

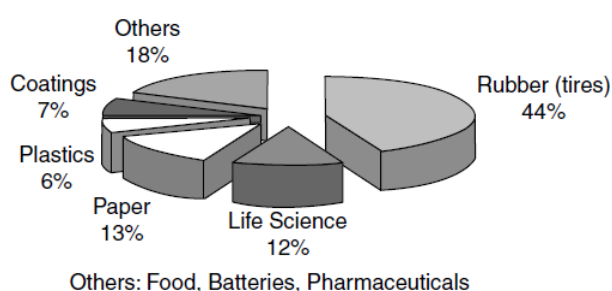
บทที่ 1

บทนำ

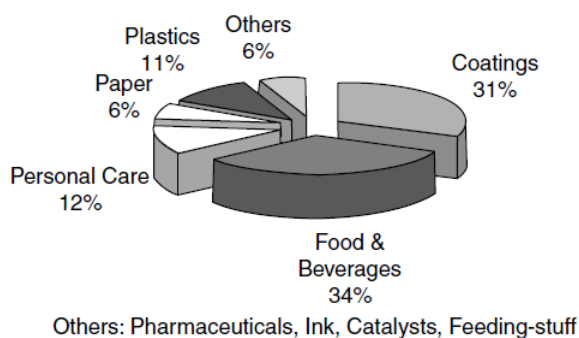
ความเป็นมาและความสำคัญ

ซิลิกาเป็นวัสดุที่สำคัญต่อการพัฒนาทางวิทยาศาสตร์ของมนุษย์ตั้งแต่เริ่มแรก เช่น ใช้เป็นวัตถุดิบในการผลิตเครื่องปั้นดินเผา จนกระทั่งเป็นส่วนประกอบสำคัญในซีเมนต์ต่อมาสำหรับสิ่งก่อสร้างที่อยู่อาศัย จนถึงปัจจุบันมีเทคโนโลยีที่ใช้ประโยชน์จากซิลิกาจำนวนมากและมีการใช้งานอย่างหลากหลายสาขาซึ่งมีบทบาทที่สำคัญต่ออุตสาหกรรมสูงมาก เนื่องจากการนำมาใช้ประโยชน์ในอุตสาหกรรมต่างๆได้อย่างหลากหลาย เช่น ใช้เป็นวัสดุสำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาในอุตสาหกรรมปิโตรเลียม ใช้ในเทคโนโลยีการผลิตโลหะผสมพิเศษ (Superalloy) ในเครื่องยนต์เจ็ท เทคโนโลยีเกี่ยวกับแก้วและเซรามิกยุคใหม่ อิเล็กทรอนิกส์ เส้นใยนำแสง ใช้เป็นสารช่วยเพิ่มแรงตึงผิว และการกระจายตัวของยาชนิดที่เป็นของเหลว ใช้เป็นสารช่วยเร่งปฏิกิริยาเคมีในอุตสาหกรรมน้ำมันและปิโตรเคมี ใช้เป็นฉนวนกันความร้อน ใช้เป็นสารดูดซับความชื้น ซึ่งจะช่วยในการเก็บรักษาอาหารแห้ง หรืออาหารกรอบให้คงทน ใช้ดูดซับสารเคมีอันตราย ใช้กรองน้ำดื่มกรองอากาศที่มีสารพิษ หรือฝุ่นละอองขนาดเล็ก เป็นสารเสริมแรงในพลาสติกและยาง อุตสาหกรรมกระดาษ สารเคลือบ อุปกรณ์เซลล์สุริยะ อุตสาหกรรมอาหาร เครื่องดื่มและอาหารสัตว์ และเป็นองค์ประกอบในผลิตภัณฑ์ที่ใช้ในชีวิตประจำวัน โดยเฉพาะเมื่ออยู่ในรูปของนาโนซิลิกาและซิลิกาแอโรเจล ซึ่งทำให้วัสดุมีสมบัติพิเศษเพิ่มขึ้นจากปกติ เช่น มีน้ำหนักเบามากเป็นพิเศษ มีปริมาณพื้นที่ผิวจำเพาะที่สูงเป็นฉนวนความร้อนที่ยิ่งยวด มีความพรุนสูง มีความโปร่งแสง จึงทำให้สามารถนำมาพัฒนาใช้ประโยชน์ได้อย่างมีประสิทธิภาพสูงขึ้นกว่าเดิม นอกจากนั้นยังทำให้สามารถประยุกต์ใช้งานด้านอื่นได้หลากหลายมากขึ้น เช่น ด้านพลังงานสามารถนำไปพัฒนาเทคโนโลยีการเก็บพลังงาน เทคโนโลยีโซลาร์เซลล์ เทคโนโลยีการกลั่นน้ำมัน ด้านอุตสาหกรรม เช่น วัสดุฉนวนกันความร้อนที่มีประสิทธิภาพสูงในขณะที่มีน้ำหนักเบาและใช้เพียงชั้นบางๆ ใช้ในอุตสาหกรรมเครื่องสำอางเป็นส่วนประกอบในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง การผลิตตัวเร่งปฏิกิริยา อุตสาหกรรมสารซักฟอกและสบู่ ตัวดูดซับ กาว ตัวประสาน อุตสาหกรรมยางโดยใช้เป็นส่วนผสมเพื่อผลิตยางที่มีประสิทธิภาพเหมาะแก่การใช้งานด้านต่างๆตามต้องการมากขึ้น ด้านการแพทย์ เช่น เทคโนโลยีในการผลิตยา การสกัดดีเอ็นเอและอาร์เอ็นเอ ใช้ในเทคนิคการตรวจวินิจฉัยโรค ด้านสิ่งแวดล้อม เช่น การใช้ดูดซับสารพิษ ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ การกรองน้ำ ด้านเทคโนโลยีอวกาศ ใช้ในการดักเก็บอนุภาคฝุ่นจากอวกาศ และหมึกพิมพ์ รวมทั้งใช้เป็นวัสดุเพื่อใช้ในการงานศึกษาวิจัยด้านต่างๆ จะเห็นได้ว่าซิลิกาเป็นวัสดุที่มีความสำคัญต่ออุตสาหกรรมเป็นอันมาก ดังแสดงสัดส่วนร้อยละของการใช้งานในอุตสาหกรรมในภาพที่ 1.1 และ 1.2 จากข้อมูลการสำรวจการบริโภค precipitated silica ในสหภาพยุโรปในปี 2003 พบว่ามีปริมาณประมาณ 475,000 ตันต่อปี อย่างไรก็ตามเทคโนโลยีหรืออุตสาหกรรมบางประเภทจำเป็นต้องใช้ซิลิกาที่มีคุณภาพสูงหรือสมบัติเฉพาะ โดยเฉพาะนาโนซิลิกา และซิลิกาแอโรเจล นั้นเป็นสารประกอบที่มีประโยชน์มากในเชิงอุตสาหกรรม เพราะสามารถใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในโรงงานปิโตรเคมี, ใช้เป็นสารเคลือบในอุตสาหกรรมกระดาษ, อุตสาหกรรมเครื่องสำอาง, ส่วนประกอบของ

