

บทที่ 3

ผลการวิจัยและการอภิปรายผล

โครงการวิจัยนี้ ทำการสังเคราะห์ซิลิกอนจากเถ้าแกลบด้วยกระบวนการ Metallothermic reduction โดยโลหะ แมกนีเซียม(Mg powder), ริบบิ้นแมกนีเซียม(ribbon Mg), เหล็ก(Fe), อะลูมิเนียม (Al) และแคลเซียม(Ca) สำหรับกระบวนการ Carbothermic reduction เป็นการเผาโดยใช้แหล่งคาร์บอน จากถ่านกะลามะพร้าว การเตรียมตัวอย่างวิจัยได้ดำเนินการตามสภาวะและเงื่อนไขต่างๆ ดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 แสดงการเตรียมตัวอย่างวิจัยที่สภาวะและเงื่อนไขต่างๆ

ตัวอย่าง วิจัย	เงื่อนไขการสังเคราะห์		
	ส่วนผสมและอัตราส่วน	อุณหภูมิ (°C) และ เวลาที่ใช้ ในการเผาเซ (ชั่วโมง)	บรรยากาศ
RHA1	เถ้าแกลบที่ไม่ได้แช่กรด	600 °C 1.5 ชั่วโมง	อากาศปกติ
RHA2	เถ้าแกลบที่แช่ด้วยกรด HCl	600 °C 1.5 ชั่วโมง	อากาศปกติ
RHA3	เถ้าแกลบ (RHA2) ผสมผงแมกนีเซียม และ ถ่านกะลา (2:1:0.1)	600 °C 1.5 ชั่วโมง	ไนโตรเจน
RHA4	เถ้าแกลบ (RHA2) ผสมผงแมกนีเซียม และถ่านกะลา (2:0.5:0.1)	600 °C 1.5 ชั่วโมง	ไนโตรเจน
RHA5	เถ้าแกลบ (RHA2) ผสมผงแมกนีเซียม และถ่านกะลา (2:0.1:0.1)	600 °C 1.5 ชั่วโมง	ไนโตรเจน
RHA6	เถ้าแกลบ (RHA2) ผสมริบบิ้น แมกนีเซียม และถ่านกะลา (2:0.5:0.1)	600 °C 1.5 ชั่วโมง	ไนโตรเจน
RHA7	เถ้าแกลบ (RHA2) ผสมริบบิ้น แมกนีเซียม และถ่านกะลา (2:0.1:0.1)	600 °C 1.5 ชั่วโมง	ไนโตรเจน
RHA8	เถ้าแกลบ RHA2 ผสมริบบิ้น แมกนีเซียมและถ่านกะลา (2:1:0.1)	600 °C 1.5 ชั่วโมง	ไนโตรเจน
RHA9	เถ้าแกลบ (RHA2) ผสมริบบิ้น แมกนีเซียม และถ่านกะลา (2:1:0.1)	600 °C 1.5 ชั่วโมง	ออกซิเจน
RHA10	เถ้าแกลบที่เตรียมได้ (RHA2) อะลูมิเนียม และถ่านกะลา (3:0.5:1)	1100 °C 2 ชั่วโมง	ไนโตรเจน

RHA10	เถ้าแกลบที่เตรียมได้ (RHA2) อะลูมิเนียม (4:3)	1300 °C 1 ชั่วโมง	ไนโตรเจน
RHA11	เถ้าแกลบที่เตรียมได้ (RHA2) อะลูมิเนียม (5:3)	1300 °C 2 ชั่วโมง	ไนโตรเจน
RHA12	เถ้าแกลบที่เตรียมได้ (RHA2) อะลูมิเนียม และถ่านกะลา (3:0.5:1)	1100 °C 2 ชั่วโมง	อากาศปกติ
RHA13	เถ้าแกลบที่เตรียมได้ (RHA2) อะลูมิเนียม และถ่านกะลา (3:0.5:1)	1100 °C 2 ชั่วโมง	ไนโตรเจน
RHA14	เถ้าแกลบ (RHA2) ผสมผงเหล็ก และ กะลา (3:0.5:0.1)	1100 °C 2 ชั่วโมง	อากาศปกติ
RHA15	เถ้าแกลบ (RHA2) ผสมผงเหล็ก (3:0.5)	1100 °C 2 ชั่วโมง	อากาศปกติ
RHA16	เถ้าแกลบ (RHA2) ผสมผงแคลเซียม กับถ่านกะลา (3:0.5:1)	950 °C 6 ชั่วโมง	ไนโตรเจน
RHA17	เถ้าแกลบ (RHA2) ผสมผงแคลเซียม (2:1.6)	950 °C 6 ชั่วโมง	ไนโตรเจน
RHA18	เถ้าแกลบ (RHA2) ผสม ถ่าน กะลามะพร้าว (1:2)	1350°C 1 ชั่วโมง	ไนโตรเจน

การเตรียมซิลิกอนไดออกไซด์ หรือซิลิกา จากแกลบข้าว (Purification of rice husk silica)

โดยมีขั้นตอนรายละเอียดดังต่อไปนี้

1. นำแกลบข้าวล้างด้วยน้ำสะอาดตากให้แห้งเพื่อให้ฝุ่นละอองที่ติดมากับแกลบออกไป ตากให้แห้ง หลังจากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิ 600°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เรียกเถ้าแกลบที่ได้ว่า RHA1
2. นำแกลบข้าวล้างด้วยน้ำสะอาดตากให้แห้งเพื่อให้ฝุ่นละอองที่ติดมากับแกลบออกไป ตากให้แห้ง หลังจากนั้นนำไปแช่ด้วยกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 1 M ที่อุณหภูมิประมาณ 60-70°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ปล่อยให้เย็นตัวลง ล้างออกด้วยน้ำกลั่นตากให้แห้ง นำไปเผาที่อุณหภูมิ 600°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมงเถ้าแกลบที่มีส่วนประกอบของซิลิกอนไดออกไซด์ เรียกเถ้าแกลบที่ได้ว่า RHA2

การเตรียมถ่านคาร์บอน หรือถ่านกะลาจากกะลามะพร้าว

นำกะลามะพร้าวมาทำความสะอาด และตากให้แห้งตัดเป็นชิ้นเล็กๆ นำไปเผาที่อุณหภูมิ 400°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จะได้เป็นถ่านกะลา หลังจากนั้นบดให้ละเอียดด้วยครกหินให้นำไปร่อนให้มีขนาดอนุภาคประมาณ 90 μm และใช้เป็นแหล่งต้นกำเนิดคาร์บอนในการทดลอง

ผลการวิจัย

สีของวัสดุตั้งต้นและผลิตภัณฑ์ที่เตรียมได้

แกลบข้าวที่ใช้ในงานวิจัยนำมาจากบริเวณพื้นที่ซึ่งตั้งอยู่ใกล้มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี จะถูกนำมาร่อนเศษผงดินที่ติดอยู่ จากนั้นล้างด้วยน้ำสะอาดหลายๆ ครั้ง เพื่อชะล้างสิ่งสกปรกสิ่งเจือปนออกนำไปตากให้แห้งภายใต้แสงอาทิตย์ แกลบข้าวที่แห้งแล้วจะมีสีเหลืองจางมีลักษณะดังรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 แกลบข้าวที่ผ่านการล้างด้วยน้ำประปาแล้วตากให้แห้ง

