

บทที่ 3 วิธีดำเนินการทดลอง

3.1 การเตรียมแก้วตัวอย่าง

แก้วตัวอย่างเตรียมจากสูตร $(65-x)\text{SiO}_2 : 25\text{Na}_2\text{O} : 10\text{CaO} : x\text{Cr}_2\text{O}_3$ โดยเจือปริมาณโครเมียมที่ 0.00, 0.01, 0.02, 0.03, 0.04 และ 0.05 mol% ด้วยวิธีการลดอุณหภูมิลงอย่างรวดเร็ว (normal melt-quenching technique) สารเคมีที่ใช้ในการหลอมมีดังนี้คือ ซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO_2) เข้มข้น 99.99%, โซเดียมออกไซด์ (Na_2O) เข้มข้น 99.99% แคลเซียมออกไซด์ (CaO) เข้มข้น 99.99% และโครเมียมออกไซด์ (Cr_2O_3) เข้มข้น 99.99% ซึ่งในขั้นตอนแรกต้องชั่งสารเคมีก่อนนำมาหลอม ซึ่งในที่นี้จะยกตัวอย่างการชั่งสารเคมีแต่ละชนิดเมื่อเจือโครเมียมที่ปริมาณ 0.01 mol% สูตรแก้วตัวอย่างเมื่อเจือโครเมียมออกไซด์ที่ 0.01 mol% คือ $64.99\text{SiO}_2 : 25\text{Na}_2\text{O} : 10\text{CaO} : 0.01\text{Cr}_2\text{O}_3$ น้ำหนักโมเลกุลของสารเคมีแสดงดังต่อไปนี้

SiO_2	=	60.0843 g/mol	Na_2O	=	61.9790 g/mol
CaO	=	56.0774 g/mol	Cr_2O_3	=	151.9904 g/mol

ดังนั้น น้ำหนักโมเลกุลของแก้วจะได้

$$(60.0843 \times 0.6499) + (61.9790 \times 0.25) + (56.0774 \times 0.10) + (151.9904 \times 0.0001) = 60.1665 \text{ g/mol}$$

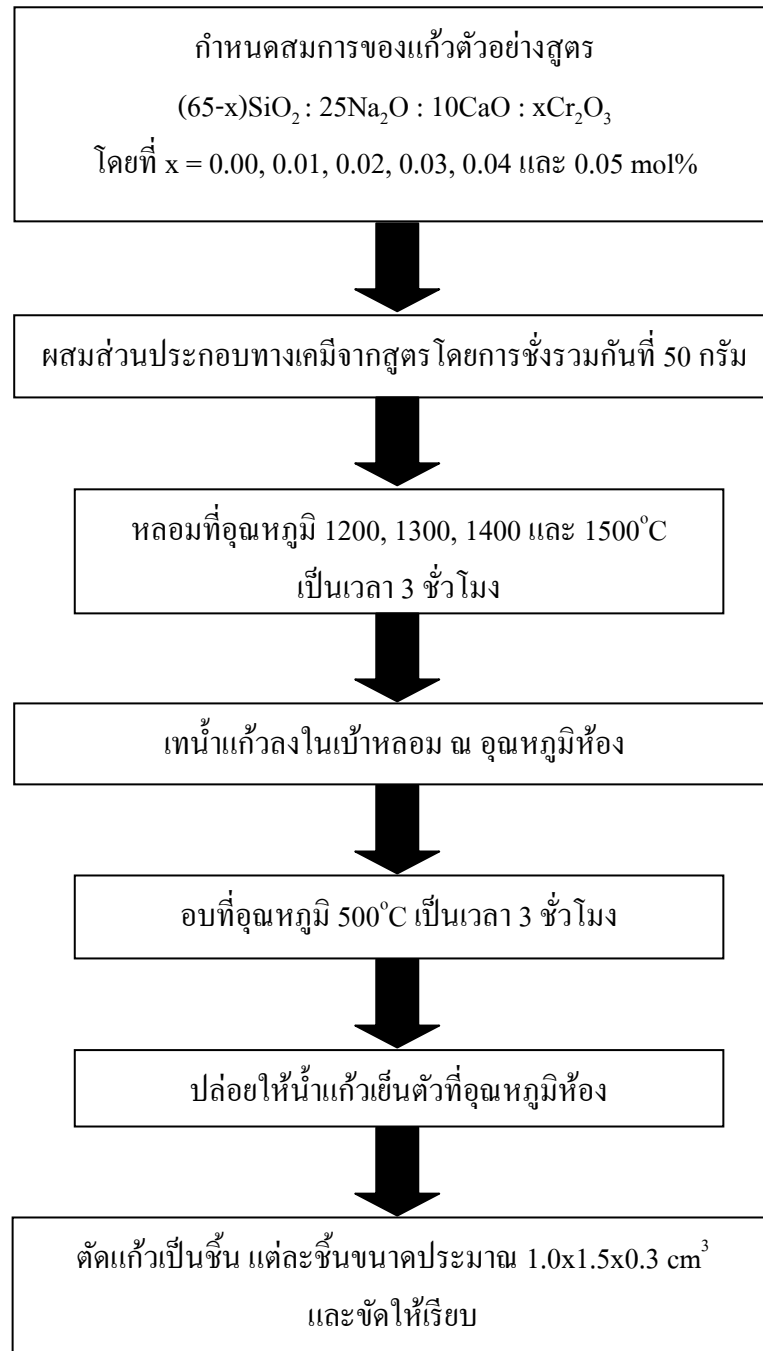
ซึ่งในงานวิจัยนี้ได้เตรียมแก้วที่ขนาด 50 ดังนั้นจะต้องชั่งสารดังนี้

