4.2 มาวิเคราะห์ความบริสุทธิ์ของซิลิกอนด้วยเครื่องเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์

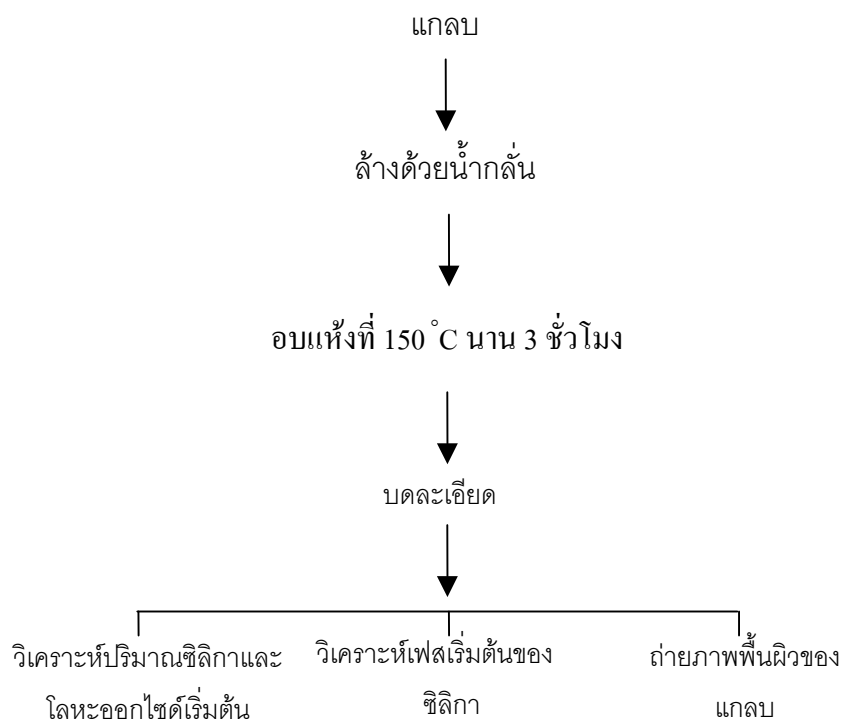
3.3.4.4 วิเคราะห์เปอร์เซ็นต์ของซิลิกอนและธาตุอื่นๆ ด้วยเครื่องเรืองรังสีเอกซ์แบบกระจายพลังงาน โดยเก็บข้อมูล จำนวน 10 ครั้ง แล้วหาค่าเฉลี่ยและส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน

3.3.5 ถ่ายภาพการกระจายตัวของพื้นผิวของซิลิกอน

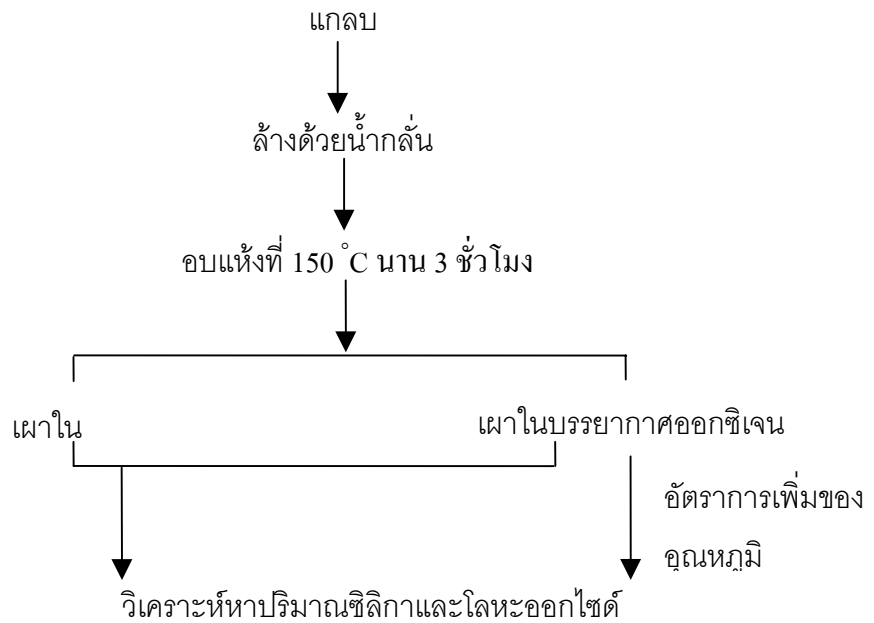
3.3.6 แผนภาพสรุปการเตรียมซิลิกาบริสุทธิ์จากซีเถ้าแกลบ

