

รายงานวิจัย

เรื่อง

การเตรียมซิลิกอนไดออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์สูงจากแคลบ

ในจังหวัดพิษณุโลก

พิทักษ์ อยุ่มี

พ.ศ. 2547

งานวิจัยนี้ได้รับทุนอุดหนุนจากมหาวิทยาลัยราชภัฏพิบูลสงคราม

กิตติกรรมประกาศ

ผู้ทำการวิจัยขอขอบพระคุณเป็นอย่างสูงต่อ รศ. ดร. สุคนธ์ พานิชพันธ์ ที่ได้ให้คำแนะนำ และข้อเสนอแนะอันเป็นแนวทางแก้ไขข้อบกพร่องต่าง ๆ ยังเป็นผลให้งานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงด้วยดี

ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ประจำศูนย์วิทยาศาสตร์ โปรแกรมวิชาเคมี มหาวิทยาลัยราชภัฏพิบูลสงคราม ที่ให้ความช่วยเหลือในการใช้เครื่อง AAS และโปรแกรมวิชาชีววิทยาให้ความอนุเคราะห์ใช้เครื่อง SEM ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ประจำภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยนเรศวร ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD

สุดท้ายนี้ขอขอบคุณมหาวิทยาลัยราชภัฏพิบูลสงครามที่ให้การสนับสนุนเงินทุนวิจัยส่งผลให้ งานวิจัยลุล่วงไปได้ด้วยดี

พิทักษ์ อยู่มิ

มหาวิทยาลัยราชภัฏพิบูลสงคราม
Pibulsongkram Rajabhat University

งานวิจัยเรื่อง การเตรียมซลิกอนไดออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์สูงจากแคลบ
ในจังหวัดพิษณุโลก
ผู้ทำการวิจัย นายพิทักษ์ อยู่มี่

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ได้เตรียมซลิกอนไดออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์สูงจากแคลบข้าวในจังหวัดพิษณุโลก โดยนำแคลบข้าวมาแช่ด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก ล้างให้แคลบมีสภาพเป็นกลาง อบให้แห้ง แล้วนำไปแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600-1100 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ภายใต้ความดันบรรยากาศ จากนั้นศึกษาการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของแคลบข้าวโดยใช้เทอร์โมแกรวิเมตริกอะนาไลซิส (TGA) และศึกษาโครงสร้างของผงซลิกอนไดออกไซด์ที่เตรียมที่อุณหภูมิต่าง ๆ โดยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรคชัน (XRD) พบว่าเป็นซลิกอนไดออกไซด์อัสฐานและศึกษารูปร่างของผงซลิกอนไดออกไซด์จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) อนุภาคของผงซลิกอนไดออกไซด์จะเกาะกันเป็นก้อนและมีรูปร่างไม่แน่นอน จากการวิเคราะห์ความบริสุทธิ์ของสารโดยเครื่องวัดการดูดกลืนแสงโดยอะตอมพบว่าความบริสุทธิ์ของผงซลิกอนไดออกไซด์จะอยู่ระหว่าง 99.14-99.79 % และมีสิ่งเจือปนคือโพแทสเซียมและแมกนีเซียมอยู่ในผงซลิกอนไดออกไซด์

Research Title Preparation of High Purity Silicon dioxide from Rice Husks in
Phitsanulok

Author Mr. Pitak Yoomee

Abstract

In this research, high purity silicon dioxide, which was obtained from rice husk in Phitsanulok province, was investigated. Rice husk samples were submitted to a chemical treatment using hydrochloric solutions and neutralizing by water and dried at 120 °C. These samples were calcined at 600-1,100 °C for 2 hours and under oxygen atmosphere. The formation mechanism of rice husk was clarified by using a thermogravimetric analysis (TGA). Silicon dioxide in the calcined powder had been investigated as a function of calcination temperature by a X-ray diffraction technique. The obtained product was amorphous phase. The morphology of the calcined powder was determined by scanning electron microscopy (SEM). The result showed that particle was agglomerated and basically irregular in shape. The purity of silicon dioxide powder was analysed by atomic absorption spectrophotometry. From the result, it was shown that the purity of this silicon dioxide powder was 99.14-99.79 % and the major impurity which was found in silicon dioxide powder was potassium and magnesium.

สารบัญ

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	ข
บทคัดย่อภาษาไทย	ค
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ง
รายการอักษรย่อ	จ
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 บทนำ	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	1
1.3 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	1
1.4 ขอบเขตของงานวิจัย	2
1.5 สถานที่ทำการวิจัย	2
บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	3
2.1 ซิลิกอนไดออกไซด์ในแคลบข้าว	3
2.2 ซิลิกา	5
2.2.1 ซิลิกาผลึก	5
2.2.2 ซิลิกาอสัณฐาน	6
2.3 เคมีของสารละลายซิลิกา	8
2.4 เครื่องมือวัดการดูดกลืนแสงโดยอะตอม	10
2.4.1 อุปกรณ์หลักในเครื่องมือวัดการดูดกลืนแสงโดยอะตอม	12
2.4.2 การทำปริมาณวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการดูดกลืนแสงโดยอะตอม	16
2.5 เอกซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์	19
2.6 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	20
2.7 การวิเคราะห์ทางความร้อน	21
2.8 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	22

	หน้า
บทที่ 3 อุปกรณ์และวิธีการทดลอง	25
3.1 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง	25
3.2 สารเคมี	25
3.3 การเตรียมตัวอย่างเกลบสำหรับการตรวจวิเคราะห์	25
3.4 วิธีการเตรียมตัวอย่างเพื่อตรวจหาคุณลักษณะของผงซิลิกอน ไดออกไซด์	26
3.4.1 วิธีการวิเคราะห์สารตัวอย่าง โดย XRD	26
3.4.2 วิธีการวิเคราะห์สารตัวอย่าง โดย SEM	26
3.4.3 วิธีวิเคราะห์สารตัวอย่างโดยการสลายตัวทางความร้อน	27
3.5 การเตรียมสารละลายเพื่อทำการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค AAS	27
3.5.1 สารละลายมาตรฐานของแมกนีเซียม	27
3.5.2 สารละลายมาตรฐานของโพแทสเซียม	27
3.5.3 การเตรียมสารละลายตัวอย่างจากผงซิลิกอน ไดออกไซด์ สำหรับการตรวจวิเคราะห์	28
บทที่ 4 ผลการทดลอง	29
4.1 ผลหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมซิลิกอน ไดออกไซด์	29
4.2 ผลการวิเคราะห์เกลบโดยการสลายตัวทางความร้อน	30
4.3 ผลการตรวจหาโครงสร้างของผงซิลิกอน ไดออกไซด์ด้วยเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน	31
4.4 ผลการวิเคราะห์โดย SEM เพื่อหารูปร่างลักษณะของผงซิลิกอน ไดออกไซด์	35
4.5 ผลการหาสารเจือปนในซิลิกอน ไดออกไซด์ด้วยเทคนิค AAS	38
บทที่ 5 สรุปและอภิปรายผลการทดลอง	41
5.1 อภิปรายผลการทดลอง	41
5.2 สรุปผลการทดลอง	42
5.3 ข้อเสนอแนะ	43
 เอกสารอ้างอิง	 44
ประวัติผู้วิจัย	46

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
4.1 ผลึกที่ได้จากการเผาผลาญที่อุณหภูมิต่าง ๆ	29
4.2 เปรียบเทียบเวลาที่ใช้ในการเผาผลาญที่ 800°C ความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริก 2M	30
4.3 ค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานแมกนีเซียมโดยวิธี AAS ที่ความยาวคลื่น 285.2 nm	38
4.4 ค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมโดยวิธี AAS ที่ความยาวคลื่น 766.5 nm	39
4.5 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณสารเจือปนในสารตัวอย่างซัลฟอนาไมด์โดยวิธี AAS	40
5.1 ความบริสุทธิ์ของผงซัลฟอนาไมด์ที่เตรียมได้กับอนุกรม	42

มหาวิทยาลัยราชภัฏพิบูลสงคราม
Pibulsongkram Rajabhat University

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 แสดงส่วนต่าง ๆ ของเมล็ดข้าว	4
2.2 การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของผลึกซิลิกาที่อุณหภูมิต่าง ๆ ภายใต้ความดันปกติ	6
2.3 XRD pattern ของคริสโตบาไลต์ซิลิกาเจลและซิลิกาอสัณฐาน	7
2.4 กราฟมาตรฐานของการดูดกลืนแสง	11
2.5 แผนภาพองค์ประกอบของเครื่อง AAS	12
2.6 ลักษณะของหลอดหลอดโลว์แคโทด	13
2.7 ระบบเฟสสาร	14
2.8 กระบวนการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้นในเปลวไฟ	15
2.9 ส่วนประกอบของ X-ray diffractometer	19
2.10 ส่วนประกอบของเครื่อง Scanning Electron Microscope	21
4.1 TGA เทอร์โมแกรมของแคลบตัวอย่าง	31
4.2 XRD pattern ของแคลบที่เผาที่อุณหภูมิ 700 °C นาน 2 ชั่วโมง	32
4.3 XRD pattern ของแคลบที่เผาที่อุณหภูมิ 800 °C นาน 2 ชั่วโมง	33
4.4 XRD pattern ของแคลบที่เผาที่อุณหภูมิ 900 °C นาน 2 ชั่วโมง	33
4.5 XRD pattern ของแคลบที่เผาที่อุณหภูมิ 1000 °C นาน 2 ชั่วโมง	34
4.6 XRD pattern ของแคลบที่เผาที่อุณหภูมิ 1100 °C นาน 2 ชั่วโมง	34
4.7 รูปร่างลักษณะของผงซิลิกอนไดออกไซด์ที่เผาที่ 700 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	35
4.8 รูปร่างลักษณะของผงซิลิกอนไดออกไซด์ที่เผาที่ 800 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	36
4.9 รูปร่างลักษณะของผงซิลิกอนไดออกไซด์ที่เผาที่ 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	36
4.10 รูปร่างลักษณะของผงซิลิกอนไดออกไซด์ที่เผาที่ 1000 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	37
4.11 รูปร่างลักษณะของผงซิลิกอนไดออกไซด์ที่เผาที่ 1100 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	37
4.12 กราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานแมกนีเซียม	38
4.13 กราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม	39

รายการอักษรย่อ

AAS	=	Atomic Absorption Spectrophotometer
TGA	=	Thermogravimetric analysis
SEM	=	Scanning Electron Microscope
XRD	=	X – Ray Diffractometer
ppm	=	ส่วนในล้านส่วน
°C	=	องศาเซลเซียส
M	=	โมล/ลิตร
g	=	กรัม
mL	=	มิลลิลิตร
Zn	=	สังกะสี
K	=	โพแทสเซียม
Mg	=	แมกนีเซียม
Fe	=	เหล็ก
Mn	=	แมงกานีส

มหาวิทยาลัยราชภัฏพระนครศรีอยุธยา
Pibulsongkram Rajabhat University

บทที่ 1

บทนำ

1.1 บทนำ

ตั้งแต่อดีตจนถึงปัจจุบันประเทศไทยเป็นแหล่งผลิตข้าวที่สำคัญของโลก ประชากรส่วนใหญ่ของประเทศมีอาชีพเกษตรกรรมและพบว่าในปีหนึ่ง ๆ ประเทศไทยมีผลผลิตข้าวมากกว่า 20 ล้านตัน จากกระบวนการสีข้าว (rice mill) นั้นจะได้แกลบแเก็บผลพลอยได้ในปริมาณค่อนข้างสูง จึงมีการนำแกลบซึ่งเป็นผลพลอยได้จากการสีข้าวนี้ไปใช้ประโยชน์ เช่น ใช้ในการปรับปรุงคุณภาพดิน เป็นแหล่งธาตุอาหารของพืช เป็นส่วนผสมในการทำอิฐก่อสร้าง ใช้ในฟาร์มเลี้ยงไก่ ใช้เป็นเชื้อเพลิงหุงต้มในครัวเรือนและใช้เป็นเชื้อเพลิงหม้อไอน้ำในโรงงานสีข้าว จากการนำแกลบมาใช้ประโยชน์ในกิจกรรมดังกล่าวข้างต้น ก็ยังพบว่าแกลบอีกจำนวนมากที่ไม่ได้ถูกนำมาใช้ประโยชน์จนบางครั้งก็อาจปล่อยทิ้งให้ย่อยสลายไปในบางแห่งเสียมากเพราะจากการวิจัยพบว่า แกลบมีองค์ประกอบทางเคมีที่สำคัญและมีประโยชน์ได้แก่ ซิลิกา (silica) หรือเรียกอีกชื่อหนึ่งว่า ซิลิกอนไดออกไซด์ (silicon dioxide) และอะลูมินา (alumina) อยู่ในปริมาณสูง

ผู้ทำวิจัยจึงสนใจที่จะทำการศึกษาค้นคว้าข้อมูลการนำวัสดุทางการเกษตรเหลือทิ้งเพื่อนำมาใช้ประโยชน์คือ นำแกลบมาผลิตเป็นซิลิกอนไดออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์สูงเพื่อนำมาใช้ประโยชน์เป็นตัวกรอง สารดูดซับและบางครั้งยังใช้เป็นสารตั้งต้นในการผลิตกระดาษทราย แผ่นใยแก้วและในอุตสาหกรรมอีกมากมาย

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. เพื่อศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมซิลิกอนไดออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์สูง
2. ศึกษาสมบัติทางกายภาพ เคมี ของผงซิลิกอนไดออกไซด์ที่เตรียมได้

1.3 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. ได้สภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมซิลิกอนไดออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์สูง
2. ได้ผงของซิลิกาที่มีความบริสุทธิ์เพื่อนำมาใช้ประโยชน์เป็นสารตั้งต้นในอุตสาหกรรม

1.4 ขอบเขตของงานวิจัย

1. ค้นคว้าเอกสารที่เกี่ยวข้องและศึกษาข้อมูลเพิ่มเติมจากที่มีอยู่
2. เก็บตัวอย่างแถบที่จะนำมาวิจัย โดยจะนำแถบจากโรงสีข้าวในจังหวัดพิษณุโลก
3. ศึกษาวิธีการเตรียมซิลิกอนไดออกไซด์ให้มีความบริสุทธิ์สูงจากแถบด้วยวิธีการทางเคมี และการแคลไซน์ที่อุณหภูมิและเวลาที่ต่างกันรวมถึงอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ
4. นำซิลิกอนไดออกไซด์ที่ได้มาตรวจสอบคุณสมบัติทางกายภาพและความบริสุทธิ์โดย
 - 4.1 เครื่อง XRD (X-ray diffractometer)
 - 4.2 เครื่อง SEM (Scanning Electron Microscope)
 - 4.3 เครื่อง AAS (Atomic Absorption Spectrophotometer)
 - 4.4 ศึกษาการสลายตัวทางความร้อน
5. วิจัยและสรุปผลการทดลอง

กิจกรรม	พ.ศ.2546		พ.ศ.2547	
	ก.ศ.-ก.ย.	ต.ค.-ธ.ค.	ม.ค.-มิ.ค.	เม.ย.-มิ.ย.
1.ค้นคว้าข้อมูลสำรวจเครื่องมือและอุปกรณ์	←→			
2.ทำการเก็บตัวอย่าง		←→		
3.ทำการทดลอง		←→	←→	
4.วิเคราะห์ผลการทดลอง			←→	
5.สรุปผลการทดลองและวิจัยผล			←→	←→
6.เขียนรูปเล่มรายงาน				←→

1.5 สถานที่ทำการวิจัย

โปรแกรมวิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยราชภัฏพิบูลสงคราม
 คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
 คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร

บทที่ 2

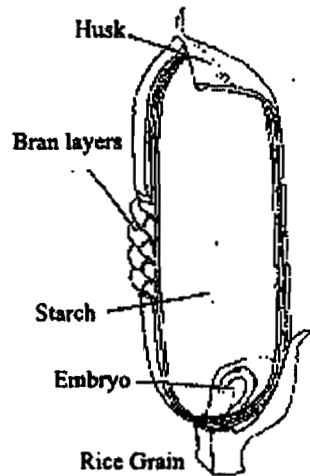
เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

แกลบข้าวเป็นวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตรในประเทศที่ปลูกข้าวเป็นผลผลิตหลัก โดยธรรมชาติของเมล็ดข้าวจะสร้างเกาะป้องกันระหว่างการเจริญเติบโตเป็นเปลือกแข็ง หลังจากการสีข้าวจะได้ส่วนที่เป็นเปลือกแข็งที่เรียกว่าแกลบ ซึ่งไม่เป็นที่สนใจทางการค้า จากรายงานประจำปีพบว่าผลผลิตข้าวทั่วโลกกว่า 400 ล้านตันและเหลือเป็นแกลบประมาณ 10 % ของผลผลิตข้าวทั้งหมด องค์ประกอบหลักในแกลบข้าวเป็นเซลลูโลส (cellulose) ลิกนิน (lignin) ซึ่งปริมาณจะมากหรือน้อยขึ้นอยู่กับสภาพอากาศและภูมิประเทศและถ้าข้าวที่ได้จากการเผาไหม้แกลบข้าวจะมีองค์ประกอบของซิลิกา 87-95 % ในรูปอสัณฐานและโลหะที่เจือปน [1]

2.1 ซิลิกอนไดออกไซด์ในแกลบข้าว [2]