SiO_2	=	$(50 \times 39.0487)/60.1665$	=	32.4505 g
Na_2O	=	$(50 \times 15.4948)/60.1665$	=	12.8766 g
CaO	=	$(50 \times 5.6077)/60.1665$	=	4.6602 g
Cr_2O_3	=	$(50 \times 0.0152)/60.1665$	=	0.0126 g

จากนั้นนำสารเคมีทั้งหมดมาผสมกันในอุณหภูมิครุซีเบลและหลอมในเตาหลอมไฟฟ้าที่อุณหภูมิต่างๆ คือ 1200, 1300, 1400 และ 1500°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ต่อมานำแก้วที่หลอมได้เทลงสแตนเลสโมลด์อย่างรวดเร็ว และอบที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง หลังจากนั้นปล่อยให้เย็นตัวลงที่อุณหภูมิห้อง และนำแก้วตัวอย่างมาตัดให้มีขนาดประมาณ $1.0 \times 1.5 \times 0.3 \text{ cm}^3$ พร้อมขัดให้เรียบ ขั้นตอนการเตรียมแก้วแสดงดังรูปที่ 3.1 องค์กรประกอบทางเคมีของแก้วตัวอย่างแสดงดังตารางที่ 3.1 เตาหลอมไฟฟ้าและเตาอบไฟฟ้าแสดงดังรูปที่ 3.2 และ 3.3 ตามลำดับ