แกลบข้าวที่ตากแห้งแล้วจะถูกนำไปใส่ในบีกเกอร์แล้วมาแช่ด้วยกรด HCl ความเข้มข้นประมาณ 1 โมล นำบีกเกอร์ไปตั้งบนแผ่นเตาความร้อนอุณหภูมิประมาณ 60-70 องศาเซลเซียส เป็นเวลาประมาณ 1 ชั่วโมง จากนั้นตั้งทิ้งไว้ให้เย็นลงตามธรรมชาติ กรองแกลบข้าวออกจากกรด แล้วล้างด้วยน้ำกลั่นหลายๆ ครั้งจนกระทั่งสารละลายกรดหมดไป จากนั้นนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิประมาณ 80 องศาเซลเซียส สี

ของแกลบข้าวแห้งที่ผ่านการแช่ด้วยกรด มีสีเหลืองเข้มขึ้นเห็นชัดมีความแตกต่างจากแกลบข้าวที่ไม่ได้ผ่านการแช่ด้วยกรด แสดงลักษณะให้เห็นดังรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 แกลบข้าวที่ผ่านการแช่และต้มด้วยกรด HCl แล้วอบให้แห้ง

รูปที่ 3.3 แสดงพื้นผิวของแกลบข้าว (แกลบสด) ที่ยังไม่ได้เผาด้วยความร้อน ซึ่งถ่ายด้วยกล้อง stereo microscope (image analyzer) พบว่าที่ผิวของแกลบข้าวจะมีเม็ดใสๆจัดเรียงตัวเป็นจำนวนมากอยู่ตามเนื้อเยื่อต่างๆของเปลือกแกลบข้าว ซึ่งจากการวิเคราะห์พบว่า องค์ประกอบดังกล่าวเป็น ซิลิกอนไดออกไซด์



รูปที่ 3.3 แสดงลักษณะผิวของแกลบสด

เมื่อนำแกลบข้าวที่ยังไม่ได้ผ่านการแช่ด้วยกรด HCl ไปเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส สีของแกลบ(RHA1) จะมีลักษณะเป็นสีเทามีอนุภาคสีดำเจือปนอยู่ทั่วไปแต่มีปริมาณเล็กน้อย คาดว่าจะเป็นองค์ประกอบของคาร์บอนที่ยังสันดาปไม่หมด เราได้นำแกลบไปถ่ายด้วยกล้อง stereo microscope แสดงภาพถ่ายพื้นผิวของแกลบดังรูปที่ 3.4 ซึ่งจะมีเม็ดใสๆของซิลิกอนไดออกไซด์เกาะเรียงตัวเป็นจำนวนมาก และมีอนุภาคสีเทาดำกระจายอยู่ทั่วไป แกลบข้าวที่ผ่านการแช่และต้มด้วยกรด HCl



รูปที่ 3. 4 แสดงลักษณะผิวของเถ้าแกลบที่ไม่ได้แช่ด้วยกรด HCl เเผาที่อุณหภูมิ 600 °C ความเข้มข้น 1 M นำไปเผาที่อุณหภูมิ 600 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เถ้า(RHA2) ที่ได้จะมีลักษณะสีขาวดังรูปที่ 3.5 จากการสังเกตด้วยสายตา เราไม่พบว่ามีสิ่งเจือปนอื่นปรากฏอยู่ในเถ้าแกลบ ความขาวของเถ้าแกลบแสดงถึง ความบริสุทธิ์ของซิลิกอนไดออกไซด์ที่มีปริมาณเปอร์เซ็นต์สูงมาก [Amick 1982, Real et. al. 1996, Kalapathy et. al. 2000]



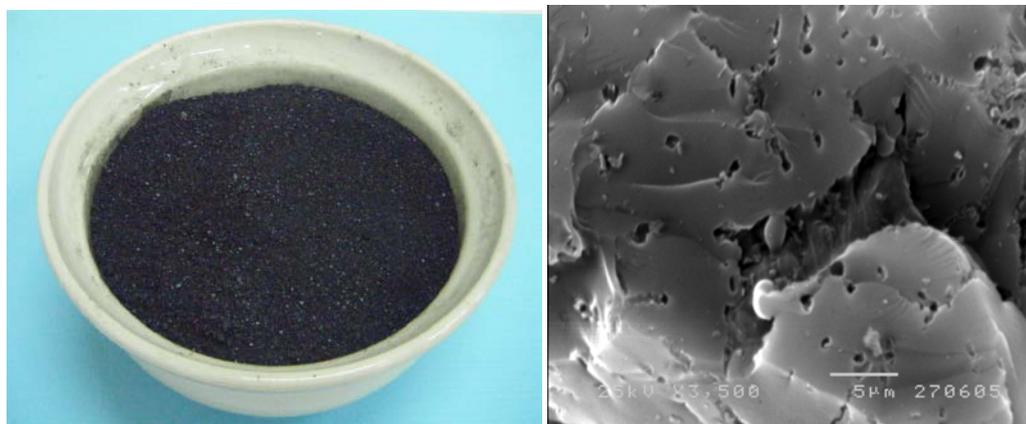
รูปที่ 3.5 เถ้าแกลบที่ผ่านการแช่ด้วยกรด HCl เเผาที่อุณหภูมิ 600 °C

จากรูปที่ 3.6 แสดงลักษณะของกะลามะพร้าวที่ยังไม่ได้ผ่านการเผา สีของกระลาจะค่อนข้างเป็นสีน้ำตาลปนเทา



รูปที่ 3.6 ลักษณะสีผิวของกะลามะพร้าวที่ไม่ได้ผ่านการเผา

เมื่อนำกระดามะพร้าวไปเผาที่อุณหภูมิ 400 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วนำไปบดเป็นผง สีของถ่านกะลาจะเป็นสีดำ เมื่อนำผงถ่านกะลาไปถ่ายพื้นผิวด้วยเครื่อง scanning electron microscope (SEM) พบว่าผงกะลาประกอบด้วยรูพรุนจำนวนมาก แสดงดังรูปที่ 3.7



รูปที่ 3.7 แสดงลักษณะสีและพื้นผิวของผงถ่านกะลาซึ่งเผาที่อุณหภูมิ 400 °C

จากรูปที่ 3.8 ถึงรูปที่ 3.16 เป็นภาพถ่ายของบางตัวอย่างการวิจัยที่แสดงให้เห็นความแตกต่างทางกายภาพของสีระหว่างสารตั้งต้นกับผลิตภัณฑ์ที่ได้หลังเสร็จสิ้นกระบวนการสังเคราะห์ โดยเริ่มจากการนำเถ้าแกลบ(RHA2) จากรูปที่ 3.5 ผสมรวมกับผงแมกนีเซียม(Mg powder) และผงถ่านกะดามะพร้าวด้วยอัตราส่วนของน้ำหนัก เป็น 2:1:0.1 บดผสมให้เป็นเนื้อเดียวกัน แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 600 °C เป็นเวลา 1.5 ชั่วโมง ในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจนที่ไหลผ่านในอัตรา 2 L/min เมื่อปล่อยให้เตาเย็นลงตามธรรมชาติ นำไปแช่ในสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริก(HF) ล้างด้วยน้ำกลั่น กรองแล้วตากให้แห้งผลิตภัณฑ์ที่ได้มีสีน้ำตาล ซึ่งมีสีแตกต่างไปจากสารตั้งต้นเดิม มีลักษณะดังรูปที่ 3.8



