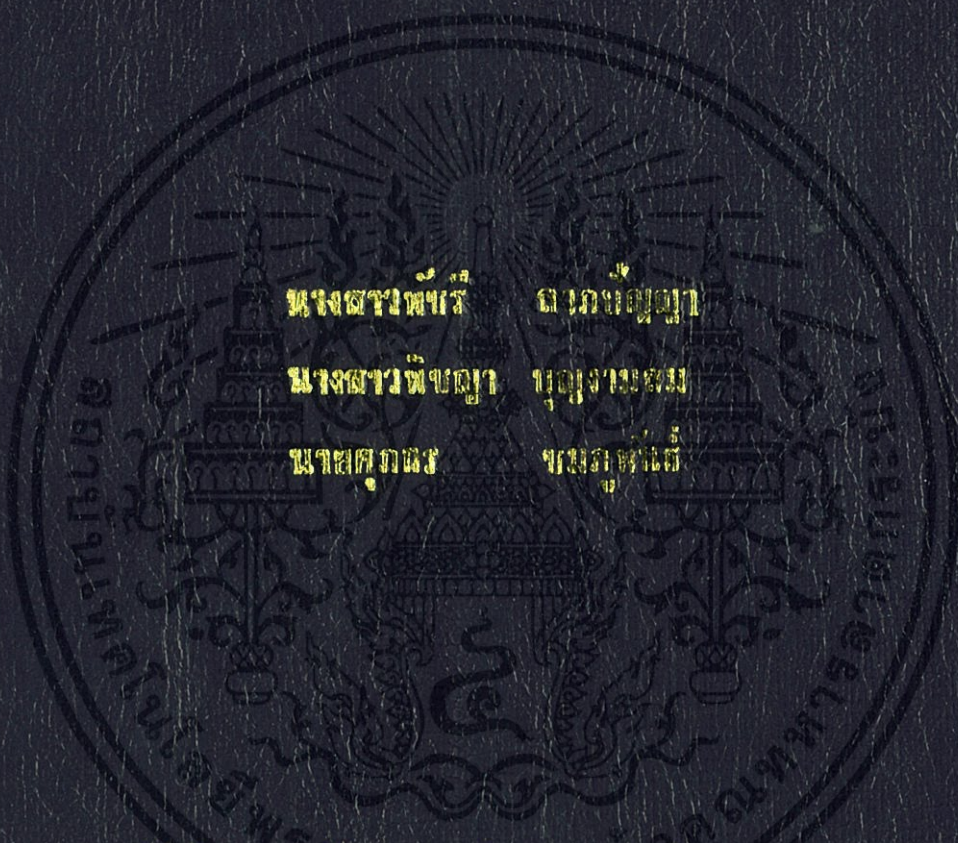


การเตรียมซิลิกาบริสุทธิ์จากเถ้าแกลบด้วยวิธีไมโครเวฟ

Preparation of Pure Silica from Rice Hull Ash by Microwave Method



นางสาวพัชรี ฤกษ์บุญญา

นางสาวพัชญา บุญจวบ

นายศุภพร ขนอมฤทธิ์

โครงการพิเศษในหลักสูตรหนึ่งของภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิถียุคใหม่

สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม - เครื่องมือวิเคราะห์

คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2559

การเตรียมซิลิกาบริสุทธิ์จากเถ้าแกลบด้วยวิธีไมโครเวฟ

Preparation of Pure Silica from Rice Hull Ash by Microwave Method



นางสาวพัชรี ลาภปัญญา

นางสาวพิชญา บุญงามสม

นายสุภกร ชมภูพันธ์

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

สาขาวิชา เคมีอุตสาหกรรม – เครื่องมือวิเคราะห์

คณะวิทยาศาสตร์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับอ้างอิงงานเพื่อการศึกษานี้เท่านั้น ไม่อนุญาตให้ไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปีการศึกษา 2555

**PREPARATION OF PURE SILICA FROM RICE HULL ASH
BY MICROWAVE METHOD**



PATCHAREE

LAPPANYA

PITCHAYA

BOONNGAMSOM

SUPPAGON

CHOOMPOOPAN

**A SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIRMENT FOR THE DEGREE OF BACHELOR OF SCIENCE
IN INDUSTRIAL CHEMISTRY - ANALYTICAL INSTRUMENTATION
FACULTY OF SCIENCE**

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

ACADEMIC YEAR 2555

เอกสารนี้เป็นทรัพย์สินทางปัญญาของสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง การนำเอกสารนี้ไปใช้โดยไม่ได้รับอนุญาต
ถือว่าผิดกฎหมาย หากมีข้อสงสัยหรือต้องการข้อมูลเพิ่มเติม กรุณาติดต่อฝ่ายวิชาการ โทร. 0-2616-0000

หัวข้อโครงการพิเศษ การเตรียมซิลิกาบริสุทธิ์จากเถ้าแกลบด้วยวิธีไมโครเวฟ
Preparation of Pure Silica from Rice Hull Ash by Microwave Method

ชื่อนักศึกษา นางสาวพัชรี ลาภปัญญา
นางสาวพิชญญา บุญงามสม
นายศุภกร ชมภูพันธ์

ปริญญา วิทยาศาสตรบัณฑิต

สาขาวิชา เคมีอุตสาหกรรม – เครื่องมือวิเคราะห์

อาจารย์ที่ปรึกษา ดร. สามารถ คงทวีเลิศ

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง อนุมัติให้
โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร วิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมี
อุตสาหกรรม – เครื่องมือวิเคราะห์ ประจำปีการศึกษา 2555

คณะกรรมการสอบ	ลายมือชื่อ
ดร. สามารถ คงทวีเลิศ	
ดร. ภิเชก รุ่งโรจน์ชัยพร	
ผศ.ดร. มนตรี ทองคำ	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกหรือเผยแพร่เนื้อหาของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ลิขสิทธิ์ของคณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

หัวข้อโครงการพิเศษ	การเตรียมซิลิกาบริสุทธิ์จากเถ้าแกลบด้วยวิธีไมโครเวฟ Preparation of Pure Silica from Rice Hull Ash by Microwave Method
ชื่อนักศึกษา	นางสาวพัชรี ลาภปัญญา นางสาวพิชญ์ บุญงามสม นายศุภกร ชมภูพันธ์
ปริญญา	วิทยาศาสตร์บัณฑิต
สาขาวิชา	เคมีอุตสาหกรรม – เครื่องมือวิเคราะห์
ปีการศึกษา	2555
อาจารย์ที่ปรึกษา	ดร. สามารถ คงทวีเลิศ

บทคัดย่อ

จุดประสงค์ของโครงการพิเศษนี้คือการศึกษาระบวนการเตรียมซิลิกาบริสุทธิ์จากเถ้าแกลบด้วยวิธีไมโครเวฟ โดยทำการศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมซิลิกาเพื่อให้ได้ร้อยละผลผลิตในปริมาณที่ดีที่สุดและใช้ระยะเวลาในการเตรียมที่น้อยที่สุดในห้องปฏิบัติการ ทั้งนี้เนื่องจากกระบวนการเตรียมซิลิกาแบบดั้งเดิมนั้นให้ความร้อนโดยอาศัยเตาความร้อน (Hot plate) ซึ่งมีลักษณะการให้ความร้อนถ่ายเทแบบลูกโซ่ โดยความร้อนที่ให้จะต้องผ่านภาชนะที่บรรจุก่อนจะผ่านเข้าสู่สารละลาย จึงต้องใช้ระยะเวลาในการสกัดนานเพื่อให้ได้ร้อยละผลผลิตของซิลิกาในปริมาณมาก ในขณะที่การให้ความร้อนโดยอาศัยคลื่นไมโครเวฟนั้น เป็นการให้ความร้อนโดยตรงแก่โมเลกุลของสารละลาย ทำให้ทุกโมเลกุลเกิดความร้อนขึ้นพร้อมกันอย่างรวดเร็วในระยะเวลาอันสั้น ซึ่งผลจากการศึกษาพบว่าในการเตรียมซิลิกาที่กำลังไฟฟ้า 600 วัตต์ในระยะเวลา 9 นาที เป็นสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมซิลิกาด้วยวิธีไมโครเวฟมากที่สุด โดยได้ร้อยละผลผลิตของซิลิกาเท่ากับ 31.70 จากนั้นทำการวิเคราะห์หาสัดส่วนองค์ประกอบทางเคมี หมู่ฟังก์ชัน ลักษณะโครงสร้างทางผลึกและขนาดอนุภาคของซิลิกาที่เตรียมได้ ด้วยเทคนิค XRF, FT-IR, XRD และ SEM ตามลำดับ เมื่อทำการเปรียบเทียบซิลิกาที่เตรียมด้วยวิธีดั้งเดิมและวิธีไมโครเวฟพบว่าไม่มีความแตกต่างกันทั้งในด้านลักษณะและสมบัติทางกายภาพ

คำสำคัญ: ซิลิกาบริสุทธิ์, เถ้าแกลบ, ไมโครเวฟ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Title	Preparation of Pure Silica from Rice Hull Ash by Microwave Method	
Students	Patcharee	Lappanya
	Pitchaya	Boonngamsom
	Suppagon	Choompoopan
Degree	Bachelor of Science	
Major Program	Industrial Chemistry – Analytical Instrumentation	
Academic Year	2555	
Advisor	Dr. Samart Kongtaweelert	

ABSTRACT

The aim of this special project is study about the preparation of pure silica from rice hull ash by the microwave method, by studying the optimal conditions for the preparation of the best percent yield silica and the shortest time to prepare in the laboratory. In the original procedure for silica preparation is heated by the hot stove (Hot plate), which is heating characteristic as a heat transfer chain. The heat must pass through the container before entering the solution. It takes a long time to get the percent yield of silica produced in large quantities. While using the microwave for heat source. The heat will directly to the molecules of the solvent. All of the molecules heat up quickly and in a short time. The results of the study showed that in the preparation of silica at electric power 600 Watt for the duration of 9 minutes is the optimum condition for the preparation of silica with the microwave. The percent yield of silica equal to 31.70. Then the prepared silica was analyzed about Stoichiometry, functional groups, Crystal structure and particle size by using XRF, FT-IR, XRD and SEM techniques respectively. When compared with silica from conventional and microwave methods that showed no significant difference in both the appearance and physical properties.

Keywords: Pure Silica, RHA, Microwave

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

โครงการพิเศษเล่มนี้ สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยความเมตตาช่วยเหลืออย่างดียิ่งของ ดร.สามารถ คงทวีเลิศ ซึ่งเป็นอาจารย์ที่ปรึกษาโครงการพิเศษนี้

ขอขอบพระคุณ ดร.ภิเชก รุ่งโรจน์ชัยพร ที่ได้ให้ความกรุณาในการให้ยืมเตาไมโครเวฟซึ่งเป็นเครื่องมือที่สำคัญในการศึกษาและปฏิบัติงานในโครงการพิเศษครั้งนี้

ขอขอบพระคุณ คณะกรรมการทุกท่าน รวมทั้งคณะอาจารย์ภาควิชาเคมีทุกท่านที่ได้ให้คำแนะนำและข้อคิดเห็นต่าง ๆ ในการทำงานมาโดยตลอด

ขอขอบพระคุณทุก ๆ ท่านที่ได้ให้การช่วยเหลือในการศึกษาและปฏิบัติงาน กระทั่งโครงการพิเศษเล่มนี้สามารถสำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี

ซึ่งความดีอันเกิดจากการศึกษาและปฏิบัติงานในครั้งนี้ ผู้เขียนขอมอบความดีแด่ บิดามารดา ครู อาจารย์ และผู้มีพระคุณทุกท่าน ผู้เขียนมีความซาบซึ้งในความกรุณาอันดีจากทุกท่านที่ได้กล่าวนามมา และขอกราบขอบพระคุณมา ณ โอกาสนี้

คณะผู้จัดทำ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	II
กิตติกรรมประกาศ	III
สารบัญ	IV
สารบัญตาราง	VI
สารบัญรูป	VII
คำย่อและสัญลักษณ์	IX
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	4
2.1 แกลบและเถ้าแกลบ	4
2.2 ซิลิกาหรือซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO ₂)	6
2.3 การสกัดซิลิกาจากเถ้าแกลบ	8
2.4 กระบวนการโซล-เจล	9
2.5 ไมโครเวฟ	13
2.6 เครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์	18
2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	24
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย	26
3.1 อุปกรณ์และสารเคมี	26
3.2 วิธีการทดลอง	27
บทที่ 4 ผลการวิจัยและอภิปรายผล	31
4.1 ผลของอุณหภูมิที่เหมาะสมในการสลายตัวขององค์ประกอบในแกลบ และเถ้าแกลบ	31

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.2 ผลของสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมชิลิกาจากเถ้าแกลบ โดยใช้เตาไมโครเวฟ	32
4.3 ผลของลักษณะและสมบัติทางกายภาพของชิลิกาที่เตรียมด้วย วิธีไมโครเวฟ	35
4.4 ผลการเปรียบเทียบลักษณะและสมบัติทางกายภาพของชิลิกา ที่เตรียมได้จากวิธีดั้งเดิมและวิธีไมโครเวฟ	41
บทที่ 5 สรุปผลวิจัยและข้อเสนอแนะ	46
5.1 สรุปผลการศึกษา	46
5.2 ข้อเสนอแนะ	47
เอกสารอ้างอิง	
ภาคผนวก ก	
ภาคผนวก ข	
ภาคผนวก ค	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 ธาตุต่างๆที่เป็นองค์ประกอบของแกลบข้าว	4
ตารางที่ 2.2 สารประกอบต่างๆที่เป็นองค์ประกอบของเถ้าแกลบ	5
ตารางที่ 4.1 ผลของกำลังไฟฟ้า (วัตต์) ที่ใช้ในการเตรียมซิลิกาในระยะเวลา 5 นาที	32
ตารางที่ 4.2 ผลของระยะเวลาที่ใช้ในการเตรียมซิลิกาที่กำลังไฟฟ้า 600 วัตต์	33
ตารางที่ 4.3 ผลของระยะเวลาที่ใช้ในการเตรียมซิลิกาที่กำลังไฟฟ้า 850 วัตต์	34
ตารางที่ 4.4 สารประกอบต่างๆของซิลิกาที่เตรียมขึ้นด้วยวิธีไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 600 วัตต์ ระยะเวลา 9 นาที	36
ตารางที่ 4.5 สารประกอบต่างๆของซิลิกาที่เตรียมขึ้นด้วยวิธีไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 850 วัตต์ ระยะเวลา 9 นาที	36
ตารางที่ 4.6 การเปรียบเทียบร้อยละผลผลิตของซิลิกาที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีต่างๆ	41
ตารางที่ 4.7 แสดงความบริสุทธิ์ของซิลิกาที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีต่างๆ	42

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 1.1 แกลบ	1
รูปที่ 2.1 แกลบข้าว	4
รูปที่ 2.2 เถ้าแกลบ	5
รูปที่ 2.3 แสดงรูปแบบการจัดเรียงตัวของ SiO ₄ Tetrahedral ในแบบต่างๆ	6
รูปที่ 2.4 โครงสร้างอสังฐานและผลึกของซิลิกา	7
รูปที่ 2.5 กลไกปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสที่ใช้เบสเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา	10
รูปที่ 2.6 กลไกปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสที่ใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา	11
รูปที่ 2.7 แลบลิ้นแม่เหล็กไฟฟ้า	13
รูปที่ 2.8 การเคลื่อนที่ของสารประกอบที่มีขั้วเมื่ออยู่ในสนามไฟฟ้า	15
รูปที่ 2.9 แสดงองค์ประกอบของเครื่อง FT-IR	20
รูปที่ 2.10 แผนภาพแสดงขั้นตอนการเกิดรังสีเอกซ์ฟลูออเรสเซนซ์ของตัวอย่าง	21
รูปที่ 2.11 มุมในการตกกระทบของรังสี X-ray	22
รูปที่ 2.12 องค์ประกอบภายในกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด	23
รูปที่ 4.1 เทอร์โมแกรมของเถ้าแกลบที่ได้จากโรงสี	31
รูปที่ 4.2 แผนภูมิแท่งแสดงผลของกำลังไฟฟ้าที่ใช้ในการเตรียมซิลิกาในระยะเวลา 5 นาที	33
รูปที่ 4.3 แผนภูมิแท่งแสดงการเปรียบเทียบร้อยละผลผลิตของซิลิกาที่กำลังไฟฟ้า 600 และ 850 วัตต์	34
รูปที่ 4.4 FT-IR Spectra ของซิลิกาที่เตรียมด้วยวิธีไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 450 วัตต์ ระยะเวลา 5 นาที	37
รูปที่ 4.5 FT-IR Spectra ของซิลิกาที่เตรียมด้วยวิธีไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 600 วัตต์ ระยะเวลา 9 นาที	37
รูปที่ 4.6 FT-IR Spectra ของซิลิกาที่เตรียมด้วยวิธีไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 850 วัตต์ ระยะเวลา 9 นาที	38
รูปที่ 4.7 Diffraction pattern ของซิลิกาที่เตรียมด้วยวิธีไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 600 วัตต์ ระยะเวลา 9 นาที	39
รูปที่ 4.8 Diffraction pattern ของซิลิกาที่เตรียมด้วยวิธีไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 850 วัตต์ ระยะเวลา 9 นาที	39

สารบัญรูป (ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 4.9 ลักษณะพื้นผิวและรูปร่างของซติกาที่เตรียมด้วยวิธีไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 600 วัตต์ ระยะเวลา 9 นาที	40
รูปที่ 4.10 ลักษณะพื้นผิวและรูปร่างของซติกาที่เตรียมด้วยวิธีไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 850 วัตต์ ระยะเวลา 9 นาที	40
รูปที่ 4.11 FT-IR Spectra ของซติกาที่เตรียมด้วยวิธีดั้งเดิม	42
รูปที่ 4.12 FT-IR Spectra ของซติกาที่เตรียมด้วยวิธีไมโครเวฟ	42
รูปที่ 4.13 Diffraction pattern ของซติกาที่เตรียมด้วยวิธีดั้งเดิม	43
รูปที่ 4.14 Diffraction pattern ของซติกาที่เตรียมด้วยวิธีไมโครเวฟ	43
รูปที่ 4.15 ลักษณะพื้นผิวและรูปร่างของซติกาที่เตรียมด้วยวิธีดั้งเดิม	44
รูปที่ 4.16 ลักษณะพื้นผิวและรูปร่างของซติกาที่เตรียมด้วยวิธีไมโครเวฟ	44

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

คำย่อและสัญลักษณ์

SiO ₂	Silicon dioxide
NaOH	Sodium Hydroxide
HCl	Hydrochloric acid
Na ₂ SiO ₃	Sodium Silicate
H ₂ O	Dihydrogen monoxide (Water)
NaCl	Sodium Chloride
s	Solid
aq	Aqueous
l	Liquid
g	Gas
M	Morality
%Yield	ร้อยละผลผลิต



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญ [1],[2]

ประเทศไทยเป็นประเทศเกษตรกรรม ที่มีสินค้าจากภาคการเกษตรหลายชนิดติดอันดับต้นๆในตลาดโลกและหนึ่งในนั้นก็คือ “ข้าว” โดยในแต่ละปีประเทศไทยมีปริมาณการส่งออกข้าวเป็นจำนวนมาก ประกอบกับปริมาณความต้องการบริโภคข้าวของคนไทยเองก็มีมากเช่นกัน จึงไม่ใช่เรื่องแปลกที่อุตสาหกรรมการผลิตข้าว จะเป็นอุตสาหกรรมใหญ่อีกประเภทหนึ่งที่มีวัสดุเหลือทิ้งจากกระบวนการผลิตข้าวในแต่ละขั้นตอน โดยเฉพาะในขั้นตอนของการสีข้าวเปลือก จะมีแกลบเป็นวัสดุเหลือทิ้งในปริมาณมาก ซึ่งมีปริมาณแกลบเหลือทิ้งประมาณ 5,878.14 พันตันต่อปี (จากการสำรวจ โดยสำนักงานเศรษฐกิจการเกษตร กระทรวงเกษตรและสหกรณ์ ในปี 2540)



รูปที่ 1.1 แกลบ

ปัจจุบันประเทศไทยมีการนำแกลบซึ่งเป็นวัสดุเหลือทิ้งจากกระบวนการสีข้าวเปลือกไปใช้ประโยชน์ในด้านต่าง ๆ เช่น ใช้อัดเป็นแท่งเชื้อเพลิง ใช้เป็นวัสดุปรับปรุงดิน ใช้ทำปุ๋ยหมัก ใช้กันความชื้นในคอกสัตว์ ใช้เป็นส่วนผสมการผลิตซีเมนต์ ใช้เป็นส่วนผสมการผลิตอิฐ และประโยชน์ที่สำคัญที่สุดคือ ใช้เป็นเชื้อเพลิงในโรงไฟฟ้าพลังงานชีวมวล เป็นต้น แต่ในการใช้แกลบเป็นเชื้อเพลิงก็ยังคงได้ของเหลือทิ้งเป็นแกลบ เราจึงจำเป็นต้องหาแนวทางในการจัดการและการนำแกลบไปใช้ประโยชน์ต่อไป

ดังนั้น นักวิทยาศาสตร์จึงได้มีการศึกษาองค์ประกอบและโครงสร้างของแกลบ พบว่าองค์ประกอบทางเคมีส่วนใหญ่คือ เส้นใยหยาบ และมีแร่ธาตุหลักคือ ซิลิกา ซึ่งมีราคาสูง เพราะเป็นสารที่มีประโยชน์ในอุตสาหกรรมหลายแขนง เช่น ใช้เป็นฉนวนกันความร้อน ใช้เป็นสารดูดซับความชื้น ใช้เป็นสารช่วยเพิ่มแรงตึงผิว ใช้ดูดซับสารเคมีอันตราย ใช้กรองน้ำดื่ม ใช้กรองอากาศที่มีสารพิษหรือฝุ่นละอองขนาดเล็ก เป็นต้น

เนื่องจากกระบวนการเตรียมซลิกาด้วยการสกัดแบบดั้งเดิมนั้นเป็นการให้ความร้อนโดยอาศัยเตาความร้อน (Hot plate) ซึ่งต้องอาศัยเวลาที่ต้องให้ความร้อนผ่านภาชนะที่บรรจุก่อนจึงจะผ่านเข้าสู่สารละลาย (ความร้อนถ่ายเทแบบลูกโซ่) ทำให้ใช้เวลาระยะนานกว่าที่ทุกโมเลกุลของสารละลายจะมีความร้อนเท่าที่ต้องการ ส่งผลให้ต้องใช้ระยะเวลาในการสกัดนานเพื่อให้เกิดประสิทธิภาพ แต่การให้ความร้อนโดยอาศัยเตาไมโครเวฟ (Microwave Oven) จะให้ความร้อนโดยตรงแก่โมเลกุลจากการให้พลังงานคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า ทำให้ทุกโมเลกุลของสารละลายเกิดความร้อนขึ้นพร้อมกันอย่างรวดเร็วโดยใช้ระยะเวลาอันสั้น

ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงจะทำการศึกษาการเตรียมซลิกาบริสุทธิ์จากเถ้าแกลบด้วยวิธีไมโครเวฟ เพื่อศึกษาความเป็นไปได้ในการใช้ไมโครเวฟเป็นแหล่งให้ความร้อน โดยจะศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสม รวมทั้งศึกษาถึงลักษณะและสมบัติทางกายภาพของซลิกาบริสุทธิ์ที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีไมโครเวฟ

1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

1. เพื่อศึกษาการเตรียมซลิกาบริสุทธิ์ด้วยวิธีแบบดั้งเดิม
2. เพื่อศึกษาการเตรียมซลิกาบริสุทธิ์ด้วยวิธีไมโครเวฟ
3. เพื่อศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมซลิกาบริสุทธิ์จากเถ้าแกลบด้วยวิธีไมโครเวฟ
4. เพื่อศึกษาลักษณะและสมบัติทางกายภาพของซลิกาบริสุทธิ์ที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีไมโครเวฟ
5. เพื่อเปรียบเทียบลักษณะและสมบัติทางกายภาพของซลิกาบริสุทธิ์ที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีแบบดั้งเดิมและการเตรียมด้วยวิธีไมโครเวฟ

1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย

1. ศึกษางานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับกระบวนการเตรียมซลิกาบริสุทธิ์
2. ศึกษาและวางแผนการดำเนินงานเกี่ยวกับโครงการวิจัย
3. ทดลองหาค่ากำลังไฟฟ้าและระยะเวลาที่เหมาะสมในการเตรียมซลิกาบริสุทธิ์จากเถ้าแกลบด้วยวิธีไมโครเวฟ
4. เปรียบเทียบปริมาณซลิกาบริสุทธิ์ที่ทำการเตรียมได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ใช้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5. เปรียบเทียบลักษณะและสมบัติทางกายภาพของซิลิกาบริสุทธิ์ที่ได้จากการเตรียมวิธีแบบดั้งเดิมกับการเตรียมด้วยวิธีไมโครเวฟ โดยการวิเคราะห์ความบริสุทธิ์โดยการหาองค์ประกอบด้วยเทคนิค X-ray Fluorescence Spectrometry (XRF), วิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค Fourier Transforms Infrared Spectrometry (FT-IR), วิเคราะห์โครงสร้างและขนาดอนุภาคของซิลิกาบริสุทธิ์ด้วยเทคนิค X-ray Diffraction Spectroscopy (XRD) และกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy ; SEM)

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับของโครงการวิจัย

1. ทำให้ทราบถึงกระบวนการเตรียมซิลิกาบริสุทธิ์แบบดั้งเดิมและการเตรียมด้วยวิธีไมโครเวฟ
2. ทำให้ทราบถึงสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมซิลิกาบริสุทธิ์ด้วยวิธีไมโครเวฟ
3. ทำให้ทราบถึงลักษณะและสมบัติทางกายภาพของซิลิกาบริสุทธิ์ที่เตรียมได้ด้วยวิธีไมโครเวฟ
4. ทำให้ทราบถึงความเป็นไปได้ในการนำซิลิกาบริสุทธิ์จากเก่ากลับไปใช้ประโยชน์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 แกลบและเถ้าแกลบ [3]

2.1.1 แกลบ

แกลบข้าว (Rice hull) คือ ส่วนที่เหลือใช้จากการผลิตข้าวสาร ซึ่งมีลักษณะเป็นรูปทรงรี เมื่ยยาว สีเหลืองอมน้ำตาลหรือเหลืองนวล และแกลบจัดเป็นวัสดุชีวมวลที่สำคัญที่ใช้เป็นเชื้อเพลิง เพื่อให้ความร้อนในการอบข้าวและใช้ในการผลิตไฟฟ้าในโรงไฟฟ้าพลังงานชีวมวล



รูปที่ 2.1 แกลบข้าว

ในแกลบข้าวมีธาตุต่างๆเป็นองค์ประกอบอยู่มากมาย โดยธาตุที่เป็นองค์ประกอบส่วนใหญ่ คือ คาร์บอน ออกซิเจน และซิลิกอน ดังแสดงในตารางที่ 2.1 ตารางที่ 2.1 ธาตุต่างๆที่เป็นองค์ประกอบของแกลบข้าว

Element	Mass Fraction (%)
Carbon(C)	41.44
Hydrogen(H ₂)	4.94
Oxygen(O ₂)	37.32
Nitrogen(N ₂)	0.57
Silicon(Si)	14.66
Potassium(K)	0.59
Sodium(Na)	0.035
Sulfur(S)	0.3
Phosphorus(P)	0.07
Calcium(Ca)	0.06
Iron(Fe)	0.006
Magnesium(Mg)	0.003

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้ภายในเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิได้คัดลอกไปเผยแพร่และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.1.2 เถ้าแกลบ

กระบวนการเผาแกลบจะทำให้เกิดของเหลือทิ้งเป็นเถ้าแกลบ (Rice hull ash) มีลักษณะเป็นอนุภาคสีขาวถึงสีดำที่แตกต่างกันจากความสมบูรณ์ในการเผา ปัจจุบันเถ้าแกลบกลายเป็นปัญหาสำคัญสำหรับโรงสีและโรงไฟฟ้าที่ใช้แกลบเป็นเชื้อเพลิง เนื่องจากก่อให้เกิดมลพิษทางอากาศและเป็นภาระในการบำบัด อย่างไรก็ตามเถ้าแกลบสามารถนำไปใช้ทำปุ๋ยและวัสดุเสริมแรงคอนกรีต แต่มีมูลค่าทางเศรษฐศาสตร์ไม่สูงนักเมื่อเทียบกับมูลค่าของธาตุซึ่งเป็นองค์ประกอบหลักในเถ้าแกลบ จากการศึกษาขององค์ประกอบทางเคมีของเถ้าแกลบพบว่ามีปริมาณซิลิกา (Silica, SiO_2) เป็นองค์ประกอบหลักประมาณ 70 ถึง 90% และเถ้าแกลบมีสมบัติดูดซับ (Absorbent) มีความพรุน (Porosity) มาก มีพื้นที่ผิวมากและน้ำหนักเบา



รูปที่ 2.2 เถ้าแกลบ

ตารางที่ 2.2 ธาตุและสารประกอบต่างๆที่เป็นองค์ประกอบของเถ้าแกลบ

Composition	Mass Fraction (%)
SiO_2	78.44
Al_2O_3	0.42
Fe_2O_3	0.19
TiO_2	13 ppm
CaO_2	0.45
MgO	0.17
Na_2O	0.09
ZnO	0.08
MnO_2	0.10
CuO	375 ppm
C	18.24

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากที่กล่าวไว้ข้างต้นว่าแก้วเคลือบมีองค์ประกอบของซิลิกาอยู่เป็นจำนวนมาก ดังนั้นหากสามารถสกัดซิลิกาออกมาจากแก้วเคลือบเหล่านั้นได้ ก็จะเป็นการใช้ประโยชน์จากของเสียให้เกิดความคุ้มค่าสูงสุด และยังเป็น การลดของเสียที่เกิดจากแก้วเคลือบ ได้อีกทางหนึ่งด้วย

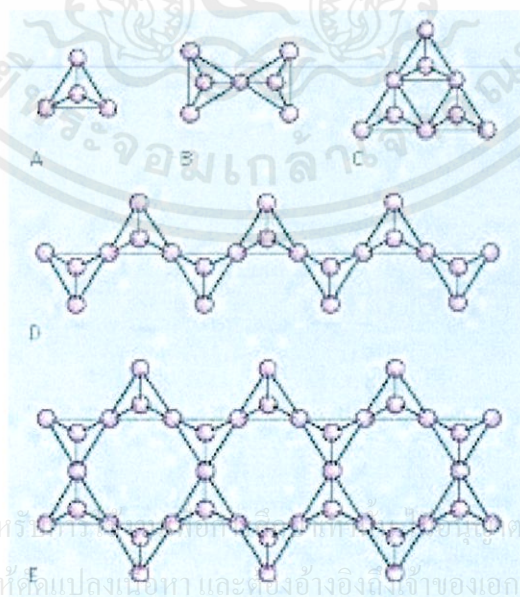
2.2 ซิลิกาหรือซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO₂) [4]

2.2.1 ความรู้เบื้องต้นเกี่ยวกับซิลิกา

ซิลิกาหรือซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO₂) เป็นสารประกอบที่เกิดจากการรวมตัวของซิลิกอนกับออกซิเจน ซึ่งธาตุทั้งสองมีปริมาณมากที่สุดในโลก ซิลิกามีลักษณะเป็นผลึกสีขาว ไม่มีกลิ่น ไม่มีรส ไม่ละลายในน้ำและกรดทุกชนิด (ยกเว้น กรดไฮโดรฟลูออริก) ซิลิกาในแก้วเคลือบมีทั้งที่เป็นซิลิกาอสัณฐานและซิลิกาผลึก นอกจากนี้ซิลิกายังมีสมบัติเป็นฉนวนไฟฟ้า ทนต่อการกัดกร่อนจากสารเคมี โดยซิลิกาพบได้ทั่วไปในแหล่งแร่ธรรมชาติ

2.2.2 โครงสร้างพื้นฐานและพันธะทางเคมี

ซิลิกาเป็นสารที่ประกอบด้วยธาตุ 2 ธาตุคือ ซิลิกอน (Si) และออกซิเจน (O) ลักษณะที่พบอาจอยู่ในรูปซิลิเกต โครงสร้างพื้นฐานของซิลิกาและซิลิเกต จะมีการจัดเรียงตัวแบบเตตระฮีดรอล (Tetrahedral) โดยมีซิลิกอนเป็นอะตอมกลางและล้อมรอบด้วยออกซิเจน 4 อะตอม โดยโครงสร้างซิลิกาจะมีลักษณะเป็นโครงตาข่าย 3 มิติแบบไม่รู้จักจบ (Infinite Three Dimensional Network) โดยรูปแบบการจัดเรียงตัวของ SiO₄ Tetrahedral ในแบบต่างๆจะแสดงได้ดังนี้

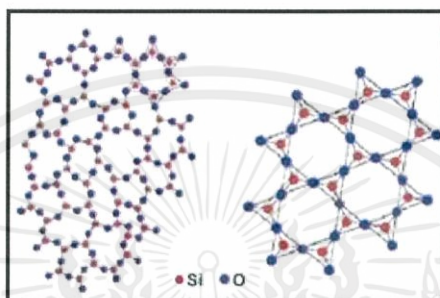


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับใช้ภายในเท่านั้น หากมีข้อผิดพลาดประการใด กรุณาแจ้งให้ทราบล่วงหน้าไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และเผยแพร่ข้อมูลใดๆเข้าสู่ของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รูปที่ 2.3 แสดงรูปแบบการจัดเรียงตัวของ SiO₄ Tetrahedral ในแบบต่างๆ

2.2.3 สมบัติทางเคมีของซิลิกา

ซิลิกามีสมบัติทางเคมีที่ค่อนข้างเสถียรที่อุณหภูมิปกติและไม่ทำปฏิกิริยาต่อสารเคมีหลายชนิด แต่อย่างไรก็ตามไม่ได้หมายความว่า ซิลิกาจะไม่ทำปฏิกิริยาใดๆเลยเพราะซิลิกาสามารถเปลี่ยนรูปแบบได้ที่อุณหภูมิสูงและความว่องไวในปฏิกิริยาของซิลิกาจะขึ้นอยู่กับรูปแบบของซิลิกา ซึ่งการเตรียมและสถานะของซิลิกาชนิดอสัณฐาน (Amorphous Silica) จะว่องไวมากกว่าซิลิกาชนิดผลึก (Crystalline Silica) ที่เป็นเช่นนั้นเพราะซิลิกาอสัณฐานมีพื้นที่ผิวมาก โครงสร้างอสัณฐานและผลึกของซิลิกา ดังรูปที่ 2.4



รูปที่ 2.4 โครงสร้างอสัณฐานและผลึกของซิลิกา

2.2.4 โครงสร้างผลึกของซิลิกา

ซิลิกาสามารถแบ่งออกเป็น 3 รูปแบบใหญ่ๆ คือ Quartz , Tridymite และ Cristaballite โดยสองรูปแบบหลังจะพบได้ยากในธรรมชาติ ซึ่งรูปแบบต่างๆ สามารถจะเปลี่ยนไปมาระหว่างกันได้ โดยการใช้ความร้อนกระทำ โดย Quartz เสถียรที่อุณหภูมิต่ำกว่า 870 องศาเซลเซียส Tridymite เสถียรที่อุณหภูมิระหว่าง 870 ถึง 1,470 องศาเซลเซียส และ Cristaballite เสถียรที่อุณหภูมิสูงกว่า 1,470 องศาเซลเซียส ซึ่งรูปแบบทั้งหมดของซิลิกามีพื้นฐานเป็น SiO_4 Tetrahedral โดยรูปแบบ Cristaballite ยังสามารถเกิดโครงสร้างอื่นๆ ได้โดยการสังเคราะห์ภายใต้สภาวะที่มีความดันสูง ได้แก่ Keatite , Coesite และ Stishovite

2.2.5 สมบัติทางกายภาพทั่วไปของซิลิกา

ชื่อทั่วไป	Silica , Quartz , free crystalline silica , silica flour
สูตรโมเลกุล	SiO_2
สถานะ	ของแข็งสีขาว ไม่มีกลิ่น
จุดเดือด	2,200 องศาเซลเซียส
จุดหลอมเหลว	1,723 องศาเซลเซียส
ความถ่วงจำเพาะ	2.2
น้ำหนักโมเลกุล	60.1

2.2.6 ประโยชน์ของซิลิกา

ซิลิกามีขนาดรูพรุน 3 นาโนเมตร มีการจัดเรียงตัวลักษณะคล้ายรังผึ้ง มีพื้นที่ผิวมาก ทนความร้อนได้ดี เหมาะสำหรับใช้เป็นวัสดุดูดซับ จึงนิยมนำใช้ประโยชน์ต่างๆ ดังนี้

1. ใช้เป็นสารดูดความชื้น ในอุตสาหกรรมอาหารและยา
2. ใช้เป็นสารช่วยเพิ่มแรงดึงผิวช่วยในการกระจายตัวของยาชนิดที่เป็นของเหลว
3. ใช้เป็นสารเพิ่มความแข็งแรง ในอุตสาหกรรมรถยนต์
4. ใช้เป็นตัวทำให้สารบริสุทธิ์ (Refining agent) ในอุตสาหกรรมปิโตรเลียมและปิโตรเคมี
5. ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาและตัวเร่งสารช่วยเร่งปฏิกิริยา
6. ใช้ผลิตสารซิลิกอนบริสุทธิ์เพื่อผลิตชิ้นส่วนอิเล็กทรอนิกส์

2.3 การสกัดซิลิกาจากเถ้าแกลบ [5]

วิธีการสกัดซิลิกาจากเถ้าแกลบ โดยทั่วไปสามารถแบ่งตามชนิดสารที่ใช้ในการสกัดและตกตะกอนได้ดังนี้

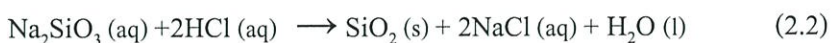
2.3.1 การใช้ด่างเป็นตัวสกัดและใช้กรดแก่เป็นตัวตกตะกอน

เป็นวิธีที่นิยมใช้กันมากที่สุดในการศึกษากระบวนการสกัดซิลิกาจากเถ้าแกลบ โดยขั้นตอนในการสกัดซิลิกาประกอบด้วย 2 ขั้นตอน ดังนี้

ขั้นตอนแรกคือการสกัด เกิดจากการทำปฏิกิริยาของเถ้าแกลบกับ โซเดียมไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส จะได้โซเดียมซิลิเกตเป็นผลิตภัณฑ์ และส่วนของเถ้าที่ไม่ทำปฏิกิริยาจะมีการนำไปใช้ประโยชน์ในด้านอื่นๆ เช่น ใช้เป็นสารดูดซับเป็นต้นดังสมการที่ 2.1



ขั้นตอนที่สองคือการตกตะกอน เป็นขั้นตอนที่นำโซเดียมซิลิเกตที่ได้จากปฏิกิริยาการสกัดมาเติมกรดไฮโดรคลอริกจนได้ pH เท่ากับ 7 ที่อุณหภูมิ 90 ถึง 100 องศาเซลเซียส ซึ่งจะได้ผลิตภัณฑ์สุดท้ายคือซิลิกา ดังแสดงในสมการที่ 2.2

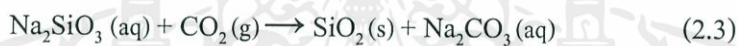


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3.2 การใช้ต่างแก้วเป็นตัวสกัดและใช้กรดอ่อนในการตกตะกอน

วิธีการนี้จะคล้ายกับวิธีการในหัวข้อ 2.3.1 แต่ในขั้นตอนของการตกตะกอนจะเปลี่ยนจากการใช้ไฮโดรคลอริกมาใช้ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์แทน เนื่องจากคาร์บอนไดออกไซด์เป็นผลพลอยได้จากโรงงานผลิตไฟฟ้าจากถ่านหินอยู่แล้ว จึงทำให้มีค่าดำเนินการที่ต่ำกว่าและยังช่วยลดมลพิษที่จะปล่อยสู่บรรยากาศอีกด้วย โดยขั้นตอนในการสกัดซิลิกาจะประกอบด้วยขั้นตอนและมีปฏิกิริยาเช่นเดียวกับสมการที่ 2.1

ส่วนขั้นตอนการตกตะกอนนั้นในขั้นตอนนี้จะมีการเปลี่ยนแปลงการใช้สารที่ทำการตกตะกอนโดยใช้ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์แทนกรดซัลฟิวริก โดยนำโซเดียมซิลิเกตที่ได้จากปฏิกิริยามาทำการตกตะกอนโดยใช้ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ จนได้ pH เท่ากับ 7 ที่อุณหภูมิ 90 ถึง 100 องศาเซลเซียส ความดัน 1 atm ซึ่งจะได้ผลิตภัณฑ์สุดท้ายคือซิลิกา ปฏิกิริยาการตกตะกอนดังสมการที่ 2.3



2.3.3 การใช้ต่างอ่อนเป็นตัวสกัดและใช้กรดอ่อนเป็นตัวตกตะกอน

วิธีการนี้จะคล้ายกับวิธีการในหัวข้อ 2.3.1 เพียงแต่ในขั้นตอนของการสกัดจะเปลี่ยนจากการใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์มาเป็นโซเดียมคาร์บอเนต เนื่องจากการใช้โซเดียมคาร์บอเนตจะสามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้ง่ายกว่าการใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ โดยสถานะในการทดลองจะใช้สถานะเดียวกับการใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ในการสกัด โดยปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในขั้นตอนการสกัดแสดงดังสมการที่ 2.4



ส่วนขั้นตอนการตกตะกอนจะเป็นไปดังเช่นสมการที่ 2.3 ดังที่กล่าวในข้างต้น

2.4 กระบวนการโซล-เจล[6]

กระบวนการ โซล-เจลเป็นกระบวนการเตรียมวัสดุที่ต้องการความบริสุทธิ์สูง โดยทั่วไป กระบวนการ โซล-เจลเป็นกระบวนการเปลี่ยนสถานะจากของเหลวที่เรียกว่า โซล (sol) ซึ่งส่วนมากอยู่ในรูปของสารแขวนลอยที่มีขนาดอนุภาคประมาณ 0.1 ถึง 1.0 ไมโครเมตร ไปเป็นของแข็งที่เรียกว่าเจล (gel) ปฏิกิริยาที่สำคัญในกระบวนการ โซล-เจล มี 3 ปฏิกิริยา คือ ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส

(hydrolysis) ปฏิกิริยาการควบแน่นน้ำ (water condensation) และปฏิกิริยาการควบแน่นแอลกอฮอล์ (alcohol condensation) ขั้นตอนการเตรียม โซล-เจล โดยทั่วไป แบ่งออกเป็น 4 ขั้นตอน ดังนี้

1. การเกิดโซล (formation of sol)
2. การเกิดเจล (formation of gel)
3. การบ่ม (aging)
4. การทำแห้ง (drying)

2.4.1 การเกิดโซล (formation of sol)

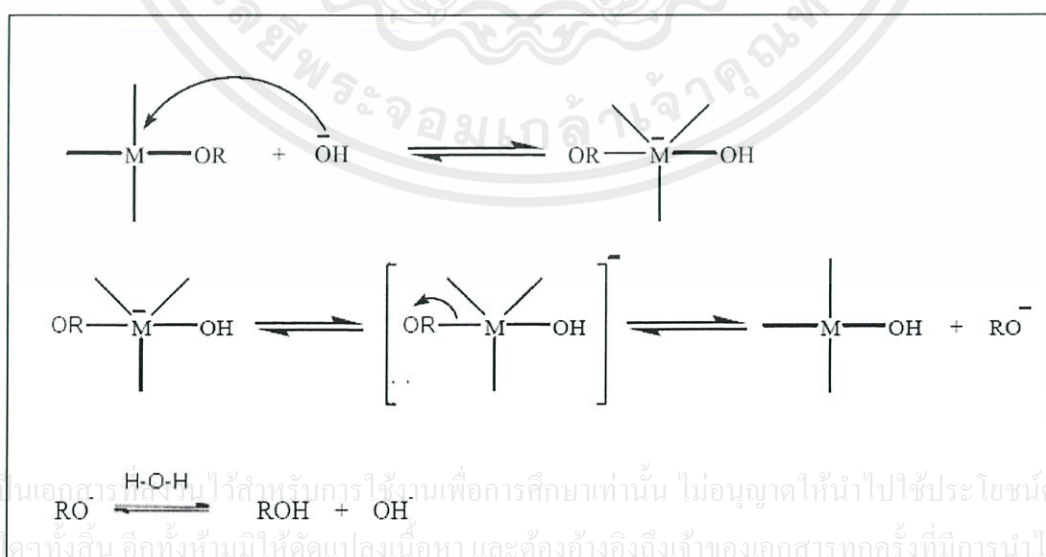
ขั้นตอนแรกของการทำโซล คือการผสมสารตั้งต้นกับน้ำ สารตั้งต้นที่นิยมใช้มักเป็นสารประกอบของโลหะหรือกึ่งโลหะที่ล้อมรอบด้วยลิแกนด์ที่ไวต่อการเกิดปฏิกิริยา เช่น โลหะอัลคอกไซด์ $M(OR)_n$ เมื่อ $R = CH_3-, C_2H_5-, C_3H_7-$ เป็นต้น และ $M =$ โลหะ เช่น Si, Zr, Ti, Al, Sn, Ce ปกติในการทำโซล-เจลมักจะนิยมใช้โลหะอัลคอกไซด์เป็นสารตั้งต้นเนื่องจากสารประเภทนี้ทำปฏิกิริยากับน้ำได้ดี โดยเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสอย่างช้าๆ แล้วเกิดเป็นสาร $M-OH$ ปฏิกิริยาในขั้นนี้อาจเกิดได้เร็วขึ้นถ้าเติมกรดหรือเบสลงไปเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในสารละลาย ดังหัวข้อต่อไปนี้

1. ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสที่ใช้เบสเป็นตัวเร่ง

ผลิตภัณฑ์ที่ได้ คือ $-M-OH$, แอลกอฮอล์ (ROH) และได้ตัวเร่งปฏิกิริยา OH^- กลับคืนมา