ตารางที่ 3.1 องค์ประกอบทางเคมีของแก้วตัวอย่าง

อุณหภูมิ (°C)	รหัสตัวอย่าง แก้ว	โครเมียมออกไซด์ (mol%)	สารประกอบในแก้วตัวอย่าง (mol%)
1200	T12Cr0	0.00	65SiO ₂ : 25Na ₂ O : 10CaO
	T12Cr1	0.01	64.99SiO ₂ : 25Na ₂ O : 10CaO : 0.01Cr ₂ O ₃
	T12Cr2	0.02	64.98SiO ₂ : 25Na ₂ O : 10CaO : 0.02Cr ₂ O ₃
	T12Cr3	0.03	64.97SiO ₂ : 25Na ₂ O : 10CaO : 0.03Cr ₂ O ₃
	T12Cr4	0.04	64.96SiO ₂ : 25Na ₂ O : 10CaO : 0.04Cr ₂ O ₃
	T12Cr5	0.05	64.95SiO ₂ : 25Na ₂ O : 10CaO : 0.05Cr ₂ O ₃
1300	T13Cr0	0.00	65SiO ₂ : 25Na ₂ O : 10CaO
	T13Cr1	0.01	64.99SiO ₂ : 25Na ₂ O : 10CaO : 0.01Cr ₂ O ₃
	T13Cr2	0.02	64.98SiO ₂ : 25Na ₂ O : 10CaO : 0.02Cr ₂ O ₃
	T13Cr3	0.03	64.97SiO ₂ : 25Na ₂ O : 10CaO : 0.03Cr ₂ O ₃
	T13Cr4	0.04	64.96SiO ₂ : 25Na ₂ O : 10CaO : 0.04Cr ₂ O ₃
	T13Cr5	0.05	64.95SiO ₂ : 25Na ₂ O : 10CaO : 0.05Cr ₂ O ₃
1400	T14Cr0	0.00	65SiO ₂ : 25Na ₂ O : 10CaO
	T14Cr1	0.01	64.99SiO ₂ : 25Na ₂ O : 10CaO : 0.01Cr ₂ O ₃
	T14Cr2	0.02	64.98SiO ₂ : 25Na ₂ O : 10CaO : 0.02Cr ₂ O ₃
	T14Cr3	0.03	64.97SiO ₂ : 25Na ₂ O : 10CaO : 0.03Cr ₂ O ₃
	T14Cr4	0.04	64.96SiO ₂ : 25Na ₂ O : 10CaO : 0.04Cr ₂ O ₃
	T14Cr5	0.05	64.95SiO ₂ : 25Na ₂ O : 10CaO : 0.05Cr ₂ O ₃
1500	T15Cr0	0.00	65SiO ₂ : 25Na ₂ O : 10CaO
	T15Cr1	0.01	64.99SiO ₂ : 25Na ₂ O : 10CaO : 0.01Cr ₂ O ₃
	T15Cr2	0.02	64.98SiO ₂ : 25Na ₂ O : 10CaO : 0.02Cr ₂ O ₃
	T15Cr3	0.03	64.97SiO ₂ : 25Na ₂ O : 10CaO : 0.03Cr ₂ O ₃
	T15Cr4	0.04	64.96SiO ₂ : 25Na ₂ O : 10CaO : 0.04Cr ₂ O ₃
	T15Cr5	0.05	64.95SiO ₂ : 25Na ₂ O : 10CaO : 0.05Cr ₂ O ₃