รูปที่ 3.8 ลักษณะของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการเผาส่วนผสมของเถ้าแกลบ ผงแมกนีเซียมและถ่านกะลาอัตราส่วน 2:1:0.1 ที่อุณหภูมิ 600 °C ในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน

เถ้าแกลบ RHA2 ผสมรวมกับผงแมกนีเซียม และผงถ่านกระลาเมพร้าวด้วยอัตราส่วนของน้ำหนัก เป็น 2:0.5:0.1 บดผสมให้เป็นเนื้อเดียวกัน แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 600 °C เป็นเวลา 1.5 ชั่วโมง ในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจนที่ไหลผ่านในอัตรา 2 L/min เมื่อปล่อยให้เตาเย็นลงตามธรรมชาตินำไปแช่ในสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริก(HF) ล้างด้วยน้ำกลั่น กรองแล้วตากให้แห้งผลิตภัณฑ์ที่ได้มีสีน้ำตาล ซึ่งแตกต่างไปจากก่อนการเผา มีลักษณะดังรูปที่ 3.9



รูปที่ 3.9 ลักษณะของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการเผาส่วนผสมของเถ้าแกลบ ผงแมกนีเซียมและถ่านกะลา อัตราส่วน 2:0.5:0.1 ที่อุณหภูมิ 600 °C ในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน

เถ้าแกลบ RHA2 ผสมรวมกับผงแมกนีเซียม และผงถ่านกระลาเมพร้าวด้วยอัตราส่วนของน้ำหนัก เป็น 2:0.1:0.1 บดผสมให้เป็นเนื้อเดียวกัน แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 600 °C เป็นเวลา 1.5 ชั่วโมง ในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจนที่ไหลผ่านในอัตรา 2 L/min เมื่อปล่อยให้เตาเย็นลงตามธรรมชาติ นำไปแช่ในสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริก(HF) ล้างด้วยน้ำกลั่น กรองแล้วตากให้แห้งผลิตภัณฑ์ที่ได้มีสีน้ำตาล ซึ่งแตกต่างไปจากก่อนการเผา มีลักษณะดังรูปที่ 3.10



รูปที่ 3.10 ลักษณะของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการเผาส่วนผสมของเถ้าแกลบ ผงแมกนีเซียมและถ่านกะลา อัตราส่วน 2:0.1:0.1 ที่อุณหภูมิ 600 °C ในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน

เถ้าแกลบRHA2 ผสมรวมกับผงแมกนีเซียม และผงถ่านกระลามะพร้าวด้วยอัตราส่วนของน้ำหนัก เป็น 2:1:0.1 บดผสมให้เป็นเนื้อเดียวกัน แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 600 °C เป็นเวลา 1.5 ชั่วโมง ในบรรยากาศของก๊าซออกซิเจนที่ไหลผ่านในอัตรา 2 L/min เมื่อปล่อยให้เตาเย็นลงตามธรรมชาติ นำไปแช่ในสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริก(HF) ล้างด้วยน้ำกลั่น กรองแล้วตากให้แห้งผลิตภัณฑ์ที่ได้มีสีน้ำตาล ซึ่งแตกต่างไปจากก่อนการเผา มีลักษณะดังรูปที่ 3.11



รูปที่ 3.11 ลักษณะของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการเผาส่วนผสมของเถ้าแกลบ ผงแมกนีเซียมและถ่านกะลา อัตราส่วน 2:1:0.1 ที่อุณหภูมิ at 600 °C ในบรรยากาศของก๊าซออกซิเจน

เถ้าแกลบ RHA2 ผสมรวมกับแผ่นแมกนีเซียม(Mg ribbon) ที่ตัดเป็นชิ้นเล็กๆ และผงถ่านกระลา มะพร้าวด้วยอัตราส่วนของน้ำหนัก เป็น 2:0.5:0.1 บดผสมให้เป็นเนื้อเดียวกัน แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 600 °C เป็นเวลา 1.5 ชั่วโมง ในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจนที่ไหลผ่านในอัตรา 2 L/min เมื่อปล่อยให้เตาเย็นลงตามธรรมชาตินำไปแช่ในสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริก(HF) ล้างด้วยน้ำกลั่น กรองแล้วตากให้แห้ง ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีสีน้ำตาลเทา ซึ่งแตกต่างไปจากก่อนการเผา มีลักษณะดังรูปที่ 3.12



รูปที่ 3.12 ลักษณะของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการเผาส่วนผสมของเถ้าแกลบ แผ่นแมกนีเซียมและถ่านกะลา อัตราส่วน 2:0.5:0.1 ที่อุณหภูมิ 600 °C ในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน

เถ้าแกลบ RHA2 ผสมรวมกับแผ่นแมกนีเซียม และผงถ่านกระลาเมพร้าวด้วยอัตราส่วนของน้ำหนัก เป็น 2:0.1:0.1 บดผสมให้เป็นเนื้อเดียวกัน แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 600 °C เป็นเวลา 1.5 ชั่วโมง ในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจนที่ไหลผ่านในอัตรา 2 L/min เมื่อปล่อยให้เตาเย็นลงตามธรรมชาติ นำไปแช่ในสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริก(HF) ล้างด้วยน้ำกลั่น กรองแล้วตากให้แห้งผลิตภัณฑ์ที่ได้มีสีเทา ดำ ซึ่งแตกต่างไปจากก่อนการเผา มีลักษณะดังรูปที่ 3.13



รูปที่ 3.13 ลักษณะของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการเผาส่วนผสมของเถ้าแกลบ แผ่นแมกนีเซียมและถ่านกะลา อัตราส่วน 2:0.1:0.1 ที่อุณหภูมิ 600 °C ในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน

เมื่อนำเถ้าแกลบ(RHA2) จากรูปที่ 3.5 ผสมรวมกับผงอลูมิเนียม(Al) ด้วยอัตราส่วนของน้ำหนัก เป็น 4:3 บดผสมให้เป็นเนื้อเดียวกัน แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 1300 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ในบรรยากาศของ ก๊าซไนโตรเจนที่ไหลผ่านในอัตรา 2 L/min เมื่อปล่อยให้เตาเย็นลงตามธรรมชาตินำไปแช่ในสารละลาย กรดไฮโดรฟลูออริก(HF) ล้างด้วยน้ำกลั่น กรองแล้วตากให้แห้ง ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีสีน้ำตาล ซึ่งแตกต่าง ไปจากก่อนการเผา มีลักษณะดังรูปที่ 3.14



รูปที่ 3.14 ลักษณะของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการเผาส่วนผสมของเถ้าแกลบ กับผงอลูมิเนียม อัตราส่วน 4:3 ที่อุณหภูมิ 1300 °C ในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน

เถ้าแกลบ RHA2 ผสมรวมกับผงอลูมิเนียม(AI) ด้วยอัตราส่วนของน้ำหนัก เป็น 5:4 บดผสมให้เป็นเนื้อเดียวกัน แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 1300 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจนที่ไหลผ่านในอัตรา 2 L/min เมื่อปล่อยให้เตาเย็นลงตามธรรมชาตินำไปแช่ในสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริก (HF) ล้างด้วยน้ำกลั่น กรองแล้วตากให้แห้ง ผลึกภัณฑ์ที่ได้มีสีน้ำตาล ซึ่งแตกต่างไปจากก่อนการเผา มีลักษณะดังรูปที่ 3.15



รูปที่ 3.15 ลักษณะของผลึกภัณฑ์ที่ได้จากการเผาส่วนผสมของเถ้าแกลบ กับผงอลูมิเนียม อัตราส่วน 5:4 ที่อุณหภูมิ 1300 °C ในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน

เถ้าแกลบ RHA2 ผสมรวมกับผงถ่านกระถามะพร้าวและผงอลูมิเนียม(AI) ด้วยอัตราส่วนของน้ำหนัก เป็น 3:1:0.5 บดผสมให้เป็นเนื้อเดียวกัน แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 1300 °C เป็นเวลา 1.5 ชั่วโมง ในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจนที่ไหลผ่านในอัตรา 2 L/min เมื่อปล่อยให้เตาเย็นลงตามธรรมชาตินำไปแช่ในสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริก(HF) ล้างด้วยน้ำกลั่น กรองแล้วตากให้แห้ง ผลึกภัณฑ์ที่ได้มีสีน้ำตาล ซึ่งแตกต่างไปจากก่อนการเผา มีลักษณะดังรูปที่ 3.15



รูปที่ 3.16 ลักษณะของผลึกภัณฑ์ที่ได้จากการเผาส่วนผสมของเถ้าแกลบ ถ่านกะลา และผงอลูมิเนียม อัตราส่วน 3:1:0.5 ที่อุณหภูมิ 1300 °C ในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน

เมื่อนำแก้วเคลือบ RHA2 จากรูปที่ 3.5 ผสมรวมกับผงถ่านกะลา ด้วยอัตราส่วนของน้ำหนัก เป็น 1:2 บดผสมให้เป็นเนื้อเดียวกัน แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 1350 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจนที่ไหลผ่านในอัตรา 2 L/min เมื่อปล่อยให้เตาเย็นลงตามธรรมชาตินำไปแช่ในสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริก(HF) ล้างด้วยน้ำกลั่น กรองแล้วตากให้แห้ง ผลึกภัณฑ์ที่ได้มีสีน้ำตาล ซึ่งแตกต่างไปจากก่อนการเผา มีลักษณะดังรูปที่ 3.16

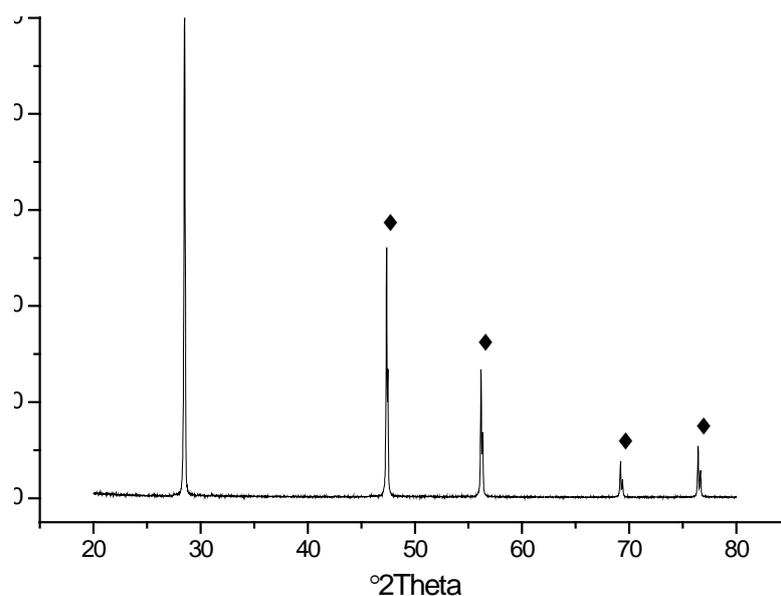


รูปที่ 3.17 ลักษณะของผลึกภัณฑ์ที่ได้จากการเผาส่วนผสมของแก้วเคลือบและ ถ่านกะลา อัตราส่วน 1:2 ที่อุณหภูมิ 1350 °C ในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน

ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-rays diffraction

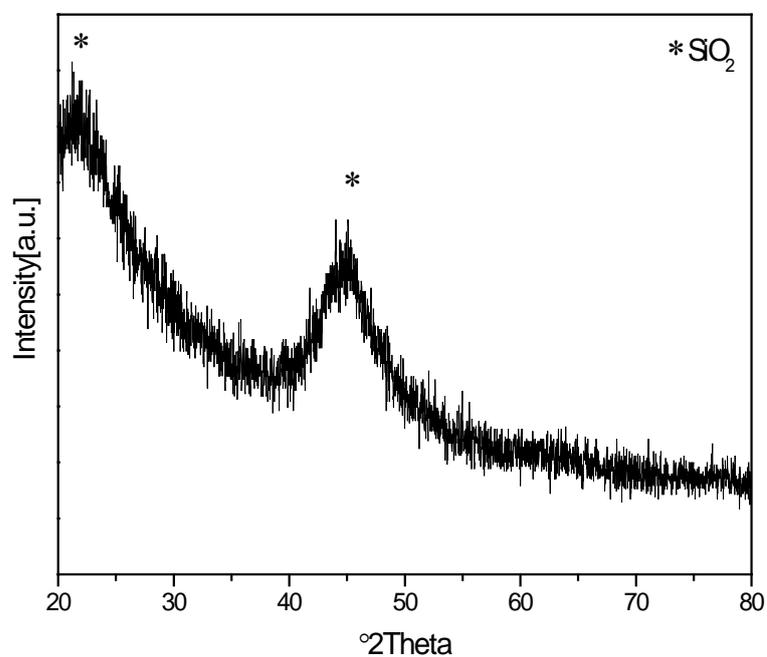
วัสดุตัวอย่างหลังจากการทำปฏิกิริยากับกรด HF ถูกล้างด้วยน้ำกลั่น กรองแล้วตากให้แห้ง ผลึกภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้จะนำมาวิเคราะห์ตรวจสอบด้วยเครื่อง X-ray diffraction (XRD) เครื่อง X-ray fluorescence (XRF) หรือศึกษาลักษณะพื้นผิวด้วยเครื่อง Scanning electron microscope (SEM) ตามความเหมาะสม

เพื่อทำการเปรียบเทียบ ผลการสังเคราะห์ซิลิกอนจากแก้วเคลือบกับซิลิกอนที่สั่งซื้อมาจากบริษัท จึงนำผงซิลิกอน (Silicon, powder, -325 mesh, 99% metals basis) ผลึกภัณฑ์จากบริษัท ALDRICH มาวิเคราะห์ลักษณะการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ผลการเลี้ยวเบนแสดงดังภาพที่ 3.18



รูปที่ 3.18 แสดงผลการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ แสดงเฟสของ Si จากALDRICH