ในแกลบข้าวหรือเปลือกข้าว (rice husk or rice hull) จะมีปริมาณของซิลิกา (silica) หรือซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO_2) เป็นองค์ประกอบอยู่ประมาณ 15-20 % ของน้ำหนักแกลบ เมื่อนำไปเผาจะได้เถ้าซึ่งมีซิลิกอนไดออกไซด์อยู่ในปริมาณสูงมากกว่า 87-95 % ของน้ำหนักเถ้า นอกจากนี้แกลบข้าวยังประกอบไปด้วยสารอินทรีย์และสารประกอบของ โลหะจำพวกแคลเซียม (Ca), แมกนีเซียม (Mg), เหล็ก (Fe), อะลูมิเนียม (Al), ทองแดง (Cu), โซเดียม (Na) และอื่น ๆ อีกในปริมาณเล็กน้อยปริมาณของสารหรือธาตุที่เป็นองค์ประกอบของแกลบข้าวจะขึ้นอยู่กับสภาพของพื้นดินและลักษณะการเพาะปลูกที่แตกต่างกันไป จากการวิเคราะห์ทางเคมีของแกลบข้าว พบว่ามี SiO_2 22.12 % และคาร์บอนน้ำหนักรวมกันเป็น 73.87 % และอะลูมิเนียมออกไซด์ (Al_2O_3), เหล็กออกไซด์ (Fe_2O_3), แคลเซียมออกไซด์ (CaO), แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) และแมงกานีสออกไซด์ (MnO_2) รวมกันประมาณ 4.01 % โดยน้ำหนัก ดังนั้นการลดปริมาณของสิ่งเจือปนในแกลบข้าวเช่น โลหะต่าง ๆ ที่กล่าวถึงสามารถกระทำได้หลายวิธี เช่น การล้างหรือแช่แกลบข้าวด้วยกรดที่ความเข้มข้นและอุณหภูมิต่าง ๆ กัน [2-3]

จากรูปที่ 2.1 แสดงภาคตัดขวางของเมล็ดข้าวซึ่งประกอบด้วยส่วนต่าง ๆ คือ ชั้นนอกสุดเรียกว่า เปลือก (husk) ซึ่งเป็นส่วนที่แข็งมากเพราะมีซิลิกอนไดออกไซด์ประกอบอยู่ ส่วนถัดมาจะเป็นเนื้อเยื่อที่เรียกว่า รำข้าว (bran layers) ส่วนลึกลงไปจะเป็นเนื้อแป้ง (starch) และชั้นในสุดจะเป็นตัวอ่อน (embryo)



รูปที่ 2.1 ส่วนต่าง ๆ ของเมล็ดข้าว[2]

ดังที่กล่าวแล้วว่าในแกลบข้าวจะประกอบด้วยซิลิกอนไดออกไซด์มากกว่า 87-95 % ของน้ำหนักแกลบซึ่งซิลิกอนไดออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์สูงจะใช้ประโยชน์เป็นสารตั้งต้นในเซลล์สุริยะที่เรียกว่าเป็นซิลิกอนสำหรับเซลล์สุริยะ (solar grade silicon) เป็นวัสดุสารกึ่งตัวนำในการผลิตเซลล์สุริยะ การเตรียมซิลิกอนไดออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์นั้นสามารถสกัดได้จากแหล่งธรรมชาติ เช่น หินควอตซ์ (quartz rock) หรือทราย แต่ราคาของผลิตภัณฑ์ค่อนข้างสูง เราสามารถเตรียมซิลิกอนไดออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์สูงด้วยขบวนการง่าย ๆ ได้จากแกลบข้าว ซิลิกอนไดออกไซด์นอกจากใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมซิลิกอนสำหรับเซลล์สุริยะแล้วยังนำไปใช้เป็นวัตถุดิบในการผลิตสารประกอบอื่น ๆ อีกมากมาย เช่น วัสดุจำพวกซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) ซิลิกอนไนไตรด์ (Si₃N₄) ซึ่งเป็นวัสดุที่มีความแข็งแรงทนทานสูงหรือ โซเดียมซิลิเกต (Na₂O-SiO₂) ซึ่งใช้กันมากในผงซักฟอก คุณสมบัติความเป็นรูพรุน (porous) ของซิลิกอนไดออกไซด์จากแกลบข้าวนั้นยังใช้ในการเป็นสารดูดซับ นอกจากนี้ซิลิกอนไดออกไซด์ที่ได้จากแกลบข้าวจะมีขนาดเล็กมากประมาณ 3-4 ไมครอน ซึ่งสามารถนำไปใช้งานทางด้านวัสดุนาโน (nano-material) ที่กำลังอยู่ในความสนใจของนักวิทยาศาสตร์ทุกแขนงและเป็นความก้าวหน้าในวงการวิทยาศาสตร์อีกขั้นหนึ่ง

2.2 ซิลิกา[3-4]

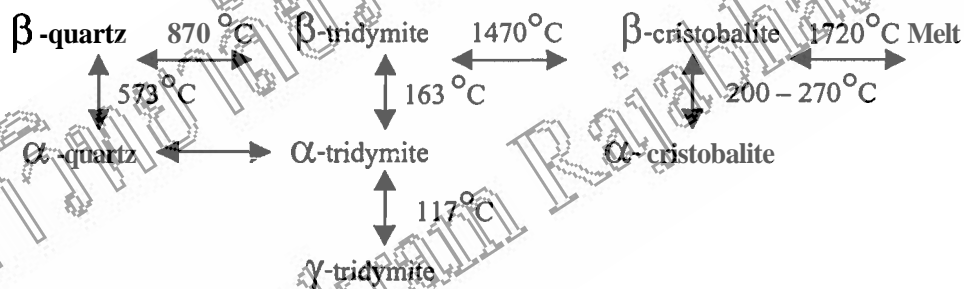
ซิลิกา (silica) หรือ ซิลิกอนไดออกไซด์ (silicon dioxide, SiO_2) เป็นสารประกอบของซิลิกอนและออกซิเจนซึ่งมีสูตรอย่างง่าย คือ SiO_2 หรือในรูปของไฮเดรต คือ $\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ซิลิกามีลักษณะเป็นของแข็งที่ไม่มีสี มีจุดหลอมเหลวสูงประมาณ $1500-1700^\circ\text{C}$ มีทั้งเกิดขึ้นเองตามธรรมชาติและจากการสังเคราะห์ นอกจากนี้ซิลิกายังสามารถปรากฏอยู่ใน 2 รูปแบบ แบบแรกเป็นผลึกที่มีขนาดแตกต่างกันไปตั้งแต่หินควอร์ตซ์ ไปจนถึงขนาดเล็ก ๆ เช่น ทราช ส่วนอีกแบบหนึ่งคือซิลิกาที่เกิดจากสิ่งมีชีวิต (biogenic silica) ซึ่งเป็นซิลิกาอสัณฐาน เช่น ซิลิกาที่อยู่ในพวกสาหร่ายเปลือกแข็งหรือไดอะตอม (diatom) ที่มีอวัยวะต่าง ๆ ที่มีขนาดเล็กประกอบไปด้วยซิลิกาซึ่งมีความพรุนสูง สามารถนำไปใช้ในการทำระเบิด (dynamite) และฉนวนกันความร้อน นอกจากนี้ยังพบว่าซิลิกาปริมาณสูงในโครงสร้างของพืชตระกูลข้าว แม้ว่าซิลิกาผลึกและซิลิกาอสัณฐานจะมีสูตรเคมีเหมือนกันแต่ก็มีคุณสมบัติหลายประการที่แตกต่างกัน เช่น ความหนาแน่น ความแข็ง และความว่องไวต่อปฏิกิริยาเคมี ความแตกต่างดังกล่าวมีสาเหตุเนื่องจากซิลิกาทั้งสองรูปแบบมีลักษณะโครงสร้างและพื้นที่ผิวจำเพาะที่แตกต่างกัน กล่าวคือซิลิกาอสัณฐานที่เกิดจากสิ่งมีชีวิตมีขนาดอนุภาคเล็กกว่าในรูปผลึกมากและมีพื้นที่ผิวจำเพาะมากกว่า

ซิลิกาสามารถที่จะหลอมละลายในเปลวไฟออกซิไฮโดรเจน (oxy-hydrogen) อุณหภูมิของการหลอมละลายประมาณ $1500-1700^\circ\text{C}$ เมื่อทำให้เย็นลงจะมีลักษณะแข็งใสคล้ายแก้ว ซึ่งจะไม่มิลักษณะของผลึกปรากฏอยู่เลย ขั้นตอนการหลอมซิลิกามีความยุ่งยากพอสมควร การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิทันทีที่มันใดจะทำให้เกิดรอยร้าวขึ้นภายในแก้ว สมบัติอีกประการหนึ่งของซิลิกาคือมีสัมประสิทธิ์การขยายตัวน้อยมาก ซิลิกาจะไม่ละลายในน้ำหรือกรดยกเว้นกรดไฮโดรคลอริก ซิลิกาที่หลอมเหลวจะนำมาใช้ประโยชน์สำหรับการส่งผ่านแสงอุตราไวโอเล็ต นอกจากนี้ซิลิกายังใช้เป็นสารเติม (additive material) เพื่อเพิ่มหรือปรับเปลี่ยนสมบัติให้ได้ตามต้องการและช่วยลดต้นทุนการผลิต นิยมใช้ทั่วไปในอุตสาหกรรมยาง อุตสาหกรรมพลาสติก อุตสาหกรรมเคมี อุตสาหกรรมยา

2.2.1 ซิลิกาผลึก

รูปผลึกของซิลิกายึดความดันปกติแบ่งออกได้เป็น 3 รูปแบบ ได้แก่ ควอร์ตซ์ (quartz) ทริไคไมต์ (tridymite) และคริสโตบาไลต์ (cristobalite) ทั้งสามรูปผลึกสามารถเปลี่ยนไปมาระหว่างกันได้โดยการใช้ความร้อนกระตุ้น ดังแสดงในรูปที่ 2.2 จะเห็นว่าการเปลี่ยนแปลงที่แสดงโดยลูก

ครตามแนวนอนจะเป็นการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้นอย่างช้า ๆ มีการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างใหม่เกิดขึ้นระหว่างที่พันธะเดิมจะถูกทำลายไป การเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์จะอยู่ในรูปของ $[\text{SiO}_2]^{4+}$ รูปทรงเหลี่ยมสี่หน้า ซึ่งเป็นการเปลี่ยนแปลงที่ต้องใช้พลังงานกระตุ้นที่มีค่าสูง ส่วนการเปลี่ยนแปลงตามลูกศรในแนวดิ่งเป็นการเข้าแทนที่กันของการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างรองลงมาจะ ไม่มีการทำลายพันธะเดิม ดังนั้นจำนวนพันธะจึงไม่เปลี่ยนแปลงเป็นการเปลี่ยนแปลงที่มีอัตราเร็วสูงกว่าแบบแรก ที่อุณหภูมิ 573°C β -ควออตซ์จะเปลี่ยนเป็น α -ควออตซ์อย่างรวดเร็ว ที่อุณหภูมิ 1470°C ควออตซ์ที่มีความบริสุทธิ์สูง (มีสิ่งเจือปนน้อยกว่า 0.01เปอร์เซ็นต์) สามารถที่จะเปลี่ยนมาเป็นคริสโตบาไลต์ได้และถ้าควออตซ์มีสิ่งเจือปนมากที่อุณหภูมิประมาณ 870°C β -ควออตซ์ จะสามารถเปลี่ยนเป็น β -ทริไดไมต์ (β -tridymite) และจะเปลี่ยนแปลงต่อไปเป็น β -คริสโตบาไลต์ (β -cristobalite) ที่อุณหภูมิ 1470°C และที่อุณหภูมิประมาณ 1720°C ก็จะเกิดการหลอมเหลวขึ้น ในระหว่างการทำให้เย็นลงลำดับการเปลี่ยนแปลงจะแตกต่างกัน ทริไดไมต์และคริสโตบาไลต์จะไม่เปลี่ยนมาเป็นควออตซ์ตามเงื่อนไขปกติ อย่างไรก็ตามจะมีการเปลี่ยนแปลงอย่างรวดเร็วมากเป็น α -ทริไดไมต์และ α -คริสโตบาไลต์ตามลำดับ

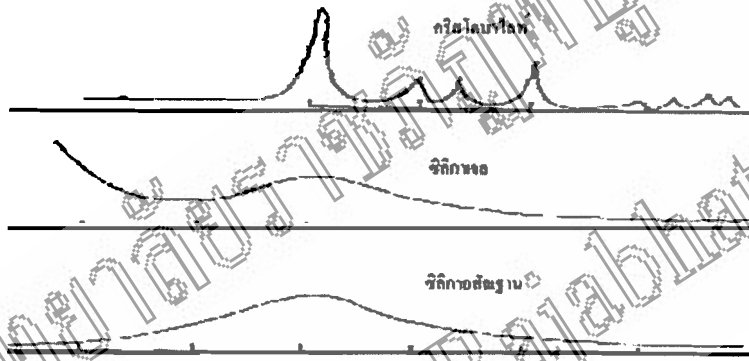


รูปที่ 2.2 การเปลี่ยนแปลง โครงสร้างของผลึกซิลิกาที่อุณหภูมิต่าง ๆ ภายใต้ความดันปกติ [3]

2.2.2 ซิลิกาอสัณฐาน

ของแข็งที่มีรูปอสัณฐานหมายถึงของแข็งที่ไม่สามารถจัดเรียงอะตอมภายในโครงสร้างให้เป็นระเบียบอย่างต่อเนื่อง การศึกษาเกี่ยวกับโครงสร้างของผลึกต่าง ๆ ส่วนใหญ่ได้มาจากการใช้การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction) หรือการเลี้ยวเบนของนิวตรอน (neutron diffraction) และในขณะเดียวกันก็สามารถใช้ศึกษาวัสดุที่ปราศจากรูปผลึกได้เช่นเดียวกัน เมื่อรังสีเอกซ์มีความยาวคลื่นเท่ากับระยะห่างระหว่างอะตอมในผลึกที่มีการจัดเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบ จะทำให้

เกิดการหักเหที่เด่นชัดในมุมที่ต่าง ๆ กัน ขึ้นอยู่กับชนิดของผลึกนั้น รูปที่ 2.3 เป็นรูปแบบของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของคริสโตบาลิต ซิลิกาเจล (silica gel) และซิลิกาอสัณฐาน ซิลิกาเจลผลิตโดยการทำให้ซิลิกาตกตะกอนจากสารละลายอัลคาไลน์ซิลิเกต ซิลิกาอสัณฐานได้จากการแข็งตัวของซิลิกาเหลว รูปแบบของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเนื้อสารทั้งสองนี้แตกต่างจากคริสโตบาลิตคือในซิลิกาเจลมีการกระจายของรังสีในขนาดมุมเล็ก ๆ เป็นจำนวนมาก อันเป็นมาจากการเกิดอนุภาคขนาดเล็กระหว่าง 10-100 อังสตรอม ซึ่งอนุภาคแบบนี้ไม่เกิดขึ้นในซิลิกาอสัณฐานแสดงว่า ซิลิกาอสัณฐานมีโครงสร้างแบบต่อเนื่อง นอกจากนี้ทั้งซิลิกาเจลและซิลิกาอสัณฐานจะเกิดการหักเหแบบกว้าง ๆ ในช่วงเดียวกันกับมุมสำคัญที่เกิดขึ้นจากการหักเหในคริสโตบาลิต แสดงให้เห็นว่าโครงสร้างทั้งสามชนิดมีความสัมพันธ์กัน



รูปที่ 2.3 XRD pattern ของคริสโตบาลิต ซิลิกาเจลและซิลิกาอสัณฐาน[3]

ซิลิกาอสัณฐานสามารถแบ่งออกได้อย่างกว้าง ๆ ได้ 3 ประเภท ได้แก่

1. วิเทรียสซิลิกา (vitreous silica) หรือเรียกอีกชื่อหนึ่งว่า ซิลิกาแก้ว (silica glass) มีลักษณะแข็ง ไม่มีรูพรุนเกิดขึ้นจากการแข็งตัวจากการหลอมเหลวของผลึกซิลิกาหรือการหลอมผงซิลิกาอสัณฐานและค่าการขยายตัวทางความร้อนต่ำมากอยู่ในช่วง $0.5-0.8 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$
2. ซิลิกาเจล (silica gel) มีลักษณะแข็งมีรูพรุนสูงมีโครงสร้างรูพรุนแบบปิดและมีพื้นที่ผิวจำเพาะสูง แบ่งออกเป็น 4 ชนิด คือ

ก. อะควาเจล (aquagel) เกิดจากสารละลาย

ข. อัลโคเจล (alcogel) เกิดจากสารประกอบ อัลคอกซี-ไซเลน

ค. ซีโรเจล (xerogel) มีลักษณะแห้ง โครงสร้างเดิมจะเปลี่ยนไปขึ้นอยู่กับกระบวนการทำให้แห้ง

ง. แอโรเจล (aerogel) มีลักษณะแห้ง เกิดจากกระบวนการทำให้แห้งที่เหนือจุดวิกฤตเพื่อป้องกันการสูญเสียรูปร่างของเจลเนื่องจากการเปลี่ยนแปลงเฟส

3. ซิลิกาผง (powder silica) มีการฟุ้งกระจายของอนุภาคสูง โครงสร้างมีขนาดเล็กมากหรือไม่มีโครงสร้าง และมีพื้นที่ผิวจำเพาะสูง