รูปที่ 3.1 แผนภาพแสดงขั้นตอนการเตรียมแก้วตัวอย่าง



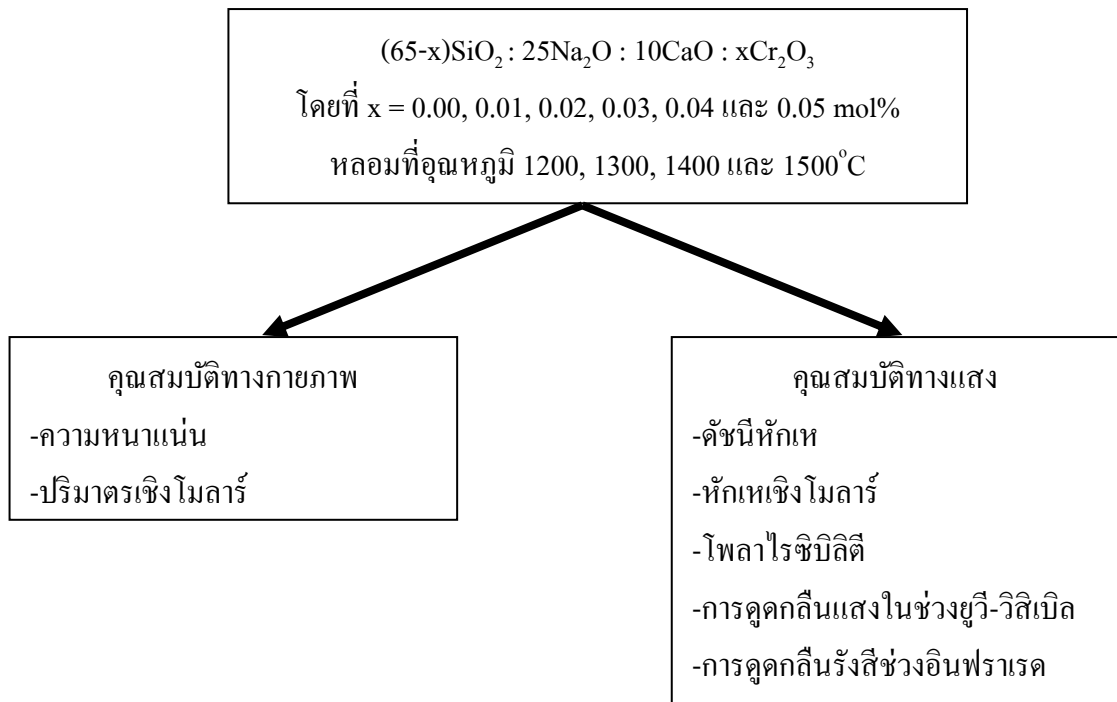
รูปที่ 3.2 เตาหลอมไฟฟ้าอุณหภูมิสูง



รูปที่ 3.3 เตาอบไฟฟ้าอุณหภูมิสูง

3.2 การวัดคุณสมบัติทางกายภาพและทางแสงของแก้วตัวอย่าง

เทคนิคการวัดทางกายภาพและทางแสงของแก้วตัวอย่างในงานวิจัยนี้ ได้แก่ ความหนาแน่น วัดจากเครื่องชั่งสาร 4 ตำแหน่ง โดยใช้หลักการของอะคิมิดีสต์ ค่าดัชนีหักเห วัดได้จากเครื่องวัดค่าดัชนีหักเหแสง ค่าการดูดกลืนแสงวัดได้จากเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ และดูการจับกันของพันธะจากเครื่องเอทีอาร์เอฟทีไออาร์สเปกโตรมิเตอร์ ซึ่งขั้นตอนการวิเคราะห์ค่าทางกายภาพและทางแสงแสดงดังรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 แผนภาพแสดงขั้นตอนการวิเคราะห์ค่าทางกายภาพและทางแสงของแก้วตัวอย่าง

3.2.1 การวัดความหนาแน่น

การวัดความหนาแน่นอาศัยหลักการแทนที่น้ำของ Archimedes กล่าวคือ “ปริมาตรของวัตถุส่วนที่จมลงในน้ำย่อมเท่ากับปริมาตร ของน้ำที่ถูกแทนที่ด้วยวัตถุ” หรือ “น้ำหนักของวัตถุที่หายไปในน้ำจะเท่ากับน้ำหนักของน้ำที่ถูกวัตถุนั้นแทนที่” การหาความหนาแน่นสามารถคำนวณได้จากปริมาตรของน้ำที่ถูกแทนที่ โดยการชั่งน้ำหนักของวัตถุในอากาศ และชั่งน้ำหนักของวัตถุนั้นในน้ำหรือของเหลวที่ทราบความหนาแน่น น้ำหนักที่หายไป $\Delta W = (W_{\text{air}} - W_{\text{liq}})$ จะเท่ากับ น้ำหนักของน้ำที่ถูกแทนที่ ปริมาตรของวัตถุจะเท่ากับปริมาตรของน้ำที่ถูกแทนที่คือ $\Delta W/\rho_{\text{liq}}$ เพราะฉะนั้นความหนาแน่นของวัตถุสามารถหาได้โดยสมการที่ 3.1

$$\rho_{\text{sample}} = \left(\frac{W_{\text{air}}}{W_{\text{air}} - W_{\text{liq}}} \right) \times \rho_{\text{liquid}} \quad (3.1)$$