เถ้าแกลบ RHA2 ที่ได้จากการเผาแกลบซึ่งแช่และต้มในกรดไฮโดรคลอริกและเผาที่อุณหภูมิ 600°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จะมีลักษณะสีขาว จากผล XRD โครงสร้างของเถ้าแกลบมีลักษณะเป็นแบบออสัณฐาน แสดงดังรูปที่ 3.19



รูปที่ 3.19 แสดงผลการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของเถ้าแกลบ RHA2 เผาที่อุณหภูมิ 600°C

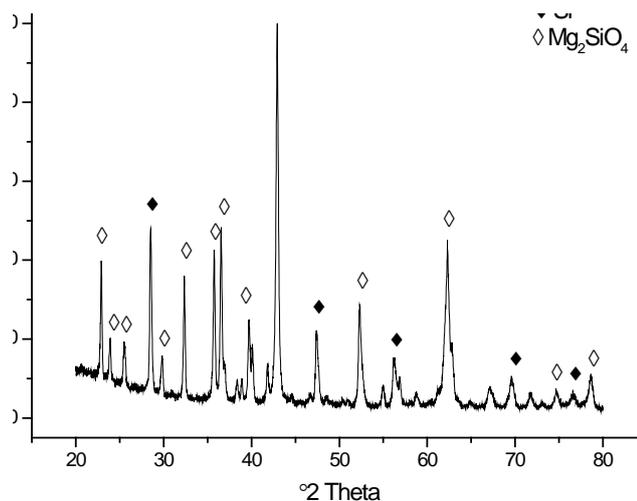
เถ้าแกลบสีขาว ซึ่งผ่านกระบวนการทำให้บริสุทธิ์ นำไปวิเคราะห์องค์ประกอบด้วยเครื่อง X-rays fluorescence (XRF) ผลการวิเคราะห์พบว่าเถ้าแกลบดังกล่าวมีปริมาณเปอร์เซ็นต์ของซิลิกอนไดออกไซด์ ประมาณ 99.86% มีแคลเซียมออกไซด์อยู่เล็กน้อยประมาณ 0.14 % แสดงได้ดังตารางที่ 1 โดยที่แคลเซียมออกไซด์ดังกล่าวอาจทำให้ลดลงได้อีกโดยการแช่หรือต้มเถ้าแกลบในสารละลายกรด

ตารางที่ 1 . แสดงองค์ประกอบของเถ้าแกลบสีขาว RHA2

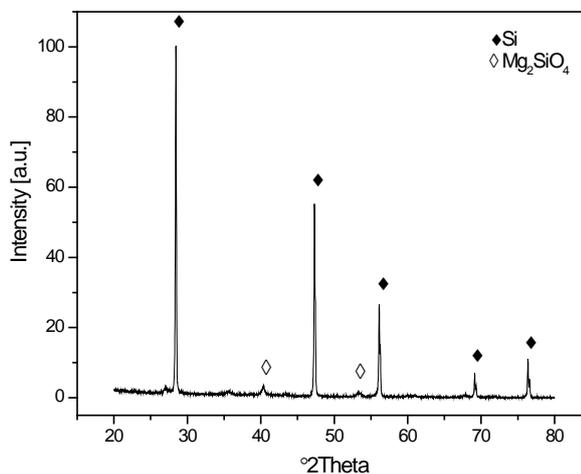
Compound Name	Conc. (%)	Compound Name	Conc. (%)
SiO ₂	99.86	GeO	<<
CaO	0.1419	FeO	<<
Element Name	Conc. (%)	Element Name	Conc. (%)
O	53.22	Ge	<<
Si	46.68	Fe	<<
Ca	0.1014		

Normalized to: 100 %

เถ้าแกลบ RHA2 ผสมผงแมกนีเซียม และถ่านกะลา ในอัตราส่วน 2:1:0.1 เผาที่อุณหภูมิ 600°C เป็นเวลา หนึ่งชั่วโมงครึ่ง ในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน อัตราการไหลผ่านเข้าไปในเตา 2 L/min นำผลิตภัณฑ์หลังการเผาไปวิเคราะห์ตรวจสอบด้วยเครื่อง XRD เพื่อสังเกตว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้มีการสังเคราะห์ของซิลิกอนเกิดขึ้นหรือไม่ ก่อนที่จะนำไปสกัดด้วยกรดไฮโดรฟลูอออริก (HF) ผลการวิเคราะห์พบว่ามีโครงสร้างของซิลิกอนเกิดขึ้น ปนกับสารประกอบของแมกนีเซียมและซิลิกอนออกไซด์(Mg₂SiO₄) แสดงดังรูปที่ 3.20(ก) หลังจากนั้นจึงได้นำผลิตภัณฑ์ดังกล่าวไปแช่ในสารละลายกรด HF ล้างออกด้วยน้ำกลั่น กรองและตากให้แห้ง นำผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้(RHA3) ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD ผลการวิเคราะห์พบว่าองค์ประกอบหลักเป็นซิลิกอน มีปริมาณของแมกนีเซียมซิลิกอนออกไซด์อยู่ในปริมาณเล็กน้อย แสดงดังรูปที่ 3.20(ข) กระบวนการตามขั้นตอนนี้จะดำเนินการในการสังเคราะห์ครั้งต่อไป



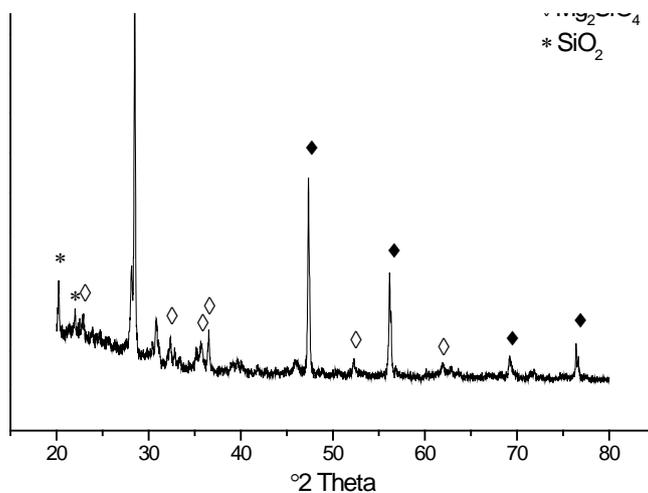
(ก)



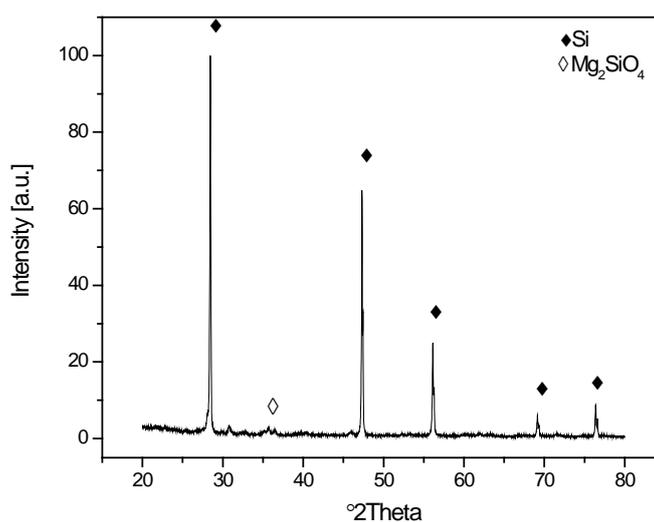
(ข)