2.3 เคมีของสารละลายซิลิกา

สมบัติทางเคมีที่สำคัญของซิลิกาคือปฏิกิริยาระหว่างซิลิกากับน้ำซึ่งเป็นกระบวนการทำให้เกิดการตกตะกอนเป็นซิลิกาในแกลบและพืชชนิดต่าง ๆ กระบวนการเกิดต่าง ๆ มี 4 ขั้นตอน ได้แก่ การละลาย (solubility) การตกตะกอน (precipitation) การรวมตัว (agglomerate) และการเกิดพอลิเมอร์ (polymerization) ซึ่งการละลายของซิลิกาสามารถแสดงได้ดังสมการที่ (2.1)



เมื่อ

$[\text{SiO}_2]$ คือซิลิกอนในสภาวะที่เป็นของเหลว เช่น H_3SiO_3

a คือจำนวนโมลของน้ำ

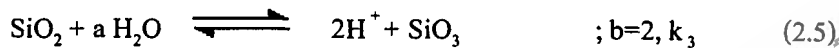
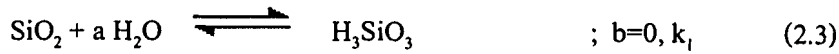
b คือจำนวนโมลของไฮโดรเจนกับความเป็นกรดค้างของสารละลาย

k คือค่าคงที่การละลายสำหรับการละลายของซิลิกา ค่าคงที่ของการละลายหาได้

จากสมการที่ (2.2)

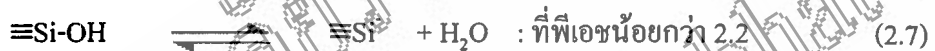
$$\begin{aligned} -RT \ln k &= \Delta G_{\text{diss}} \\ &= \Delta G_{[\text{Si}_{\text{aq}}]} - \Delta G_{[\text{SiO}_2]} - \Delta G_{[\text{H}_2\text{O}]} \quad (2.2) \end{aligned}$$

เมื่อ ΔG คือค่าพลังงานอิสระ ค่าพลังงานอิสระของซิลิกาออสฐานมีค่าลบเพียงเล็กน้อย และมีค่าน้อยกว่าผลึก ส่วนค่าพลังงานอิสระของการละลายหรือ ΔG_{diss} มีค่าเป็นลบ ดังนั้นแนวโน้มของการละลายของซิลิกาจึงเป็นไปได้สูงปฏิกิริยาของการละลายของซิลิกาเกิดขึ้นได้ 3 แบบคือ

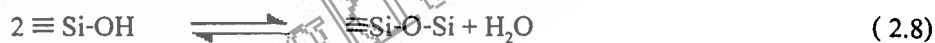


จากการคำนวณทางเทอร์โมไดนามิกสามารถแสดงสภาพการละลายของซิลิกาออสฐานที่มีพื้นที่ผิว 250 ตารางเมตรต่อกรัม (m^2/g) และผลึกควอร์ตซ์ชนิดอนุกรมิตาในน้ำที่พีเอชต่าง ๆ จะเห็นว่าซิลิกาในแกลบและพีชต่าง ๆ เป็นผลึกควอร์ตซ์ชนิดอนุกรมิตาซึ่งมีสภาพการละลายได้ต่ำ

ปฏิกิริยาการรวมตัวกัน 2 แบบ ดังสมการที่ (2.6) และ (2.7) ซึ่งได้แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าพีเอชและประจุที่ผิวของซิลิกา



ส่วนการเกิดพอลิเมอร์ของซิลิกาจะไม่ขึ้นกับค่าพีเอช ดังปฏิกิริยาในสมการที่ (2.8) แต่จะขึ้นกับการแข่งขันกันระหว่าง OH^- และ H^+ การเกิดพอลิเมอร์และการรวมตัวของออสฐานซิลิกาที่พีเอชต่าง ๆ



ความแตกต่างระหว่างเกิดพอลิเมอร์กับการรวมตัวก็คือการรวมตัวเป็นแค่การเกาะรวมกันด้วยแรงแวนเดอร์วาลส์ (van der Waals forces) ของชั้นผิวของ $\equiv\text{Si-OH}$ และน้ำที่ถูกดูดซับทางเคมี แต่การเกิดพอลิเมอร์เป็นการสร้างพันธะใหม่ของสายโซ่ $\equiv\text{Si-O-Si}$ ที่สภาวะพีเอชต่ำสภาพการละลายของซิลิกาจะต่ำ ทำให้เกิดการรีไฟนิง (refining) ของอนุภาคขนาดต่ำกว่า 1 ไมครอน (μm) เท่านั้น ดังนั้นการเกิดพอลิเมอร์จึงเกิดได้มากกว่าส่วนที่พีเอชปานกลางแต่ต่ำกว่า 10 อนุภาคซิลิกาที่มีขนาดเล็กจะรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อนของอนุภาคที่มีขนาดใหญ่ขึ้นและที่พีเอชมากกว่า 10 สภาพการละลายสูงพอที่จะเกิดการรีไฟนิงและเกิดเป็นคอลลอยด์ทรงกลมขนาดใหญ่

2.4 เครื่องมือวัดการดูดกลืนแสงโดยอะตอม (Atomic Absorption Spectrophotometer, AAS)

[5-6]

การดูดกลืนแสงโดยอะตอมเป็นเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์ธาตุในรูปที่เป็นอะตอมอิสระ โดยใช้คลื่นแสงอุลตราไวโอเล็ตและวิสิเบิล นอกจากนี้ยังมีเทคนิคอื่นที่เกี่ยวข้องในหลักการของ AAS ได้แก่ เทคนิคการวัดการเปล่งแสงด้วยเปลวไฟ (flame photometry) เทคนิคการวัดแสงที่เปล่งออกมาโดยอะตอม (atomic emission spectrophotometry) และ เทคนิคการอะตอมมิคฟลูออเรสเซนซ์ (atomic fluorescence spectrophotometry) เพราะเทคนิคการดูดกลืนแสงโดยอะตอมเป็นเทคนิคที่สะดวกและรวดเร็วกว่า มีความถูกต้องและแม่นยำสูงด้วย วิธีการดูดกลืนแสงโดยอะตอมเป็นเทคนิคที่นิยมใช้มาตั้งแต่ปี ค.ศ. 1960 โดยใช้ในการวิเคราะห์โลหะหนัก ในปัจจุบันนี้สามารถใช้หาปริมาณธาตุต่าง ๆ มากกว่า 70 ธาตุ

เทคนิคนี้อาศัยหลักการวัดความเข้มแสงที่ลดลง เนื่องจากถูกดูดกลืนโดยอะตอมของโลหะที่สถานะพื้น (ground state) จะมีพลังงานต่ำสุด แต่เมื่ออะตอมเหล่านั้นได้รับพลังงานที่เหมาะสม ก็จะทำให้เวเลนซ์อิเล็กตรอนของอะตอม ถูกกระตุ้นให้ขึ้นไปสู่สถานะกระตุ้น (excited state) แต่เนื่องจากสถานะนี้ไม่เสถียรอิเล็กตรอนก็จะกลับสู่สถานะพื้น พร้อมทั้งคายพลังงานที่รับเข้าไปออกมาในรูปคลื่นแสง ซึ่งธาตุแต่ละชนิดจะดูดกลืนแสงที่มีความยาวคลื่นต่าง ๆ กัน โลหะที่ใช้ในการศึกษามักอยู่ในรูปของสารละลายหรือธาตุผสม (combined element) ดังนั้นจึงต้องใช้ความร้อนที่พอเหมาะเปลี่ยนให้กลายเป็นโลหะอะตอมเรียกว่าเกิดอะตอมใหม่เช่น (atomization) อาจจะต้องใช้ความร้อนจากเปลวไฟในการกลายเป็นอะตอม (flame atomization) หรือไม่ใช่เปลวไฟในการกลายเป็นอะตอม (non - flame atomization) เช่น ใช้ความร้อนจากอาร์คไฟฟ้าหากใช้ความร้อนจากเปลวไฟขั้นตอนที่เกิดขึ้นในเปลวไฟมีดังนี้

1. Vaporization or Fusion คือการเปลี่ยนสารตัวอย่างจากสถานะของแข็งไปเป็นแก๊ส
2. Dissociation คือ ใช้เปลวไฟเป็นตัวทำหน้าที่ให้โมเลกุลแก๊สของธาตุที่ต้องการวิเคราะห์แตกตัวเป็นอะตอม
3. Absorption คือการที่อะตอมที่เป็นกลางที่สถานะพื้นดูดกลืนพลังงาน (absorb energy) ของเส้นพลังงานแสงจากแหล่งกำเนิดแสงทำให้ถูกกระตุ้นไปอยู่ที่สถานะกระตุ้น

เทคนิคการดูดกลืนแสงโดยอะตอมนั้น นับว่าเป็นเทคนิคที่มีการใช้งานกันมากที่สุดในสามเทคนิคดังกล่าวสำหรับการวิเคราะห์ปริมาณสารต่าง ๆ ซึ่งการวิเคราะห์เชิงปริมาณ (quantitative analysis) ของเทคนิคการดูดกลืนแสงโดยอะตอมยังคงอาศัยความสัมพันธ์ที่เป็นไปตามหลักของเบียร์ (Beer) ดังสมการ

$$A = abC \quad (2.9)$$

เมื่อ

A คือค่าการดูดกลืนแสง (absorbance)

a คือค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสง (absorption coefficient) ซึ่งเป็นค่าคงที่ที่เป็นลักษณะ

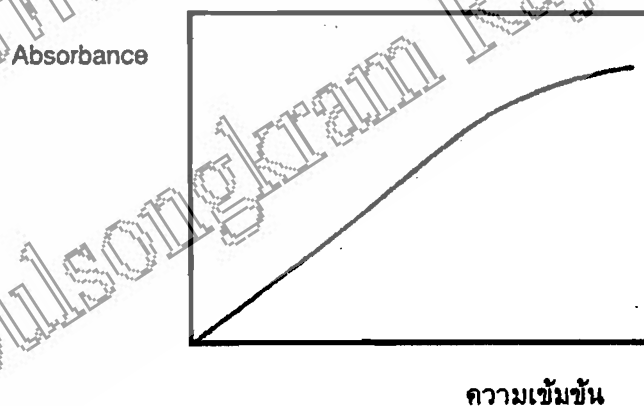
เฉพาะของสารที่ดูดกลืนแสง

b คือระยะทางที่แสงผ่านที่เกิดการดูดกลืนแสง

C คือความเข้มข้นของสารที่ดูดกลืนแสง

ดังนั้น เมื่อนำค่าการดูดกลืนแสง (A) มาเขียนกราฟกับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน

ฐานจะปรากฏกราฟเส้นตรงที่เรียกว่ากราฟมาตรฐานดังรูปที่ 2.4 แต่อย่างไรก็ตาม การสร้างกราฟมาตรฐานในลักษณะเช่นนี้ จะได้กราฟเส้นตรงในช่วงความเข้มข้นหนึ่ง ๆ เท่านั้น และบางครั้งอาจจะได้ออกมาเป็นเส้นโค้งก็ได้



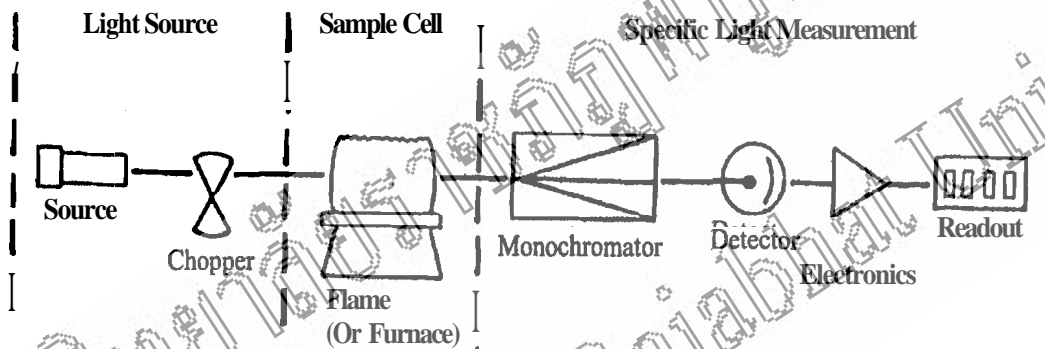
รูปที่ 2.4 กราฟมาตรฐานของการดูดกลืนแสง[6]

2.4.1 อุปกรณ์หลักในเครื่องมือวัดการดูดกลืนแสงโดยอะตอม

องค์ประกอบที่สำคัญต่าง ๆ ของเครื่องมือวัดการดูดกลืนแสงโดยอะตอม แสดงดังรูปที่ 2.5

มี 5 ส่วนด้วยกันคือ

1. แหล่งกำเนิดแสง (Light source)
2. ระบบเผาสาร (Burner system)
3. ตัวแยกแสง (Monochromator)
4. ดีเทกเตอร์ (Detector)
5. เครื่องประมวลผลและอ่านผล (Data system and read-out units)



รูปที่ 2.5 แผนภาพองค์ประกอบของเครื่อง AAS[6]

1. แหล่งกำเนิดแสง

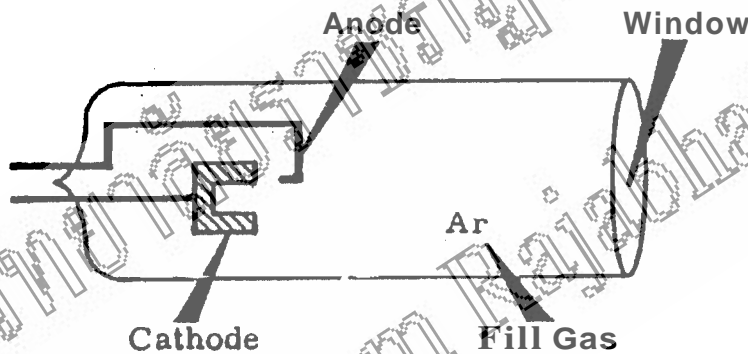
เนื่องจากอะตอมจะดูดกลืนแสงที่มีความยาวคลื่นเฉพาะ ในการวัดการดูดกลืนแสงด้วยความไวสูงสุด จำเป็นต้องมีแหล่งกำเนิดแสงที่เป็นแบบเส้น ที่จะคายแสงที่มีความยาวคลื่นที่จะถูกดูดกลืนโดยอะตอม นอกจากนั้นแหล่งกำเนิดแสงชนิดนี้ยังส่งผลให้เทคนิควัดการดูดกลืนแสงโดยอะตอม เป็นเทคนิคการวิเคราะห์ที่มีการรบกวนน้อยมาก แหล่งกำเนิดดังกล่าวนี้ปกตินิยมใช้หลอดขอลโลว์แคโทด (hollow cathode lamp) ซึ่งทำด้วยโลหะชนิดเดียวกับธาตุที่ต้องการศึกษา เช่น ต้องการศึกษาระกั่ว (lead) ก็ต้องใช้หลอดขอลโลว์แคโทดที่ทำด้วยตะกั่วภายในบรรจุด้วยแก๊สเฉื่อย เช่น นีออน (neon) หรืออาร์กอน (argon) ที่ความดันต่ำ ๆ ประมาณ 2 – 3 มิลลิเมตร

ปรอท เมื่อให้ความต่างศักย์ไฟฟ้าประมาณ 1,000 โวลต์ (volt) เข้าไปจะเกิดการแตกตัวขึ้นซึ่งจะทำให้อาร์กอนแตกตัวเป็น Ar^+ ดังสมการ



ซึ่ง Ar^+ ที่เกิดจะวิ่งไปชนอะตอมของตะกั่วที่ใช้ทำแคโทด (cathode) ก็จะถ่ายทอดพลังงานให้แก่อะตอมของตะกั่วซึ่งอยู่ที่สภาวะพื้นและจะถูกกระตุ้นไปอยู่ที่สภาวะกระตุ้น เมื่อกลับสู่สภาวะพื้นก็จะปล่อยพลังงานออกมาในรูปรังสีแม่เหล็กไฟฟ้า (electromagnetic radiation) ซึ่งมีลักษณะเฉพาะเป็นแถบเส้นของตะกั่ว ลักษณะของหลอดซอลโลว์แคโทดโดยทั่วไปจะมีลักษณะดังรูปที่

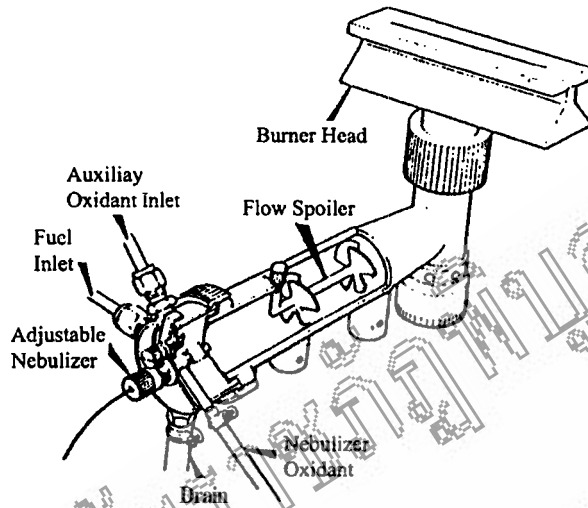
2.6



รูปที่ 2.6 ลักษณะของหลอดซอลโลว์แคโทด [6]