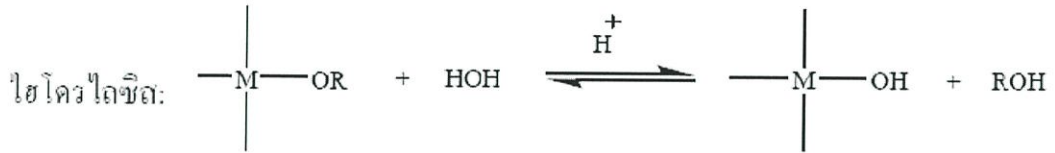
กลไกการเกิดปฏิกิริยาเป็นดังนี้



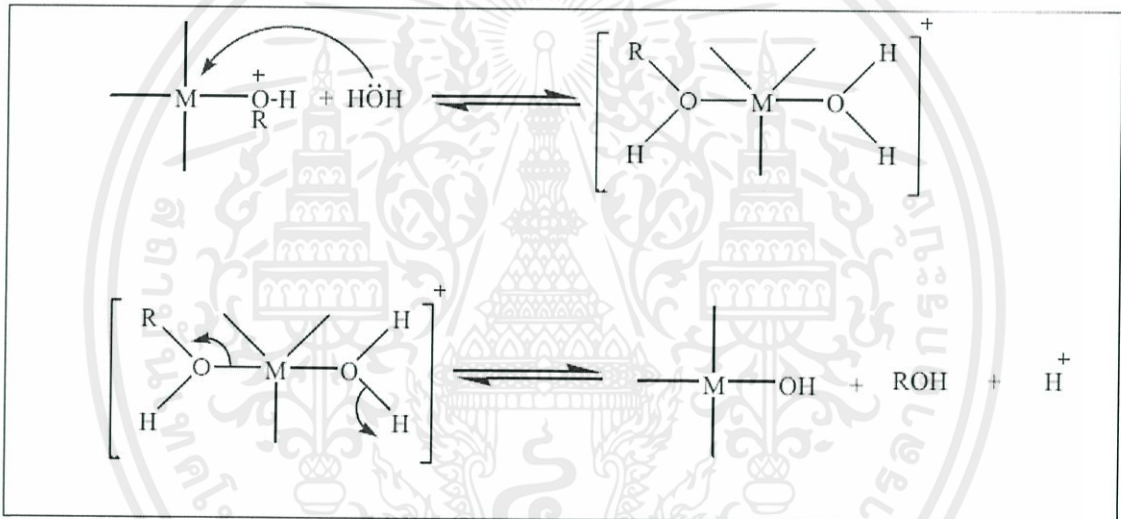
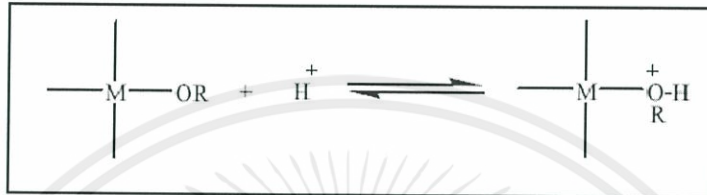
รูปที่ 2.5 กลไกปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสที่ใช้เบสเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

2. ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสที่ใช้กรดเป็นตัวเร่ง

ผลิตภัณฑ์ที่ได้ คือ -M-OH แอลกอฮอล์ (ROH) และได้ตัวเร่งปฏิกิริยา H⁺ กลับคืนมา



กลไกการเกิดปฏิกิริยาเป็นดังนี้



รูปที่ 2.6 กลไกปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสที่ใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

2.4.2 การเกิดเจล (formation of gel)

เจลเกิดจากปฏิกิริยาการควบแน่นของ -M-OH ที่เป็นผลิตภัณฑ์จากปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส หลังการควบแน่นจะเกิดหมู่ -M-O-M- ขึ้น ซึ่งการควบแน่นนั้นแบ่งออกเป็น 2 แบบ คือ การควบแน่นน้ำและการควบแน่นแอลกอฮอล์

1. การควบแน่นน้ำ (water condensation) หลังการควบแน่นจะได้ H₂O และ -M-O-M



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ไว้สำหรับใช้เฉพาะในหน่วยงานราชการเท่านั้น ห้ามนำไปใช้เชิงพาณิชย์ การค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ที่เกิน อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. การควบแน่นแอลกอฮอล์ (alcohol condensation) หลังการควบแน่นจะได้ ROH และหมู่ -M-O-M



ภายใต้สภาวะต่างๆ ไป การควบแน่นจะเกิดควบคู่ไปกับปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส ซึ่งจะเกิดขึ้นมากหรือน้อยขึ้นอยู่กับจำนวนโมลของน้ำต่อจำนวนโมลของสารตั้งต้น ซึ่งเรียกว่าอัตราส่วนไฮโดรไลซิส (Hydrolysis ratio, h)

$$h = \frac{\text{จำนวนโมลของน้ำ}}{\text{จำนวนโมลของสารตั้งต้น}}$$

ผลของค่า h ต่อการเกิดเจลแบ่งออกเป็น 3 กรณี ดังนี้

กรณีที่ 1; $h < 1$ แสดงว่ามีจำนวนโมลของน้ำน้อยกว่าจำนวนโมลของสารตั้งต้น ทำให้หมู่ -M-OH เกิดได้น้อย ดังนั้นจึงเกิดหมู่ -M-O-M- น้อย

กรณีที่ 2; $1 < h < \infty$ จำนวนหมู่ของอัลคอกไซด์ในสารตั้งต้น กรณีนี้จำนวนโมลของน้ำมากกว่าจำนวนโมลของสารตั้งต้นแต่น้อยกว่าจำนวนหมู่ของอัลคอกไซด์ในสารตั้งต้น จึงทำให้หมู่อัลคอกไซด์ (M-OR) ในสารตั้งต้นเพียงบางหมู่เท่านั้นที่เกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสกับน้ำแล้วกลายเป็นหมู่ -M-OH ส่งผลให้ควบแน่นเป็น -M-O-M- ได้น้อย โอกาสเกิดการเชื่อมขวางเป็นพอลิเมอร์จึงเกิดได้น้อยด้วย

กรณีที่ 3; $h > \infty$ จำนวนหมู่ของอัลคอกไซด์ในสารตั้งต้น กรณีนี้จำนวนโมลของน้ำมากกว่าจำนวนหมู่ของอัลคอกไซด์ ทำให้เกิดหมู่ -M-OH ได้มากจึงเกิด -M-O-M- ได้มากขึ้นด้วย และมีโอกาสเกิดการเชื่อมขวางเป็นพอลิเมอร์ได้มาก

2.4.3 การบ่ม (aging)

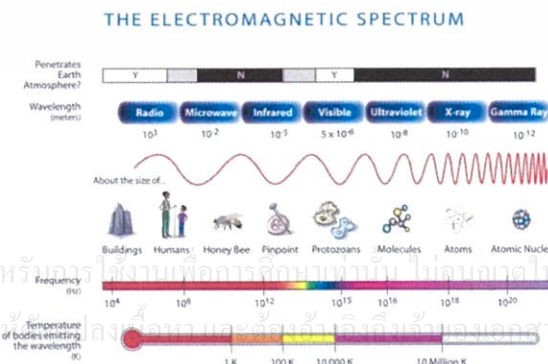
การบ่ม หมายถึงช่วงระยะเวลาในการทำให้เกิดเจลอย่างสมบูรณ์ ซึ่งในช่วงระยะเวลานี้ ปฏิกิริยาการควบแน่นจะเกิดขึ้นมากมาย ความแข็งแรงของพันธะ -M-O-M- เพิ่มขึ้น เจลเหนียวขึ้น และตัวทำละลายระเหยออกจากโครงสร้าง ดังนั้นอุณหภูมิจึงมีผลต่อการบ่ม นอกจากนี้ยังมีอิทธิพลของออสโมซิส (osmosis) เข้ามาเกี่ยวข้องด้วย เช่น ในระบบที่เป็นสารละลายผสมระหว่างแอลกอฮอล์กับน้ำ เนื่องจากแอลกอฮอล์ระเหยได้ง่ายกว่าน้ำ ทำให้มีความเข้มข้นของสารละลายแตกต่างกันในบางบริเวณ จึงเกิดการแพร่ของสารจากบริเวณที่มีความเข้มข้นสูงไปสู่บริเวณที่มีความเข้มข้นต่ำกว่า ส่งผลให้เจลเกิดการหดตัวและความหนาแน่นเพิ่มขึ้น

2.4.4 การทำแห้ง (drying)

การทำแห้ง คือ การไล่ของเหลวในรูพรุนออกจากโครงตาข่ายของเจล โดยในช่วงแรกอัตราการระเหยของของเหลวภายในรูพรุนมีค่าคงที่ ซึ่งงานจะหดตัวในปริมาตรเท่ากับปริมาตรของของเหลวที่ถูกระเหยออกไป จากนั้นการระเหยจะเริ่มยากขึ้นส่งผลให้เจลดเกิดการหดตัวนอกจากนี้ การไล่ของเหลวออกจากรูพรุนที่มีขนาดเล็กจะทำให้ยากกว่ารูพรุนที่มีขนาดใหญ่เนื่องจากมีอิทธิพลของความดันคาпилลารี (capillary pressure) เข้ามาเกี่ยวข้อง โดยค่าความดันคาпилลารีจะสูงเมื่อรูพรุนมีขนาดเล็ก และจะมีค่าต่ำเมื่อรูพรุนมีขนาดใหญ่ขึ้น ซึ่งถ้าหากขนาดรูพรุนในเจลมีความแตกต่างกันมากก็จะทำให้ความดันคาпилลารีของรูพรุนที่อยู่ติดกันมีค่าต่างกันมาก ส่วนของผนังรูพรุนต้องรับภาระแรงดันนี้ นำไปสู่การยุบตัวของโครงสร้างรูพรุนได้ วิธีที่จะทำให้คงเป็นโครงตาข่ายไว้ได้คือการทำให้มีความแตกต่างของความดันนี้น้อยที่สุด โดยควบคุมอัตราปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสและการควบแน่นเพื่อให้เจลมีขนาดรูพรุนสม่ำเสมอและมีการกระจายตัวของรูพรุนมากขึ้น

2.5 ไมโครเวฟ [7], [8]

ไมโครเวฟเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า (electromagnetic wave) ที่มีความถี่ระหว่าง 300 เมกะเฮิร์ตซ์ (MHz) ถึง 300 จิกะเฮิร์ตซ์ (GHz) (ระหว่างความยาวคลื่น 100 เซนติเมตร ถึง 1 มิลลิเมตร) ดังแสดงในรูปที่ 2.7 ไมโครเวฟอยู่ในรูปของพลังงาน (energy) และถูกเปลี่ยนไปเป็นความร้อนโดยการสั่นสะเทือนของอนุภาคที่มีประจุหรือการหมุนตัวของโมเลกุลที่มีขั้ว ทำให้ชนกับอนุภาคหรือโมเลกุลที่อยู่ข้างเคียง ซึ่งเกิดขึ้นหลังจากที่วัตถุได้รับคลื่นและมีการดูดซับพลังงานดังกล่าว เป็นผลให้เกิดความร้อนขึ้น (Fellows, 2000) และมีความแตกต่างจากการให้ความร้อนแบบโอมมิคตรงที่ความร้อนแบบโอมมิคนั้น เกิดจากความต้านทานกระแสไฟฟ้า (electrical resistance) ของวัสดุและเปลี่ยนเป็นความร้อนโดยตรง และข้อดีอีกประการหนึ่งคือ ไมโครเวฟไม่ใช่ป้มนในการลำเลียงวัสดุที่อยู่ในท่อให้ผ่านกระบวนการดังกล่าวจึงไม่เป็นการทำลายคุณลักษณะหรือ โครงสร้างของวัสดุ



รูปที่ 2.7 แถบคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า

2.5.1 อันตรกิริยาของคลื่นไมโครเวฟต่อวัสดุ

คลื่นไมโครเวฟสามารถเกิดอันตรกิริยา (Interaction) ต่อวัสดุได้หลากหลายลักษณะซึ่งสามารถแบ่งออกได้เป็น 3 ประเภทคือ

1. การสะท้อนกลับ (Reflection) คลื่นไมโครเวฟเมื่อไปกระทบกับภาชนะที่เป็นโลหะหรือมีส่วนผสมของโลหะ คลื่นไมโครเวฟไม่สามารถทะลุผ่านภาชนะดังกล่าวได้แต่จะสะท้อนกลับหมด ดังนั้นวัสดุที่ใส่ในภาชนะที่เป็นโลหะจึงไม่เกิดความร้อน

2. การส่งผ่าน (Transmission) คลื่นไมโครเวฟสามารถทะลุผ่านภาชนะที่ทำด้วยแก้ว กระจก ไม้ เซรามิก และพลาสติกได้ เพราะภาชนะดังกล่าวไม่มีส่วนผสมของโลหะ จึงเป็นภาชนะที่ใช้ได้ดีในเตาอบไมโครเวฟ

3. การดูดซึม (Absorption) ปกติวัสดุโดยทั่วไป จะประกอบด้วยโมเลกุลของน้ำในวัสดุ ซึ่งจะดูดซึมคลื่นไมโครเวฟ ทำให้วัสดุร้อนอย่างรวดเร็ว และอีกนัยหนึ่งเมื่อโมเลกุลของน้ำดูดซึมคลื่นไมโครเวฟแล้วจะสลายตัวในทันทีไม่เกิดการสะสม

2.5.2 การทำให้เกิดความร้อน

Fellows (2000) รายงานว่าพลังงานไดอิเล็กทริก (dielectric energy) จากคลื่นไมโครเวฟและความถี่วิทยุ (radio frequency) เป็นพลังงานแม่เหล็กไฟฟ้าอย่างหนึ่ง ซึ่งส่งผ่านในรูปของคลื่น (wave) และแทรก (penetrate) เข้าไปในวัสดุและพลังงานนี้จะถูกดูดซับ (absorb) และเปลี่ยนแปลงเป็นพลังงานความร้อนขึ้น โดยทั่วไปเราสามารถทำให้เกิดความร้อนในวัสดุได้ทั้งโดยทางตรง (direct method) ซึ่งความร้อนจะเกิดขึ้นภายในตัวของวัสดุ เช่น ความร้อนที่เกิดจากไมโครเวฟและคลื่นวิทยุ และโดยทางอ้อม (indirect method) ซึ่งเป็นการทำให้เกิดความร้อนขึ้นภายนอกและส่งผ่านพื้นผิวหน้าของวัสดุไปยังด้านใน โดยเกิดจากการแผ่รังสี (radiation) การพาความร้อน (convection) หรือการนำความร้อน (conduction)

2.5.3 กลไกการเกิดความร้อนเนื่องจากไมโครเวฟ

จากการที่วัสดุดูดซับพลังงานไมโครเวฟเนื่องจากการมีคุณสมบัติไดอิเล็กทริก ทำให้เกิดพลังงานความร้อนขึ้นภายในวัตถุ ซึ่ง Singh และ Heldman รายงานว่าการเกิดความร้อนภายในวัตถุที่สัมผัสกับคลื่นไมโครเวฟนั้นมีสาเหตุมาจากกลไก 2 ประการได้แก่ การหมุนของสารประกอบที่มีขั้ว (dipole rotation) และการเคลื่อนที่ของไอออนเมื่ออยู่ในสนามไฟฟ้า (Ionic polarization)

1. การหมุนของสารประกอบที่มีขั้ว (dipole rotation)

ในวัสดุประกอบด้วยน้ำที่มีปริมาณแตกต่างกัน น้ำเป็นโมเลกุลมีขั้ว (polar molecule) ซึ่งในสภาพปกติจะเรียงตัวอย่างไม่เป็นระเบียบ (random oriented) เมื่อผ่านสนามไฟฟ้ากระแสสลับเข้าไป ประจุบวกและลบในโมเลกุลจะหมุนตัวเพื่อเปลี่ยนทิศทางตามทิศของสนามไฟฟ้าสลับนั้น ๆ โดยการหมุนตัวกลับไปมาจะเกิดอย่างรวดเร็วตามความถี่ของไมโครเวฟคือ 915 หรือ 2,450

พื้นผิวครั้งต่อวินาที ทำให้เกิดความร้อนขึ้นและกระจายไปยัง โมเลกุลข้างเคียง เนื่องมาจากการชนระหว่างโมเลกุลของน้ำในวัสดุ แสดงดังรูปที่ 2.8 ในส่วนของโมเลกุลที่อยู่ในสถานะของแข็ง เช่น น้ำแข็งนั้น โมเลกุลของน้ำจะถูกยึดติดกับโครงสร้างที่มีลักษณะเฉพาะของผลึกและไม่สามารถหมุนตัวเองมากพอที่จะชนกับ โมเลกุลอื่น ๆ ที่อยู่ข้างเคียงเพื่อทำให้เกิดความร้อนขึ้นได้และในส่วนของโมเลกุลที่อยู่ในสถานะแก๊สหรือไอ จะมีโมเลกุลข้างเคียงจำนวนน้อยมากที่จะชนกันจนสามารถทำให้เกิดความร้อนขึ้นได้เช่นเดียวกัน โดยอันตรกิริยาชนิดนี้มีความสำคัญที่สุด



รูปที่ 2.8 การเคลื่อนที่ของสารประกอบที่มีขั้วเมื่ออยู่ในสนามไฟฟ้า

2. การเคลื่อนที่ของไอออน เมื่ออยู่ในสนามไฟฟ้า (ionic polarization)

ภายในเตาไมโครเวฟ (microwave oven) จะมีอุปกรณ์ที่เรียกว่าแมกนีตรอน (magnetron) ที่ทำหน้าที่สร้างสนามไฟฟ้ากระแสสลับ ซึ่งสนามไฟฟ้าจะถูกสร้างออกมาในลักษณะ 3 ทิศทาง คือ บนสู่ล่าง ข้างสู่ข้างและหน้าสู่หลัง เมื่ออนุภาคที่มีประจุในวัสดุสัมผัสกับคลื่นไมโครเวฟ จะทำให้เกิดการสั่นและเคลื่อนที่ จึงเกิดการชน (collisions) หรือเสียดสีกับอนุภาคที่อยู่ข้างเคียงเป็นผลให้เกิดความร้อนขึ้นในวัสดุนั้น ซึ่งโดยทั่วไปในวัสดุจะมีองค์ประกอบที่ซับซ้อน มีปริมาณน้ำและเกลือที่ละลายได้แตกต่างกันเช่น โซเดียม โปตัสเซียมหรือแคลเซียมคลอไรด์ ซึ่งโมเลกุลเหล่านี้จะแตกตัวให้ไอออนบวก (cations) และไอออนลบ (anions) ดังนั้นอนุภาคที่มีประจุจึงสามารถที่จะมีอันตรกิริยา (interactions) กับสนามไฟฟ้าใด ๆ รวมทั้งสนามไฟฟ้าที่ถูกสร้างขึ้นในเตาไมโครเวฟเช่นเดียวกัน

2.5.4 ปัจจัยที่มีผลต่อการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ

รุ่งนภา (มปป.) รายงานถึงปัจจัยต่าง ๆ ที่มีผลต่อการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ จะเกี่ยวข้องกับระบบไมโครเวฟและวัตถุที่ถูกทำให้ร้อนขึ้น ปัจจัยหลักของสสารที่บรรจุอยู่ในภาชนะบรรจุที่ใช้กับเตาอบไมโครเวฟ ได้แก่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่ 1. อุ่นหมุมิเริ่มต้นของผลิตภัณฑ์ เมื่อวัสดุได้รับความร้อนจากไมโครเวฟ การเพิ่มของอุณหภูมิจะขึ้นกับปัจจัยที่เกี่ยวข้องกับวัสดุหลายอย่าง โดยอุณหภูมิเริ่มต้นของวัสดุเป็นปัจจัยที่สำคัญในการกำหนดอัตราและเวลาการให้ความร้อน โดยทั่วไปในกระบวนการให้ความร้อนใด ๆ

อุณหภูมิเริ่มต้นยิ่งสูง วัสดุจะยิ่งร้อนเร็วขึ้น ส่วนปัจจัยที่สำคัญอื่นๆ ที่มีผลต่ออุณหภูมิที่จะได้ คือ การเกิดความร้อนในวัสดุบริเวณจุดที่สัมผัสกับไมโครเวฟ เนื่องจากกลไกทั้งสองแบบดังที่กล่าวมาแล้วนั้น ความร้อนจะกระจายออกไปยังส่วนอื่นๆ เนื่องจากผลของการเดือดของน้ำ โดยการนำความร้อนและเกิดขึ้นอย่างต่อเนื่อง ซึ่งทำให้เกิดความร้อนขึ้นอย่างรวดเร็วเมื่อเทียบกับวิธีการให้ความร้อนแบบดั้งเดิม (สายสนม, 2543) ความร้อนแฝง (เช่น น้ำแข็งในอาหารแช่เยือกแข็งที่เปลี่ยนไปเป็นน้ำ จะต้องการพลังงานเพิ่มขึ้น) คุณสมบัติไดอิเล็กทริกและคุณสมบัติทางความร้อนของวัสดุ

2. ขนาด เมื่อทำให้ชิ้นวัสดุร้อนขึ้น วัสดุที่มีขนาดเหมือนกันจะร้อนขึ้นอย่างสม่ำเสมอและขนาดของชิ้นวัสดุที่เล็กกว่าต้องการพลังงานน้อยกว่าวัสดุที่มีขนาดใหญ่กว่า

3. รูปร่างและลักษณะพื้นฐานของวัสดุมีความสำคัญ โดยวัสดุที่มีรูปร่างไม่สม่ำเสมออาจเป็นการให้ความร้อนมากเกินไป (over heating) ส่วนวัสดุที่มีรูปร่างกลมมนมีแนวโน้มที่จะร้อนขึ้นอย่างสม่ำเสมอมากกว่าชิ้นวัสดุที่มีมุมแหลมหรือที่มีทั้งส่วนหนาและบาง อย่างไรก็ตามทรงกลมหรือผิวที่โค้งคล้ายกับทรงกลมอาจจะมีส่วนตรงกลางที่ร้อนกว่า แต่การให้ความร้อนมากเกินไปไม่สามารถสังเกตได้ในชิ้นวัสดุที่มีขนาดรัศมีเกิน 0 ถึง 50 มิลลิเมตร

4. ความหนาแน่นหรือความเป็นเนื้อเดียวกัน วัสดุโดยส่วนใหญ่มักมีความเป็นเนื้อเดียวกันที่ไม่สม่ำเสมอซึ่งมีผลต่อวัสดุที่ทำให้ร้อนขึ้น โดยเฉพาะอย่างยิ่งในด้านการให้ความร้อนที่สม่ำเสมอ วัสดุที่มีความหนาแน่นกว่ามีแนวโน้มที่จะใช้เวลาในการให้ความร้อนนานกว่าวัสดุที่มีองค์ประกอบที่เป็ดและเป็นรูพรุนมากกว่า

5. ความร้อนจำเพาะ เป็นคุณสมบัติพื้นฐานที่ควบคุมการให้ความร้อนวัสดุ ความจุความร้อนจำเพาะ นิยามให้เป็นปริมาณความร้อนที่ต้องการเพื่อเพิ่มอุณหภูมิของมวลหนึ่งหน่วยขึ้น 1 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นการวัดความสามารถของสารที่จะจุความร้อนเมื่อเปรียบเทียบกับของน้ำ หน่วยของความจุความร้อนจำเพาะคือ จูลต่อกรัม องศาเซลเซียส ($J/g \text{ } ^\circ C$)

ความจุความร้อนของน้ำเท่ากับ $1.0 J/g \text{ } ^\circ C$ ส่วนไขมันส่วนใหญ่ประมาณ $0.5 J/g \text{ } ^\circ C$ หมายความว่า สำหรับไขมันที่มีน้ำหนักเท่ากับน้ำ ไขมันต้องการความร้อนเพียงครึ่งเดียวของน้ำ ความร้อนจำเพาะจะขึ้นกับอุณหภูมิ โดยเฉพาะในสภาวะอุณหภูมิต่ำกว่า 0 องศาเซลเซียสเพียงเล็กน้อยนั้นความร้อนจำเพาะจะมีค่าสูงมาก เนื่องจากการเปลี่ยนแปลงเกิดขึ้นรอบๆ จุดเยือกแข็งของวัสดุและผลของความร้อนแฝงที่ต้องการพลังงานเพิ่มขึ้นในระหว่างการเปลี่ยนสภาวะทางกายภาพระหว่างน้ำและน้ำแข็ง ดังนั้นปริมาณพลังงานที่ต้องใช้จะเพิ่มขึ้นถ้าให้ความร้อนแก่วัสดุเยือกแข็งด้วยไมโครเวฟเนื่องจากผลของความร้อนแฝงเหล่านี้