รูปที่ 3.20 แสดงผลการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของผลิตภัณฑ์ RHA3 แสดงเฟสของ Si และ Mg_2SiO_4 (ก) ก่อนแช่ด้วยกรด HF (ข) หลังแช่ด้วยกรด HF

ถ้าแอลบ RHA2 ผสมผงแมกนีเซียม และถ่านกะลา ในอัตราส่วน 2:0.5:0.1 เผาที่อุณหภูมิ $600^{\circ}C$ เป็นเวลา หนึ่งชั่วโมงครึ่ง ในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน อัตราการไหลผ่านเข้าไปในเตาเป็น 2 L/min นำผลิตภัณฑ์ทั้งก่อนและหลังจากการแช่ในกรด HF ไปวิเคราะห์ตรวจสอบด้วยเครื่อง XRD ผลการวิเคราะห์ แสดงได้ดังรูปที่ 3.21 (ก) และ(ข)



(ก)

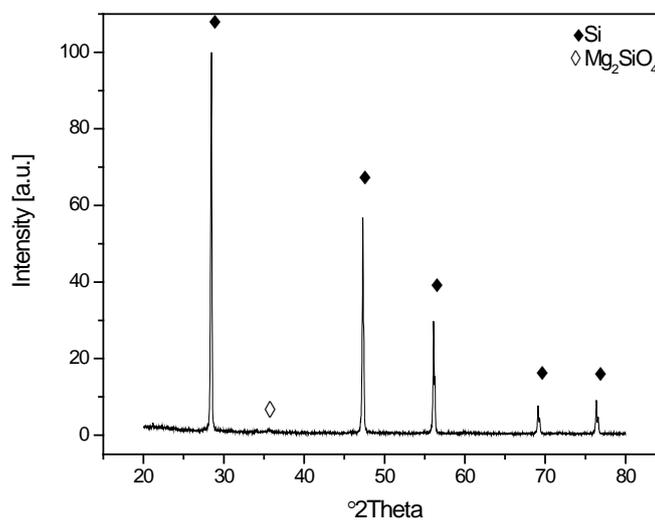


(ข)

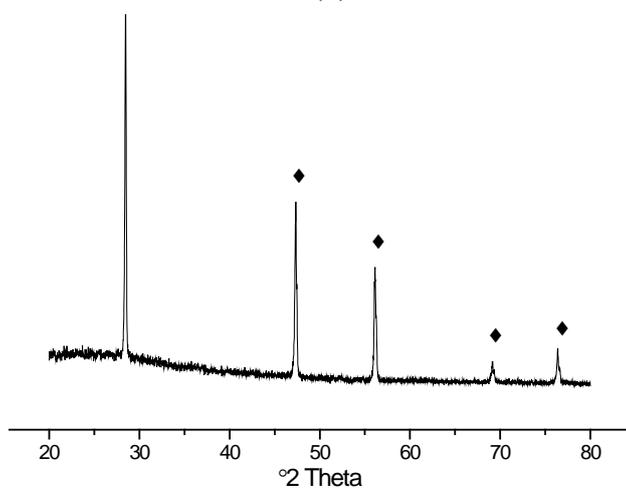
รูปที่ 3.21 แสดงผลการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของตัวอย่าง RHA4 แสดงเฟสของ Si และ Mg_2SiO_4
 (ก) ก่อนแช่ด้วยกรด HF (ข) หลังแช่ด้วยกรด HF

จากรูปที่ 3.21 (ก) แสดงให้เห็นว่ามีการสังเคราะห์ของซิลิกอนเกิดปะปนอยู่กับแมกนีเซียมซิลิกอนออกไซด์ และซิลิกอนไดออกไซด์ หลังจากที่น่าผลิตภัณฑ์ดังกล่าวไปแช่ในสารละลายกรด HF ล้างด้วยน้ำกลั่นกรองและตากให้แห้ง แล้วตรวจสอบวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD อีกครั้งพบว่าโครงสร้างหลักของสารที่สังเคราะห์ได้ (RHA4) เป็นซิลิกอน มีปริมาณของแมกนีเซียมและซิลิกอนออกไซด์เจือปนอยู่เล็กน้อย ดังรูปที่ 3.21(ข)

เถ้าแกลบ RHA2 ผสมผงแมกนีเซียม และถ่านกะลา ในอัตราส่วน 2:0.1:0.1 เผาที่อุณหภูมิ 600°C เป็นเวลา หนึ่งชั่วโมงครึ่ง ในบรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน อัตราการไหลของแก๊สผ่านเข้าไปในเตาเป็น 2 L/min นำผลิตภัณฑ์หลังจากการแช่ในกรด HF ครั้งที่ 1 และครั้งที่ 2 ไปวิเคราะห์ตรวจสอบด้วยเครื่อง XRD ผลการวิเคราะห์ แสดงได้ดังรูปที่ 3.22 (ก) และ(ข)



(ก)

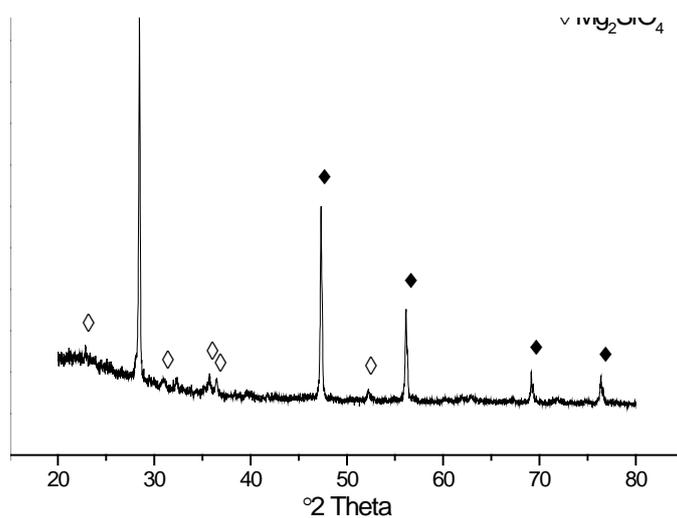


(ข)

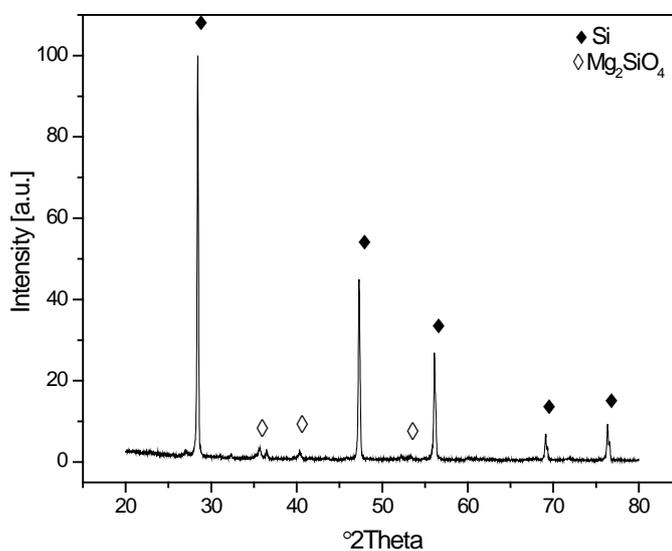
รูปที่ 3.22 แสดงผลการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของตัวอย่าง RHA5 แสดงเฟสของ Si และ Mg_2SiO_4 (ก) ก่อนแช่ด้วยหลัง HF ครั้งที่ 1 (ข) หลังแช่ด้วยกรด HF ครั้งที่ 2