2. ระบบเผาสาร

เป็นระบบที่ทำการเปลี่ยนสภาพของสารละลายให้กลายเป็นอะตอม อาจเรียกอีกชื่อหนึ่งเป็นการสร้างอะตอม (atomizer) อุปกรณ์ส่วนนี้ประกอบด้วยอุปกรณ์ย่อย 2 ส่วน คือ ส่วนที่เป็นตัวสร้างละออง (nebulizer) และส่วนที่เป็นตัวเผา (burner) แสดงดังรูปที่ 2.7



รูปที่ 2.7 ระบบเผาสาร [6]

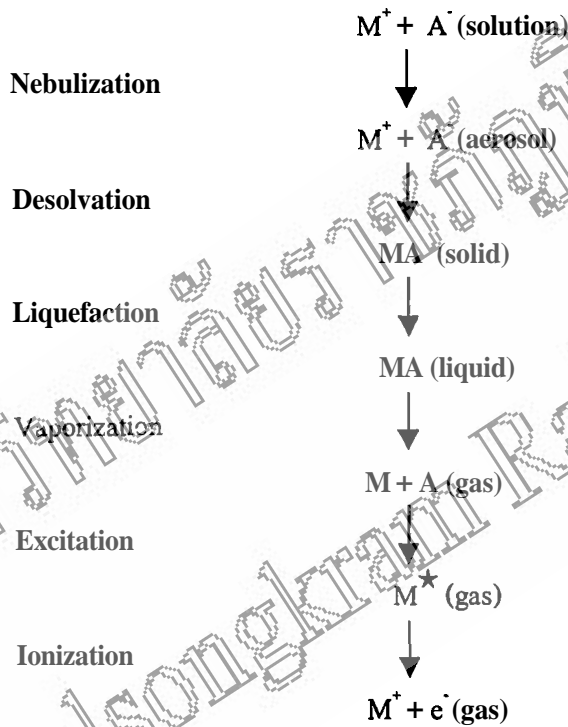
ตัวสร้างละอองเป็นส่วนที่สารละลายถูกทำให้เป็นละอองฝอยเล็ก ๆ ผสมกับเชื้อเพลิงและตัวออกซิไดส์ ส่วนตัวเผาจะทำให้ธาตุกลายเป็นอะตอมอิสระทำให้สารตัวอย่างจะดูดกลืนพลังงานความร้อนจากเปลวไฟกลายเป็นไออะตอม (vaporization) ได้ง่ายขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 2.8 เปลวไฟที่เกิดจากการเผาไหม้ของเชื้อเพลิงชนิดต่าง ๆ ให้อุณหภูมิต่าง ๆ กันและทำหน้าที่คล้ายเซลล์การดูดกลืนแสง (absorption cell) เปลวไฟที่ใช้กันโดยทั่วไปในเครื่องวัดการดูดกลืนแสงโดยอะตอม ได้แก่

- อากาศ/โพรเพน ให้เปลวไฟที่มีอุณหภูมิต่ำสุดคือ ประมาณ $1,900^{\circ}\text{C}$ ซึ่งร้อนพอที่จะทำให้เกิดอะตอมอิสระของธาตุได้หลายธาตุ เช่น ทองแดง ตะกั่ว โพแทสเซียม โซเดียม และสังกะสี ถ้าธาตุที่ต้องการวิเคราะห์ดำรงอยู่ในของผสมที่มีส่วนประกอบหรือโครงสร้างซับซ้อน ธาตุนั้นอาจเกิดสารประกอบทนไฟ เช่น refractory oxide อยู่ภายในเปลวไฟ เมื่อเปลวไฟนั้นร้อนไม่พอที่จะทำให้สารประกอบแตกตัวอย่างสมบูรณ์

- อากาศ/อะเซทิลีน เป็นเปลวไฟที่ใช้กันอย่างแพร่หลายในเปลวไฟชนิดนี้มีอุณหภูมิประมาณ 2,300 °C และนิยมใช้ในการวิเคราะห์ธาตุแทรนซิชัน

- ไนตรัสออกไซด์/อะเซทิลีน เป็นเปลวไฟที่ให้ความร้อนมากที่สุดที่อุณหภูมิประมาณ 3,000 °C นิยมใช้เปลวไฟชนิดนี้สำหรับการเกิดอะตอมอิสระของธาตุที่เปลี่ยนเป็นอะตอมได้ยาก เช่น โบรอน อะลูมิเนียม ซีลีเนียม และธาตุหายาก (rare-earth element)

สิ่งสำคัญที่จะทำให้การวิเคราะห์ธาตุโดยวิธีการดูดกลืนแสงโดยอะตอมนี้ได้ผลดีเพียงไรนั้นจะขึ้นอยู่กับภาวะการเกิดอะตอมอิสระซึ่งดำรงอยู่ที่สภาวะพื้นโดยใช้ความร้อนจากเปลวไฟดังกล่าวมาแล้ว



รูปที่ 2.8 กระบวนการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้นในเปลวไฟ[6]

3. ตัวแยกแสง (Monochromator)

ตัวแยกแสงทำหน้าที่ในการแยกคลื่นแสงจากแหล่งกำเนิดแสงให้ได้ความยาวคลื่นที่ต้องการวัดออกเป็นแถบหรือเป็นช่วงคลื่นแสงออกเป็นแถบหรือเป็นช่วงที่แคบ ๆ เช่น ฟิลเตอร์หรือตัวแยกแสง ตัวอย่าง ตัวแยกแสงที่ใช้ในเครื่องมือการดูดกลืนแสงโดยอะตอม ได้แก่ ปริซึม (diffraction grating)

4. ดีเทคเตอร์ (Detector)

ดีเทคเตอร์จะทำหน้าที่เหมือนดวงตาที่จะแปลงความเข้มของแสงให้เป็นกระแสไฟฟ้าปกติแล้วจะเป็นหลอดโฟโตมัลติพลายเออร์ (photomultiplier tube) ซึ่งเป็นเครื่องวัดความเข้มแสงที่ผ่านออกจากสารตัวอย่างและอ้างอิง (reference) เปรียบเทียบความแตกต่างของการดูดกลืนแสงที่เกิดขึ้น โดยวัดในเทอมของสัญญาณดีเทคเตอร์ต่อวัตต์ของกำลังขยาย ถัดไปเป็นหลอดโฟโตมัลติพลายเออร์แบบให้พลังงานรังสีเป็นหลอดสุญญากาศเหมือนกับหลอดโฟโตแต่ให้กำลังขยายของสัญญาณได้สูงกว่ามากคืออาจใช้แฟกเตอร์ของการขยายสูงถึง 10^8 เท่า ทั้งนี้เพราะมีการเพิ่มขึ้นของจำนวนอิเล็กตรอนเรียกว่าเซกันดารีอิเล็กตรอน (secondary electron) ที่หลุดออกมาจากพื้นที่ผิวของไดโนด (dynodes) ซึ่งทำด้วยโลหะอัลคาไล

5. เครื่องประมวลผลและอ่านผล (Data system and read-out units)

ซึ่งถูกทำมาตรฐานให้สามารถอ่านค่าการดูดกลืนแสงหรือค่าการคายแสงได้โดยตรง

2.4.2 การทำปริมาณวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการดูดกลืนแสงโดยอะตอม

ในกรณีที่สารตัวอย่างไม่ค่อยมีสิ่งรบกวนและสารตัวอย่างเจือจางอาจจะทำการวิเคราะห์ได้ง่าย ๆ โดยเทียบกับสารมาตรฐานที่ทราบความเข้มข้นแน่นอนแล้ว วิธีที่นิยมใช้กันทั่ว ๆ ไป โดยปรับสัญญาณที่ได้จาก blank ให้เป็นศูนย์ แล้วจึงวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ กัน (4-5 ความเข้มข้น) เมื่อใช้เทคนิคการกลายเป็นอะตอมโดยไม่ใช้เปลวไฟ (flameless atomization technique) อาจใช้วัดพื้นที่พีค (peak area) หรือความสูงของพีค (peak height) แล้วนำผลมาเขียนกราฟเพื่อหาความสัมพันธ์กับความเข้มข้นของสารละลายจะได้กราฟมาตรฐาน (calibration curve) ซึ่งอาจเป็นเส้นตรงหรือเส้นโค้งก็ได้ ในการเขียนกราฟอาจใช้เครื่องคอมพิวเตอร์หรือเครื่องคำนวณทำงานได้ ถ้าให้เป็นเส้นตรงใช้ least squared fit แต่ถ้าเป็นเส้น

โค้ง อาจใช้เครื่องลากเส้นโค้งให้ได้ พร้อมคำนวณความเข้มข้นให้ด้วยจากค่าที่วัดได้ของสารตัวอย่างซึ่งสะดวกมาก

เครื่องมือวัดการดูดกลืนแสงโดยอะตอมมีองค์ประกอบหลายอย่างซึ่งบางส่วนจะต้องใช้ความระมัดระวังในการใช้งาน เพื่อไม่ให้เกิดอันตรายและยืดอายุการใช้งานให้ยาวนานขึ้น การใช้เครื่องมือวัดการดูดกลืนแสงโดยอะตอมจะต้องระมัดระวังเกี่ยวกับแก๊สต่าง ๆ ที่ใช้สารไวไฟ กรด และสารพิษต่าง ๆ รวมถึงความร้อนและรังสีอัลตราไวโอเล็ตที่เกิดจากการเผาไหม้ การใช้ระบบความปลอดภัยสำหรับห้องปฏิบัติการทั่ว ๆ ไปไม่เพียงพอที่จะป้องกันความปลอดภัยได้จึงควรทราบข้อระมัดระวังในการใช้งาน ได้แก่

1. ระบบดูดไอพิษ (Exhaust system) ในขณะที่ใช้เครื่องมือวัดการดูดกลืนแสงโดยอะตอมโดยเฉพาะเฟลมอะตอมมิคแอบซอร์พชันจะเกิดความร้อนสูงและเกิดไอของสารพิษซึ่งเป็นกรดจำเป็นต้องกำจัดออกไปเพื่อไม่ให้เกิดอันตรายต่อผู้ตรวจวิเคราะห์ ดังนั้น Exhaust system จะต้องมีความปลอดภัยได้มาตรฐานมีแรงดูดอากาศไม่มากหรือน้อยเกินไป เพราะถ้ามากเกินไปอาจจะทำให้เปลวไฟไม่สม่ำเสมอแต่ถ้าน้อยเกินไปจะเกิดอันตรายต่อผู้ใช้และควรเปิดก่อนที่จะจุดเปลวไฟหรือเปิดเตาเผาแบบกราไฟต์ (graphite furnace)

2. ถังแก๊ส (Compressed gas cylinders) ควรมีที่เก็บถังแก๊สแยกออกจากห้องปฏิบัติการอยู่ในที่ ๆ มีอากาศถ่ายเทสะดวกและอุณหภูมิไม่สูงตัวถังแก๊สอยู่ในแนวตั้ง (vertical) และมีโซ่รัดให้ติดกับผนังห้องแก๊สจะมีสีแตกต่างกันตามชนิดของแก๊สและไม่สับสนในการใช้แก๊สชนิดต่าง ๆ มีวาล์วเปิดที่อยู่มือในกรณีที่เกิดปัญหา มีน้ำยาตรวจเช็คการรั่วของแก๊ส เช่น น้ำสบู่และคอยตรวจเช็ค เช็คการรั่วอยู่เสมอและทุกครั้งที่เปลี่ยนถังแก๊ส

3. ท่อนำแก๊ส (Gas hoses and connections) ควรใช้ท่อแก๊สที่มาจากโรงงานผู้ผลิตเครื่องมือและใช้ในระยะเวลาสั้นที่สุดระมัดระวังการติดตั้งอย่าให้เกิดความเสียหายต่อท่อแก๊สและมีรอยต่อน้อยที่สุด ขนาดของท่อจะต้องพอดีกับมาตรวัดและตัวเครื่องและการติดตั้งจะต้องแน่นพอ ในกรณีที่มีการติดตั้งแก๊สหลายชนิดจะต้องมีการติดสัญลักษณ์ที่ท่อแก๊สเพื่อป้องกันการสับสน

4. แก๊สอะเซทิลีน (Acetylene gas) แก๊สชนิดนี้จะต้องระมัดระวังในการใช้เพราะอาจเกิดระเบิดได้ โดยปฏิบัติดังนี้

- ห้ามใช้ท่อแก๊ส (tubing) เป็นโลหะทองแดง
- อย่าใช้ถังแก๊สที่มีความดันเกิน 105 kPa

- อย่าให้แก๊สอะเซทิลีนสัมผัสกับโลหะทองแดง เงิน ปรอท คลอรีนแก๊ส และกรีซ (grease)

5. ไนตรัสออกไซด์ (Nitrous oxide) แก๊สชนิดนี้เป็นตัวช่วยให้เกิดการเผาไหม้ชนิดเดียวกับออกซิเจน และแข็งตัวได้ง่ายในอุณหภูมิปกติเวลาใช้จะต้องมีตัวให้ความร้อน (heater) เพื่อป้องกันการแข็งตัวและไม่ควรให้ถูกกับไขมันเพราะจะทำให้เกิดการสันดาป

6. ตัวเผาสาร (Burner) ระวังอย่าใช้ตัวเผาสารแบบอากาศ-อะเซทิลีนกับเปลวไฟอะเซทิลีน ไนตรัสออกไซด์ เพราะตัวเผาสารชนิดนี้ไม่ทนความร้อนและอาจเกิดความเสียหายได้ แต่สามารถใช้ตัวเผาสารอะเซทิลีนไนตรัสออกไซด์กับเปลวไฟอากาศ-อะเซทิลีนได้ อย่าใช้ออกซิเจนบริสุทธิ์หรืออากาศที่มีออกซิเจนสูงมาเป็นตัวออกซิแดนท์ (oxidant) และไม่ควรให้ liquid trap ถูกอุดตันโดยสารละลายที่ออกมาจากเครื่องเพราะอาจเกิดระเบิดได้ ควรปิดเปลวไฟก่อนที่จะทำความสะอาดตัวเผาสารและใช้ถุงมือจับตัวเผาสารเพราะอาจยังร้อนจัด

7. รังสีอัลตราไวโอเล็ต (Ultraviolet radiation) หลอดฮอลล์โลว์แคโทดและหลอด electrodeless discharge รวมทั้งเตาเผาแบบกราฟไฟต์สามารถให้แสงอัลตราไวโอเล็ตได้จึงไม่ควรมองตรง ๆ และควรมีแผ่นกระจกป้องกันแสงหรือใช้แว่นตาป้องกันแสงอัลตราไวโอเล็ต

8. อันตรายจากความร้อน (Heat hazards) เปลวไฟ เตาเผาแบบกราฟไฟต์ (graphite furnace) และตัวเผาสารจะมีอุณหภูมิสูง ควรจะมีกระจกป้องกันความร้อนและไม่ควรจับต้องหรือทำความสะอาดตัวเผาสารในขณะที่ร้อน

9. ตรวจสอบความปลอดภัย (Safety Check)

- 1) ควรปิดวาล์วแก๊สทุกครั้งที่เลิกใช้งาน
- 2) ตรวจสอบบริเวณทำงานอย่าให้มีสารเคมีหรือสารไวไฟ
- 3) เปิดคู่มือพินและตรวจเช็คการทำงาน
- 4) ใส่ตัวเผาสาร ที่ถูกต้องและล็อกตัวสร้างละอองให้แน่น
- 5) ตรวจสอบดูถังแก๊สว่าใช้ถูกต้องและไม่มีรอยรั่ว
- 6) เปิดแก๊สให้มีความดันตามที่ปรากฏในคู่มือของเครื่อง
- 7) ปิดกระจกป้องกันแสง (flame shield) และจุดแก๊สตามคู่มือ

2.5 เอกซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer, XRD) [7-8]

ในการหาโครงสร้างผลึกสามารถตรวจสอบโดยการวิเคราะห์ด้วยรังสีเอกซ์ รังสีเอกซ์เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า (electromagnetic radiation) ที่มีพลังงานสูงและมีความยาวคลื่นสั้นโดยมีความยาวคลื่นในลำดับเดียวกับระยะทางระหว่างอะตอมของวัสดุของแข็ง เมื่อลำแสงของรังสีเอกซ์กระทบวัสดุของแข็งจะเกิดการกระเจิง (scatter) ในทุกทิศทาง เนื่องจากอะตอมหรือไอออนที่อยู่ในทางเดินของรังสีเอกซ์ ปัจจุบันอาจกล่าวได้ว่าเป็นเทคนิคที่ใช้หาโครงสร้างของสารที่ได้รับความเชื่อถือมากที่สุดคือ เทคนิคเอกซ์เรย์ดิฟแฟรคชัน (X-ray diffraction)

รังสีเอกซ์เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่นตั้งแต่ 0.1-100 Å เมื่อรังสีเอกซ์ที่มีความยาวคลื่นใกล้เคียงกับระยะห่างระหว่างระนาบ (interplanar spacing) ของผลึกเข้าสู่ผลึกสารจะทำให้รังสีเอกซ์เกิดการเลี้ยวเบน (diffraction) ได้ ดังนั้นถ้าทราบความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ก็สามารถคำนวณหาระยะห่างระหว่างระนาบของผลึกสารนั้นได้ โดยอาศัยการอธิบายด้วยกฎของแบรกก์ (Bragg's law) จะได้ว่า

$$2d \sin \theta = n \lambda \quad (2.9)$$

เมื่อ

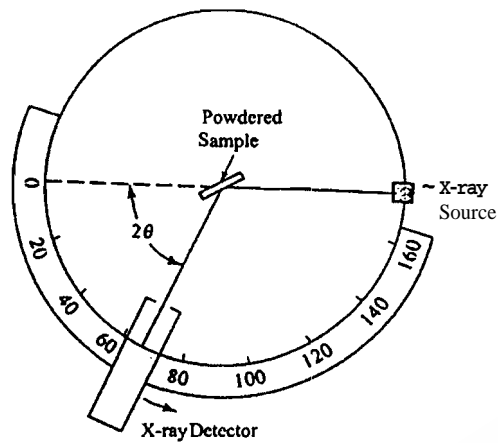
d = ระยะห่างระหว่างระนาบ (หรือเรียกว่า d-spacing)