ซึ่งวิธีนี้โดยทั่วไปมีความคลาดเคลื่อนประมาณ +/- 0.001 g/cm³

โดยที่	W_{air}	=	น้ำหนักของตัวอย่างแก้วในอากาศ (g)
	W_{liq}	=	น้ำหนักของตัวอย่างแก้วในน้ำ (g)
	$W_{\text{air}} - W_{\text{liq}}$	=	น้ำหนักที่หายไปในน้ำ (g)
	ρ	=	ความหนาแน่นของแก้วตัวอย่าง (g/cm ³)
	ρ_{liq}	=	ความหนาแน่นของน้ำ (g/cm ³)

ค่าปริมาตรเชิงโมลาร์ (V_m) สามารถคำนวณได้จากน้ำหนักโมเลกุล (M_T) และความหนาแน่น (ρ) ดังสมการที่ 3.2

$$V_m = \frac{M_T}{\rho} \quad (3.2)$$

โดยที่	$M_T = X_{\text{SiO}_2} Z_{\text{SiO}_2} + X_{\text{Na}_2\text{O}} Z_{\text{Na}_2\text{O}} + X_{\text{CaO}} Z_{\text{CaO}} + X_{\text{Cr}_2\text{O}_3} Z_{\text{Cr}_2\text{O}_3}$
เมื่อ	$X_{\text{SiO}_2}, X_{\text{Na}_2\text{O}}, X_{\text{CaO}}, X_{\text{Cr}_2\text{O}_3}$ คือ สัดส่วนโมล
	$Z_{\text{SiO}_2}, Z_{\text{Na}_2\text{O}}, Z_{\text{CaO}}, Z_{\text{Cr}_2\text{O}_3}$ คือ น้ำหนักโมเลกุล



รูปที่ 3.5 เครื่องชั่งสารทศนิยม 4 ตำแหน่ง

3.2.2 การวัดดัชนีหักเห

การวัดค่าดัชนีหักเหสามารถวัดได้จากเครื่อง Abbe refractometer รุ่น 3T ดังรูปที่ 3.6 โดยมีแหล่งกำเนิดแสง คือ โซเดียม ซึ่งมีความยาวคลื่น 589.3 นาโนเมตร การทดสอบเริ่มจากการสอบเทียบเครื่องจากแก้วมาตรฐานที่ทราบค่าดัชนีหักเหที่แน่นอน คือ 1.5162 ในการวางแก้วมาตรฐานบนปริซึม

ต้องมีโมโนโบรโมแนฟทาลิน (mono-bromonaphthalene) เพื่อป้องกันการสัมผัสของปริซึมและแก้ว โดยจะเห็นภาพระหว่างขอบมืดและขอบสว่าง ในการปรับขอบมืดสว่างให้ชัดเจนเราต้องปรับปุ่ม compensating dial เพื่อให้ได้ขอบที่คมชัด ในการอ่านค่าจากเครื่อง refractometer เราต้องเลื่อนรอยต่อให้ตรงกับจุดตัดของเส้น hairline ในจอภาพพอดี ซึ่งจะอ่านค่าได้ละเอียดสูงสุดเป็นทศนิยม 4 ตำแหน่ง หลังจากสอบเทียบเครื่องเรียบร้อยแล้ว ให้นำแก้วตัวอย่างทดสอบเช่นเดิมอีกครั้งจนได้ค่าดัชนีหักเหของแก้วตัวอย่างออกมา

ค่าดัชนีหักเหสามารถนำมาคำนวณค่าหักเหเชิงโมล (molar refraction) โดยใช้สมการของ Volf, Lorentz and Lorentz ดังสมการที่ 3.3

$$R_m = \left(\frac{n^2 - 1}{n^2 + 2} \right) \left(\frac{M}{\rho} \right) \quad (3.3)$$