จากรูปที่ 3.22 (ก) แสดงให้เห็นว่ามีการสังเคราะห์ของซิลิกอนเกิดปะปนอยู่กับแมกนีเซียมซิลิกอนออกไซด์ หลังจากให้นำผลิตภัณฑ์ดังกล่าวไปแช่ในสารละลายกรด HF อีกครั้ง ล้างด้วยน้ำกลั่นกรองและตากให้แห้ง แล้วตรวจสอบวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD อีกครั้งพบว่าโครงสร้างหลักของสารที่สังเคราะห์ได้ (RHA5) เป็นซิลิกอน ไม่พบว่ามีแมกนีเซียมและซิลิกอนออกไซด์เจือปน แสดงดังรูป 3.22(ข)

เถ้าแกลบ RHA2 ผสมริบิ้นแมกนีเซียม และถ่านกะลา ในอัตราส่วน 2:0.5:0.1 เผาที่อุณหภูมิ 600°C เป็นเวลา ชั่วโมงครึ่ง ในบรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน อัตราการไหลของแก๊สผ่านเข้าไปในเตา เป็น 2 L/min นำผลิตภัณฑ์ทั้งก่อนและหลังจากการแช่ในกรด HF ไปวิเคราะห์ตรวจสอบด้วยเครื่อง XRD ผลการวิเคราะห์ แสดงได้ดังรูปที่ 3.23 (ก) และ(ข)



(ก)



(ข)

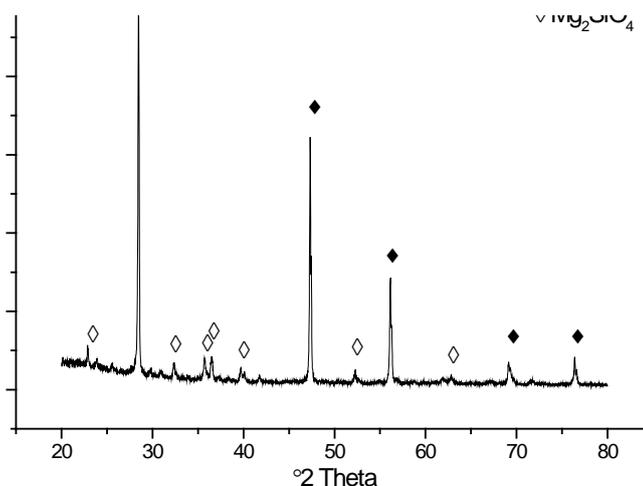
รูปที่ 3.23 แสดงผลการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของตัวอย่าง RHA6 แสดงเฟสของ Si และ Mg_2SiO_4

(ก) ก่อนแช่ด้วยกรด HF (ข) หลังแช่ด้วยกรด HF

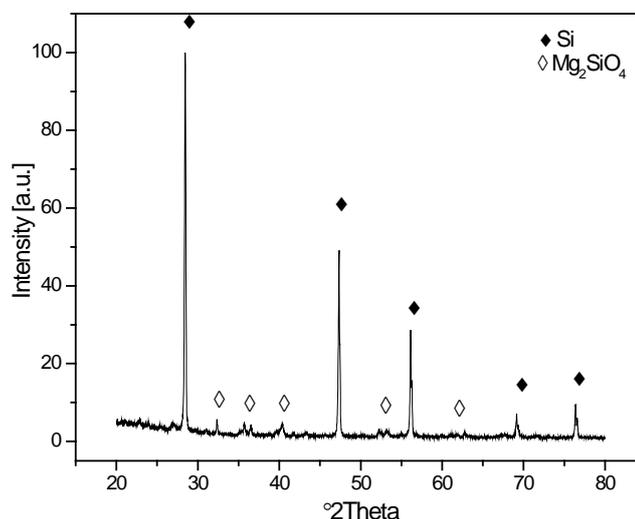
จากรูปที่ 3.23 (ก) แสดงให้เห็นว่า มีการสังเคราะห์ของซิลิกอนเกิดปะปนอยู่กับ แมกนีเซียมซิลิกอน ออกไซด์ และซิลิกอนไดออกไซด์ หลังจากที่น่าผลิตภัณฑ์ดังกล่าวไปแช่ในสารละลายกรด HF ล้างด้วย

น้ำกลั่นกรองและตากให้แห้ง แล้วตรวจสอบวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD อีกครั้งพบว่าโครงสร้างหลักของสารที่สังเคราะห์ได้ (RHA6) เป็นซิลิกอน มีปริมาณของแมกนีเซียมซิลิกอนออกไซด์เจือปนอยู่เล็กน้อย ดังรูปที่ 3.23 (ข)

ถ้าแคลบ (RHA2) ผสมริบีนแมกนีเซียม และถ่านกะลา ในอัตราส่วน 2:0.1:0.1 เผาที่อุณหภูมิ 600°C เป็นเวลา หนึ่งชั่วโมงครึ่ง ในบรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน อัตราการไหลของแก๊สผ่านเข้าไปในเตาเป็น 2 L/min นำผลิตภัณฑ์ทั้งก่อนและหลังจากการแช่ในกรด HF ไปวิเคราะห์ตรวจสอบด้วยเครื่อง XRD ผลการวิเคราะห์ แสดงได้ดังรูปที่ 3.24 (ก) และ(ข)



(ก)



(ข)

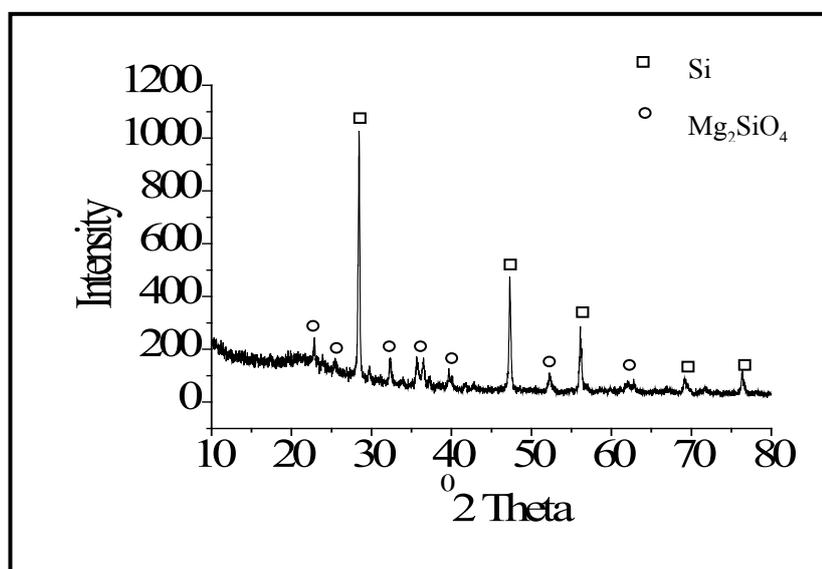
รูปที่ 3.24 แสดงผลการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของตัวอย่าง RHA7 แสดงเฟสของ Si และ Mg_2SiO_4