θ = มุมของแบรกก์ (Bragg's angle)

λ = ความยาวคลื่นรังสีเอกซ์

$n = 0, 1, 2, 3, \dots$

ในการถ่ายภาพการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในผลึกจะใช้เครื่องมือที่เรียกว่าเอกซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์โดยมีส่วนประกอบต่าง ๆ ดังรูปที่ 2.9



รูปที่ 2.9 ส่วนประกอบของเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ [8]

2.6 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) [9]

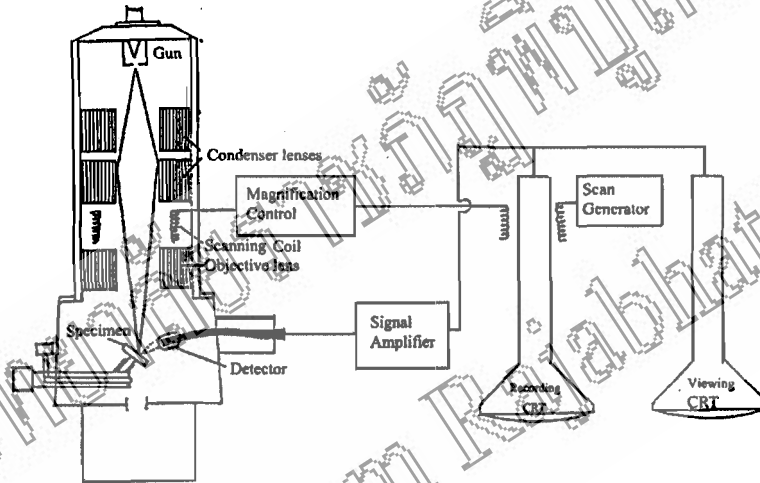
กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดมีประโยชน์อย่างมากในการศึกษาลักษณะภายนอกของสารตัวอย่าง อีกทั้งให้กำลังขยายอย่างกว้างขวางอย่างต่ำสุดใกล้เคียงกับกล้องจุลทรรศน์แบบธรรมดาจนถึงกำลังขยายสูงสุดใกล้เคียงกับภาพที่ได้รับจาก TEM (Transmission Electron Microscope) การแจกแจงรายละเอียดของภาพ (resolving power) มีความเป็นไปได้ถึง 3 นาโนเมตร นอกจากนี้แล้วกล้องชนิดนี้ซึ่งส่วนใหญ่ประกอบด้วยอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ ซึ่งเปิดโอกาสให้ผู้ใช้งานมีโอกาสดัดแปลงต่อเติมอุปกรณ์อื่น ๆ เพื่อให้มีการแสดงผลในรูปแบบต่าง ๆ เช่นการวิเคราะห์ธาตุ การคำนวณหามวลและปริมาตร กล้องชนิดนี้เหมาะกับการวิจัยพื้นฐานมากที่สุดอันสืบเนื่องมาจากวิธีที่มีความรวดเร็วง่ายกว่าวิธีที่ใช้ในการศึกษาด้วย TEM

ส่วนประกอบสำคัญของ SEM ประกอบด้วย

1. Vacuum และ Column
2. Electronic console และ CRT

ระบบสุญญากาศ ประกอบด้วย mechanical และ diffusion หรือบางแบบมี ion getter pump ซึ่งมีหน้าที่ทำให้มีสุญญากาศ ภายในคอลัมน์ (column) ของ SEM ประกอบด้วยลำแสงอิเล็กตรอน (electron beam) ซึ่งเป็นแหล่งกำเนิดแสงสว่างซึ่งจะถูกรวมให้เป็นจุดขนาดเล็กประมาณ

3-6 นาโนเมตร จะถูกบังคับให้ตกลงดังตัวอย่างด้วยเลนส์วัตถุ (objective lens) พร้อมทั้งถูกบังคับให้เคลื่อนที่ไปในทิศทางหนึ่งทิศทางใดบนพื้นผิวของตัวอย่างด้วยเครื่องที่ทำให้เกิดการส่องกราด (scanning generator) ซึ่งอยู่ระหว่าง condenser lens ลำแสงของอิเล็กตรอนนี้ซึ่งเรียกว่าไฟมารีอิเล็กตรอน (primary electron) จะถูกโฟกัสตามตัวอย่างตามต้องการด้วยเลนส์วัตถุ เมื่อไฟมารีอิเล็กตรอนกระทบบนตัวอย่างซึ่งอยู่ใน specimen chamber จะทำให้เกิดกลุ่มของอิเล็กตรอนชุดที่ 2 เรียกเซกันดารีอิเล็กตรอน (secondary electron) ออกมาจากผิวตัวอย่างและจะถูกรวบรวมด้วย electron collector จะส่งผ่านท่อนำแสงเข้าสู่เครื่องขยายสัญญาณ (signal amplifier) ซึ่งทำหน้าที่ขยายสัญญาณแล้วแปลสัญญาณให้เกิดภาพบนจอโทรทัศน์ (CRT) และบันทึกภาพในเวลาเดียวกัน



รูปที่ 2.10 ส่วนประกอบของเครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด [9]

27 การวิเคราะห์ทางความร้อน (Thermal analysis) [10-11]

การวิเคราะห์ทางความร้อนเป็นเทคนิคที่มีประโยชน์อย่างมากในการศึกษาวิเคราะห์สาร เพราะสามารถแสดงสมบัติทางความร้อนของสารได้หลายอย่าง ซึ่งการวิเคราะห์ทางความร้อนนี้จะเป็นการติดตามผลการเปลี่ยนแปลงสมบัติเฉพาะของสาร โดยเปรียบเทียบกับอุณหภูมิ ซึ่งการเปลี่ยนแปลงนี้จะแตกต่างกันขึ้นกับชนิดของสาร การวิเคราะห์ทางความร้อนเป็นเทคนิคที่ใช้ในการหาอุณหภูมิคล้ายแก้ว (glass transition temperature, T_g) และอุณหภูมิการหลอมตัว (melting temperature, T_m) ซึ่งอุณหภูมิช่วงนี้จะมีการเปลี่ยนแปลงพลังงานของตัวมันเองอย่างชัดเจน โดยเครื่อง DTA จะใช้วิธีการวัดการเปลี่ยนแปลงพลังงานโดยเปรียบเทียบกับอุณหภูมิที่ให้แก่สารแล้วแสดงออกมาในรูปกราฟ DTA เรียกว่า เทอร์โมแกรม (thermogram) โดยทั่วไปแล้วเครื่อง DTA จะใช้สารมาตรฐานเป็นตัวเปรียบเทียบซึ่งสารมาตรฐานนี้จะต้องมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิบ่อยมาดหรือไม่มีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิเลยในช่วงที่ใช้ในการทดลอง สารมาตรฐานที่ใช้เช่น อลูมินา (alumina) จะมีช่วงอุณหภูมิใช้งานสูงถึง 1500 องศาเซลเซียสจะวัดพลังงานแตกต่างของสารตัวอย่างกับสารมาตรฐานที่อุณหภูมิต่าง ๆ ซึ่งจะบอกถึงพลังงานที่สารตัวอย่างดูดเข้าไปหรือคายออกมา

เทอร์โมแกรมวิเมตรี อนุบาลซิส (Thermogravimetry analysis, TGA)

เป็นเทคนิคที่ใช้ศึกษาความเสถียรทางความร้อนซึ่งจะศึกษาการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารเปรียบเทียบกับอุณหภูมิสำหรับเทคนิค TGA นี้ แบ่งเป็น 2 ประเภทใหญ่ ๆ คือ

ไอโซเทอร์มอล เทอร์โมแกรมวิเมตรี (isothermal gravimetry) เป็นการศึกษาโดยวัดการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารเปรียบเทียบกับเวลาโดยที่อุณหภูมิคงที่ตลอดการทดลอง ซึ่งอุณหภูมิที่ใช้จะมีผลต่อการสลายตัวถ้าในการทดลองใช้อุณหภูมิสูงการสลายตัวจะเกิดได้เร็วกว่าการทดลองที่ใช้อุณหภูมิต่ำ

นอนไอโซเทอร์มอล เทอร์โมแกรมวิเมตรี (non-isothermal gravimetry) เป็นการศึกษาโดยวัดการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารเทียบกับเวลาและอุณหภูมิในขณะที่มีการให้ความร้อนคงที่ ในการวิเคราะห์จะทำในบรรยากาศของแก๊สเฉื่อย เช่น ไนโตรเจน เพื่อกำจัดไอของสารและแก๊สออกซิเจนที่เกิดจากการสลายตัวออกจากระบบ ผลที่ได้แสดงในรูปกราฟความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักกับอุณหภูมิที่ได้เรียกว่า เทอร์โมแกรม (thermogram)

2.8 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

J. James and M. Subba [12] ศึกษาการวิเคราะห์ทางความร้อนของแกลบข้าวที่ทำการเผาจนเป็นเถ้าโดยเทคนิคเทอร์โมลเกรวิเมตริกอะนาไลซิส (TGA) และดิฟเฟอเรียลแคลอริเมตริกอะนาไลซิส (DTA) และเส้นที่แสดงถึงความร้อนที่เท่ากัน การศึกษาเกี่ยวกับความร้อนนี้อธิบายถึงตำแหน่งที่ดีของการแยกเซลล์ลูโลสและลิกนินซึ่งเป็นองค์ประกอบอินทรีย์ของแกลบข้าว ลักษณะเด่นของ ซิลิกาแกลบเถ้านี้จะดูรูปร่างโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ซิลิกาในเถ้าที่เหลือจะทำการตรวจหาคุณสมบัติโดยเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์และอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี (infrared spectroscopy) ส่วนการควบคุมการแยกเกี่ยวกับความร้อนของแกลบข้าวจะแสดงถึงวิธีการที่เหมาะสมสำหรับการปล่อยแบบอิสระของซิลิกา

V. P. Della และคณะ [13] วัตถุประสงค์ของงานวิจัยนี้ เพื่อเป็นการพัฒนาวิธีการได้มาซึ่งซิลิกาและลักษณะของซิลิกาด้วยการพิจารณาพื้นผิวของซิลิกาจากเถ้าแกลบปริมาณของซิลิกาจะเพิ่มขึ้นหลังจากการเผาจนเป็นเถ้า ที่อุณหภูมิและเวลาต่าง ๆ 95% ของผงซิลิกาจะได้หลังจากการเผาที่อุณหภูมิ 700 °C คือเพิ่มจาก 54 m²/g เป็น 81 m²/g

R. V. Krisnarao และคณะ [14] ศึกษาการสังเคราะห์ซิลิกาจากแกลบ โดยใช้ 3 กระบวนการ วิธีแรกทำได้โดยการเผาไหม้ขั้นตอนเดียว, วิธีที่สองทำได้โดยการเผาไหม้ด้วยฟลูอิดไคซ์เบด (fluidized Bed) และวิธีสุดท้ายนำมาสกัดด้วยด่าง การสังเคราะห์ซิลิกาอันดับแรก นำแกลบมาแช่ด้วยกรด HCl 0.1 โมลต่อลิตรเป็นเวลา 3 ชั่วโมง และนำไปเผาภายใต้การเผาของแก๊สออกซิเจนที่อุณหภูมิต่างกันคือ 500,600,700 และ 800 °C เป็นเวลา 45 หรือ 60 นาที หลังจากนั้นคำนวณหาพื้นที่ผิวจำเพาะของผลิตภัณฑ์ที่ได้ วิธีการเผาไหม้ขั้นตอนเดียวที่ดีที่สุดคือ ที่อุณหภูมิ 700 °C เป็นเวลา 60 นาที ซึ่งจะทำได้ผลิตภัณฑ์ที่มีรูปร่างไม่แน่นอนมีความบริสุทธิ์ 99.9 % และคำนวณหาพื้นที่ผิวจำเพาะของซิลิกา (SiO₂) ได้ 315 ± 5 m²/g และเผาภายใต้การไหลของแก๊สออกซิเจนที่อุณหภูมิ 600 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จะได้ซิลิกาที่มีความบริสุทธิ์ 99.8 % และมีพื้นที่ผิวจำเพาะ 331 ± 6 m²/g วิธีที่สองทำได้โดยการเผาไหม้ด้วยฟลูอิดไคซ์เบดได้ซิลิกาที่มีความบริสุทธิ์ 97.6 % มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูง 378 ± 5 m²/g และวิธีสุดท้ายนำแกลบไปสกัดด้วย NaOH 1 โมลต่อลิตร 89 เป็นเทคนิคที่ได้ซิลิกาที่มีความบริสุทธิ์ 96.6 % มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูง 404 ± 5 m²/g

ศุภกร กู้เกิด และยะภาพัทธ์ นีระพจน์ [2] ได้ทำการเตรียมซิลิกอนไดออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์จากแกลบข้าวโดยนำแกลบข้าวมาแช่ด้วยกรด HCl ที่มีความเข้มข้น 1, 2, 3 และ 4 โมลต่อลิตรเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ล้างให้แกลบมีสภาพเป็นกลางอบให้แห้ง แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 800,

900, 1000 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากการศึกษาโครงสร้างด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ พบว่า เถ้าที่ไม่ได้แช่กรดเผาที่อุณหภูมิ 1000 °C เท่านั้นที่มีความเป็นผลึก เมื่อวิเคราะห์องค์ประกอบของเถ้าแกลบด้วยเครื่อง XRF พบธาตุจำพวกโลหะอยู่ปริมาณเล็กน้อย ปริมาณของซิลิกอนไดออกไซด์ ในเถ้าแกลบที่ได้จากการแช่แกลบด้วยกรดจะมีค่ามากกว่าเถ้าแกลบที่ไม่ได้แช่แกลบด้วยกรด แกลบที่แช่กรด HCl ความเข้มข้น 3 โมลต่อลิตร เผาที่อุณหภูมิ 1000 °C จะมีปริมาณซิลิกอนไดออกไซด์สูงสุด 99.61%

เรวิคินน์ เหล่าไพบูลย์ และคณะ [15] ทำการวิเคราะห์เชิงคุณภาพและเชิงปริมาณของซิลิกอนไดออกไซด์ในแกลบข้าวเหนียวดำที่เพาะปลูกในจังหวัดอุบลราชธานี ซึ่งวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Matrix-flushing โดยใช้เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ ปรากฏว่าซิลิกอนไดออกไซด์ในแกลบข้าวเหนียวดำที่เผาที่อุณหภูมิ 1000 °C เป็นเวลา 12 ชั่วโมงได้ปริมาณของซิลิกอนไดออกไซด์ในรูปผลึกคิดเป็น 15.63% โดยน้ำหนัก

N. Yalcin และ V. Sevinc [11] ได้ศึกษาการเตรียมซิลิกาที่มีความบริสุทธิ์สูงจากแกลบ โดยนำแกลบมาแช่ในสารละลายของกรดและล้างและเผาที่ 600 °C แล้วศึกษาการกระจายตัว ขนาดและรูปร่างลักษณะของซิลิกาที่ได้

H. Riveros และ C. Garza [16] ได้เตรียมซิลิกาจากแกลบเพื่อใช้ในการผลิตเซลล์แสงอาทิตย์ โดยศึกษาการเตรียมให้ได้ซิลิกาบริสุทธิ์ 99.98% นอกจากนี้ยังพบว่าไม่มีแคลเซียมเป็นสารเจือปนถึง 100 ส่วนในล้านส่วน (part per million, ppm) และหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเตรียมโดยพิจารณาถึงเวลาในการเผา อุณหภูมิ

S. Huang และคณะ [17] ได้ศึกษาการได้เถ้าขาวจากแกลบข้าวโดยวิธีฟลูอิดไชซ์เบดใช้เม็دفลูอิดไชซ์เบดเส้นผ่าศูนย์กลางขนาด 90 มิลลิเมตร ได้ผงซิลิกาที่มีความบริสุทธิ์และมีเหล็กปนอยู่เล็กน้อย

บทที่ 3

วิธีการทดลอง

3.1 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

1. เครื่องอะตอมมิกแอบсорปชันสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (Atomic Absorption Spectrophotometer, AAS) รุ่น AA-6200 ผลิตโดยบริษัท Shimadzu ประเทศญี่ปุ่น
2. เตาอบ (hot air) รุ่น ULE 500 ผลิตโดย ประเทศสหพันธ์สาธารณรัฐเยอรมัน
3. เตาเผา (furnace) ขนาด 1100 °C รุ่น RWE 1100 ผลิตโดยบริษัท Carbolite ประเทศสหราชอาณาจักร
4. เครื่องชั่ง (balance) 2 ตำแหน่ง รุ่น PG 2002-S ผลิตโดยบริษัท Mettler Toledo ประเทศสหราชอาณาจักร
5. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) รุ่น LEO 1450 VP ผลิตโดยบริษัท LEO ประเทศสหพันธ์สาธารณรัฐเยอรมัน
6. เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer, XRD) รุ่น PW 3040160 X'Pert Pro consde ผลิตโดยบริษัท Phillips ประเทศสหราชอาณาจักร
7. เครื่องวิเคราะห์ทางความร้อน (Thermogravimetric analyzer) รุ่น TGA-7 บริษัท Perkin-Elmer ประเทศสหราชอาณาจักร