6. สัมประสิทธิ์การนำความร้อน (thermal conductivity) ถ้าต้องการให้เกิดสภาวะการให้ความร้อนที่เหมาะสม เราจำเป็นต้องทราบสัมประสิทธิ์การนำความร้อนของแต่ละองค์ประกอบของวัสดุที่นำมาแปรรูป จากการที่ชิ้นของผิววัสดุที่ได้รับความร้อนมากเกินไป แต่ภายในชิ้นของวัสดุยัง

เย็นอยู่นั้น เกิดจากการให้ความร้อนที่มากเกินไปต่อผิวของวัสดุซึ่งมีค่าสัมประสิทธิ์การนำความร้อนต่ำ โดยอัตราการให้ความร้อนที่เหมาะสมต้องเข้ากันได้ (matching) กับค่าสัมประสิทธิ์การนำความร้อนของวัสดุ

2.5.5 ข้อได้เปรียบของการทำความร้อนด้วยคลื่นไมโครเวฟ [9]

1. ใช้เวลาน้อย (High speed) ประหยัดเนื้อที่และแรงงาน ลดจำนวนวัสดุที่เสียเนื่องจากอุปกรณ์ทำงานส่วนใหญ่ไม่เคลื่อนที่

2. การทะลุทะลวงของพลังงาน (Energy penetration) ไมโครเวฟสามารถทะลุทะลวงเข้าไปกำเนิดพลังงานความร้อนภายในวัสดุทำให้มีความร้อนกระจายสม่ำเสมอทั่วทั้งก้อนวัสดุ ในขณะที่การให้ความร้อนแบบอื่นจะให้ความร้อนที่ผิววัสดุซึ่งอาจก่อให้เกิดความเสียหายที่ผิวด้านนอก เพราะมีอุณหภูมิสูงเกินไปในขณะที่ภายในเนื้อวัสดุยังได้รับความร้อนไม่ทั่วถึง ทำให้ผลิตภัณฑ์ไม่ได้คุณภาพตามที่ต้องการ นอกจากนี้ยังใช้เวลานานมากเพราะมีข้อจำกัดทางด้านความสามารถในการถ่ายเทความร้อน ดังนั้นการทำความร้อนด้วยพลังงานไมโครเวฟจึงให้คุณภาพผลิตภัณฑ์ที่ดีกว่า

3. ความสามารถในการเลือกที่จะดูดซับพลังงานไมโครเวฟภายในวัสดุ (Selective energy absorption) วัสดุบางชนิดสามารถดูดซับพลังงานไมโครเวฟได้ทันทีแต่วัสดุบางชนิดไม่สามารถดูดซับพลังงานได้ คุณสมบัติเหล่านี้เป็นข้อได้เปรียบอีกประการหนึ่งของกระบวนการไมโครเวฟ ตัวอย่างเช่น สามารถให้ความร้อนแก่วัสดุที่บรรจุหีบห่อได้โดยไม่ทำลายหีบห่อ

4. การควบคุมระบบสามารถทำได้ดีและรวดเร็วกว่า โดยธรรมชาติของการปิด-เปิดสามารถเปลี่ยนแปลงระดับการทำความร้อนอย่างทันทีทันใด เพียงแต่ทำการควบคุมพลังงานในช่วงขาออกของแหล่งกำเนิดทำให้ระบบมีประสิทธิภาพและมีความแน่นอนในการควบคุมการทำความร้อน อุปกรณ์ให้ความร้อนแบบเก่า เช่น เตาอบลมร้อนหรือไฟฟ้า ต้องใช้เวลามากในการปรับอุณหภูมิ แต่เตาไมโครเวฟสามารถปรับอุณหภูมิด้วยระบบอิเล็กทรอนิกส์ซึ่งใช้เวลาน้อยมาก (ภายในเสี้ยววินาที)

5. ทำให้คุณภาพของวัสดุดีขึ้นเมื่อเทียบกับระบบการทำความร้อนแบบดั้งเดิม เนื่องจากระดับการทำความร้อนที่สูงจะไม่เกิดขึ้นที่ผิวของวัสดุ เหมือนที่เกิดขึ้นกับระบบการทำความร้อนแบบดั้งเดิม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆก็ตาม 6. สามารถทำให้เกิดผลกระทบต่อทางกายภาพและเคมีเท่าที่ต้องการได้ โดยปกติปฏิกิริยาทางเคมีและกายภาพจะถูกเร่งให้เกิดขึ้นจากความร้อนที่สร้างด้วยวิธีนี้ซึ่งได้แก่ ปฏิกิริยาการพองตัว

(Puffing) การอบแห้ง (Drying) การหลอมละลาย (Melting) การทำให้โปรตีนเปลี่ยนสภาพไป (Protein denaturation) การที่แป้งเกิดเจลาตินในเซชัน (Starch Gelatinization) หรือปฏิกิริยาอื่นๆที่คล้ายกัน

7. มีประสิทธิภาพสูง (High efficiency) การทำความร้อนด้วยไมโครเวฟใช้พลังงานน้อยกว่า การทำความร้อนแบบเก่ามากเมื่อเทียบกับการเกิดปริมาณความร้อนภายในวัสดุที่เท่ากัน (การทำความร้อนแบบเก่ามีประสิทธิภาพโดยรวมประมาณ 10 ถึง 30 % ในขณะที่การทำความร้อนด้วยไมโครเวฟมีประสิทธิภาพโดยรวมประมาณ 60 ถึง 70 %) โดยการทำความร้อนด้วยวิธีนี้ พลังงานจากสนามแม่เหล็กไฟฟ้าจะถูกแปลงโดยตรงเพื่อทำให้วัสดุเกิดความร้อนขึ้น โดยไม่เกิดการสูญเสียไปกับอากาศ ผงของเตา สายพานลำเลียงหรือส่วนอื่นๆของระบบ อันจะนำไปสู่การประหยัดพลังงาน

8. ไมโครเวฟเป็นกระบวนการที่สะอาด (Clean Processing) กระบวนการทางไมโครเวฟไม่สร้างมลภาวะ ต่างจากกระบวนการให้ความร้อนแบบอื่นที่ใช้เชื้อเพลิงในการเผาไหม้ทำให้มีแก๊สไอเสียออกมาด้วย

2.6 เครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์

2.6.1 Thermogravimetric Analysis (TGA) [10]

เครื่อง TGA จะอาศัยหลักการวัดน้ำหนักของวัสดุที่เปลี่ยนแปลงในแต่ละช่วงอุณหภูมิด้วยเครื่องชั่งที่มีความไวสูง เทคนิคนี้เหมาะสำหรับการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงสภาพของวัสดุที่เกี่ยวข้องกับการดูดซับแก๊สหรือระเหยของน้ำ การตกผลึก (Crystallization) อันเนื่องมาจากการเปลี่ยนแปลง การแตกตัวของวัสดุ (Decomposition) และศึกษาการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชันหรือปริมาณสารสัมพันธ์ (Stoichiometry)

เครื่อง TGA จะวิเคราะห์ตัวอย่าง โดยตัวอย่างจะถูกวางบนจานขนาดเล็ก ซึ่งเชื่อมต่อกับเครื่องชั่งละเอียดที่มีความไวต่อการเปลี่ยนแปลงสูง โดยทั้งหมดจะอยู่ในเตาที่สามารถควบคุมอุณหภูมิและบรรยากาศได้ บรรยากาศภายในอาจจะเป็นแก๊สเฉื่อย เช่น ไนโตรเจนหรือแก๊สที่มีความว่องไว เช่น อากาศหรือออกซิเจน โดยน้ำหนักของตัวอย่างที่เปลี่ยนแปลงจะเกิดขึ้นที่อุณหภูมิเฉพาะของสารแต่ละชนิด โดยน้ำหนักที่หายไปนั้นเกิดมาจากการระเหย การย่อยสลายหรือการเกิดปฏิกิริยาต่างๆ

เครื่อง TGA จึงมีประโยชน์ในการวิเคราะห์องค์ประกอบของสาร (Composition) ความเสถียรภาพทางความร้อน (Thermal stability or decomposition) การระเหย (Evaporation) ปริมาณสารสัมพันธ์ที่เกิดปฏิกิริยา (Stoichiometry of reaction) จลพลศาสตร์ของการเกิดปฏิกิริยา (Kinetics of reactions) กระบวนการดูดหรือคายพลังงาน (Desorption/adsorption processes)

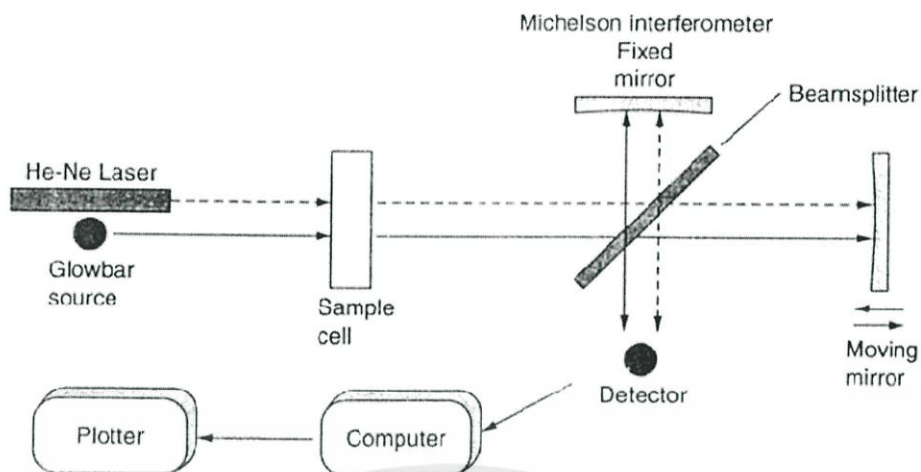
2.6.2 Fourier Transform Infrared Spectrophotometer (FT-IR Spectrophotometer)

[11], [12]

เครื่อง FT-IR Spectrophotometer จะอาศัยหลักการ การดูดกลืนรังสีอินฟราเรด เมื่อรังสีอินฟราเรดถูกดูดกลืนพลังงานนั้นจะถูกเปลี่ยนเป็นพลังงานการหมุนและสั่นของโมเลกุล โดยโมเลกุลของสารแต่ละชนิดจะให้สเปกตรัมที่เป็นเอกลักษณ์ของพันธะของโมเลกุลนั้นๆ ซึ่งเป็นประโยชน์อย่างยิ่งต่อการพิสูจน์หาสูตร โครงสร้างของสารประกอบ ซึ่งในปัจจุบันมี IR Spectrum Libraries ของสารประกอบต่างๆที่จัดไว้เป็นกลุ่มๆ ตามคุณสมบัติทางเคมี ที่สามารถเปรียบเทียบสเปกตรัมของสารตัวอย่างกับ IR Spectrum Libraries โดยอัตโนมัติด้วยระบบคอมพิวเตอร์ที่สามารถบอกชนิดของสารตัวอย่างได้ พร้อมทั้งสามารถคำนวณหาปริมาณของสารตัวอย่างได้เมื่อเทียบกับสารมาตรฐาน

เครื่อง FT-IR Spectrophotometer เป็นเครื่องมือวิเคราะห์ขั้นสูงที่พัฒนามาจากเครื่อง IR Spectrophotometer เพื่อให้สามารถทำงานได้รวดเร็วขึ้น มีความสามารถในการแยกสูงและสภาพไวสูง สามารถวิเคราะห์สารตัวอย่างที่มีปริมาณน้อยได้ แหล่งกำเนิดแสงของเครื่อง FT-IR Spectrophotometer เป็นแท่งเซรามิกที่เผาด้วยขดลวดความร้อน ทำให้เกิดรังสีอินฟราเรดสู่กระจกเงาที่ทำด้วยโลหะขัดมันแล้วสะท้อนคลื่นแสงสู่ส่วนสำคัญคือ ตัวแยกแสง (Beam Splitter) เพื่อแยกคลื่นแสงออกเป็นสองส่วนเท่าๆกัน ส่วนหนึ่งจะผ่านทะลุออกไป อีกส่วนหนึ่งจะสะท้อนกลับสู่กระจกเงาที่เคลื่อนที่ได้ โดยมีแสงเลเซอร์ปรับระยะการเคลื่อนที่ของกระจกให้มีระยะและทิศทางที่คลื่นแสงมารวมกันเป็นลำแสงเดี่ยวผ่านไปยังสารตัวอย่าง ซึ่งเรียกระบบนี้ว่า The Michel Interferometer ดังแสดงในรูป 2.9

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



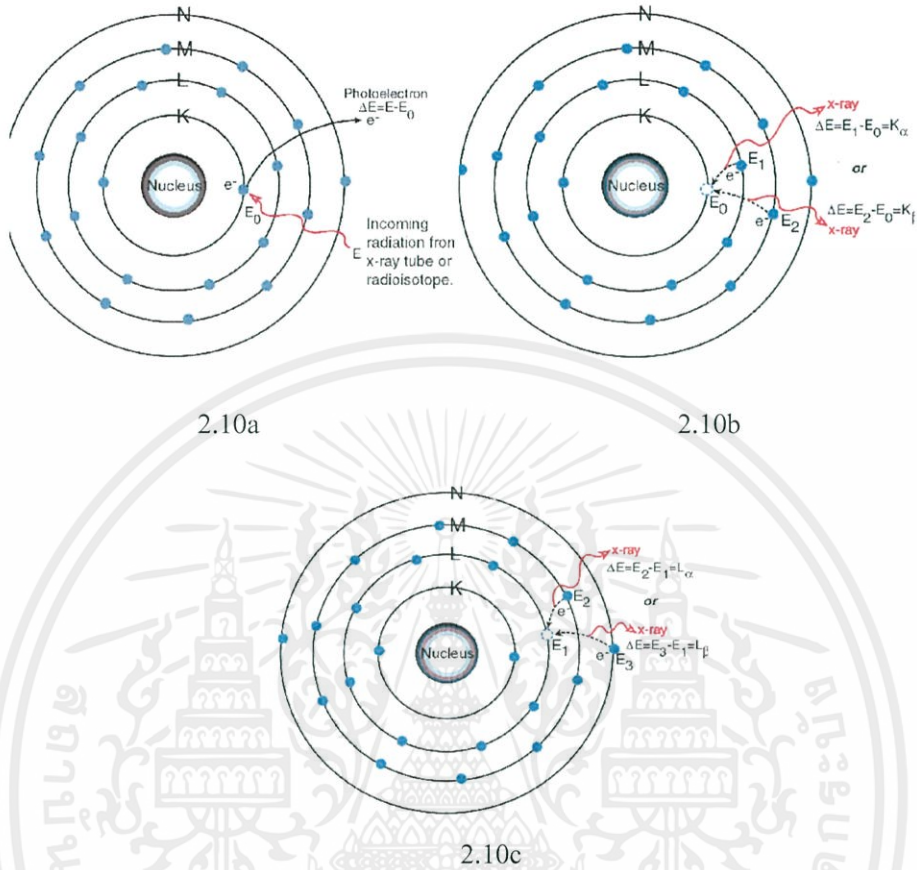
รูปที่ 2.9 แสดงองค์ประกอบของเครื่อง FT-IR

คลื่นรังสีอินฟราเรดเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มองไม่เห็นด้วยตาเปล่าแต่ให้ความร้อนที่สัมผัสได้อยู่ระหว่างย่านที่มองเห็น (Visible region) กับย่านไมโครเวฟ ความยาวคลื่นของอินฟราเรดแบ่งเป็นช่วงๆคือ ช่วงเลขคลื่น $4,000$ ถึง $12,800\text{ cm}^{-1}$ (2.5 ถึง 0.78 ไมโครเมตร) เป็นย่านอินฟราเรดใกล้ (Near infrared region) ช่วงเลขคลื่น 200 ถึง $4,000\text{ cm}^{-1}$ (50 ถึง 2.5 ไมโครเมตร) เป็นย่านอินฟราเรดกลาง (Middle infrared region) ช่วงเลขคลื่น 10 ถึง 200 cm^{-1} (1,000 ถึง 50 ไมโครเมตร) เป็นย่านอินฟราเรดไกล (Near infrared region)

2.6.3 X-ray Fluorescence Spectrometer (XRF) [13]

X-ray fluorescence spectrometer (XRF) เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์หาปริมาณธาตุองค์ประกอบในสารตัวอย่าง โดยใช้การวัดปริมาณรังสีเอกซ์ฟลูออเรสเซนซ์ (X-ray fluorescence) ที่ปลดปล่อยออกมาจากธาตุองค์ประกอบแต่ละชนิด เมื่อรังสีเอกซ์ปฐมภูมิ (Primary X-ray photon) จากหลอดรังสีเอกซ์พุ่งเข้าชนสารตัวอย่างจะเป็นผลให้อิเล็กตรอนวงในสุด (K-shell) ของอะตอมภายในสารตัวอย่างหลุดออกจากอะตอมในรูปของโฟโตอิเล็กตรอน (photoelectron) ทำให้เกิดช่องว่างขึ้นในวงอิเล็กตรอนนั้น ดังแสดงในรูปที่ 2.10a ซึ่งที่สภาวะนี้อะตอมจะไม่เสถียรและจะกลับสู่สภาวะที่เสถียรขึ้นโดยการเปลี่ยนระดับพลังงานของอิเล็กตรอนวงนอกเข้ามาแทนที่ช่องว่างดังกล่าว ซึ่งในการเปลี่ยนระดับพลังงานของอิเล็กตรอนจะมีการปลดปล่อยรังสีเอกซ์ทุติยภูมิ (Secondary X-ray photon) ดังแสดงในรูปที่ 2.10b และ 2.10c ซึ่งปรากฏการณ์นี้เรียกว่าฟลูออเรสเซนซ์ (Fluorescence) พลังงานของรังสีเอกซ์ทุติยภูมิที่ปลดปล่อยออกมาจะมีค่าพลังงาน

ของธาตุที่อยู่ในตัวอย่างนั้นๆ ทำให้สามารถแยกได้ว่า ในตัวอย่างที่ทดสอบนั้น มีธาตุอะไรบ้าง โดยใช้ เครื่องตรวจวัด (Detector) วัดค่าพลังงานที่ออกมาจากตัวอย่าง



รูปที่ 2.10 แผนภาพแสดงขั้นตอนการเกิดรังสีเอกซ์ฟลูออเรสเซนซ์ของตัวอย่าง

2.6.4 X-ray Diffractometer (XRD) [14], [15]

เครื่อง XRD จะอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ โดยสามารถทำการวิเคราะห์โครงสร้างผลึก (Crystalline Structure) ของสารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่างได้ทั้งในรูปแบบผง (Powder) และแบบฟิล์มบาง (Thin Film) ซึ่งเครื่อง XRD จะใช้ในการวิเคราะห์สมบัติเชิงโครงสร้างของวัสดุ โดยผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD จะให้รายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างผลึก และระนาบของผลึกของสารตัวอย่าง โดยผลึกของสารตัวอย่างแต่ละชนิด จะมีขนาดของโครงสร้างผลึกที่ไม่เท่ากัน ทำให้รูปแบบของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ผ่านโครงสร้างผลึกรูปแบบต่างๆ แตกต่างกันไป ทั้งนี้ ขึ้นอยู่กับชนิด ขนาด และปริมาณของโครงสร้างผลึกนั้นๆ ทำให้สามารถวิเคราะห์ชนิด ขนาด และปริมาณเชิงเปรียบเทียบของโครงสร้างผลึกของสารประกอบต่างๆ ได้จากรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ได้ นอกจากนี้ยังสามารถคำนวณหาขนาดอนุภาคของแต่ละหน่วยเซลล์ของโครงสร้าง

ผลึก ความเครียด และค่าความเป็นผลึกของตัวอย่าง อีกทั้งยังสามารถคำนวณค่าความหนาของชั้นฟิล์มบางได้อีกด้วย

XRD เป็นเครื่องมือชนิดที่อาศัย หลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ โดยอาศัยหลักการของมุมระหว่างลำแสง X-ray ที่ตกกระทบและลำแสงที่เลี้ยวเบนไปจะสัมพันธ์กับระยะระหว่าง diffracting plane ของ crystal lattice (d - spacing) ดัง Bragg equation คือ

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

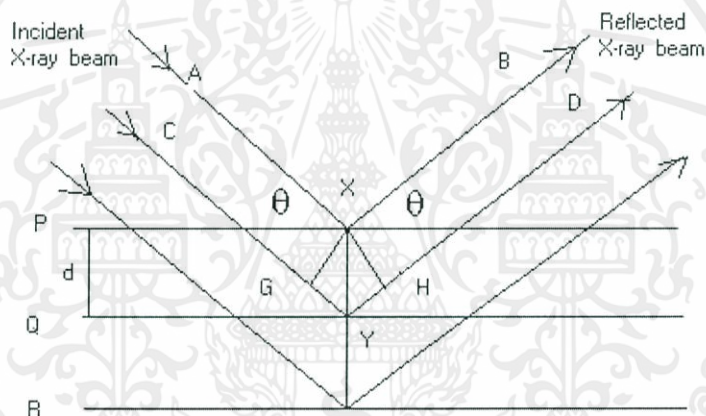
เมื่อ

N = order of reflection

λ = wavelength ของ X - ray

d = ระยะระหว่าง diffracting planes ของ crystal

θ = มุมระหว่างลำ แสง X-ray ตกกระทบ (incident X-ray beam) และ diffracting plane



รูปที่ 2.11 มุมในการตกกระทบของรังสี X-ray

จากหลักการเบื้องต้นในปี ค.ศ.1912 นาย W.L.Bragg ได้นำมาทำการศึกษารูปแบบโครงสร้างผลึก ต่อมาได้มีการประดิษฐ์คิดค้น เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคชันขึ้นในปี 1948 และพัฒนามาเรื่อย จนกระทั่งมีการนำเอาคอมพิวเตอร์ มาประยุกต์ใช้ในการควบคุมการทำงาน และวิเคราะห์ประมวลผล เพื่อให้เกิดความรวดเร็วแม่นยำยิ่งขึ้น

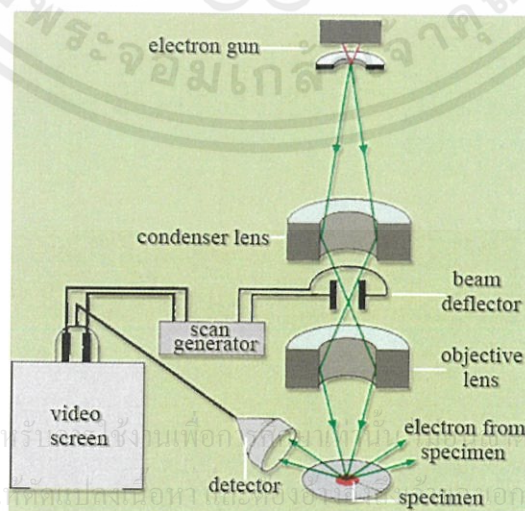
XRD เป็นที่รู้จักกันอย่างแพร่หลาย ในกลุ่มนักวัสดุศาสตร์ ธรณีวิทยา โลหะวิทยา เพราะเป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของ สารประกอบและแร่ ทำให้นักวิทยาศาสตร์กลุ่มนี้ สามารถแยกแยะประเภทและชนิดของวัสดุที่พบในธรรมชาติ ว่ามีรูปแบบโครงสร้างผลึกแบบใดหรือจำแนกได้ว่าวัสดุที่พบเห็นนั้นเป็นแร่ชนิดใด โดยทำการวัดค่าความเข้มของรังสีที่สะท้อนออกมาที่มุมต่างๆ เปรียบเทียบกับข้อมูล