(ก) ก่อนแช่ด้วยกรด HF (ข) หลังแช่ด้วยกรด HF

จากรูปที่ 3.24 (ก) แสดงให้เห็นว่า มีการสังเคราะห์ของซิลิกอนเกิดปะปนอยู่กับ แมกนีเซียมซิลิกอนออกไซด์ และซิลิกอนไดออกไซด์ หลังจากให้นำผลิตภัณฑ์ดังกล่าวไปแช่ในสารละลายกรด HF ล้างด้วย

น้ำกลั่นกรองและตากให้แห้ง แล้วตรวจสอบวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD อีกครั้งพบว่าโครงสร้างหลักของสารที่สังเคราะห์ได้ (RHA7) เป็นซิลิกอน มีปริมาณของแมกนีเซียมซิลิกอนออกไซด์เจือปนอยู่เล็กน้อย

ถ้าแคลบ RHA2 ผสมริบีนแมกนีเซียมและถ่านกะลามะพร้าว ในอัตราส่วน 2 :1:0.1 วางแผ่นซิลิกอนลงบนส่วนผสม เเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1:50 ชั่วโมง (อัตราการเผา 150 °C/hr) ในบรรยากาศของไนโตรเจนเข้าสู่เตาด้วยอัตราการไหล 0.5 L/min จากนั้นนำผลิตภัณฑ์ที่ได้แช่ด้วยกรดไฮโดรคลอริกเป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วนำไปทดสอบด้วยเครื่องการวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ดังรูปที่ 3.25

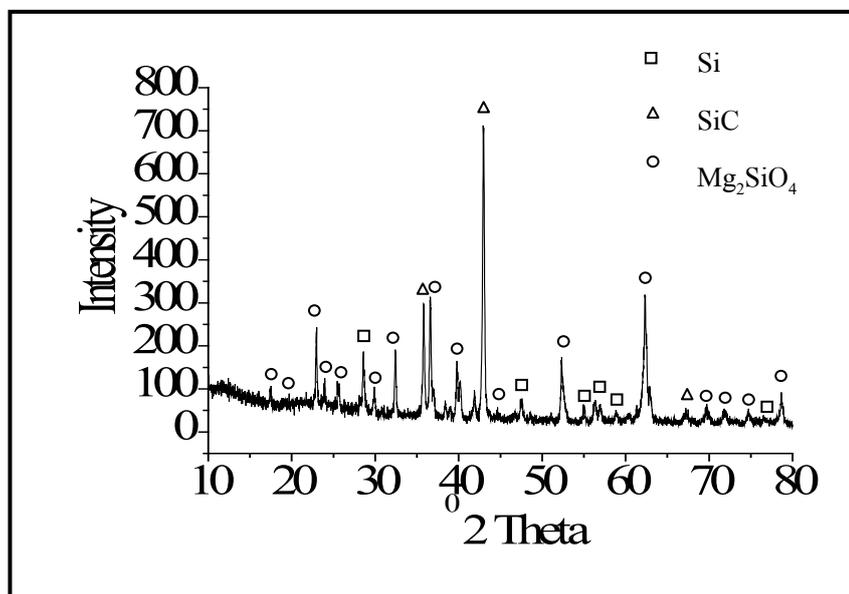


รูปที่ 3.25 ความสัมพันธ์ระหว่าง Intensity และ 2θ ศึกษาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ของตัวอย่าง RHA8 (2:1:0.1)

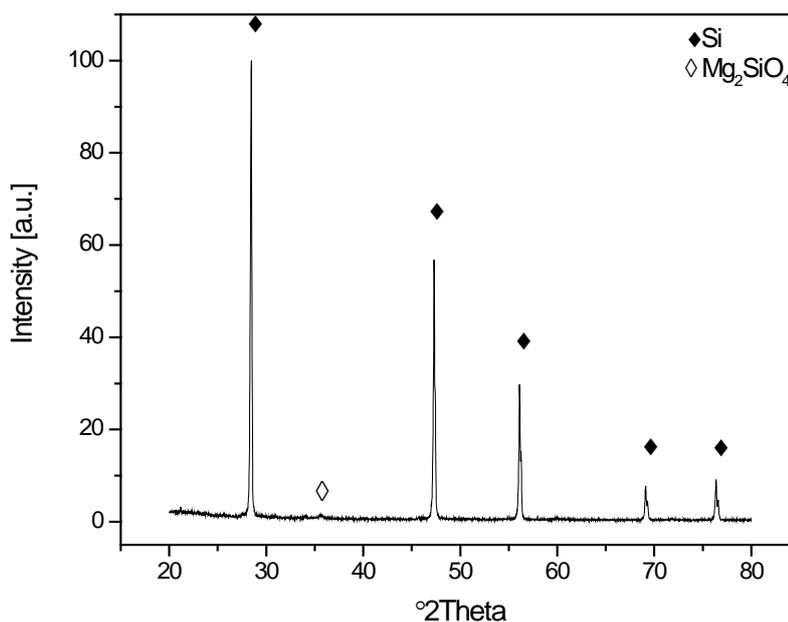
จากรูปที่ 3.25 แสดงให้เห็นว่า ตัวอย่าง RHA8 หลังจากที้นำผลิตภัณฑ์ดังกล่าวไปแช่ในสารละลายกรด HF ล้างด้วยน้ำกลั่นกรองและตากให้แห้ง แล้วตรวจสอบวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD อีกครั้งพบว่าโครงสร้างหลักของสารที่สังเคราะห์ได้ (RHA8) เป็นซิลิกอน มีปริมาณของแมกนีเซียมซิลิกอนออกไซด์เจือปนอยู่เล็กน้อย

เมื่อนำถ้าแคลบ (RHA2) ผสมกับริบีนแมกนีเซียมและถ่านกะลามะพร้าว ในอัตราส่วน 2 :1:0.1 วางแผ่นซิลิกอนลงบนส่วนผสม เเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1.5 ชั่วโมง (อัตราการเผา 150 °C/hr) ในบรรยากาศของออกซิเจนเข้าสู่เตาด้วยอัตราการไหล 0.5 L/min หลังการเผา นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ (ก่อนแช่กรด HF) ไปทดสอบด้วยเครื่องการวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD)

แสดงผลดังรูป 3.26(ข) และนำผลิตภัณฑ์ที่ได้(RHA9)ไปแช่ด้วยสารละลายกรด HF ล้างด้วยน้ำกลั่นกรองและตากให้แห้ง แล้วตรวจสอบวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD แสดงดังรูปที่ 3.26(ข)



(ก)



(ข)

รูปที่ 3.26 แสดงผลการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของตัวอย่าง RHA9 (ก) ก่อนแช่ HF แสดงเฟสของ Si SiC และ Mg₂SiO₄ (ข) หลังแช่ด้วยกรด HF แสดงเฟสของ Si และ Mg₂SiO₄

จากรูปที่ 3.26(ข) พบว่าโครงสร้างหลักของสารที่สังเคราะห์(RHA9) ได้หลังการแช่ด้วยสารละลายกรด HF เป็นซิลิกอน มีปริมาณของแมกนีเซียมซิลิกอนออกไซด์เจือปนอยู่เล็กน้อย