โดยที่ n = ดัชนีหักเหที่ความยาวคลื่น 589.3 nm

ρ = ความหนาแน่น (g/cm³)

M = น้ำหนักโมเลกุล (g)

R_m = ค่าหักเหเชิงโมล

ค่าดัชนีหักเหเชิงโมลาร์สามารถนำมาคำนวณค่าโพลาไรซิบิลิตีจากความสัมพันธ์สมการที่ 3.4

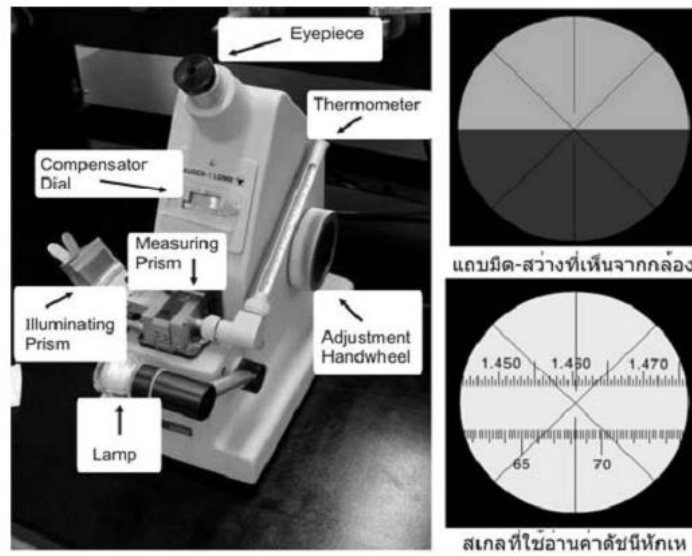
$$\alpha_m = \left(\frac{3}{4\pi N} \right) R_m \quad (3.4)$$

โดยที่ N = เลขโพลาไรซ์ไอออนต่อโมล ซึ่งประมาณค่าได้เป็น เลขอาโวกาโดร ($N_A = 6.02 \times 10^{23}$ ไอออน/โมล)

α_m = โพลาไรซิบิลิตี



รูปที่ 3.6 เครื่องวัดค่าดัชนีหักเห Abbe refractometer



รูปที่ 3.7 ส่วนประกอบของเครื่องวัดค่าดัชนีหักเห Abbe refractometer และสเกลที่ใช้อ่านค่าดัชนีหักเหจากกล้อง [28]

3.2.3 การวัดการดูดกลืนแสงในช่วงยูวี-วิสิเบิล

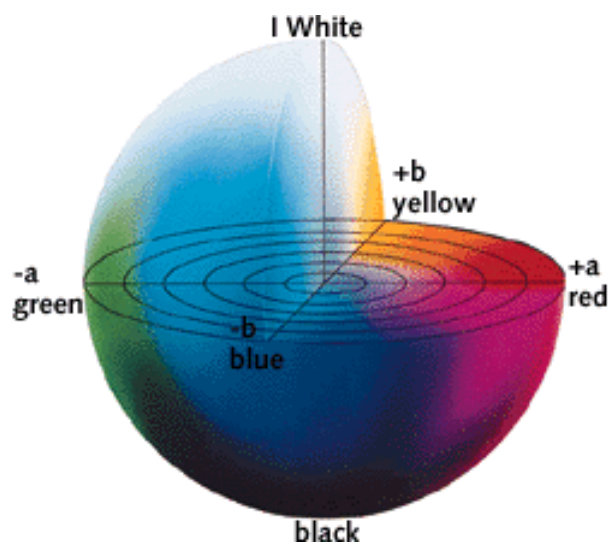
UV-VIS Spectrophotometer เป็นเครื่องมือที่ใช้ตรวจวัดค่าความเข้มแสงในช่วงรังสียูวี (ultraviolet) และช่วงแสงที่ตามองเห็น ที่ทะลุผ่านหรือถูกดูดกลืนโดยตัวอย่างที่วางอยู่ในเครื่องมือ โดยที่ความยาวคลื่นแสงจะมีความสัมพันธ์กับปริมาณและชนิดของสารที่อยู่ในตัวอย่าง คุณสมบัติในการดูดกลืนแสงของสารเมื่อโมเลกุลของตัวอย่างเมื่อถูกฉายด้วยแสงที่มีพลังงานเหมาะสมจะทำให้อิเล็กตรอนภายในอะตอมเกิดการดูดกลืนแสงแล้วเปลี่ยนสถานะ ไปอยู่ชั้นที่มีระดับพลังงานสูงกว่า และเมื่อทำการวัดปริมาณของแสงที่ผ่านหรือสะท้อนมาจากตัวอย่างเทียบกับแสงจากแหล่งกำเนิดที่มีความยาวคลื่นค่าต่างๆตามกฎของแลมเบิร์ต-เบียร์ ค่าการดูดกลืนแสง (absorbance) ของสารจะแปรผันกับจำนวนโมเลกุลที่มีการดูดกลืนแสง ดังนั้นการใช้เทคนิคนี้ระบุชนิดของสารที่มีอยู่ในตัวอย่างได้ สำหรับเครื่องมือที่ใช้ในการวัดการดูดกลืนแสง คือ UV-VIS Spectrophotometer รุ่น Hitachi, U-1800 ดังแสดงในรูปที่ 3.8