2.6.5 Scanning Electron Microscope (SEM) [10]

เครื่อง SEM หรือกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เป็นเครื่องมือวิทยาศาสตร์ช่วยสายตาประเภทกล้องจุลทรรศน์ ที่ใช้ลำแสงอิเล็กตรอนฉายหรือส่องกราดไปบนผิวของตัวอย่างที่ต้องการตรวจสอบให้ได้ข้อมูลของลักษณะพื้นผิวปรากฏเป็นภาพขยายที่สามารถมองเห็นได้ด้วยตาเปล่าหรืออาจบันทึกภาพที่บนแผ่นฟิล์มได้ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดมีชื่อภาษาอังกฤษคำเต็มว่า SCANNING ELECTRON MICROSCOPE และโดยทั่วไปแล้วผู้ที่คุ้นเคยกับอุปกรณ์ชนิดนี้มักจะเรียกชื่อย่อเป็นภาษาอังกฤษว่า SEM

เครื่อง SEM เป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่มีกำลังขยายสูงสุดประมาณ 10 นาโนเมตร การสร้างภาพทำได้โดยการตรวจวัดอิเล็กตรอนที่สะท้อนจากพื้นผิวหน้าของตัวอย่างที่ทำการสำรวจ ซึ่งภาพที่ได้จากเครื่อง SEM นี้จะเป็นภาพลักษณะ 3 มิติ ดังนั้นเครื่อง SEM จึงถูกนำมาใช้ในการศึกษาพื้นฐานและรายละเอียดของลักษณะพื้นผิวของตัวอย่าง เช่น ลักษณะพื้นผิวด้านนอกของเนื้อเยื่อและเซลล์ หน้าตัดของโลหะและวัสดุ เป็นต้น

เครื่อง SEM จะประกอบด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนซึ่งทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอนเพื่อป้อนให้กับระบบ โดยกลุ่มอิเล็กตรอนที่ได้จากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้า จากนั้นกลุ่มอิเล็กตรอนจะผ่านเลนส์รวบรวมรังสี (condenser lens) เพื่อทำให้กลุ่มอิเล็กตรอนกลายเป็นลำอิเล็กตรอน ซึ่งสามารถปรับให้ขนาดของลำอิเล็กตรอนใหญ่หรือเล็กได้ตามต้องการ หากต้องการภาพที่มีความคมชัดจะปรับให้ลำอิเล็กตรอนมีขนาดเล็ก หลังจากนั้นลำอิเล็กตรอนจะถูกปรับระยะโฟกัสโดยเลนส์ใกล้วัตถุ (objective lens) ลงไปบนผิวชิ้นงานที่ต้องการศึกษา หลังจากลำอิเล็กตรอนถูกกราดลงบนชิ้นงานจะทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (secondary electron) ขึ้นซึ่งสัญญาณจากอิเล็กตรอนทุติยภูมินี้จะถูกบันทึกและแปลงไปเป็นสัญญาณทางอิเล็กทรอนิกส์ และถูกนำไปสร้างเป็นภาพบนจอโทรทัศน์ต่อไปและสามารถบันทึกภาพจากหน้าจอตีพิมพ์ได้เลย



รูปที่ 2.12 องค์ประกอบภายในกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด

2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

1. U.Kalapathy และคณะ [16] ได้ศึกษาวิธีการโดยทั่วไปในการสกัดชิลิกาจากเถ้าแกลบ โดยได้ทำการล้างแกลบด้วยกรดซึ่งเป็นขั้นตอนเพื่อกำจัดแร่ธาตุที่ปะปนอยู่กับเถ้าแกลบก่อนเข้าสู่ขั้นตอนการสกัดชิลิกา โดยนำแกลบใส่ในน้ำกลั่นจากนั้นเติมกรดไฮโดรคลอริก ความเข้มข้น 1M ปั่นกวนเป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นนำไปกรองแยกด้วยกระดาษกรอง ต่อจากนั้นนำเถ้าแกลบที่กรองได้มาล้างด้วยน้ำสะอาดอีกหนึ่งรอบ แล้วจึงนำไปอบให้แห้งก่อนส่งไปสู่ขั้นตอนการสกัดต่อไป โดยนำโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 1M มาเติมลงบีกเกอร์ที่มีเถ้าแกลบ นำไปให้ความร้อนเป็นเวลา 1 ชั่วโมงด้วยเตาความร้อน (Hot plate) ซึ่งขณะให้ความร้อนจะมีการปั่นกวนตลอดเวลา ชิลิกาจะถูกสกัดออกจากเถ้าแกลบและอยู่ในรูปสารละลายโซเดียมซิลิเกต นำสารละลายที่ได้ไปกรองแยกเถ้าแกลบที่เหลือออก สารละลายที่ได้จะถูกนำมาทำปฏิกิริยาการตกตะกอนด้วยกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1M ซึ่งขณะทำปฏิกิริยาจะมีการปั่นกวนตลอดเวลา จนได้ค่า pH ประมาณ 7 ซึ่งชิลิกาจะเริ่มตกตะกอนโดยใช้เวลาประมาณ 18 ชั่วโมง ขั้นตอนสุดท้าย เจลที่ได้จะถูกทำให้เปลี่ยนเป็นของเหลวขุ่น (Slurry) โดยการเติมน้ำกลั่นจากนั้นจะถูกนำไปเหวี่ยงเพื่อแยกน้ำออก และเจลที่ผ่านการแยกน้ำแล้วจะนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง ซึ่งร้อยละผลผลิตของชิลิกาจะมีค่าประมาณ 91

2. Dongmin An, Yupeng Guo และคณะ [17] ได้ศึกษาการพัฒนากระบวนการสกัดชิลิกาจากเถ้าแกลบให้ส่งผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อมให้น้อยที่สุดโดยการใช้ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์เข้าทำปฏิกิริยากับสารละลายโซเดียมซิลิเกต (Carbonation process) โดยคาร์บอนไดออกไซด์เป็นก๊าซเสียจากโรงงานไฟฟ้าซึ่งใช้เถ้าแกลบเป็นวัตถุดิบ ในขั้นตอนของการแยกชิลิกาออกจากเถ้าแกลบทำได้โดยการใช้สารละลายโซเดียมคาร์บอเนตและในขั้นตอนการตกตะกอนจะใช้ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ ซึ่งในกระบวนการนี้สามารถนำโซเดียมคาร์บอเนตกลับมาใช้ได้ อีก ซึ่งวิธีการทดลองจะแบ่งออกเป็น 3 ขั้นตอนดังนี้ การล้างเถ้าแกลบด้วยกรด การสกัดชิลิกาและการเตรียมผงชิลิกา

3. K. G. Mansaray และ A. E. Ghaly [18] ได้ศึกษาอุณหภูมิในการสลายตัวของแกลบข้าว โดยใช้เครื่องวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักสาร โดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อน (TGA) ในสถานะในโตรเจนภายใต้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิที่แตกต่างกัน โดยเริ่มทำการวิเคราะห์ตั้งแต่

อุณหภูมิห้อง จนกระทั่งถึงอุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส พบว่า แกลบมีอุณหภูมิการสลายตัว 3 ช่วง คือ ช่วงแรกที่อุณหภูมิระหว่าง 50 - 90 องศาเซลเซียส ช่วงที่สองที่อุณหภูมิระหว่าง 270 - 390 องศาเซลเซียส และช่วงที่สามคือระหว่าง 400 - 650 องศาเซลเซียส โดยการสลายตัวในช่วงแรกนั้น เกิดจากความร้อนที่ใช้ในการระเหยความชื้นออกจากแกลบ การสลายตัวช่วงที่สองเกิดจากการสลายตัวของเซลลูโลสและเฮมิเซลลูโลส และการสลายตัวในช่วงที่สามเกิดจากการสลายตัวของลิกนิน

4. Souza และคณะ (2000) [19] ศึกษาหากระบวนการที่เหมาะสมในการเตรียมชิลิกาจากแกลบ โดยนำแกลบไปต้มในกรดไฮโดรคลอริก 20 เปอร์เซ็นต์ และกรดซัลฟูริก 20 เปอร์เซ็นต์ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำไปล้างด้วยน้ำกลั่น จากนั้นนำแกลบไปเผาที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และวิเคราะห์หาโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ พบว่าชิลิกาที่ได้มีโครงสร้างเป็นออสตันฐาน เมื่อวิเคราะห์ปริมาณชิลิกาที่ได้ พบว่าแกลบที่ได้มีชิลิกาเป็นองค์ประกอบหลักในปริมาณร้อยละ 99.69 โดยน้ำหนัก

5. นันทพร คงคะจันทร์ และคณะ [20] ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์ผงคอร์เดียไรท์จากแกลบ โดยใช้ชิลิกาที่เตรียมได้จากแกลบซึ่งใช้กระบวนการปรับปรุงสมบัติของแกลบดิบด้วยการชะล้างด้วยกรด ตามด้วยการเผาแกลบดิบที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าแกลบที่ได้มีลักษณะเป็นแกลบสีขาวและมีโครงสร้างผลึกเป็นชิลิกาออสตันฐาน จากนั้นวิเคราะห์ปริมาณของชิลิกาจากแกลบสีขาวด้วยเทคนิคเอกซ์เรย์ฟลูออเรสเซนส์ (XRF) พบปริมาณชิลิกาถึงร้อยละ 99.25 โดยน้ำหนัก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

วิธีดำเนินงานวิจัย

3. วิธีการทดลอง

3.1 อุปกรณ์และสารเคมี

อุปกรณ์

1. เต้าไมโครเวฟ ยี่ห้อ Samsung รุ่น MWB3Z
2. เต้าเผา
3. เต้าให้ความร้อนที่สามารถปั่นกวนได้
4. ภาชนะพลาสติกที่สามารถนำเข้าเต้าไมโครเวฟพร้อมฝาปิด
5. เครื่องวัด pH
6. ตู้อบสาร
7. บีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร
8. ชุดกรองสุญญากาศ
9. กระดาษกรอง Whatman เบอร์ 1
10. ซ้อนตักสาร
11. หลอดหยดสาร
12. แท่งคนสาร

สารเคมี

1. เถ้าแกลบจากโรงสี
2. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH)
3. สารละลายกรดไฮโดรคลอริก (HCl)
4. น้ำกลั่นปราศจากไอออน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.2 วิธีการทดลอง

ตอนที่ 1 การเตรียมเส้นใย [20]

1. นำเส้นใยที่ได้จากโรงสีข้าวมาทำการล้างด้วยน้ำกลั่นปราศจากไอออนสองถึงสามครั้ง จากนั้นอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 10 ชั่วโมง
2. เมื่ออบเส้นใยจนครบระยะเวลา นำมาร่อนคัดขนาดอนุภาคด้วยตะแกรงขนาด 100 ไมครอน จากนั้นนำมาวิเคราะห์หาอุณหภูมิการเผาเพื่อให้เหลือองค์ประกอบภายในเส้นใยน้อยที่สุดด้วยเครื่องวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักสารโดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อน (Thermogravimetric Analysis; TGA) ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที จากอุณหภูมิห้องถึงอุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส ภายใต้สภาวะไนโตรเจน
3. นำเส้นใยที่ทราบน้ำหนักแน่นอนมาทำการเผา โดยเลือกใช้อุณหภูมิที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง TGA
4. นำเส้นใยที่ได้มาชั่งน้ำหนัก จากนั้นเก็บไว้ในถุงพลาสติกป้องกันอากาศและความชื้น

ตอนที่ 2 การเตรียมซิลิกาบริสุทธิ์ด้วยวิธีแบบดั้งเดิมโดยการสกัดด้วยเตาความร้อน (Hot plate) [16]

1. ชั่งเส้นใยที่ได้จากการเผาในตอนที่ 1 จำนวน 10 กรัม ใส่ลงในบีกเกอร์ ขนาด 250 มิลลิลิตร จากนั้นเติมน้ำกลั่นปราศจากไอออนปริมาตร 60 มิลลิลิตร คนเส้นใยให้กระจายตัวด้วยแท่งคน
2. ทำการปั่นกวนและปรับ pH ของเส้นใยด้วย 1.0 M กรดไฮโดรคลอริก จนกระทั่งมีค่า pH ประมาณ 1 แล้วทำการปั่นกวนเส้นใยอย่างต่อเนื่องเป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง
3. เมื่อครบระยะเวลาที่กำหนด นำเส้นใยที่ได้มารองด้วยเครื่องกรองสุญญากาศเพื่อแยกเอาส่วนที่เป็นของเหลวออก ล้างเส้นใยด้วยน้ำกลั่นปราศจากไอออนจนกระทั่งน้ำที่ใช้ล้างมีค่า pH ประมาณ 7
4. นำเส้นใยใส่ในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร จากนั้นเติมสารละลาย 1.0M โซเดียมไฮดรอกไซด์ ปริมาตร 60 มิลลิลิตร จากนั้นทำการสกัดบนเตาความร้อน (Hot plate) พร้อมปั่นกวนอย่างต่อเนื่องเป็นเวลา 1 ชั่วโมง
5. นำสารละลายที่ได้จากการสกัดมารองแยกของแข็งออกด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ ล้างของแข็งที่ได้ด้วยน้ำต้มเดือดปริมาตร 100 มิลลิลิตร จากนั้นกรองอีกครั้ง เก็บสารละลายที่ได้จากการกรองและน้ำล้าง ทั้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง

6. ปรับ pH สารละลายด้วย 1.0 M กรดไฮโดรคลอริก จนกระทั่งมี pH ประมาณ 7 ซึ่งในส่วนนี้ สารละลายจะเปลี่ยนสภาพกลายเป็นเจล ($\text{pH} < 10$) จากนั้นทำการบ่มเจลเป็นระยะเวลา 18 ชั่วโมง
7. เมื่อครบระยะเวลา ทำการกระจายเนื้อเจลในน้ำโดยการเติมน้ำกลั่นปราศจากไอออน ปริมาตร 100 มิลลิลิตรและคนด้วยแท่งคน
8. นำเจลที่ทำการกระจายตัวมาเหวี่ยงแยกชั้นน้ำที่ 2,500 รอบต่อนาที ระยะเวลา 15 นาที ล้างด้วยน้ำและหมุนเหวี่ยงโดยทำซ้ำ 2-3 ครั้ง
9. นำซิลิกาเจลอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 12 ชั่วโมง
10. เมื่อครบระยะเวลานำผงซิลิกาล้างด้วยน้ำกลั่น กรองแยกของเหลวออก อบซิลิกาให้แห้งอีกครั้ง
11. นำผงซิลิกาบริสุทธิ์ที่ได้ชั่งน้ำหนักเพื่อคำนวณหา %Yield จากนั้นเก็บไว้ในถุงพลาสติกกันอากาศและความชื้น

ตอนที่ 3 การเตรียมซิลิกาบริสุทธิ์ด้วยวิธีไมโครเวฟ

ตอนที่ 3.1 การศึกษากำลังไฟฟ้าที่เหมาะสมในการสกัดด้วยเตาไมโครเวฟ

1. ชั่งถั่วแกลบที่ได้จากการเผาในตอนที่ 1 จำนวน 10 กรัม ใส่ลงในบีกเกอร์ ขนาด 250 มิลลิลิตร จากนั้นเติมน้ำกลั่นปราศจากไอออนปริมาตร 60 มิลลิลิตร คนเพื่อให้กระจายตัวด้วยแท่งคน
2. ทำการปั่นกวนและปรับ pH ของถั่วแกลบด้วย 1.0 M กรดไฮโดรคลอริก จนกระทั่งมีค่า pH ประมาณ 1 แล้วทำการปั่นกวนถั่วแกลบอย่างต่อเนื่องเป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง
3. เมื่อครบระยะเวลาที่กำหนด นำถั่วที่ได้มากรองด้วยเครื่องกรองสุญญากาศเพื่อแยกเอาส่วนที่เป็นของเหลวออก ล้างถั่วด้วยน้ำกลั่นปราศจากไอออนจนกระทั่งน้ำที่ใช้ล้างมีค่า pH ประมาณ 7
4. นำถั่วที่ทำการล้างด้วยกรดใส่ลงในภาชนะพลาสติกที่สามารถนำเข้าเตาไมโครเวฟได้ จากนั้นเติมสารละลาย 1.0 M โซเดียมไฮดรอกไซด์ ปริมาตร 60 มิลลิลิตร ปิดฝาภาชนะให้สนิท นำเข้าไมโครเวฟเพื่อทำการสกัดซิลิกาในรูปแบบของสารละลายโซเดียมซิลิเกต โดยกำหนดกำลังไฟฟ้า 180, 450, 600 และ 850 วัตต์ ระยะเวลาในการสกัด 5 นาที

5. เมื่อทำการสกัดจนครบระยะเวลา นำสารละลายที่ได้มากรองแยกของแข็งออกด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ ล้างของแข็งที่ได้ด้วยน้ำต้มเดือดปริมาตร 100 มิลลิลิตร จากนั้นกรองอีกครั้ง เก็บสารละลายที่ได้จากการกรองและน้ำล้าง ที่งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง
6. ปรับ pH สารละลายด้วย 1.0 M กรดไฮโดรคลอริก จนกระทั่งมี pH ประมาณ 7 ซึ่งในส่วนนี้ สารละลายจะเปลี่ยนสภาพกลายเป็นเจล (pH<10) จากนั้นทำการบ่มเจลเป็นระยะเวลา 18 ชั่วโมง
7. เมื่อครบระยะเวลา ทำการกระจายเนื้อเจลในน้ำโดยการเติมน้ำกลั่นปราศจากไอออน ปริมาตร 100 มิลลิลิตรและคนด้วยแท่งคน
8. นำเจลที่ทำการกระจายตัวมาเหวี่ยงแยกชั้นน้ำที่ 2,500 รอบต่อนาที ระยะเวลา 15 นาที ล้างด้วยน้ำและหมุนเหวี่ยง โดยทำซ้ำ 2-3 ครั้ง
9. นำซิลิกาเจลอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 12 ชั่วโมง
10. เมื่อครบระยะเวลานำผงซิลิกาล้างด้วยน้ำกลั่น กรองแยกของเหลวออก อบซิลิกาให้แห้งอีกครั้ง
11. นำผงซิลิกาบริสุทธิ์ที่ได้ชั่งน้ำหนักเพื่อคำนวณหา %Yield จากนั้นเก็บไว้ในถุงพลาสติกกันอากาศและความชื้น

ตอนที่ 3.2 การศึกษาระยะเวลาที่เหมาะสมในการสกัดด้วยเตาไมโครเวฟ

1. ชั่งเส้นแกลบที่ได้จากการเผาในตอนที่ 1 จำนวน 10 กรัม ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร จากนั้นเติมน้ำกลั่นปราศจากไอออนปริมาตร 60 มิลลิลิตร คนเพื่อให้กระจายตัวด้วยแท่งคน
2. ทำการปั่นกวนและปรับ pH ของเส้นแกลบด้วย 1.0 M กรดไฮโดรคลอริก จนกระทั่งมีค่า pH ประมาณ 1 ทำการปั่นกวนเส้นแกลบอย่างต่อเนื่องเป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง
3. เมื่อครบระยะเวลาที่กำหนด นำเส้นที่ได้มากรองด้วยเครื่องกรองสุญญากาศเพื่อแยกเอาส่วนที่เป็นของเหลวออก ล้างเส้นด้วยน้ำกลั่นปราศจากไอออนจนกระทั่งน้ำที่ใช้ล้างมีค่า pH ประมาณ 7

4. นำเส้นที่ทำการล้างด้วยกรดใส่ลงในภาชนะพลาสติกที่สามารถนำเข้าเตาไมโครเวฟได้ เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
จากนั้นเติมน้ำกลั่น 1.0 M โซเดียมไฮดรอกไซด์ ปริมาตร 60 มิลลิลิตร ปิดฝาภาชนะให้
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- สนิท นำเข้าไมโครเวฟเพื่อทำการสกัดซิลิกาในรูปของสารละลายโซเดียมซิลิเกต โดยใช้กำลังไฟที่ได้จากการวิเคราะห์ในตอนที 3.1 ระยะเวลาในการสกัด 1, 3, 5, 7 และ 9 นาที
5. เมื่อทำการสกัดจนครบเวลา นำสารละลายที่ได้มากรองแยกของแข็งออกด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ ล้างของแข็งที่ได้ด้วยน้ำต้มเดือดปริมาตร 100 มิลลิลิตร จากนั้นกรองอีกครั้ง เก็บสารละลายที่ได้จากการกรองและน้ำล้าง ทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง
 6. ปรับ pH สารละลายด้วย 1.0 M กรดไฮโดรคลอริก จนกระทั่งมี pH ประมาณ 7 ซึ่งในส่วนนี้ สารละลายจะเปลี่ยนสภาพกลายเป็นเจล (pH<10) จากนั้นทำการบ่มเจลเป็นระยะเวลา 18 ชั่วโมง
 7. เมื่อครบระยะเวลา ทำการกระจายเนื้อเจลในน้ำโดยการเติมน้ำกลั่นปริมาตร 100 มิลลิลิตร และคนด้วยแท่งคน
 8. นำเจลที่ทำการกระจายตัวมาเหวี่ยงแยกชั้นน้ำที่ 2,500 รอบต่อนาที ระยะเวลา 15 นาที ล้างด้วยน้ำและหมุนเหวี่ยงโดยทำซ้ำ 2-3 ครั้ง
 9. นำซิลิกาเจลอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ระยะเวลา 12 ชั่วโมง
 10. เมื่อครบระยะเวลาย่นางซิลิกาล้างด้วยน้ำกลั่น กรองแยกของเหลวออก อบซิลิกาให้แห้งอีกครั้ง
 11. นำผงซิลิกาบริสุทธิ์ที่ได้ชั่งน้ำหนักเพื่อคำนวณหา %Yield จากนั้นเก็บไว้ในถุงพลาสติกกันอากาศและความชื้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

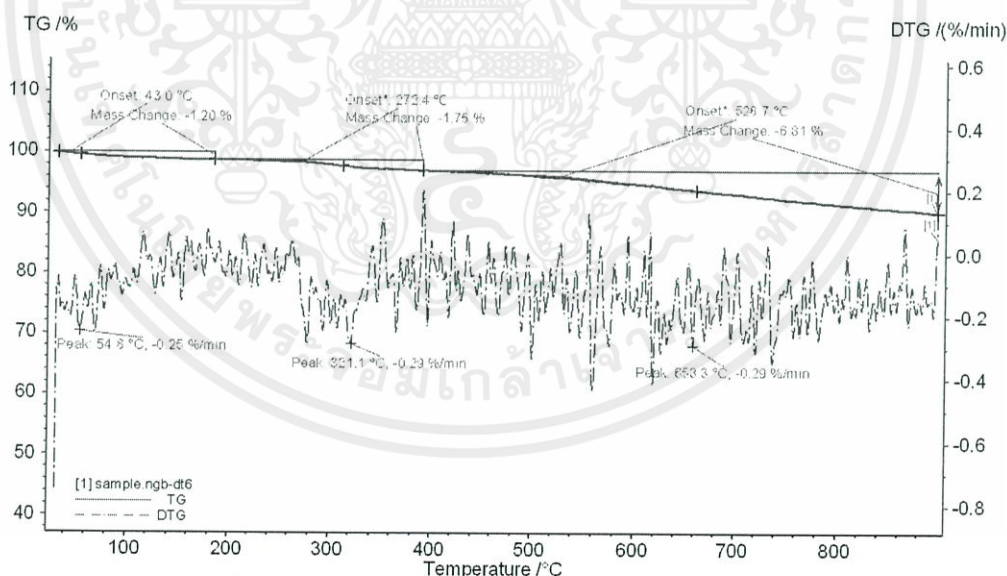
บทที่ 4

ผลการทดลองและอภิปรายผล

ในงานวิจัยนี้ทำการศึกษาการเตรียมซิลิกาบริสุทธิ์จากเถ้าแกลบด้วยวิธีไมโครเวฟ เพื่อศึกษาความเป็นไปได้ในการใช้ไมโครเวฟเป็นแหล่งให้ความร้อน โดยจะศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสม รวมทั้งศึกษาถึงลักษณะและสมบัติทางกายภาพของซิลิกาบริสุทธิ์ที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีไมโครเวฟ ซึ่งได้ทำการวิเคราะห์ความบริสุทธิ์โดยการหาล่องค์ประกอบด้วยเทคนิค X-ray Fluorescence Spectrometry (XRF) วิเคราะห์ด้วยหาหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค Fourier Transforms Infrared Spectrometry (FT-IR) วิเคราะห์โครงสร้างและขนาดอนุภาคของซิลิกาบริสุทธิ์ด้วยเทคนิค X-ray Diffraction Spectroscopy (XRD) และกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy ; SEM) และมีผลการวิเคราะห์ ดังนี้