3.2 สารเคมี

1. กรดไฮโดรคลอริก (hydrochloric acid, HCl) 37% d = 1.19 kg/L AR. grade ผลิตโดยบริษัท Merck ประเทศสหพันธ์สาธารณรัฐเยอรมัน
2. สารละลายมาตรฐานแมกนีเซียม (standard solution of magnesium for AAS) ผลิตโดยบริษัท Merck ประเทศสหพันธ์สาธารณรัฐเยอรมัน
3. สารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม (standard solution of potassium for AAS) ผลิตโดยบริษัท Merck ประเทศสหพันธ์สาธารณรัฐเยอรมัน

3.3 การเตรียมตัวอย่างแถบ

งานวิจัยนี้ได้นำแถบข้าวเจ้าจากโรงสีข้าวในจังหวัดพิษณุโลก

3.4 การเตรียมตัวอย่างสำหรับการตรวจวิเคราะห์

1. ชั่งแถบมา 100 กรัม ล้างทำความสะอาดแถบด้วยน้ำ แล้วอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 120°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง
2. นำแถบที่อบจนแห้งแล้ว มาแช่ในกรดไฮโดรคลอริก ที่เข้มข้น 1, 2, 3 และ 4 โมลต่อลิตร เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
3. จากนั้นนำแถบมาล้างด้วยน้ำจนหมดความเป็นกรด แล้วอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 120°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง
4. นำแถบที่อบจนแห้งแล้วไปเผาที่อุณหภูมิ 600°C – 1100°C ระยะเวลาที่ใช้ 2 ชั่วโมง
5. นำเถ้าที่ได้จากการเผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ ไปทำการบดให้ละเอียดแล้วนำไปใส่ในเคซิเคเตอร์

จากนั้นนำไปตรวจหาคุณลักษณะ

3.5 วิธีการเตรียมตัวอย่างเพื่อตรวจหาคุณลักษณะของผงซิลิกอนไดออกไซด์

3.5.1 วิธีการวิเคราะห์สารตัวอย่างโดยเอกซเรย์คิฟแฟรมโทมิเตอร์

หาโครงสร้างของผงซิลิกอนไดออกไซด์ที่เตรียมได้เทียบกับซิลิกอนไดออกไซด์มาตรฐาน โดยนำตัวอย่างมาบดให้ละเอียดแล้วอัดลงในแบบบรรจุสารด้วยเปอร์สเปคแล้วปาดผิวหน้าให้เรียบจากนั้นนำไปตรวจวิเคราะห์

3.5.2 วิธีการวิเคราะห์สารตัวอย่างโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

การเตรียมตัวอย่างเพื่อทำการตรวจวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด นำตัวอย่างที่แห้งไปจัดวางบนสตัป (stub) ทองเหลืองขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 1 เซนติเมตร โดยการใช้กาวเป็นตัวเชื่อมผิวล่างของตัวให้ติดอยู่บนสตัปกาวที่ใช้จะต้องมีโลหะผสมหรือจะต้องเป็นสารที่เป็นตัวนำไฟฟ้า หลังจากขั้นตอนการติดตัวอย่างบนสตัปซึ่งขั้นตอนนี้เรียกว่า mounting แล้วจะต้องนำตัวอย่างไปฉาบผิวด้วยโมเลกุลของโลหะใน vacuum evaporation หรือ sputtering units นาน 15 นาที

การ coating ที่ทำกันอยู่เป็นประจำ มักจะเริ่มจากการฉาบผิวของตัวอย่างด้วยคาร์บอนเสียก่อนเพื่อเพิ่มการนำไฟฟ้าและตามด้วยการฉาบผิวด้วยทองผสมแพลเลเดียม (Gold-Palladium)

ความหนาแน่นของแผ่น โมเลกุลของโลหะดังกล่าวรวมทั้งแผ่นคาร์บอนซึ่งฉาบครั้งแรกรวมกันไม่ควรเกิน 15 นาโนเมตร

ตัวอย่างที่ผ่านการ coating พร้อมทั้งจะนำไปตรวจภายใต้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดได้ทันที ตัวอย่างเหล่านี้สามารถเก็บไว้ได้เป็นเวลานาน ทั้งนี้ต้องเก็บไว้ในตัวอย่างที่แห้งและปราศจากฝุ่นจากนั้นนำไปดูขนาดของอนุภาคด้วยเครื่องกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

3.5.3 วิธีวิเคราะห์สารตัวอย่างโดยการสลายตัวทางความร้อน

นำแก๊สที่เตรียมได้ตัวอย่างละประมาณ 20 มิลลิกรัมนำไปตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง TGA แล้ววิเคราะห์ผลที่ได้

Parameter	Condition
Final Temp	800 °C
Start Temp	50 °C
Scanning Rate	20 °C/min
Sample	10-20 mg
End Condition	Load Temp
Load Temp	50 °C
Go to Temp Rate	100.0 °C/min

3.6 การเตรียมสารละลายเพื่อทำการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการดูดกลืนแสงโดยอะตอม

3.6.1 สารละลายมาตรฐานของแมกนีเซียม

สารละลายมาตรฐานของแมกนีเซียมที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ กันเตรียมได้จากสารละลายแมกนีเซียมเข้มข้น 1000 ppm เตรียมสารละลายมาตรฐานแมกนีเซียมความเข้มข้นดังนี้ 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5 และ 0.6 ppm โดยใช้ ไมโครปิเปตดูดสารละลายมาตรฐานแมกนีเซียม 1000 ppm มาดังนี้ 2.5, 5.0, 7.5, 10.0, 12.5, และ 15.0 ไมโครลิตรตามลำดับ ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตรปรับปริมาตรด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 1% จนครบปริมาตรแล้วถ่ายสารละลายทั้งหมดลงในขวดพลาสติก

3.6.2 สารละลายมาตรฐานของโพแทสเซียม

สารละลายมาตรฐานของโพแทสเซียมที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ กันเตรียมได้จากสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมเข้มข้น 1000 ppm โดยเตรียมสารละลายมาตรฐานที่มีความเข้มข้นดังนี้ 0.05, 0.1, 0.15, 0.2 ppm โดยใช้ไมโครปิเปตดูดสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมเข้มข้น 1000 ppm

มา 1.25, 2.50, 3.75, และ 5.00 ไมโครลิตร ตามลำดับใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 มิลลิ ลิตร ปรับปริมาตรด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 1% จนครบปริมาตรแล้วถ่ายสารละลายใส่ลงในขวดพลาสติก

3.6.3 การเตรียมสารละลายตัวอย่างจากผงซิงก์อนไดออกไซด์สำหรับการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค AAS

1. ชั่งตัวอย่าง 0.5 กรัม ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร เติมกรดไฮโดรคลอริก เข้มข้นลงไปจำนวน 25 มิลลิลิตรคนให้ทั่ว
2. ทำการย่อยตัวอย่างโดยนำไปต้มบนเตาความร้อนจนเหลือปริมาตรของสารละลายตัวอย่างประมาณ 5-10 มิลลิลิตร
3. ปลดอบให้ตัวอย่างเย็นลงแล้วกรองสารละลายที่เหลือ (ด้วยกระดาษกรองเบอร์42) ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 25 มิลลิลิตร
4. ปรับปริมาตรด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 1% จนครบปริมาตร
5. ถ่ายสารละลายตัวอย่างที่ได้ใส่ลงในขวดพลาสติก
6. นำไปวัดหาปริมาณโลหะโดยใช้ AAS แล้วเขียนกราฟมาตรฐานซึ่งเขียนระหว่างค่าการดูดกลืนแสง (absorbance) กับความเข้มข้น (concentration)

บทที่ 4

ผลการทดลอง

4.1 ผลหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมซลิกอนไดออกไซด์

ในการทดลองนี้ได้ทำการเตรียมซลิกอนไดออกไซด์จากแคลบโดยนำแคลบมาเผาที่อุณหภูมิ 600 °C – 1000 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อทำการหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมซลิกอนไดออกไซด์และใช้ความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริกตั้งแต่ 1, 2, 3 และ 4 โมลต่อลิตร เพื่อหาว่าความเข้มข้นใดเหมาะสมในการกำจัดสิ่งสกปรก แสดงผลดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 ผลึกที่ได้จากการเผาแคลบที่อุณหภูมิต่าง ๆ

อุณหภูมิ (°C)	ความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริก (โมลต่อลิตร)			
	1	2	3	4
600	ได้ผงสีดำและมี ผงสีขาวปน	ได้ผงสีดำและมี ผงสีขาวปน	ได้ผงสีขาวและมี ผงสีดำปน	ได้ผงสีขาวและมี ผงสีดำปน
700	ได้ผงสีขาวและมี ผงสีดำปน	ได้ผงสีขาวปนดำ	ได้ผงสีขาวปนดำ	ได้ผงสีดำปนขาว
800	ผงสีขาวปนสีดำ	ผงสีขาว	ผงสีขาว	ผงสีขาว
900	ผงสีขาว	ผงสีขาว	ผงสีขาว	ผงสีขาว
1000	ผงสีขาว	ผงสีขาว	ผงสีขาว	ผงสีขาว
1100	ผงสีขาว	ผงสีขาว	ผงสีขาว	ผงสีขาว

จากตารางที่ 4.1 พบว่าเมื่อแคลไซน์ที่ 900 1000 และ 1100 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมงและความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริกทุกความเข้มข้นได้ผงละเอียดสีขาว ส่วนที่ 800 °C ที่ความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริกเท่ากับ 1 โมลต่อลิตร ได้ผงขาวปนดำเล็กน้อยส่วนที่ความเข้มข้นกรดไฮโดรคลอริก 2, 3 และ 4 โมลต่อลิตร ได้ผงละเอียดสีขาวเหมือนกับการแคลไซน์ที่ 900, 1000 และ 1100 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นจึงนำสภาวะการแคลไซน์แคลบที่ 800 °C ดังกล่าวมาทำการเปรียบเทียบเวลาโดยเผาที่เวลา 1, 2, 3 และ 4 ชั่วโมง เพื่อหาเวลาที่เหมาะสมในการเผาตัวอย่างแคลบได้ผลแสดงดังตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 เปรียบเทียบเวลาที่ใช้ในการเผาเกลือที่ 800 °C ความเข้มข้นของกรด ไฮโดรคลอริก 2M

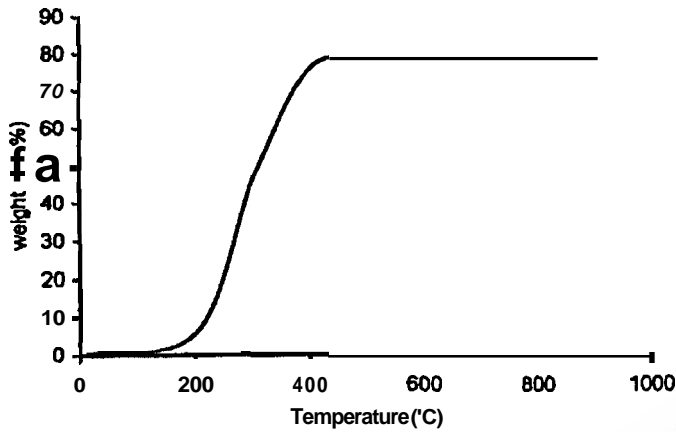
เวลา (ชั่วโมง)	อุณหภูมิ 800 °C
1	เป็นเกล็ดสีขาว มีสีดำปน
2	เป็นผงสีขาว
3	เป็นผงสีขาว
4	เป็นผงสีขาว

สรุปได้ว่าสถานะที่เหมาะสมคือนำเกล็ดมาล้างด้วยกรดไฮโดรคลอริกที่มีความเข้มข้น 2 โมลต่อลิตรและนำมาเผาที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมงจะได้ผงละเอียดสีขาวที่คาดว่าจะเป็ผงซิลิกอนไดออกไซด์

4.2 ผลการวิเคราะห์เกลือโดยการสลายตัวทางความร้อน

ในงานวิจัยนี้จะใช้เครื่อง TGA-7 ของ Perkin Elmer โดยผลที่ได้จากเทอร์โมแกรมแสดงถึงช่วงอุณหภูมิของการสูญเสียน้ำหนักของสารกับเปอร์เซ็นต์ของการสูญเสียน้ำหนักของสาร ดังรูปที่ 4.1

Parameter	Condition
Final Temp 800 °C	End Condition Load Temp.
Start Temp 50 °C	Load Temp 50 °C
Scanning Rate 20 °C/min	Go to Temp Rate 100.0 °C/min
Sample Weight 10-20 mg	



รูปที่ 4.1 TGA เทอร์โมแกรมของเกลบตัวอย่าง

จากรูปที่ 4.1 เป็นเทอร์โมแกรมของเกลบตัวอย่างจากเครื่องวัดการสลายตัวทางความร้อน แสดงน้ำหนักที่สูญเสียไปของเกลบข้าวกับอุณหภูมิ น้ำหนักที่สูญเสียไปของเกลบข้าวกับอุณหภูมิ น้ำหนักของเกลบจะคงที่ที่อุณหภูมิ 500 °C น้ำหนักของเกลบจะสูญหายไปประมาณ 78 % หมายความว่าหลังจากการเผาไหม้เกลบข้าวยังคงเหลือขี้เถ้าประมาณ 22 % และโลหะเจือปนและน้ำ ส่วนหนักที่สูญหายไปประมาณ 78 % เป็น H₂O และ CO₂ ภายใต้ความดันบรรยากาศ

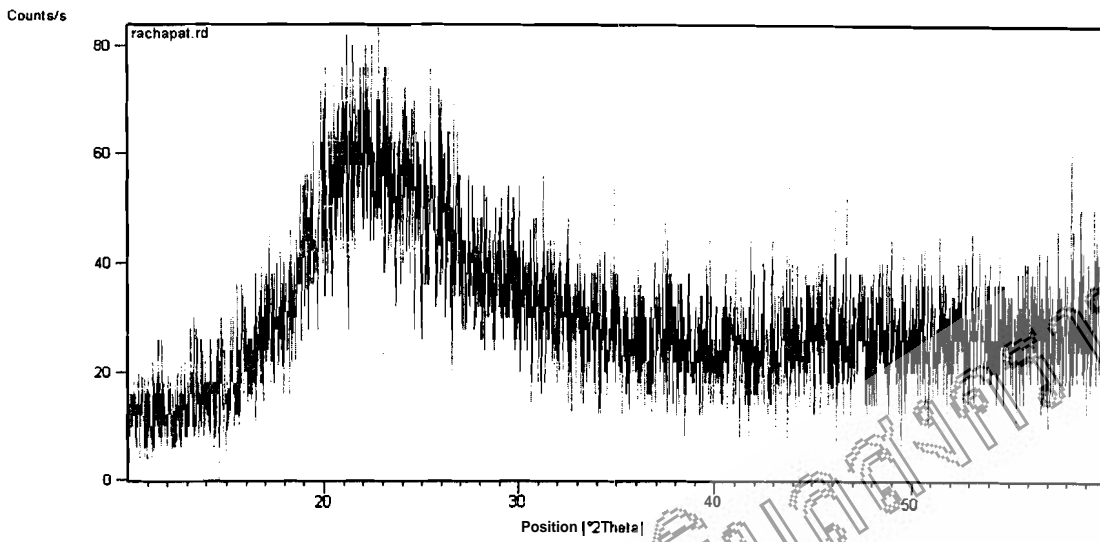
4.3 การตรวจหาโครงสร้างของผงซิลิกอนไดออกไซด์ที่เตรียมได้ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์

ทำการตรวจสอบหาโครงสร้างของแถบแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700, 800, 900 1000 และ 1100 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ว่ามีโครงสร้างเป็นอย่างไรด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ ภายใต้สภาวะเงื่อนไขที่กำหนด

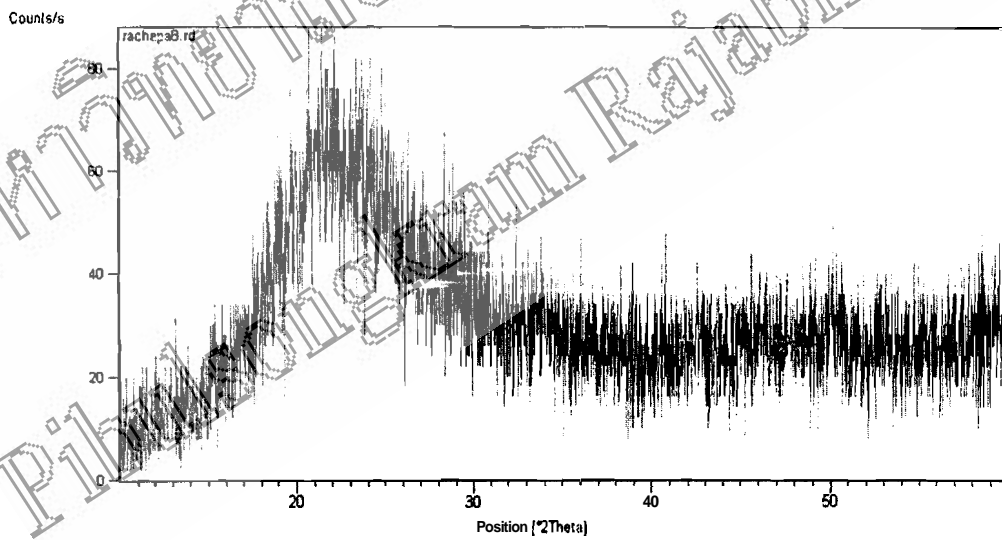
Measure Condition

Target	=	Cu
Chart Speed	=	20 °C/min ⁻¹
Sensitive	=	1
Lower	=	0.05 m
Gain	=	10 ² m
Meter Range	=	10 ⁴ nm
Start Angle	=	0°
Stop Angle	=	60°