รูปที่ 3.8 เครื่อง UV-VIS Spectrophotometer

3.2.4 การวัดค่าสี

สีของแก้วตัวอย่างสามารถวัดได้โดยเครื่องวัดค่าการดูดกลืนแสงในโหมด CIE $L^*a^*b^*$ (CIELAB) โดยเป็นค่ามาตรฐานขององค์กร Commission International de l'Eclairage (CIE) ค่าดัชนีสีเป็นระบบการบรรยายแบบ 3 มิติ โดยที่แกน L^* คือ ความสว่าง (Lightness) ตั้งแต่ค่า $+L^*$ แสดงถึงสีขาว จนถึง $-L^*$ แสดงถึงสีดำ แกน $-a^*$ แสดงแสงสีเขียว จนถึง $+a^*$ แสดงแสงสีแดง ส่วนแกน $-b^*$ แสดงแสงสีน้ำเงิน จนถึง $+b^*$ แสดงแสงสีเหลือง ลักษณะการบรรยายสีของ CIE แสดงได้ดังรูปที่ 3.9



รูปที่ 3.9 แสดงสีพื้นในระบบ CIE $L^*a^*b^*$ ในรูป 3 มิติ [29]

3.2.5 เอทีอาร์เอฟทีไออาร์สเปกโตรมิเตอร์ (ATR-FTIR Spectrometer)

เอทีอาร์เอฟทีไออาร์สเปกโตรมิเตอร์เป็นเครื่องมือที่อาศัยเทคนิคการวิเคราะห์สารที่เกี่ยวข้องกับการสั่น (vibration) ของโมเลกุลของสารเมื่อดูดกลืนพลังงานแสงในช่วงอินฟราเรด ($12,800-10\text{ cm}^{-1}$) เข้าไป เมื่อสารดูดกลืนแสงอินฟราเรด อะตอมที่ยึดกันด้วยพันธะเคมีจะเกิดการสั่น 2 แบบ คือ การสั่นเหมือนสปริง (stretching) และการสั่นแบบเปลี่ยนมุมของพันธะ (bending) แต่ละโมเลกุลจะเกิดการสั่นด้วยความถี่ที่แตกต่างกัน ความถี่ที่เกิดการสั่นเหล่านี้จะอยู่ในช่วงอินฟราเรดสเปกตรัม สำหรับเครื่องวัดการดูดกลืนแสงช่วงอินฟราเรดที่ใช้ คือ Nicolet 6700 รุ่น Thermo แสดงดังรูปที่ 3.10



รูปที่ 3.10 เครื่อง Attenuated Total Reflectance Fourier Transform Infrared Spectrometer