4.1 ผลของอุณหภูมิที่เหมาะสมในการสลายตัวขององค์ประกอบในเถ้าแกลบ

4.1.1 การวิเคราะห์การสลายตัวขององค์ประกอบในเถ้าแกลบด้วย Thermogravimetric Analysis



รูปที่ 4.1 เทอร์โมแกรมของเถ้าแกลบที่ได้จากโรงสี

จากรูปที่ 4.1 แสดงเทอร์โมแกรมที่ได้จากการวิเคราะห์เถ้าแกลบจากโรงสี ด้วยเครื่อง Thermogravimetric analysis (TGA) โดยทำการวิเคราะห์ที่อุณหภูมิห้องจนถึงอุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส ภายใต้สภาวะไนโตรเจน พบว่าเถ้าแกลบมีการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักเพียงร้อยละ 6.81 จากน้ำหนักเริ่มต้น ซึ่งพบการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักอันเนื่องมาจากการสลายตัวขององค์ประกอบใน

3 ช่วงอุณหภูมิ โดยช่วงแรกที่อุณหภูมิระหว่าง 50 ถึง 190 องศาเซลเซียส เป็นผลมาจากการใช้ความร้อนในการระเหยน้ำออกจากถ้ำเกลือ อุณหภูมิการสลายตัวช่วงที่สองอยู่ระหว่าง 270 ถึง 400 องศาเซลเซียส เป็นช่วงของการสลายตัวที่เกิดจากเซลลูโลสและเฮมิเซลลูโลสในถ้ำเกลือที่ยังคงสลายตัวไม่หมดในกระบวนการเผาเกลือจากทางโรงสี อุณหภูมิการสลายตัวช่วงที่สามอยู่ระหว่าง 420 ถึง 550 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นช่วงของการสลายตัวของลิกนิน [18] และที่อุณหภูมิมากกว่า 550 องศาเซลเซียสเป็นต้นไปพบว่า น้ำหนักของถ้ำเกลือเริ่มไม่มีการเปลี่ยนแปลงแสดงถึงองค์ประกอบภายในถ้ำเกลือเกิดการสลายตัวเกือบทั้งหมด ดังนั้นช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสมต่อการเผาถ้ำเกลือเพื่อให้เหลือองค์ประกอบภายในน้อยที่สุดคืออุณหภูมิที่สูงกว่า 550 องศาเซลเซียส

4.2 ผลของสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมซัลฟิดจากถ้ำเกลือโดยใช้วิธีไมโครเวฟ

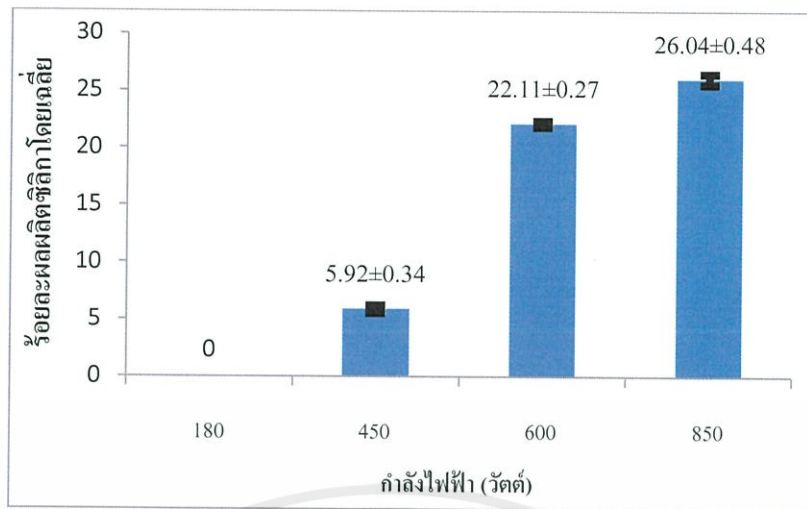
4.2.1 ผลของกำลังไฟฟ้า (วัตต์) ที่ใช้ในการเตรียมซัลฟิดที่มีผลต่อร้อยละผลผลิต

ทำการทดลองโดยปรับเปลี่ยนกำลังไฟฟ้าที่ให้กับเตาไมโครเวฟเพื่อทำการสกัดซัลฟิด โดยใช้ถ้ำเกลือ 10 กรัม และระยะเวลาในการสกัด 5 นาที ซึ่งผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 ผลของกำลังไฟฟ้า (วัตต์) ที่ใช้ในการเตรียมซัลฟิดในระยะเวลา 5 นาที

ครั้งที่	กำลังไฟ (วัตต์)	180	450	600	850
1	ไม่เกิดเจด		0.5245	2.0761	2.4335
2			0.5879	2.1044	2.4117
3			0.5567	2.0532	2.4986
น้ำหนักเฉลี่ย (g)		-	0.5563	2.0779	2.4479
ร้อยละผลผลิตซัลฟิดโดยเฉลี่ย (%)		-	5.92	22.11	26.04

จากการทดลองพบว่า กำลังไฟฟ้าที่ใช้ในการสกัดมีผลต่อร้อยละผลผลิตซัลฟิด โดยเมื่อทำการสกัดโดยใช้กำลังไฟฟ้า 180 วัตต์ ที่ระยะเวลา 5 นาที พบว่าไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงจากสารละลายไปเป็นเจดตามกระบวนการ โซล - เจล ในขั้นตอนการปรับ pH สารละลายโซเดียมซัลฟิดเกิดด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก แต่เมื่อทำการเพิ่มกำลังไฟฟ้าในการสกัดเป็น 450, 600 และ 850 วัตต์พบร้อยละผลผลิตซัลฟิดโดยเฉลี่ยเท่ากับ 5.92, 22.11 และ 26.04 ตามลำดับ ซึ่งแนวโน้มของร้อยละผลผลิตของซัลฟิดโดยเฉลี่ยเพิ่มขึ้นตามกำลังไฟฟ้าที่ใช้ในการสกัดด้วยเตาไมโครเวฟ ดังแสดงเปรียบเทียบข้อมูลและค่าความคลาดเคลื่อนของผลการทดลองในรูปที่ 4.2



รูปที่ 4.2 แผนภูมิแท่งแสดงผลของกำลังไฟฟ้าที่ใช้ในการเตรียมชิลิกาในระยะเวลา 5 นาที

จากรูปที่ 4.2 จะเห็นได้ว่าร้อยละผลผลิตของชิลิกาที่กำลังไฟฟ้า 600 และ 850 วัตต์มีปริมาณที่ใกล้เคียงกัน เมื่อพิจารณาถึงค่าความคลาดเคลื่อนของร้อยละผลผลิตชิลิกาที่กำลังไฟฟ้า 850 วัตต์ จะพบว่าค่าความคลาดเคลื่อนต่ำสุดนั้นมีค่าใกล้เคียงกับค่าความคลาดเคลื่อนสูงสุดของร้อยละผลผลิตชิลิกาที่กำลังไฟฟ้า 600 วัตต์ ดังนั้นในการทดลองเพื่อหาระยะเวลาที่เหมาะสมในการผลิตจึงเลือกกำลังไฟฟ้าที่ 600 และ 850 วัตต์

4.2.2 ผลของระยะเวลาที่ใช้ในการเตรียมชิลิกา ที่มีผลต่อร้อยละผลผลิต

ทำการทดลองโดยเลือกใช้กำลังไฟฟ้าที่ให้ร้อยละผลผลิตชิลิกาในปริมาณสูง โดยเลือกที่ กำลังไฟฟ้า 600 และ 850 วัตต์ โดยทำการปรับเปลี่ยนระยะเวลาที่ใช้ในการสกัด ผลที่ได้แสดงใน ตารางที่ 4.2 และ ตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.2 ผลของระยะเวลาที่ใช้ในการเตรียมชิลิกาที่ กำลังไฟฟ้า 600 วัตต์

ครั้งที่	ระยะเวลา (นาที)				
	1	3	5	7	9
1	ไม่เกิดเจล	1.76	2.08	2.51	2.98
2		1.72	2.10	2.55	3.02
3		1.69	2.05	2.58	2.93
น้ำหนักเฉลี่ย (g)	-	1.73	2.08	2.55	2.98
ร้อยละผลผลิตชิลิกา					
โดยเฉลี่ย (%)		18.36	22.11	27.11	31.70

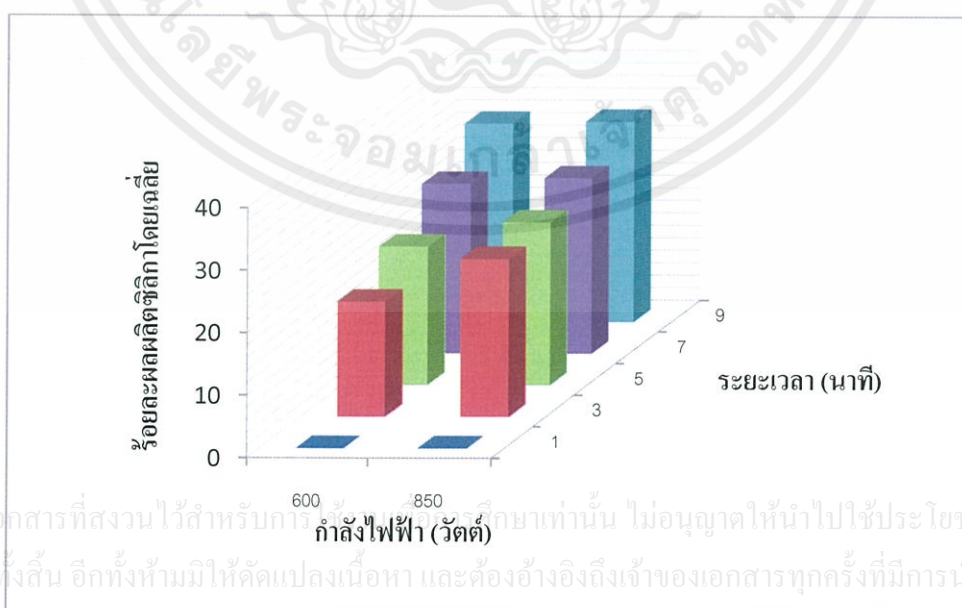
จากผลการทดลองพบว่า ระยะเวลาที่ใช้ในการสกัดที่ กำลังไฟฟ้า 600 วัตต์ มีผลต่อร้อยละผลผลิตของชิลิกา โดยเมื่อทำการสกัดที่ระยะเวลา 1 นาที พบว่าไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงจาก

สารละลายไปเป็นเจดตามกระบวนการโซล – เจลในขั้นตอนการปรับ pH สารละลายโซเดียมซิลิเกตด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก และเมื่อทำการเพิ่มระยะเวลาในการสกัดเป็น 3, 5, 7 และ 9 นาที จะเห็นว่าร้อยละผลผลิตของซิลิกาเพิ่มขึ้น โดยร้อยละผลผลิตสูงสุดมีค่าเท่ากับ 31.70 ซึ่งเกิดขึ้นที่ระยะเวลา 9 นาที

ตารางที่ 4.3 ผลของระยะเวลาที่ใช้ในการเตรียมซิลิกาที่กำลังไฟฟ้า 850 วัตต์

ครั้งที่ \ ระยะเวลา (นาที)	1	3	5	7	9
1	ไม่เกิดเจด	2.36	2.43	2.62	3.02
2		2.34	2.41	2.68	2.98
3		2.41	2.50	2.61	3.04
น้ำหนักเฉลี่ย (g)	-	2.37	2.45	2.64	3.01
ร้อยละผลผลิตซิลิกา โดยเฉลี่ย (%)	-	25.22	26.04	28.05	32.06

จากผลการทดลองพบว่า ระยะเวลาที่ใช้ในการสกัดที่กำลังไฟฟ้า 850 วัตต์ มีผลต่อร้อยละผลผลิตของซิลิกาใกล้เคียงกับที่กำลังไฟฟ้า 600 วัตต์ โดยเมื่อทำการสกัดที่ระยะเวลา 1 นาที พบว่าไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงจากสารละลายไปเป็นเจดตามกระบวนการโซล – เจลในขั้นตอนการปรับ pH สารละลายโซเดียมซิลิเกตด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก และเมื่อทำการเพิ่มระยะเวลาในการสกัดเป็น 3, 5, 7 และ 9 นาที จะเห็นว่าร้อยละผลผลิตของซิลิกาเพิ่มขึ้น โดยร้อยละผลผลิตสูงสุดมีค่าเท่ากับ 32.06 ซึ่งเกิดขึ้นที่ระยะเวลา 9 นาที



รูปที่ 4.3 แผนภูมิแท่งแสดงการเปรียบเทียบร้อยละผลผลิตของซิลิกาที่กำลังไฟฟ้า 600 และ 850 วัตต์

จากรูปที่ 4.3 จะเห็นได้ว่า การสกัดโดยใช้กำลังไฟฟ้า 600 และ 850 วัตต์ ที่ระยะเวลา 7 และ 9 นาที ให้ร้อยละผลผลิตของซิลิกาใกล้เคียงกัน แต่หากพิจารณาถึงค่าความคลาดเคลื่อนต่ำสุดและสูงสุดของแต่ละกำลังไฟฟ้า จะพบว่าค่าความคลาดเคลื่อนต่ำสุดที่กำลังไฟฟ้า 850 วัตต์นั้นมีค่าใกล้เคียงกับค่าความคลาดเคลื่อนสูงสุดของร้อยละผลผลิตซิลิกาที่กำลังไฟฟ้า 600 วัตต์ ดังนั้นกำลังไฟฟ้า 600 วัตต์ เหมาะสมที่สุดที่ใช้ในการสกัดซิลิกาด้วยเตาไมโครเวฟเมื่อคำนึงถึงควมคุ้มค่าทางด้านพลังงานและเศรษฐกิจ

4.3 ผลของลักษณะและสมบัติทางกายภาพของซิลิกาที่เตรียมขึ้นด้วยวิธีไมโครเวฟ

จากการทดลองเตรียมซิลิกาด้วยวิธีไมโครเวฟโดยใช้กำลังไฟฟ้า 600 และ 850 วัตต์ ที่ระยะเวลา 9 นาที พบว่าซิลิกาที่ได้ นั้นไม่มีความแตกต่างกันด้านลักษณะ รูปร่างและสี จึงได้นำตัวอย่างซิลิกาดังกล่าวไปตรวจสอบหาสารประกอบ หมู่ฟังก์ชัน ลักษณะโครงสร้าง และขนาดอนุภาคของซิลิกาที่เตรียมขึ้นด้วยวิธีไมโครเวฟ โดยใช้เทคนิคในการวิเคราะห์ 4 เทคนิค ดังนี้

4.3.1 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-Ray Fluorescence Spectrometry (XRF)

การวิเคราะห์โดยเทคนิค XRF นั้นจะสามารถวิเคราะห์หาปริมาณธาตุและสารประกอบในตัวอย่างได้ โดยทำการวิเคราะห์ซิลิกาที่เตรียมขึ้นด้วยวิธีไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 600 และ 850 วัตต์ ในระยะเวลา 9 นาที ผลการวิเคราะห์แสดงดังตารางที่ 4.4 ถึง 4.5

จากผลการวิเคราะห์พบว่าซิลิกาที่เตรียมขึ้นด้วยวิธีไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 600 วัตต์ ในระยะเวลา 9 นาที มีปริมาณสารประกอบ SiO_2 อยู่ 92.6% และซิลิกาที่เตรียมขึ้นด้วยวิธีไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 850 วัตต์ ในระยะเวลา 9 นาที มีปริมาณ SiO_2 อยู่ 91.7% ซึ่งเป็นปริมาณที่ไม่แตกต่างกันมากนัก สารประกอบที่มีปริมาณรองลงมาคือ Na_2O ซิลิกาที่เตรียมขึ้นด้วยวิธีไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 600 วัตต์ ในระยะเวลา 9 นาที มีปริมาณอยู่ 4.81% และซิลิกาที่เตรียมขึ้นด้วยวิธีไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 850 วัตต์ ในระยะเวลา 9 นาที มีปริมาณอยู่ 6.07% เนื่องจากในขั้นตอนการเปลี่ยนสารประกอบโซเดียมซิลิเกตไปเป็น ซิลิกอนไดออกไซด์ โดยการทำปฏิกิริยากับกรดไฮโดรคลอริกดังแสดงในสมการ นั้นยังเกิดขึ้นไม่สมบูรณ์ทำให้พบ Na ในรูปของสารประกอบ Na_2O เหลืออยู่ในผลิตภัณฑ์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ การนำเอกสารนี้ไปเผยแพร่โดยไม่ได้รับอนุญาตจะถือว่าผิดกฎหมาย
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ตารางที่ 4.4 สารประกอบต่างๆของซิลิกาที่เตรียมขึ้นด้วยวิธีไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 600 วัตต์
ระยะเวลา 9 นาที

Composition	Mass Fraction%
SiO ₂	92.60
Na ₂ O	4.810
CaO	0.564
MgO	0.560
Al ₂ O ₃	0.404
K ₂ O	0.297
SO ₃	0.294
Fe ₂ O ₃	0.201
CuO	0.166
Compton	0.92
Rayleigh	1.08
Norm.	100.00%

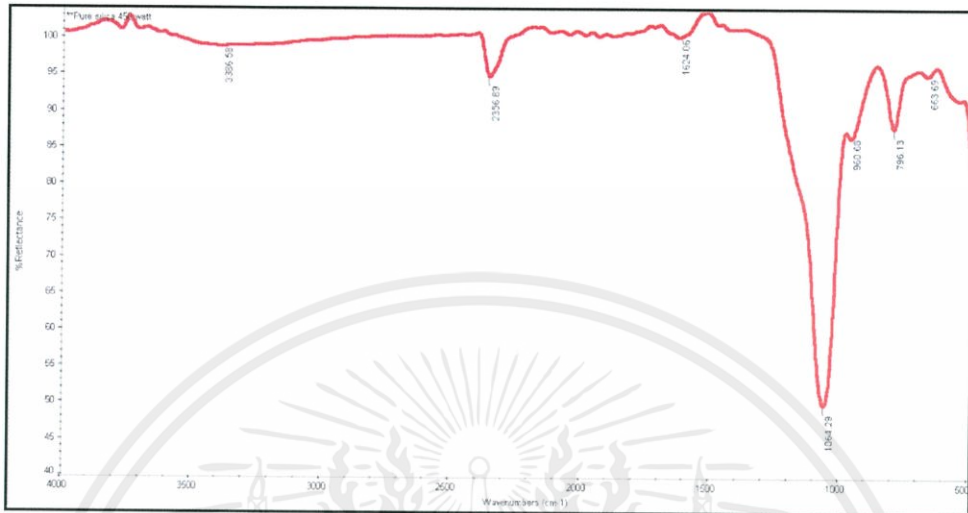
ตารางที่ 4.5 สารประกอบต่างๆของซิลิกาที่เตรียมด้วยวิธีไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 850 วัตต์
ระยะเวลา 9 นาที

Composition	Mass Fraction%
SiO ₂	91.70
Na ₂ O	6.07
CaO	0.367
MgO	0.424
Al ₂ O ₃	0.261
K ₂ O	0.400
SO ₃	0.270
Fe ₂ O ₃	0.243
CuO	0.163
Compton	0.91
Rayleigh	1.12
Norm.	100.00%

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามนำข้อมูลไปเผยแพร่และอ้างถึงในเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3.2 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR)

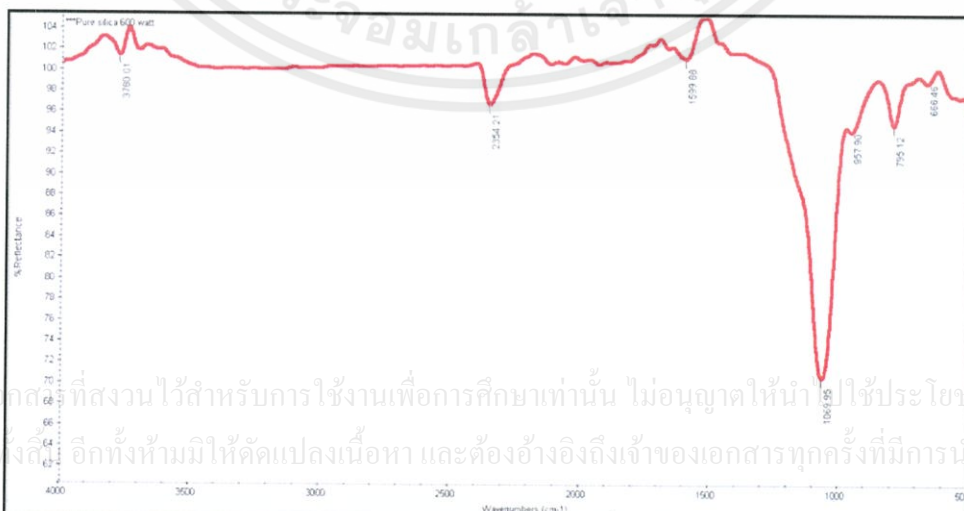
จากการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของซิลิกาที่เตรียมด้วยวิธีไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 450 วัตต์ ในระยะเวลา 5 นาที แสดงดังรูปที่ 4.4 และมีสเปกตรัมการดูดกลืนที่สำคัญคือ



รูปที่ 4.4 FT-IR Spectra ของซิลิกาที่เตรียมด้วยวิธีไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 450 วัตต์ ระยะเวลา 5 นาที

- ก. ที่เลขคลื่น 3386.58 cm^{-1} เกิดจากการสั่นแบบยืดของพันธะ O-H
- ข. ที่เลขคลื่น 2356.89 cm^{-1} เกิดจากการสั่นแบบยืดของพันธะ C=O
- ค. ที่เลขคลื่น 1624.06 cm^{-1} เกิดจากการสั่นแบบงอของพันธะ O-H
- ง. ที่เลขคลื่น 1064.29 cm^{-1} เกิดจากการสั่นของ Si-O-Si
- จ. ที่เลขคลื่น 960.68 cm^{-1} เกิดจากการสั่นแบบงอของพันธะ Si-OH
- ช. ที่เลขคลื่น 796.13 cm^{-1} เกิดจากการสั่นของ Si-O-Si

จากการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของซิลิกาที่เตรียมด้วยวิธีไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 600 วัตต์ ในระยะเวลา 9 นาที แสดงดังรูปที่ 4.5 และมีสเปกตรัมการดูดกลืนที่สำคัญคือ



รูปที่ 4.5 FT-IR Spectra ของซิลิกาที่เตรียมด้วยวิธีไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 600 วัตต์ ระยะเวลา 9 นาที

- ก.ที่เลขคลื่น 3780.01 cm^{-1} เกิดจากการสั่นแบบยืดของพันธะ O-H
- ข.ที่เลขคลื่น 2354.21 cm^{-1} เกิดจากการสั่นแบบยืดของพันธะ C=O
- ค.ที่เลขคลื่น 1599.88 cm^{-1} เกิดจากการสั่นแบบงอของพันธะ O-H
- ง.ที่เลขคลื่น 1069.95 cm^{-1} เกิดจากการสั่นของ Si-O-Si
- จ.ที่เลขคลื่น 957.90 cm^{-1} เกิดจากการสั่นแบบงอของพันธะ Si-OH
- ช.ที่เลขคลื่น 795.12 cm^{-1} เกิดจากการสั่นของ Si-O-Si

และจากการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของซิลิกาที่เตรียมด้วยวิธีไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 850 วัตต์ ระยะเวลา 9 นาที แสดงดังรูปที่ 4.6 และมีสเปกตรัมการดูดกลืนที่สำคัญคือ



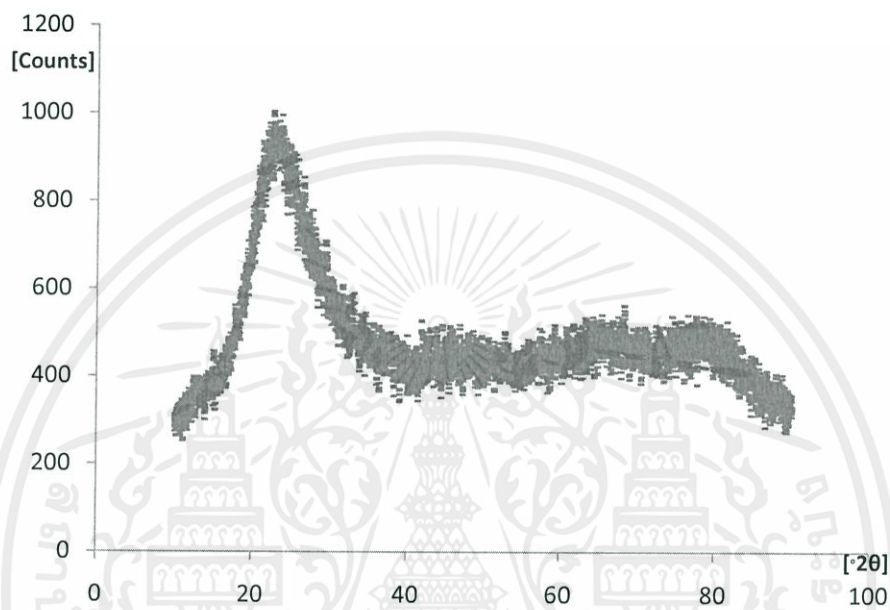
รูปที่ 4.6 FT-IR Spectra ของซิลิกาที่เตรียมด้วยวิธีไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 850 วัตต์ ระยะเวลา 9 นาที

- ก.ที่เลขคลื่น 3780.62 cm^{-1} เกิดจากการสั่นแบบยืดของพันธะ O-H
- ข.ที่เลขคลื่น 1602.01 cm^{-1} เกิดจากการสั่นแบบงอของพันธะ O-H
- ค.ที่เลขคลื่น 1064.49 cm^{-1} เกิดจากการสั่นของ Si-O-Si
- ง.ที่เลขคลื่น 957.90 cm^{-1} เกิดจากการสั่นแบบงอของพันธะ Si-OH
- จ.ที่เลขคลื่น 794.84 cm^{-1} เกิดจากการสั่นของ Si-O-Si

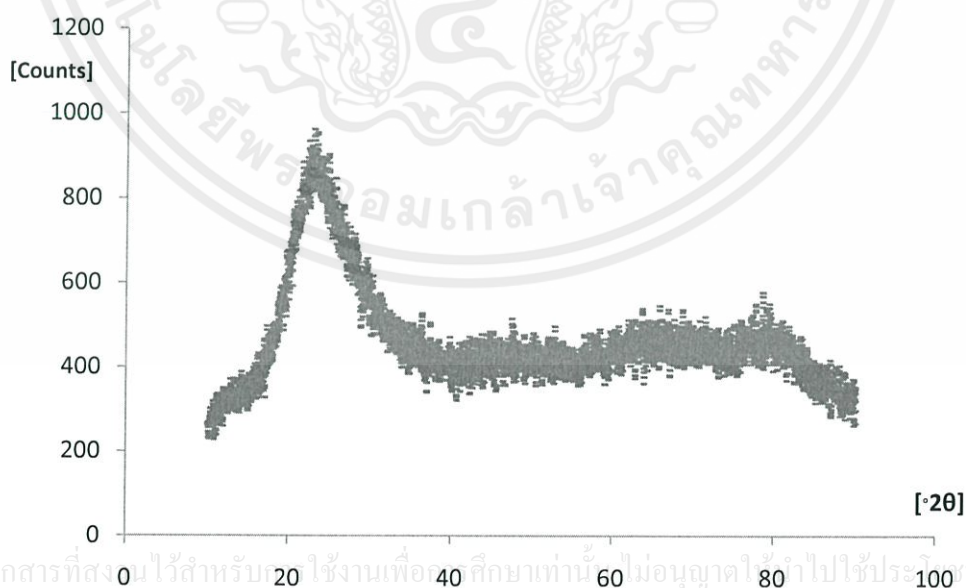
จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR จะพบสเปกตรัมที่สำคัญ 2 สเปกตรัมโดยสเปกตรัมแรกที่มีเลขคลื่นประมาณ 2350 cm^{-1} เกิดจากการสั่นแบบยืดของพันธะ C=O ซึ่งจะพบในการสกัดซิลิกาที่กำลังไฟฟ้า 450 และ 600 วัตต์ และจะไม่พบสเปกตรัมนี้ที่กำลังไฟฟ้า 850 วัตต์ เนื่องจากซิลิกาที่เตรียมขึ้นจากกำลังไฟฟ้า 450 และ 600 วัตต์ ถูกเตรียมขึ้นก่อนซิลิกาที่เตรียมขึ้นจากกำลังไฟฟ้า 850 วัตต์ จึงทำให้ซิลิกาที่เตรียมขึ้นจากกำลังไฟฟ้า 450 และ 600 วัตต์ เกิดการปนเปื้อนจากบรรยากาศ ซึ่งคือ แก๊ส CO_2 และสเปกตรัมที่สองที่มีเลขคลื่นประมาณ 1000 cm^{-1} และ 800 cm^{-1} เกิดจากการสั่นของพันธะ Si-O-Si ซึ่งพบทุกกำลังไฟฟ้าที่ใช้ในการสกัด โดยลักษณะและรูปร่างของสเปกตรัมไม่มีความแตกต่างกันซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRF

4.3.3 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-Ray Diffraction Spectroscopy (XRD)

การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ใช้วิเคราะห์เพื่อหาลักษณะโครงสร้างของซิลิกาที่เตรียมด้วยวิธีไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 600 วัตต์ ระยะเวลา 9 นาที และโครงสร้างของซิลิกาที่เตรียมด้วยวิธีไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 850 วัตต์ ระยะเวลา 9 นาที โดยตัวอย่างที่นำไปวิเคราะห์นั้นเป็นชุดเดียวกันกับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-Ray Fluorescence Spectrometry (XRF) ผลการวิเคราะห์แสดงดังรูปที่ 4.7 ถึง 4.8



รูปที่ 4.7 Diffraction pattern ของซิลิกาที่เตรียมด้วยวิธีไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 600 วัตต์ ระยะเวลา 9 นาที



รูปที่ 4.8 Diffraction pattern ของซิลิกาที่เตรียมด้วยวิธีไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 850 วัตต์ ระยะเวลา 9 นาที

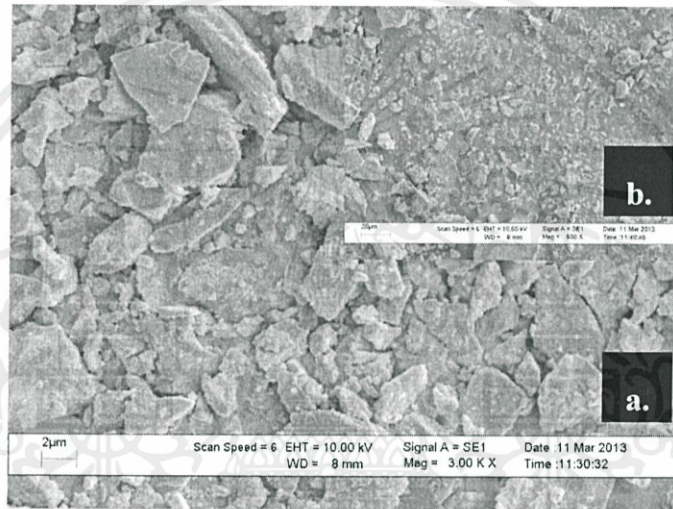
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับ 20 ใช้งานเพื่อ 40 ศึกษาเท่านั้น 60 ไม่อนุญาตให้ 80 ไปใช้ประ 100 1000 1200

ไม่ว่ากรณีใดๆ ให้นำไปใช้โดยไม่ได้รับอนุญาตจากเจ้าของลิขสิทธิ์

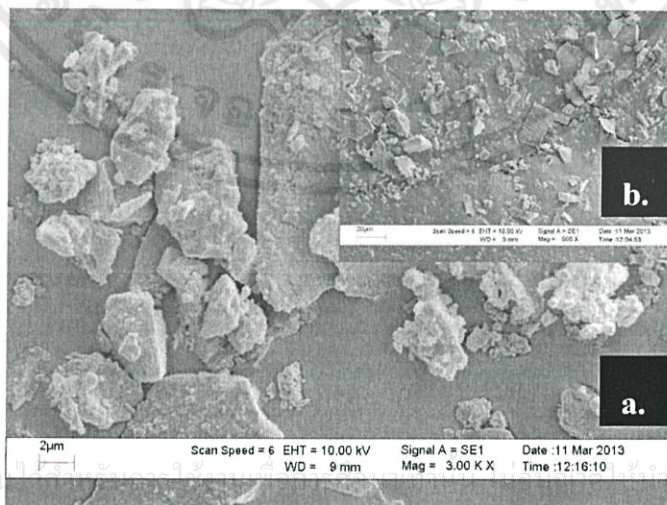
จากรูปที่ 4.7 และ 4.8 พบว่าซิลิกาที่เตรียมด้วยวิธีไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 600 และ 850 วัตต์ ปรากฏฟิสิกที่มีฐานกว้างที่ตำแหน่ง $2\theta^{\circ}$ ซึ่งเป็นลักษณะโครงสร้างธรรมชาติของซิลิกาที่อยู่ในรูปอสัณฐาน (Amorphous) [16] ดังนั้นซิลิกาที่เตรียมได้จากกำลังไฟฟ้าทั้งสองมีลักษณะโครงสร้างเป็นอสัณฐานที่ไม่มีความแตกต่างของความกว้างและความเข้มของพีค

4.3.4 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscopy (SEM)

การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM เป็นการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวและขนาดอนุภาคของซิลิกาที่เตรียมด้วยวิธีไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 600 และ 850 วัตต์ ระยะเวลา 9 นาที ซึ่งเป็นภาพที่ให้รายละเอียดต่างๆแสดงดังรูปที่ 4.9 ถึง 4.10



รูปที่ 4.9 ลักษณะพื้นผิวและรูปร่างของซิลิกาที่เตรียมด้วยวิธีไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 600 วัตต์ ระยะเวลา 9 นาที (a.) ที่กำลังขยาย 3,000 เท่า (b.) ที่กำลังขยาย 500 เท่า



รูปที่ 4.10 ลักษณะพื้นผิวและรูปร่างของซิลิกาที่เตรียมด้วยวิธีไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 850 วัตต์ ระยะเวลา 9 นาที (a.) ที่กำลังขยาย 3,000 เท่า (b.) ที่กำลังขยาย 500 เท่า

จากรูปที่ 4.9 และ 4.10 จะพบว่าซิลิกาที่เตรียมได้จากกำลังไฟฟ้า 600 และ 850 วัตต์ มีลักษณะรูปร่างเป็นทรงหลายเหลี่ยมที่มีรูปร่างไม่แน่นอน มีลักษณะของการกระจายตัวที่ไม่สม่ำเสมอ โดยซิลิกาที่เตรียมจากวิธีไมโครเวฟที่ก่ำลังไฟฟ้า 600 วัตต์ มีขนาดอนุภาคโดยเฉลี่ย 2.6 ไมโครเมตร และที่ก่ำลังไฟฟ้า 850 วัตต์มีขนาดอนุภาคโดยเฉลี่ย 4.4 ไมโครเมตร

4.4 ผลการเปรียบเทียบลักษณะและสมบัติทางกายภาพของซิลิกาที่เตรียมได้จากวิธีดั้งเดิมและวิธีไมโครเวฟ

4.4.1 ผลการเปรียบเทียบร้อยละผลผลิตของซิลิกา (% Yields)

จากการทดลองเพื่อหาร้อยละผลผลิตของซิลิกาที่เตรียมได้จากวิธีดั้งเดิมและวิธีไมโครเวฟ ในการเตรียมด้วยวิธีดั้งเดิม จะทำการสกัดเอาแคลเซียมจำนวน 10 กรัมด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 1.0 M ปริมาตร 60 มิลลิลิตรให้ความร้อนในการสกัดด้วยเตาความร้อน เป็นระยะเวลา 60 นาที และการเตรียมด้วยวิธีไมโครเวฟ จะให้ความร้อนในการสกัดเป็นระยะเวลา 9 นาที ผลที่ได้แสดงดังตารางที่ 4.6

ตารางที่ 4.6 การเปรียบเทียบร้อยละผลผลิตของซิลิกาที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีต่างๆ

วิธีที่ใช้ในการเตรียม	ระยะเวลาในการสกัด (นาที)	ร้อยละผลผลิต \pm ค่าความคลาดเคลื่อน
ดั้งเดิม	60	32.06 ± 0.27
ไมโครเวฟ	9	31.70 ± 0.48

จากผลการทดลองพบว่า ซิลิกาที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีดั้งเดิมโดยใช้เตาความร้อนกับการเตรียมด้วยวิธีไมโครเวฟ มีร้อยละผลผลิตของซิลิกาเท่ากับ 32.06 ± 0.27 และ 31.70 ± 0.48 ตามลำดับ ซึ่งการเตรียมด้วยวิธีทั้งสองให้ร้อยละผลผลิตของซิลิกาที่ใกล้เคียงกัน ซึ่งหากพิจารณาถึงระยะเวลาที่ใช้ในการสกัดจะพบว่า การสกัดโดยใช้เตาไมโครเวฟเป็นแหล่งความร้อนมีระยะเวลาที่สั้นกว่าการสกัดโดยใช้เตาความร้อนประมาณ 6.6 เท่า

4.4.2 ผลการวิเคราะห์หาความบริสุทธิ์ของซิลิกา ด้วยเทคนิค X-Ray Fluorescence

Spectrometry (XRF)

จากการวิเคราะห์หาความบริสุทธิ์ของซิลิกาด้วยการหาองค์ประกอบโดยใช้เทคนิค X-Ray Fluorescence Spectrometry โดยทำการวิเคราะห์ปริมาณของสารประกอบซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO_2) ซึ่งสามารถบ่งบอกถึงความบริสุทธิ์ของซิลิกา ผลที่ได้แสดงดังตารางที่ 4.7

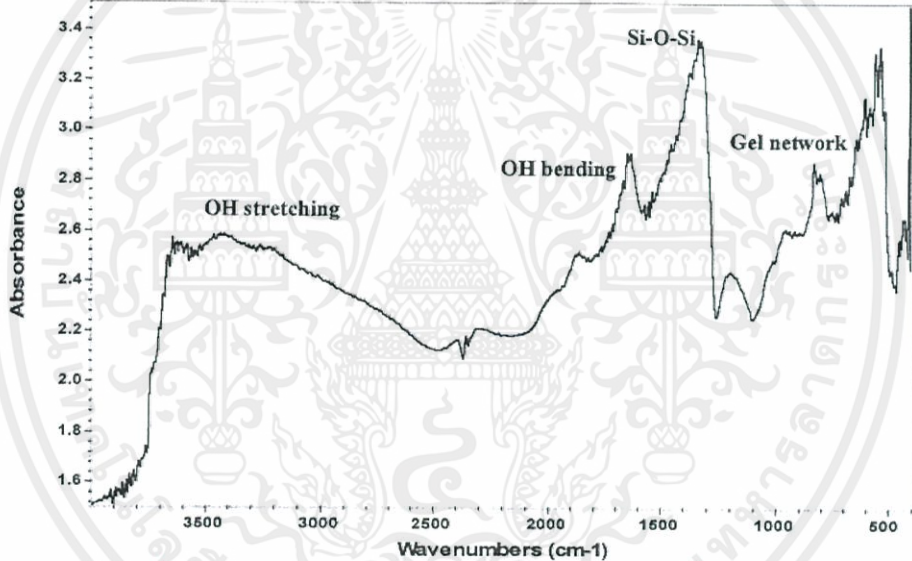
ตารางที่ 4.7 แสดงความบริสุทธิ์ของซิลิกาที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีต่างๆ

วิธีการเตรียม	ร้อยละความบริสุทธิ์
ดั้งเดิม [16]	91.0
ไมโครเวฟ	92.6

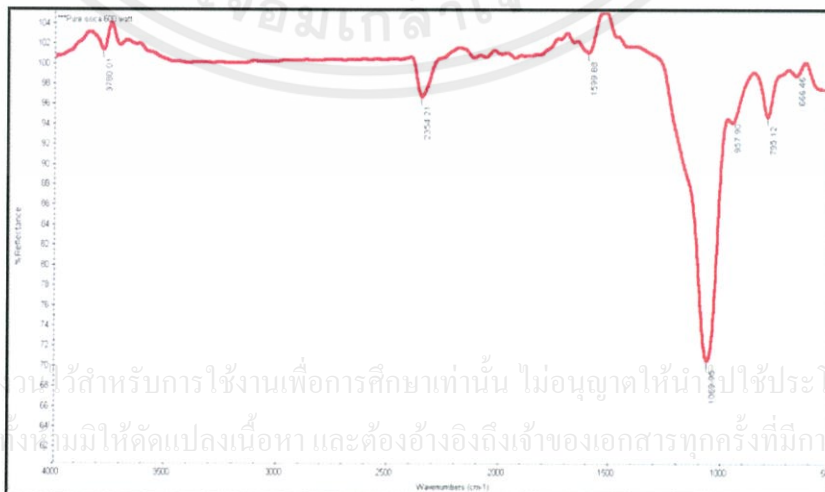
จากผลการวิเคราะห์ความบริสุทธิ์ของซิลิกาที่เตรียมได้จากวิธีทั้งสองด้วยเทคนิค XRF พบว่า ซิลิกาที่เตรียมขึ้นด้วยวิธีดั้งเดิมมีปริมาณ SiO_2 อยู่ร้อยละ 91.0 และซิลิกาที่เตรียมขึ้นด้วยวิธีไมโครเวฟ มีปริมาณ SiO_2 อยู่ร้อยละ 92.6 ซึ่งเป็นปริมาณที่ไม่แตกต่างกันมากนัก

4.4.3 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Fourier Transforms Infrared Spectrometry (FT-IR)

จากการวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค FT-IR ของซิลิกาที่เตรียมขึ้นด้วยวิธีดั้งเดิมและวิธีไมโครเวฟ ผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 4.11 และ 4.12



รูปที่ 4.11 FT-IR Spectra ของซิลิกาที่เตรียมด้วยวิธีดั้งเดิม [16]



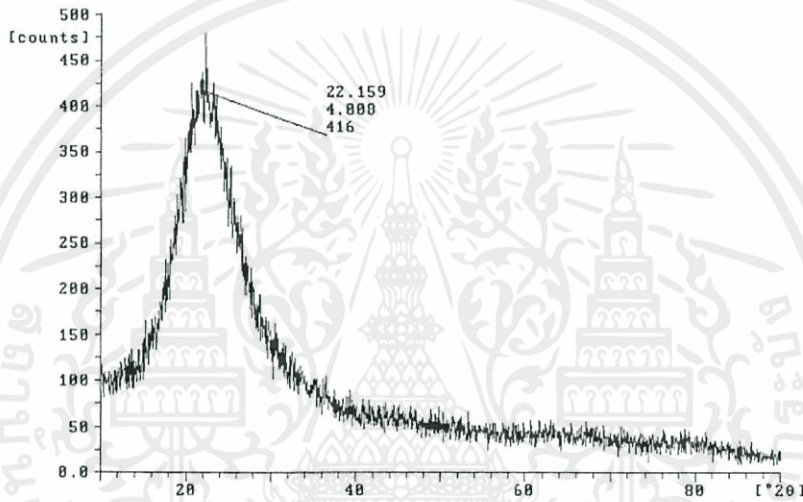
รูปที่ 4.12 FT-IR Spectra ของซิลิกาที่เตรียมขึ้นด้วยวิธีไมโครเวฟ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งยังมีให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

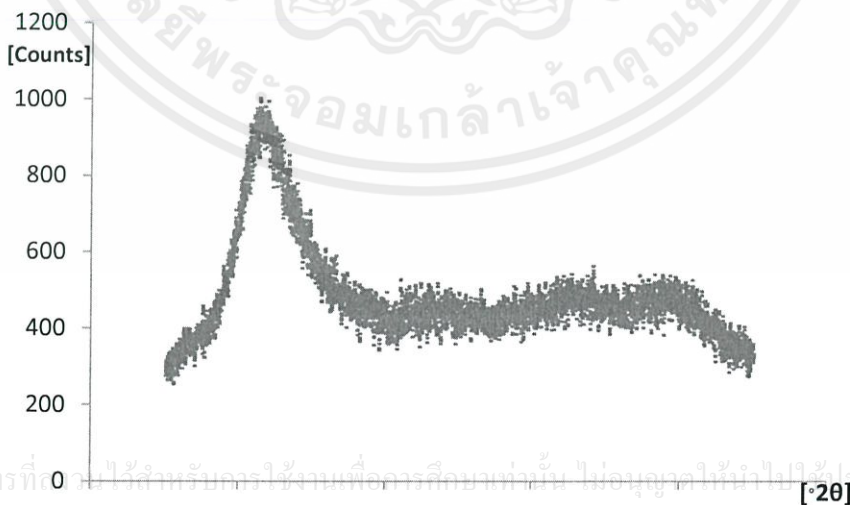
จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR พบว่าซิลิกาที่เตรียมได้จากทั้งสองวิธีมีหมู่ฟังก์ชันใกล้เคียงกันและพบสเปกตรัมที่สำคัญ 2 สเปกตรัมโดยสเปกตรัมแรกที่เลขคลื่นประมาณ 3500 cm^{-1} เกิดจากการสั่นแบบยืดของพันธะ O-H ซึ่งจะพบในซิลิกาที่เตรียมขึ้นด้วยวิธีแบบดั้งเดิมและจะไม่พบสเปกตรัมนี้ในซิลิกาที่เตรียมขึ้นด้วยวิธีไมโครเวฟ เนื่องจากความชื้น และสเปกตรัมที่สองที่เลขคลื่นประมาณ 1000 cm^{-1} เป็นสเปกตรัมที่เกิดจากการสั่นของพันธะ Si-O-Si

4.4.4 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-Ray Diffraction Spectroscopy (XRD)

การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของซิลิกาที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีดั้งเดิมและวิธีไมโครเวฟด้วยเครื่อง XRD ผลการวิเคราะห์แสดงดังรูปที่ 4.13 และ 4.14



รูปที่ 4.13 Diffraction pattern ของซิลิกาที่เตรียมจากวิธีดั้งเดิม [16]