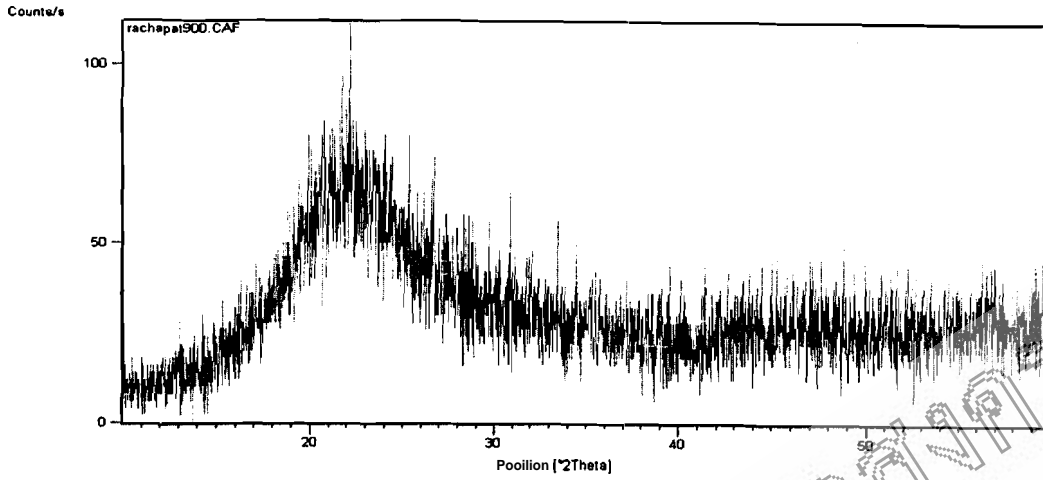
การตรวจสอบ โดยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์จะได้ diffraction pattern ดังรูปที่ 4.1-4.4 เมื่อนำไปเปรียบเทียบกับ diffraction pattern มาตรฐานจะเห็นว่า diffraction pattern ของซิลิกอนไดออกไซด์ที่เตรียมเป็นผงซิลิกอนไดออกไซด์ที่มีลักษณะเป็นอสัณฐานไม่เป็นผลึกเพราะเมื่อพิจารณาจาก diffraction pattern ของสารตัวอย่างจะได้พีก (peak) ที่กว้างและต่ำ 1 พีกเท่านั้น



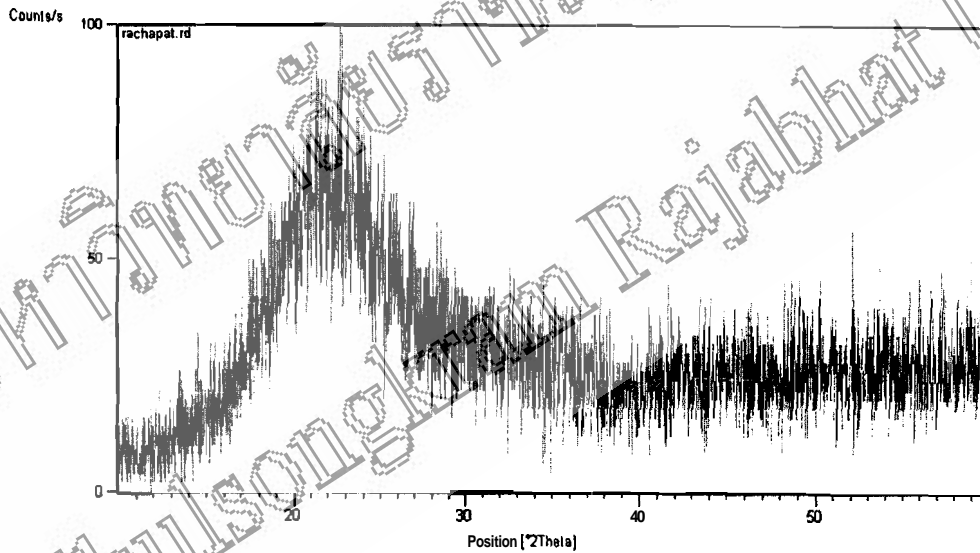
รูปที่ 4.2 XRD pattern ของแคลสที่เผาที่อุณหภูมิ 700 °C นาน 2 ชั่วโมง



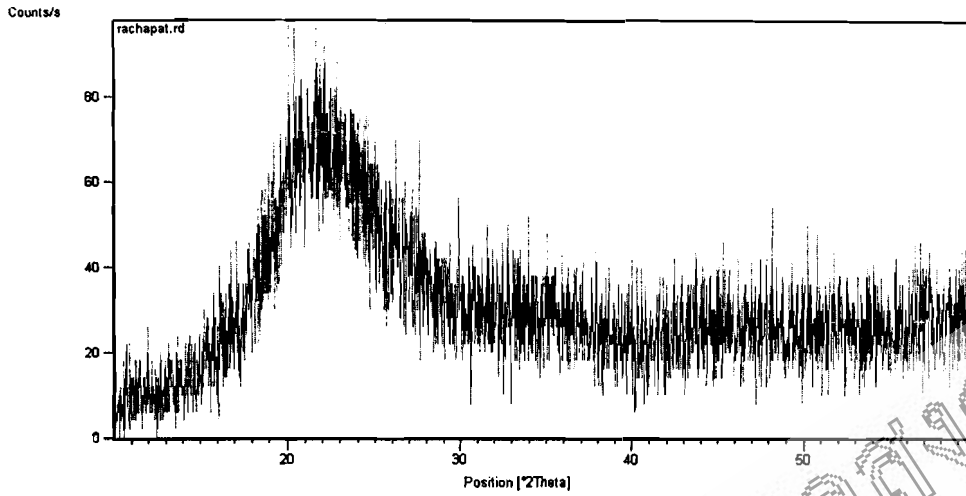
รูปที่ 4.3 XRD pattern ของแคลสที่เผาที่อุณหภูมิ 800 °C นาน 2 ชั่วโมง



รูปที่ 4.4 XRD pattern ของแกลบที่เผาที่อุณหภูมิ 900 °C นาน 2 ชั่วโมง



รูปที่ 4.5 XRD pattern ของแกลบที่เผาที่อุณหภูมิ 1000 °C นาน 2 ชั่วโมง

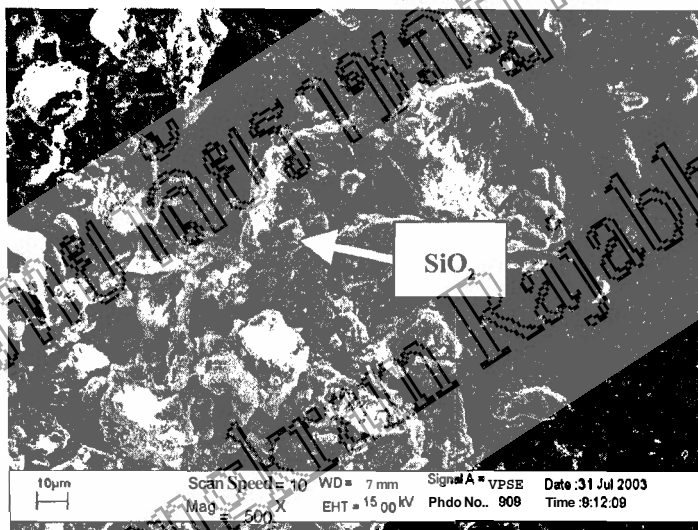


รูปที่ 4.6 XRD pattern ของเกลบที่เผาที่อุณหภูมิ 1100 °C นาน 2 ชั่วโมง

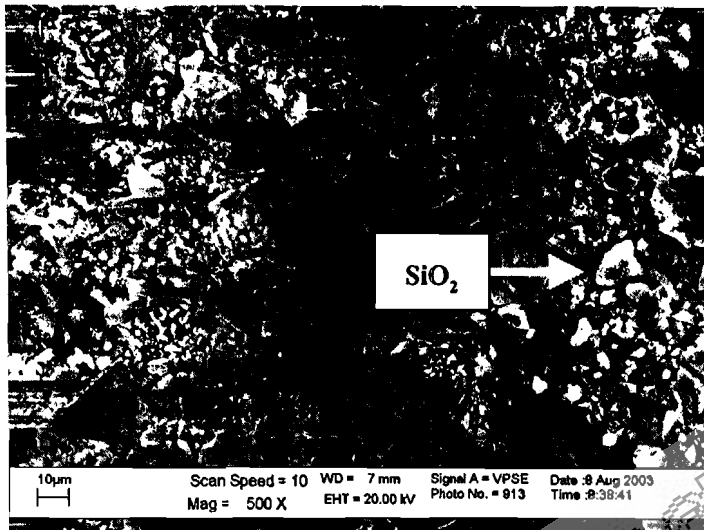
มหาวิทยาลัยราชภัฏพิบูลสงคราม
Pibulsongkram Rajabhat University

4.4 ผลการวิเคราะห์โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดเพื่อหารูปปร่างลักษณะของผงซิลิกอนไดออกไซด์

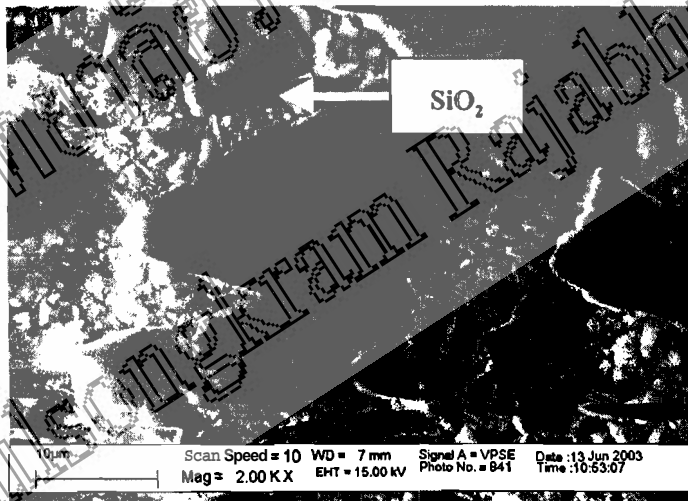
ลักษณะโครงสร้างขนาดเล็ก (microstructure) ของผงซิลิกอนไดออกไซด์ที่เผาที่ 700, 800, 900, 1000 และ 1100 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดยี่ห้อ LEO รุ่น 1450 VP จากประเทศสหราชอาณาจักร ได้ผลแสดงดังรูปที่ 4.7-4.11 ผงที่เตรียมได้มาส่งดูพื้นผิวและหารูปปร่างลักษณะ (morphology) ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่าผงซิลิกอนไดออกไซด์ที่เตรียมได้ทุกอุณหภูมิของการแคลไซน์จะได้โครงสร้างที่คล้ายกันทั้ง 5 อุณหภูมิ ประกอบไปด้วยอนุภาคที่มีการกระจายขนาดของอนุภาคไม่สม่ำเสมอและเกาะกันเป็นกลุ่มก้อน (agglomerate) อาจเนื่องมาจากอนุภาคของผงซิลิกอนไดออกไซด์ที่เตรียมได้มีขนาดเล็กมาก [13]



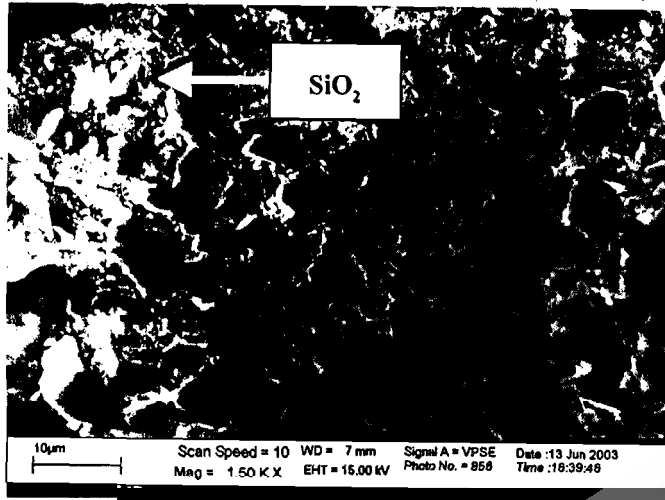
รูปที่ 4.7 รูปปร่างลักษณะของผงซิลิกอนไดออกไซด์ที่เผาที่ 700 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



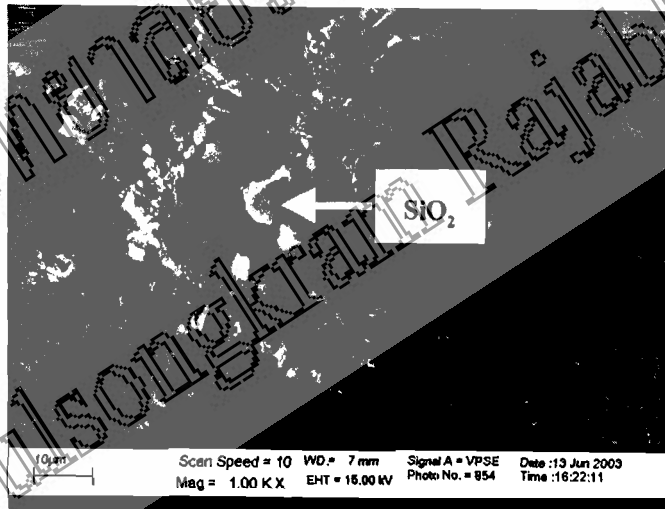
รูปที่ 4.8 รูปร่างลักษณะของผงซิลิกอนไดออกไซด์ที่เผาที่ 800°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



รูปที่ 4.9 รูปร่างลักษณะของผงซิลิกอนไดออกไซด์ที่เผาที่ 900°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



รูปที่ 4.10 รูปร่างลักษณะของผงซิลิกอนไดออกไซด์ที่เผาที่ 1000 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



รูปที่ 4.11 รูปร่างลักษณะของผงซิลิกอนไดออกไซด์ที่เผาที่ 1100 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

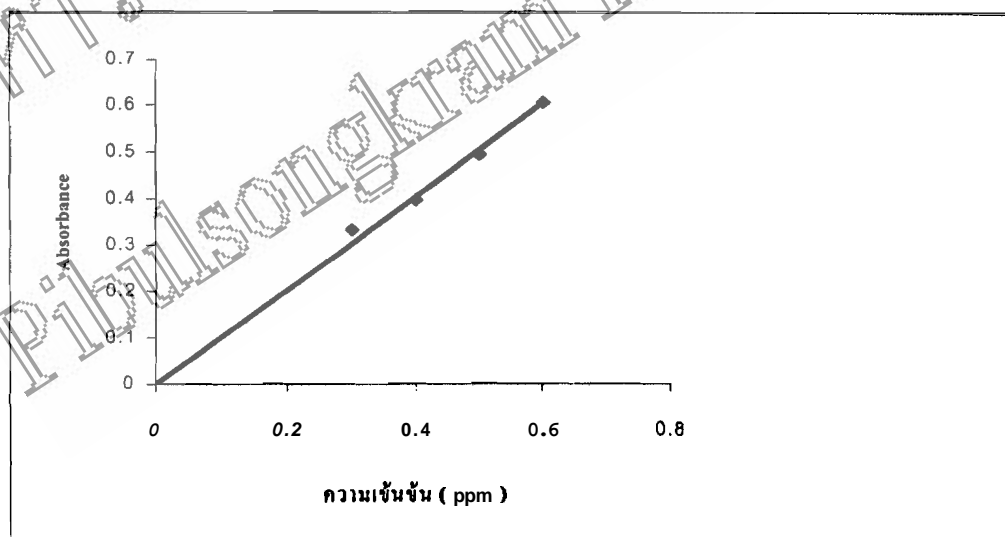
4.5 ผลการหาสารเจือปนในซิลิกอนไดออกไซด์ด้วยเครื่องวัดการดูดกลืนแสงโดยอะตอม

นำผงซิลิกอนไดออกไซด์ที่ได้จากการเผาที่อุณหภูมิ 700, 800, 900 1000 และ 1100 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มาหาโลหะที่เจือปนในผงซิลิกอนไดออกไซด์โดยเครื่องวัดการดูดกลืนแสงโดยอะตอม

4.5.1 กราฟมาตรฐานของการวิเคราะห์หาปริมาณแมกนีเซียม

ตารางที่ 4.3 ค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานแมกนีเซียมโดยวิธี AAS ที่ความยาวคลื่น 285.2 nm

ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานแมกนีเซียม (ppm)	ค่าการดูดกลืนแสง
0.3	0.3325
0.4	0.3974
0.5	0.4942
0.6	0.6054