การเตรียมซิลิกาโดยอาศัยกระบวนการทางความร้อน

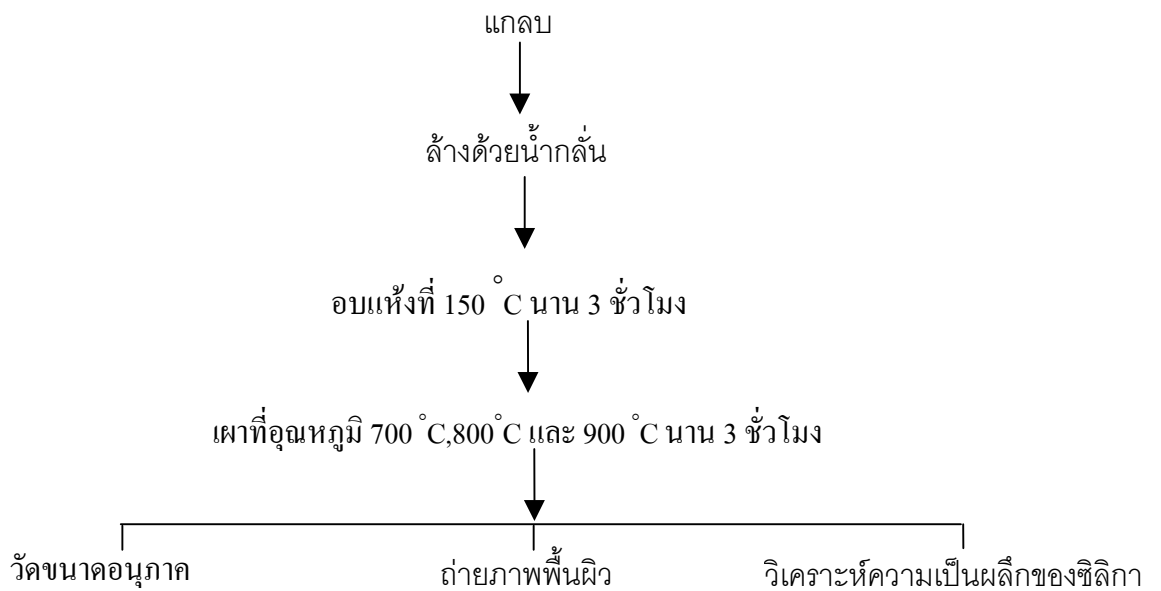
3.3.6.1 การศึกษาเชิงปริมาณและเชิงคุณภาพของแกลบก่อนการเผา



3.3.6.2 การศึกษาเชิงปริมาณของซีเมนต์ที่เผาในอากาศและในบรรยากาศออกซิเจน

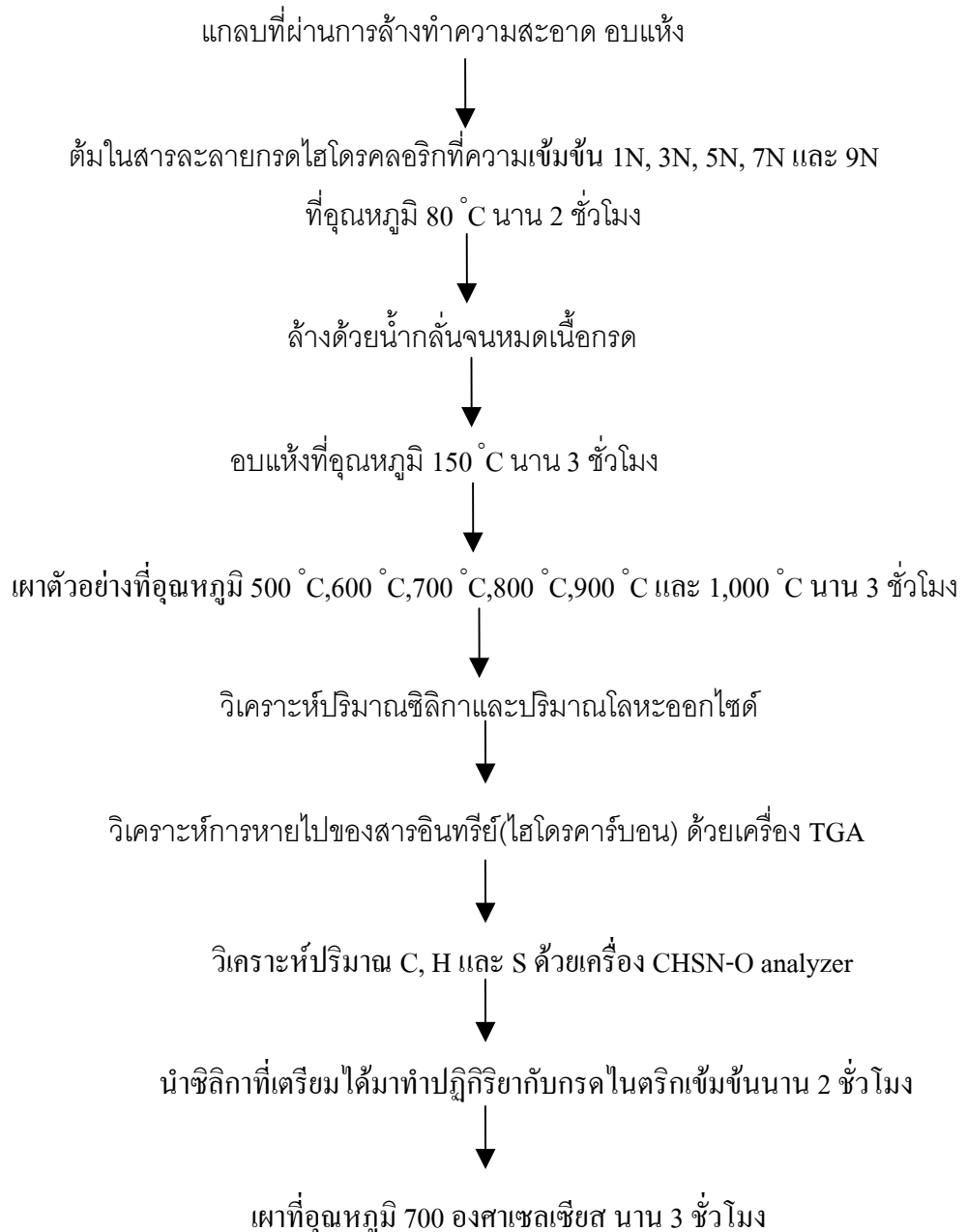


3.3.6.3 การศึกษาเฟสของซิลิกา



การเตรียมซิลิกาบริสุทธิ์โดยกระบวนการทางเคมีและทางความร้อน

3.3.6.4 การศึกษาปริมาณความเข้มข้นของกรดที่ใช้ในการกำจัดโลหะออกไซด์ในแกลบ





3.3.6.5 การเตรียมซิลิกอนบริสุทธิ์