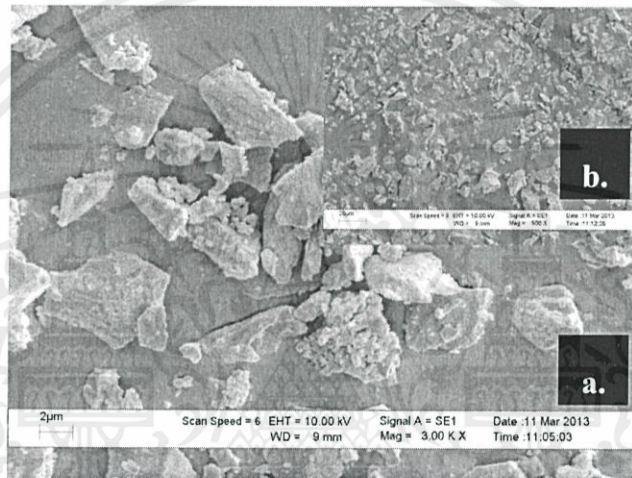
รูปที่ 4.14 Diffraction pattern ของซิลิกาที่เตรียมจากวิธีไมโครเวฟ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่... ไม่ให้นำไปใช้...
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD พบว่าซิลิกาที่เตรียมได้จากทั้งสองวิธีปรากฏเป็นพีคฐานกว้างที่ตำแหน่ง 20° ซึ่งเป็นรูปแบบลักษณะโครงสร้างทางธรรมชาติของซิลิกาที่อยู่ในรูปอสัณฐาน (Amorphous) ดังนั้นซิลิกาที่เตรียมได้จากวิธีทั้งสองมีลักษณะโครงสร้างเป็นอสัณฐานที่ไม่มีความแตกต่างของความกว้างและความเข้มของพีค

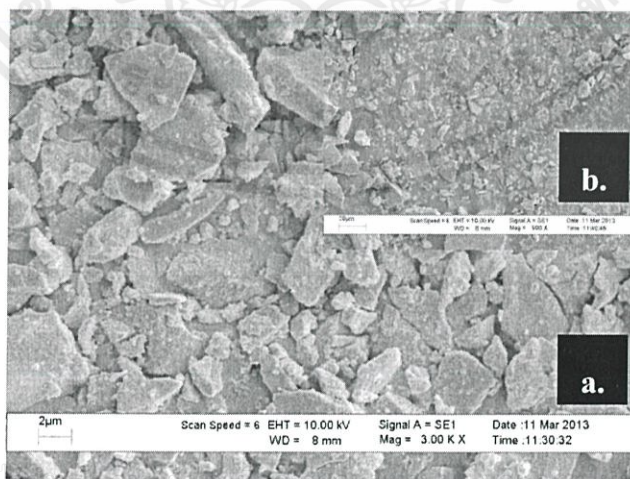
4.4.5 ผลการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวและขนาดอนุภาคซิลิกาที่เตรียมได้จากวิธีดั้งเดิมและวิธีไมโครเวฟด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscopy (SEM)

การวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM เป็นการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวและขนาดอนุภาคของซิลิกาที่เตรียมด้วยวิธีดั้งเดิมและวิธีไมโครเวฟ ผลการวิเคราะห์แสดงดังรูปที่ 4.15 และ 4.16



รูปที่ 4.15 ลักษณะพื้นผิวและรูปร่างของซิลิกาที่เตรียมด้วยวิธีดั้งเดิม

(a.) ที่กำลังขยาย 3,000 เท่า (b.) ที่กำลังขยาย 500 เท่า



รูปที่ 4.16 ลักษณะพื้นผิวและรูปร่างของซิลิกาที่เตรียมด้วยวิธีไมโครเวฟ

(a.) ที่กำลังขยาย 3,000 เท่า (b.) ที่กำลังขยาย 500 เท่า

จากรูปที่ 4.15 และ 4.16 ที่กำลังขยาย 500 เท่า จะพบว่าซิลิกาที่เตรียมจากวิธีดั้งเดิมมีลักษณะของการกระจายตัวที่ใกล้เคียงกับซิลิกาที่เตรียมได้จากวิธีไมโครเวฟ และเมื่อพิจารณาที่กำลังขยาย 3000 เท่า พบว่าซิลิกาที่เตรียมจากวิธีดั้งเดิมมีขนาดอนุภาคโดยเฉลี่ย 5.3 ไมโครเมตรและซิลิกาที่เตรียมได้จากวิธีไมโครเวฟมีขนาดอนุภาคโดยเฉลี่ย 2.6 ไมโครเมตร ซึ่งขนาดอนุภาคของซิลิกาที่เตรียมจากวิธีแบบดั้งเดิมมีขนาดใหญ่กว่า เป็นเพราะในระหว่างการสกัดที่ใช้ระยะเวลาจนถึง 60 นาที ส่งผลให้นิวคลีโอได์ (Nucleide) ของซิลิกาเกิดการเจริญเติบโต (growth) อย่างต่อเนื่องจนได้อนุภาคที่มีขนาดใหญ่ จึงส่งผลให้ขนาดอนุภาคโดยเฉลี่ยของวิธีดั้งเดิมมีขนาดใหญ่กว่า



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการศึกษา

งานวิจัยนี้ทำการศึกษาการเตรียมซัลฟิดาบริสุทรีจากเถ้าแกลบด้วยวิธีไมโครเวฟ เพื่อศึกษาความเป็นไปได้ในการใช้ไมโครเวฟเป็นแหล่งให้ความร้อน โดยทำการศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมรวมทั้งศึกษาถึงสมบัติและลักษณะทางกายภาพของซัลฟิดาบริสุทรีที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีไมโครเวฟ สามารถสรุปผลการทดลองได้ดังนี้

1. การศึกษาผลของกำลังไฟฟ้าที่มีผลต่อร้อยละผลผลิตของซัลฟิดา

- ที่กำลังไฟฟ้า 180 วัตต์ พบว่าไม่สามารถสกัดซัลฟิดาจากเถ้าแกลบ
- ที่กำลังไฟฟ้า 450 วัตต์ ร้อยละผลผลิตของซัลฟิดาเท่ากับ 5.92
- ที่กำลังไฟฟ้า 600 วัตต์ ร้อยละผลผลิตของซัลฟิดาเท่ากับ 22.11
- ที่กำลังไฟฟ้า 850 วัตต์ ร้อยละผลผลิตของซัลฟิดาเท่ากับ 26.04

2. การศึกษาผลของระยะเวลาในการสกัดซัลฟิดาที่มีผลต่อร้อยละผลผลิตของซัลฟิดา โดยใช้กำลังไฟฟ้า 600 และ 850 วัตต์ ที่ระยะเวลา 1, 3, 5, 7 และ 9 นาที พบว่าทั้งสองกำลังไฟฟ้าให้ร้อยละผลผลิตของซัลฟิดาสูงที่สุดที่ระยะเวลา 9 นาที โดยซัลฟิดาที่เตรียมได้ที่กำลังไฟฟ้า 600 วัตต์ให้ร้อยละผลผลิตของซัลฟิดาเท่ากับ 31.70 และที่กำลังไฟฟ้า 850 วัตต์ให้ร้อยละผลผลิตของซัลฟิดาเท่ากับ 32.06 ซึ่งร้อยละผลผลิตที่ได้จากทั้งสองกำลังไฟฟ้ามักใกล้เคียงกัน ดังนั้นกำลังไฟฟ้า 600 วัตต์จึงเหมาะสมที่สุดที่ใช้ในการสกัดซัลฟิดาด้วยวิธีไมโครเวฟเมื่อคำนึงถึงความคุ้มค่าทางด้านพลังงานและเศรษฐกิจ

3. การเปรียบเทียบลักษณะและสมบัติทางกายภาพของซัลฟิดาที่เตรียมได้จากวิธีดั้งเดิมและวิธีไมโครเวฟ พบว่าซัลฟิดาที่เตรียมได้จากวิธีทั้งสองมีลักษณะและสมบัติใกล้เคียงกัน ทั้งในด้านของความสามารถในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRF พบว่าซัลฟิดาที่เตรียมได้จากวิธีดั้งเดิมและวิธีไมโครเวฟมีปริมาณของสารประกอบซัลฟิดอนไดออกไซด์ 91.0% และ 92.6% ตามลำดับ เมื่อทำการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของซัลฟิดาที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีทั้งสอง โดยใช้เทคนิค FT-IR พบสเปกตรัมที่สำคัญ 2 สเปกตรัม โดยสเปกตรัมแรกที่มีเลขคลื่นประมาณ 3500 cm^{-1} เกิดจากการสั่นแบบยืดของพันธะ O-H และสเปกตรัมที่สองที่มีเลขคลื่นประมาณ 1000 cm^{-1} เป็นสเปกตรัมที่เกิดจากการสั่น

ของพันธะ Si-O-Si ในส่วนของการวิเคราะห์ลักษณะทางโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD พบว่า ซิลิกาที่เตรียมได้จากวิธีดั้งเดิมและวิธีไมโครเวฟมีลักษณะโครงสร้างเป็นอสัณฐานเนื่องจากปรากฏพีคฐานกว้างที่ตำแหน่ง 20° ซึ่งเป็นรูปแบบลักษณะโครงสร้างทางธรรมชาติของซิลิกาที่อยู่ในรูปอสัณฐาน และในด้านของการวิเคราะห์ขนาดของอนุภาคด้วยเทคนิค SEM พบว่าซิลิกาที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีดั้งเดิมมีขนาดอนุภาคโดยเฉลี่ยเท่ากับ 5.3 ไมโครเมตรและซิลิกาที่เตรียมได้จากวิธีไมโครเวฟมีขนาดอนุภาคโดยเฉลี่ย 2.6 ไมโครเมตร

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. ควรศึกษาถึงสัดส่วนของกรดไฮโดรคลอริกต่อสารประกอบโซเดียมซิลิเกตที่เหมาะสมในขั้นตอนการปรับ pH ในกระบวนการโซล-เจล เพื่อให้ปฏิกิริยาเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์ ซึ่งจะช่วยลดปริมาณของ Na ที่ปรากฏในซิลิกาได้
2. ควรศึกษาเพิ่มเติมเกี่ยวกับปัจจัยอื่นที่มีผลต่อการสกัดซิลิกา เช่น ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ เพื่อเพิ่มสัดส่วนโมลของเถ้าเกลบต่อโซเดียมไฮดรอกไซด์ ซึ่งอาจส่งผลให้ร้อยละผลผลิตของซิลิกามีปริมาณเพิ่มขึ้นได้
3. ควรศึกษาถึงชนิดของภาชนะที่นำมาใช้เพื่อทำการสกัด ซึ่งอาจส่งผลต่อร้อยละผลผลิตของซิลิกาให้มีปริมาณเพิ่มขึ้น
4. ศึกษาการประยุกต์ใช้ซิลิกาและพัฒนาเพื่อเพิ่มมูลค่าให้มีความมากขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

- [1] Liangming XIONG , ed.al. “Burning Temperature Dependence of Rice Husk Ashes in Structure and Property” .Toyota Technological Institute, 2009
- [2] จิรนนท์ จันทรประเสริฐ, อยู่เลิศ พัทธา จันทรสอน. “การศึกษาการเตรียมตัวดูดซับจากแกลบเพื่อใช้ในการดูดซับกรดไขมันอิสระในน้ำมันปาล์มดิบ”.สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
- [3] เจริญ แดงนาและคณะ.2554. “การผลิตซิลิกาเจลจากเถ้าแกลบด้วยกระบวนการที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม” .ปริญญาณิพนธ์ วิศวกรรมศาสตร์บัณฑิต สาขาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์, สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
- [4] ชารทิพย์ รัชชวะชুমและคณะ.2554. “การสังเคราะห์นาโน-ซีโอไลต์ A จากเถ้าแกลบโดยใช้ไมโครเวฟ”.ปริญญาณิพนธ์ วิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาเคมีทรัพยากรสิ่งแวดล้อม คณะวิทยาศาสตร์, สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
- [5] D.N.Subbukrishna, et.al. “Precipitated Silica from Rice Husk Ash IPSIT Process. European Biomass Conference & Exhibition, Berlin, Germany, 7-11 May 2007.2091-2093
- [6] สุภา กิจงานุกิจ. “การเตรียมและการวิเคราะห์แมกนีเซียมออกไซด์ ($MgAl_2O_4$) เซรามิกโดยผ่านกระบวนการโซล-เจล”. วิทยานิพนธ์บัณฑิตวิทยาลัย สาขาเคมีอินทรีย์ภาควิชาเคมี, มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์
- [7] รุ่งนภา พงศ์สวัสดิ์มานิต. มปป. การใช้ไมโครเวฟในการแปรรูปอาหาร. เอกสารประกอบการสอน. ภาควิชาพัฒนาผลิตภัณฑ์ คณะอุตสาหกรรมเกษตร, มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์
- [8] สายสนม ประดิษฐ์ดวง. 2543. การให้ความร้อนด้วยพลังงานไมโครเวฟและการฉายรังสีอาหาร.หน้า 173 – 195. ใน “วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีการอาหาร”. พิมพ์ครั้งที่ 3. ภาควิชาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีการอาหาร คณะอุตสาหกรรมเกษตร มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์. สำนักพิมพ์มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ กรุงเทพฯ
- [9] กวิน โนคำและคณะ.2553. “การลดมวลโมเลกุลของยางธรรมชาติโดยใช้คลื่นไมโครเวฟ”. ปริญญาณิพนธ์ วิศวกรรมศาสตร์บัณฑิต สาขาวิศวกรรมเคมีและคณะวิศวกรรมศาสตร์, สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแบบลงนิตยสาร และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [10] ศูนย์นาโนเทคโนโลยีแห่งชาติ สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ เลขที่ 130 อาคารศูนย์ประชุมอุทยานวิทยาศาสตร์ประเทศไทย ถนนพหลโยธิน ต.คลองหนึ่ง อําเภอกลองหลวง จ.ปทุมธานี 12120
- [11] รายงานการฝึกงานภาคฤดูร้อนประจำปี 2548 สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง คณะวิทยาศาสตร์
- [12] [Online].Available: www.agkc.ku.ac.th
- [13] [Online].Available: http://www.kmitl.ac.th/sisc/XRF/GettingStartOf_XRFs.htm
- [14] ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ ห้อง 1012 ชั้น 10 อาคารทิวาณสุคนธ์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์
- [15] ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์
- [16] U. Kalapathy , A. Proctor and J. Shultz. “**A simple method for production of pure silica from rice hull ash**”. Bioresource Technology 73 (2000), 257-262
- [17] Dongmin An, Yupeng Guo, Zhu and Zichen Wang. “**A green route to preparation of silica Powder with rice husk ash and waste gas**”. College of Chemistry, Jilin University, 2010
- [18] K. G. Mansaray ,A. E. Ghaly. “**THERMAL DEGRADATION OF RICE HUSKS IN NITROGEN ATMOSPHERE**” . Bioresource Technology 65 (1998) 13-20
- [19] Souza et. all. “**Rice Hull-Derived Silica: Applications in Portland Cement and Mullite Whiskers**”. Materials Research 3 (2000), 25-30
- [20] Nuntaporn Kongkajun, Natruja Saisin and Suparat Kaewngern, “**Synthesis of Cordierite Powder from Rice Husk Ash**”. Department of Physics, Faculty of Science and Technology, Thammasat University

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก

1. การเตรียมสารเคมี

1.1 สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ เข้มข้น 1.0 M ปริมาตร 500 มิลลิลิตร
การคำนวณเพื่อหาน้ำหนักของ NaOH

$$\text{จาก} \quad \frac{g}{Mw} = \frac{CV}{1000}$$

เมื่อ g คือ น้ำหนักของสารในหน่วยกรัม

Mw คือ มวลโมเลกุลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ ($Mw = 40$)

C คือ ความเข้มข้นในหน่วยโมลาร์

V คือ ปริมาตรสารละลายในหน่วยมิลลิลิตร

$$\text{ดังนั้น} \quad \frac{g}{40 \text{ g/mol}} = \frac{(1.0M)(500\text{mL})}{1000}$$

$$g = 20.0$$

ดังนั้นทำการเตรียมโดยชั่งโซเดียมไฮดรอกไซด์จำนวน 20.XXXX กรัม ละลายด้วยน้ำกลั่น
จากนั้นถ่ายใส่ขวดวัดปริมาตรขนาด 500 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีดวัดปริมาตร
เขย่าให้สารละลายผสมเป็นเนื้อเดียวกัน

1.2 สารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1.0 M ปริมาตร 1000 มิลลิลิตร

เมื่อสารละลายกรด HCl มีความเข้มข้น 37% มีมวลโมเลกุล 36.46 g/mol และมีค่าความ
หนาแน่นเท่ากับ 1.19 g/mL.

$$\begin{aligned} \text{ดังนั้นจะต้องใช้เนื้อสาร HCl เท่ากับ} &= \frac{1.19 \times 37 \times 1000}{100 \times 36.46} \frac{g \times g \times mL}{mL \times g} \\ &= 12.07 \text{ g} \end{aligned}$$

ต้องการเตรียมสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1.0 M ปริมาตรเท่ากับ 1000 มิลลิลิตร

$$\begin{aligned} \text{ดังนั้นจะต้องใช้สาร} &= \frac{1.0 \times 1000}{12 \text{ mL.}} \frac{g \times mL}{g} \\ &= 83.33 \text{ mL.} \end{aligned}$$

ดังนั้นทำการเตรียมโดยตวงกรดไฮโดรคลอริกปริมาตร 83.33 มิลลิลิตร ใส่ขวดวัดปริมาตร
เอกลสารขึ้นน้ำ 1000 มิลลิลิตรที่บรรจุน้ำกลั่นไว้เล็กน้อย ทำการปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีดบอ
ไม่ว่ากรปริมาตร เขย่าให้สารละลายผสมเป็นเนื้อเดียวกัน ต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ข

การคำนวณ

1. การคำนวณหาค่าเฉลี่ย (\bar{X})

$$\bar{X} = \sum \frac{X_i}{n}$$

เมื่อ X_i คือ ค่าของแต่ละข้อมูล
 n คือ จำนวนข้อมูลทั้งหมด

2. การคำนวณหาความคลาดเคลื่อน

$$\text{Standard Deviation (SD)} = \sqrt{\frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{n}}$$

3. การคำนวณหาร้อยละผลผลิต (% Yields)

$$\text{ร้อยละผลผลิต} = \frac{\text{ผลผลิตจริง}}{\text{ผลผลิตตามทฤษฎี}} \times 100$$

เมื่อ ผลผลิตจริง คือ ผลลัพธ์ที่ได้จากการทดลองหรือจากการเกิดปฏิกิริยา

ผลผลิตตามทฤษฎี คือ ผลลัพธ์ที่ได้จากการคำนวณตามสมการเคมี เกิดจากปฏิกิริยาที่สมบูรณ์ ผลผลิตร้อยละ จะได้ไม่ถึงร้อยเปอร์เซ็นต์ เนื่องจากการทำการทดลอง จะเกิดปฏิกิริยาข้างเคียง อาจจะทำให้เกิดสารชนิดอื่นๆ ได้ นอกจากนี้ สารตั้งต้นอาจจะมีสารชนิดอื่นปนอยู่ด้วย

4. การคำนวณหาความเข้มข้นของสารละลาย โซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เหมาะสมในการสกัดซิลิกาจากเถ้าแกลบ



การหาจำนวนโมลของสารประกอบซิลิกอนไดออกไซด์

ในเถ้าแกลบจำนวน 100 กรัม มี SiO_2 เท่ากับ 94 กรัม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกสิ่งนี้ไปเผยแพร่โดยไม่ได้รับอนุญาตจากเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ในเถ้าแกลบจำนวน 10 กรัม จะมี SiO_2 เท่ากับ 9.4 กรัม

∴ ในเถ้าแกลบจำนวน 10 กรัม จะมีปริมาณของ SiO_2 อยู่เท่ากับ 9.4 กรัม

จากสูตร
$$n = \frac{g}{Mw}$$

เมื่อ n คือ จำนวนโมล

g คือ ปริมาณสารในหน่วยกรัม

Mw คือ มวลโมเลกุลของ SiO_2 ($Mw = 60$)

ดังนั้น
$$n = \frac{9.4 \text{ g}}{60 \text{ g/mol}}$$

$$n = 0.1567 \text{ mol}$$

การหาความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เหมาะสม

จากสมการข้างต้นจะพบว่า สัดส่วนจำนวน โมลของ SiO_2 ต่อโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เหมาะสมคือ 1:2 ดังนั้นจำนวน โมลของโซเดียมไฮดรอกไซด์จะเท่ากับ 0.3134

จาก
$$n = \frac{CV}{1000}$$

เมื่อ C คือ ความเข้มข้นของสาร (1.0 M)

V คือ ปริมาตรของสารในหน่วยมิลลิลิตร

เนื่องจากในงานวิจัยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาตร 60 มิลลิลิตร

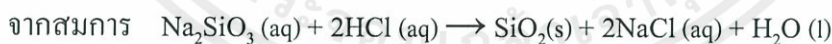
ดังนั้น
$$0.3134 \text{ mol} = \frac{C (60 \text{ mL})}{1000}$$

$$C = \frac{0.3134 \text{ mol} \times 1000}{60 \text{ mL}}$$

$$C = 5.22 \text{ M}$$

∴ ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เหมาะสม ประมาณ 5.0 M

5. การคำนวณสัดส่วน โมลของสารประกอบโซเดียมซิลิเกตต่อกรดไฮโดรคลอริก



การหาจำนวน โมลของสารประกอบโซเดียมซิลิเกต

ในถ้ำเกลือจำนวน 100 กรัม มี SiO_2 เท่ากับ 94 กรัม

ในถ้ำเกลือจำนวน 10 กรัม จะมี SiO_2 เท่ากับ 9.4 กรัม

∴ ในถ้ำเกลือจำนวน 10 กรัม จะมีปริมาณของ Na_2SiO_3 อยู่เท่ากับ 9.4 กรัม

จากสูตร
$$n = \frac{g}{Mw}$$

เมื่อ n คือ จำนวน โมล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้นำเอกสารนี้ไปเผยแพร่หรือแจ้งเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Mw คือ มวลโมเลกุลของ Na_2SiO_3 ($Mw = 122$)

ดังนั้น

$$n = \frac{9.4 \text{ g}}{122 \text{ g/mol}}$$

$$n = 0.0770 \text{ mol.}$$

การหาปริมาตรของของกรดไฮโดรคลอริกที่เหมาะสม

จากสมการข้างต้นจะพบว่า สัดส่วนจำนวนโมลของสารประกอบโซเดียมซัลไฟด์ต่อกรดไฮโดรคลอริกที่เหมาะสมคือ 1:2 ดังนั้นจำนวนโมลของกรดไฮโดรคลอริกจะเท่ากับ 0.154

จาก
$$n = \frac{CV}{1000}$$

เมื่อ C คือ ความเข้มข้นของสาร (1.0 M)

V คือ ปริมาตรของสารในหน่วยมิลลิลิตร

ดังนั้น
$$0.154 = \frac{(1.0M)V}{1000}$$

$$V = 154 \text{ มิลลิลิตร}$$

∴ ปริมาตรของกรดไฮโดรคลอริกที่ใช้ทำปฏิกิริยากับสารประกอบโซเดียมซัลไฟด์เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาอย่างสมบูรณ์คือ 154 มิลลิลิตร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก

ผลการวิเคราะห์สารประกอบภายในเถ้าแกลบที่ไม่ได้ทำการล้างด้วยสารละลาย 1.0 M กรดไฮโดรคลอริก และเถ้าแกลบที่ทำการล้างด้วยสารละลาย 1.0 M กรดไฮโดรคลอริก ก่อนถูกนำมาสกัด

Composition	Mass Fraction% (Unwashed RHA)	Mass Fraction% (Washed RHA)
SiO ₂	91.800	94.250
K ₂ O	3.100	2.665
CaO	1.600	0.528
MgO	0.751	0.550
Al ₂ O ₃	0.531	0.571
Fe ₂ O ₃	0.443	0.348
SO ₃	0.438	0.756
Cl	0.220	0.204
CuO	0.192	0.210
Compton	0.930	0.930
Rayleigh	1.100	1.085
Norm.	100.00%	100.00%

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้