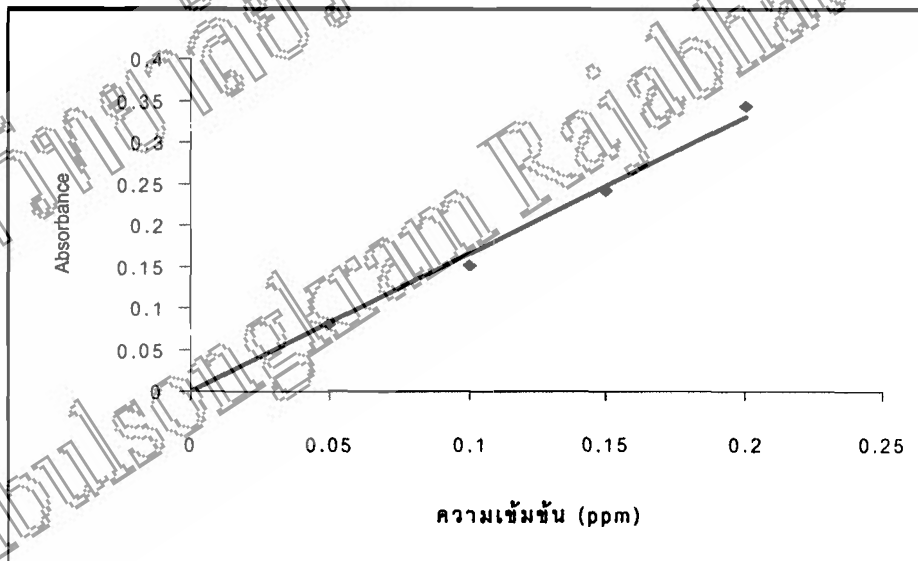


รูปที่ 4.12 กราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานแมกนีเซียม

4.5.2 กราฟมาตรฐานของการวิเคราะห์หาปริมาณโพแทสเซียม

ตารางที่ 4.4 ค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมโดยวิธี AAS ที่ความยาวคลื่น 766.5 nm

ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม (ppm)	ค่าการดูดกลืนแสง
0.05	0.0799
0.1	0.1504
0.15	0.2434
0.2	0.3445



รูปที่ 4.13 กราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม

ตารางที่ 4.4 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณสารเจือปนในสารตัวอย่างซิลิกอนไดออกไซด์โดยวิธี AAS

แถบเผาที่ (°C)	ความเข้มข้นธาตุที่ทำการวิเคราะห์(ppm)						
	Cu	Na	Fe	Zn	Ca	Mg	K
700	ND	ND	ND	ND	ND	0.53	0.13
800	ND	ND	ND	ND	ND	0.36	0.12
900	ND	ND	ND	ND	ND	0.32	0.027
1000	ND	ND	ND	ND	ND	0.27	ND
1100	ND	ND	ND	ND	ND	0.21	ND

หมายเหตุ ND = Non detectable

มหาวิทยาลัยราชภัฏเทพสตรี
Pibulsongkram Rajabhat University

บทที่ 5

อภิปรายและสรุปผลการทดลอง

5.1 อภิปรายผลการทดลอง

ในงานวิจัยนี้เป็นการหาสภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการเตรียมผงซิลิกอนไดออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์สูงจากแคลบข้าวในจังหวัดพิษณุโลก โดยจะเลือกความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริกที่ใช้ย่อยและอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเผาเพื่อกำจัดสิ่งเจือปนในผงซิลิกอนไดออกไซด์ ซึ่งงานวิจัยนี้ใช้กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1, 2, 3 และ 4 โมลต่อลิตรตามลำดับ อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลบข้าว 600 °C, 700 °C, 800 °C, 900 °C, 1000 °C และ 1100 °C ตามลำดับดังตารางที่ 4.1 พบว่าที่ความเข้มข้นที่เหมาะสมที่สุดและอุณหภูมิที่เหมาะสมที่สุดคือที่ความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริก 2 โมลต่อลิตรและที่อุณหภูมิตั้งแต่ 800 °C ขึ้นไป เพราะผลที่ได้เป็นผงที่มีสีขาวบริสุทธิ์ เมื่อได้อุณหภูมิและความเข้มข้นที่เหมาะสมแล้ว จากนั้นทำการทดลองเพื่อหาเวลาที่เหมาะสมโดยทำการย่อยแคลบด้วยกรดไฮโดรคลอริก 2 โมลต่อลิตร เผาที่อุณหภูมิ 800 °C แต่ทำการเปรียบเทียบเวลาในการเผาโดยใช้เวลาในการเผา 1, 2, 3 และ 4 ชั่วโมงตามลำดับ พบว่าเวลาที่ได้ผงของซิลิกอนไดออกไซด์ที่บริสุทธิ์ไม่มีสิ่งเจือปนคือที่เวลา 2, 3 และ 4 ชั่วโมงตามลำดับ

จากการศึกษาผลการวิเคราะห์ทางความร้อนพบว่าน้ำหนักที่สูญเสียไปของแคลบข้าวเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นในช่วงแรกน้ำหนักของแคลบข้าวจะสูญเสียอย่างรวดเร็ว จนกระทั่งอุณหภูมิประมาณ 500 °C น้ำหนักของแคลบจะเริ่มคงที่ น้ำหนักของแคลบจะสูญหายไปประมาณ 78 % ซึ่งส่วนที่สูญหายไปจะประกอบด้วย H_2O , CO_2 และสารอินทรีย์อื่น ๆ หลังจากการวิเคราะห์ทางความร้อนของแคลบข้าวพบว่ายังคงเหลือซิลิกอนประมาณ 22 % และมีโลหะเจือปนอยู่เล็กน้อย

จากนั้นนำผงซิลิกอนไดออกไซด์ที่ได้จากการเตรียมที่สภาวะที่เหมาะสมต่าง ๆ คือที่อุณหภูมิ 700 °C, 800 °C, 900 °C, 1000 °C และ 1100 °C ความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริกที่ใช้ย่อยคือ 2 โมลต่อลิตร เวลาที่ใช้ในการเผา คือ 2 ชั่วโมง มาทำการตรวจหาคุณลักษณะดังนี้ศึกษาโครงสร้างของผงซิลิกอนไดออกไซด์ที่เตรียมได้ด้วยเทคนิค XRD เพื่อดูรูปผลึกว่าที่สภาวะต่าง ๆ รูปผลึกมีการเปลี่ยนแปลงไปอย่างไร ผลที่ได้ดังแสดงรูปที่ 4.2-4.6 ซึ่งผลจาก XRD pattern ของผงซิลิกอนไดออกไซด์ที่เตรียมได้ทุกอุณหภูมิของการเผาจะได้พิกมาตรฐานของซิลิกอนไดออกไซด์ จะขึ้นที่ $\theta = 28.5$ องศาแสดงว่าเป็นซิลิกอนไดออกไซด์ที่มีรูปร่างเป็นอสังฐานไม่มีโครงสร้างผลึก [11] จากนั้นนำผงที่เตรียมได้มาส่องดูพื้นผิวและหารูปร่างลักษณะ (morphology) ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดได้ผลดังรูปที่ 4.7-4.11 ผงซิลิกอนไดออกไซด์ที่เตรียมได้ทุกอุณหภูมิของการแคลไซน์จะได้โครงสร้างที่คล้ายกันทั้ง 5 อุณหภูมิ ประกอบไปด้วยอนุภาคที่มีการกระจาย

ขนาดของอนุภาคไม่สม่ำเสมอและเกาะกันเป็นกลุ่มก้อน (agglomerate) อาจเนื่องมาจากอนุภาคของผงซิลิกอนไดออกไซด์ที่เตรียมได้มีขนาดเล็กมาก [13] สำหรับการหาปริมาณสารที่เจือปนในซิลิกอนไดออกไซด์ที่เตรียมได้ด้วยวิธี AAS โดยทำการหาธาตุต่าง ๆ ดังนี้ Cu, Ca, Na, K, Zn, Mg, Fe ธาตุที่ตรวจพบมี 2 ธาตุ คือ K, Mg นอกนั้นตรวจไม่พบ เมื่อแคลไซน์เกลบจาก 700 -1100 °C พบว่าปริมาณของสิ่งเจือปนจะลดลงตามอุณหภูมิของการแคลไซน์สรุปได้ดังตารางที่ 5.1

ตารางที่ 5.1 ความบริสุทธิ์ของผงซิลิกอนไดออกไซด์ที่เตรียมได้กับอุณหภูมิ

อุณหภูมิ (°C)	% ความบริสุทธิ์
700	99.14
800	99.64
900	99.68
1000	99.73
1100	99.79

จากตารางที่ 5.1 พบว่าผงซิลิกอนไดออกไซด์ที่เตรียมจะมีความบริสุทธิ์เมื่อทำการแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงจากการทดลองได้เปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์สูงสุดเท่ากับ 99.79 ที่อุณหภูมิ 1100 °C

5.2 สรุปผลการทดลอง

จากการหาสภาวะที่เหมาะสมในการผงซิลิกอนไดออกไซด์ซึ่งได้สภาวะที่เหมาะสมคือแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C เวลา 2 ชั่วโมง ความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริกที่ใช้ย่อยคือ 2 โมลต่อลิตร เพราะที่สภาวะดังกล่าวผงซิลิกอนไดออกไซด์ที่ได้มีสีขาวบริสุทธิ์ ไม่มีเถ้าสีดำเจือปนที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นอุณหภูมิที่ต่ำที่สุดที่ให้ผงซิลิกอนไดออกไซด์ ซึ่งที่อุณหภูมิสูงกว่านี้ก็ได้ผงสีขาวเช่นกันแต่ที่เลือกอุณหภูมิที่ต่ำนี้เพราะว่าการเผาที่อุณหภูมิต่ำ ๆ จะช่วยประหยัดพลังงานได้ด้วย จึงเลือกอุณหภูมิที่ 800 °C เป็นอุณหภูมิที่เหมาะสมที่สุดและเมื่อนำผงซิลิกอนไดออกไซด์ที่ได้จากการเตรียมมาตรวจหาคุณสมบัติโดยดูโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD และส่องดูพื้นที่ผิวโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่าซิลิกอนไดออกไซด์ที่ได้นั้นเป็นซิลิกอนออสฐาน

จากงานวิจัยที่ได้นำเสนอนี้จะเห็นว่าการเตรียมซิลิกอนไดออกไซด์จากแคลบข้าวทำให้เกิดประโยชน์และคุณค่าต่อการนำวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตรมาใช้

5.3 ข้อเสนอแนะ

1. ก่อนการเคลือบ ควรแยกเอาสิ่งเจือปนออกก่อน เช่น การแช่ในน้ำ
2. ในการเคลือบ ไม่ควรปิดฝาด้วยฝาควรเปิดฝาไว้เพื่อให้ความร้อนเข้าไปทั่วถึง และทำปฏิกิริยากับออกซิเจนได้ดี
3. สำหรับงานวิจัยต่อไปควรมุ่งผลิตคอนไดออกไซด์ที่เตรียมได้ไปศึกษาการนำไปใช้ประโยชน์เป็นตัวกรอง สารดูดซับและบางครั้งยังใช้เป็นสารตั้งต้นในการผลิตกระดาษทราย แผ่นใยแก้วและในอุตสาหกรรมอีกมากมาย

มหาวิทยาลัยราชภัฏพิบูลสงคราม
Pibulsongkram Rajabhat University

เอกสารอ้างอิง

1. Yalcin, N. and Sevinc, V., Studies on silica obtained from rice husk, *Ceram. Inter.*, 27(2001) 219-224.
2. ศุภกร ภูเกตุสิน: ระยะเวลาพักตร์ นีระพจน์ การเตรียมซิลิกอนไดออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์จาก แกลบข้าว, *วารสารคณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี, สถาบันราชภัฏอุบลราชธานี* (2545) 40-45.
3. Andreoli, M., Luca, G. T. and Miyamaru, E. S., Characteristics of rice husks for chlorination reaction, *Mater. Lett.*, 44(2000)294-298.
4. Hamdam, H., Mohd Muhid, M. N., Endud, S. and Listiorini, E., Si MAS NMR, XRD and FESEM studies of rice husk silica for the synthesis of zeolites, *J. of Non Cryst. Solids*, 211 (1997) 126-131.
5. ชุตินา ศรีวิบูลย์, *เคมีวิเคราะห์, คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยรามคำแหง*, 2536.
6. บัณฑิต สีละศาสตร์, *เอกสารประกอบการประชุมเชิงปฏิบัติการเคมีวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือ, คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่*, 2539.
7. Cullity, B. D., *Element of X-ray diffraction*, Addison-Wesley, New York, 1967.
8. เสาวรจน์ ช่างจตุรงค์, *วัสดุศาสตร์มูลฐาน, จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, พิมพ์ครั้งที่ 2*, 2543.
9. เวลัน นพินิตย์, *จุลทรรศน์อิเล็กตรอน, คณะวิทยาศาสตร์, มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์*, 2534.
10. พิทักษ์ อยู่มี, *การเตรียมผงแบเรียมดีตามันที่มีความบริสุทธิ์สูงโดยวิธีซอลเจล, วิทยานิพนธ์, มหาวิทยาลัยเชียงใหม่*, 2535.
11. Wendlen, W. W., *Thermal methods of analysis*, 2nd, 19(1974).
12. James, J. and Subba Rao, M., Silica from rice husk through thermal decomposition, *Thermochimica Acta.*, 97(1986)329-336.
13. Della, V. P., Kuhn, I. And Hotza, D., Rice husk ash as an alternative source for active silica production, *Mater. Lett.*, 57(2002)818-821.
14. Krishnarao, R. V., Studies on the formation of black particles in rice husk silica ash, *J. of the European Ceram. Society*, 21(2001)99-104.
15. เรวัณน์ เหล่าไพบุตย์, *การวิเคราะห์เชิงปริมาณของซิลิกอนไดออกไซด์ในแกลบข้าวเหนียวดำ จากจังหวัดอุบลราชธานี, วารสารวิชาการอุบลราชธานี ฉบับที่ 1*, 2545.

16. Riveros, H. and Garza, C., Rice husks as a source of high purity silica, *J. of Crys. Growth*, 75 (1986)126-131.
17. Huang, S., Jing, S., Wang, J., Wang, Z and Jin, Y., Silica white obtained from rice husk in a fluidized bed, *Powder Techno.*, 117(2001)232-238.

มหาวิทยาลัยราชภัฏพระนคร
Pibulsongkram Rajabhat University

ประวัติผู้ทำวิจัย

ชื่อ นายพิทักษ์ อยู่มี
 วัน เดือนปีเกิด 7 สิงหาคม 2512
 ตำแหน่งปัจจุบัน อาจารย์ 1 ระดับ 5 มหาวิทยาลัยราชภัฏพิบูลสงคราม
 ประวัติการศึกษา

ปีที่จบการศึกษา	ระดับ	อักษรย่อและชื่อเต็ม	สาขาวิชา	ชื่อสถาบัน
2534	ป.ตรี	วิทยาศาสตร์บัณฑิต	เคมี	มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
2538	ป.โท	วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต	เคมี	มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
2546	ป.เอก	วิทยาศาสตรดุษฎีบัณฑิต	เคมี	มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

งานวิจัย

- การสังเคราะห์แบเรียมดีทاناتโดยวิธีซอล-เจล ปีที่พิมพ์ 2538 เป็นหัวหน้าโครงการ และเผยแพร่ลงในวารสารและงานประชุมวิชาการดังนี้
 Yoomee, P., Tunkasiri, T., Rujijanagul, G. and Phanichaphant, S., Synthesis of barium titanate powders by sol-gel method. *J. Sci. Fac. CMU.*, 2000, **27**(1) 14-23,
 Yoomee, P., Rujijanagul, G., Ananta, S. and Phanichaphant, S., Phase and morphology investigation of BaTiO₃ powders prepared by a sol-gel route. *7th Asia-Pacific Electron Microscopy Conference*, Singapore, 26-30 June 2000.
- การหาปริมาณตะกั่วในน้ำมันเชื้อเพลิงในเขตจังหวัดพิษณุโลก ปีที่พิมพ์ 2540 เป็นหัวหน้าโครงการ
- การสังเคราะห์ผงเลดไอรอนไนโอเบตโดยวิธีออกซาเลตแบบใหม่ ปีที่พิมพ์ 2546 เป็นหัวหน้าโครงการ และเผยแพร่ลงในวารสารและงานประชุมวิชาการดังนี้
 Yoomee, P., Ananta, S. and Phanichaphant, S., Microstructure of lead iron niobate powders synthesized by partial oxalate *J. E. M. S. T.*, 2002, **16**, 125-126.
 Yoomee, P., Ananta, S. and Phanichaphant, S., SEM and XRD investigations of effect of sintering time on phase and morphology of iron niobate ceramic. *J. E. M. S. T.*, 2001, **15**, 93-94.

Yoomee, P., Phanichaphant, S., Ananta, S. and Heimann, R. B., Novel oxalate route to high quality iron niobate fine powders. *Ceram. Forum Int. /DKG*, 2001, **78**, E48-E51.

Yoomee, P., Ananta, S. and Phanichaphant, S., Microstructure of lead iron niobate powders synthesized by partial oxalate. *3rd ASEAN Microscopy Conference and 19th Annual Conference of Electron Microscopy Society of Thailand*, 30-1 February 2002.

Yoomee, P., Ananta, S. and Phanichaphant, S., Characterization of perovskite lead iron niobate powders synthesized by partial oxalate method. *The 8th International Conferences on Ceramic Processing Science*, Germany, 2-5 September 2002.

มหาวิทยาลัยราชภัฏรำไพพรรณี
Pibulsongkram Rajabhat University