หมึกพิมพ์ อุตสาหกรรมยา เซรามิก อิเล็กทรอนิกส์ ฉนวนกันความร้อนที่มีประสิทธิภาพสูงและอื่นๆ ซึ่งสารนาโนซิลิกา และซิลิกาแอโรเจล จึงเป็นวัสดุซิลิกาที่มีมูลค่าสูงกว่าวัสดุซิลิกาทั่วไป ซึ่งซิลิกานั้น โดยทั่วไปจะใช้แร่ควอตซ์หรือทรายเป็นแหล่งของซิลิกา นอกจากนั้นแล้วยังสามารถเตรียมได้จากสารสกัดซิลิกาออกจากเถ้าแกลบซึ่งเป็นทางเลือกใหม่และเป็นแหล่งของซิลิกาที่มีความบริสุทธิ์สูงมากซึ่งมีแนวโน้มสูงในอนาคตต่อการนำมาใช้เป็นวัตถุดิบในการผลิตวัสดุซิลิกาคุณภาพสูง เถ้าแกลบเป็นของเหลือทิ้งจำนวนมากจากการผลิตไฟฟ้าของโรงงานไฟฟ้าพลังงานแกลบในประเทศไทย โดยเถ้าแกลบที่เหลือจากการเผานั้นจะมีส่วนประกอบหลักเป็นซิลิกาและสามารถสกัดออกมาได้ในรูปของสารละลายโซเดียมซิลิเกต



ภาพที่ 1.1 แสดงสัดส่วนการบริโภค precipitated silica ในสหภาพยุโรปในปี 2000



ภาพที่ 1.2 แสดงสัดส่วนการบริโภค silica gel ในสหภาพยุโรปในปี 2000

ประเทศไทยการผลิตข้าวปีละประมาณ 30 ล้านตัน ซึ่งทั้งหมดจะทำให้มีเถ้าแกลบที่ได้จากการสีข้าวประมาณปีละ 6-7 ล้านตันต่อปี โดยในปัจจุบันแกลบในประเทศจำนวนมากจะถูกนำมาใช้ในการผลิตกระแสไฟฟ้าในโรงงานไฟฟ้าพลังงานแกลบ ดังแสดงข้อมูลในตารางที่ 1.1 ซึ่งแสดงข้อมูลตัวอย่างของอัตราการผลิตไฟฟ้า สถานที่ตั้งของโรงไฟฟ้า และแสดงปริมาณเถ้าแกลบที่ใช้เป็นวัตถุดิบเพื่อผลิตไฟฟ้าต่อปีของโรงไฟฟ้าพลังงานแกลบในประเทศไทย ซึ่งจะมีผลพลอยได้ที่เหลือจากการผลิตไฟฟ้าด้วยเชื้อเพลิงแกลบคือเถ้าแกลบ ประมาณ 10 – 15 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก

ตารางที่ 1.1 แสดงตัวอย่างปริมาณการผลิตไฟฟ้าของแต่ละโรงงานไฟฟ้าพลังงานแกลบและปริมาณแกลบที่ใช้ต่อปี

Electricity Generation – Rick Husk Details (October, 2004)				
	Name	Location	(MW)	Quantity (Ton/yr)
1.	PRG Rice Mill	Pathumthani	9.24	162,000
2.	Thai Power Supply 1	Chacherngchao	47.4	420,000
3.	Thai Power Supply 2	Chacherngchao	10.4	100,000
4.	Biomass Power	Chainat	6	110,000
5.	Roi Et Green	Roi Et	9.9	175,000
6.	Thai Power Supply 3	Chacherngchao	3.0	55,000
7.	Satuk Biomass	Buriram	9.8	57,000
8.	Bua Sommai	Roi Et	6.0	110,000
รวม			101.7	1,189,000

ซิลิกาที่อยู่ในแกลบมีความบริสุทธิ์สูงและมีสัดส่วนในปริมาณมาก ในปัจจุบันได้มีการนำแกลบมาใช้ประโยชน์ในด้านต่างๆ มากมาย เช่น ใช้เป็นส่วนผสมในซีเมนต์เพื่อเพิ่มคุณภาพของปูนซีเมนต์ และใช้สำหรับการเกษตร เป็นต้น แต่การใช้ประโยชน์จากแกลบยังมีมูลค่าทางเศรษฐกิจไม่สูงนัก ดังนั้นจึงมีการศึกษาเพื่อปรับปรุงแกลบให้เป็นวัสดุที่มีคุณภาพสูงขึ้น สำหรับใช้งานในอุตสาหกรรมต่างๆ เช่น ใช้เป็นวัตถุดิบในการสังเคราะห์ ซิลิกอนคาร์ไบด์ ซิลิกอนไนไตรด์ ซีโอไลต์ แมกนีเซียมซิลิไซด์ , คอเรียไรท์ และ ซิลิกา เป็นต้น อย่างไรก็ตาม จากการศึกษาการใช้แกลบในประเทศไทยส่วนใหญ่เน้นด้านนำไปประยุกต์ใช้งานหรือใช้ประโยชน์จากซิลิกาที่มีอยู่ในแกลบ ดังนั้นการศึกษาเกี่ยวกับวิธีการผลิตซิลิกาที่เหมาะสมในระดับอุตสาหกรรมจึงเป็นเรื่องที่น่าสนใจอย่างยิ่ง

ในปัจจุบันมีการศึกษาเกี่ยวกับการนำซิลิกามาใช้ประโยชน์ด้วยการสังเคราะห์เป็นนาโนซิลิกา โดยการนำแกลบมาใช้เป็นวัตถุดิบ ใช้เทคนิคการเผาที่อุณหภูมิสูง จากการศึกษาดังกล่าวเป็นเพียงเทคนิคที่เหมาะสมในระดับห้องปฏิบัติการเท่านั้น เป็นเทคนิคที่ใช้พลังงานสูง และได้แก๊สเรือนกระจกเป็นผลิตภัณฑ์พลอยได้จึงเป็นวิธีที่ไม่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม ซึ่งซิลิกาที่ได้มีคุณสมบัติที่ไม่สม่ำเสมอจึงมีมูลค่าต่ำ และเทคนิคที่สำคัญอื่น เช่น การตกตะกอน หรือโซลเจลนั้นสามารถทำได้ในปริมาณน้อย ซึ่งหากต้องการปริมาณมากสิ่งแวดล้อม ซิลิกาที่ได้มีคุณสมบัติที่ไม่สม่ำเสมอจึงมีมูลค่าต่ำเช่นกัน ด้วยเหตุนี้เทคนิคการเผาและเทคนิคการตกตะกอนจึงไม่เหมาะสมต่อการผลิตในเชิงอุตสาหกรรม

ส่วนการผลิตนาโนซิลิกาที่มีคุณภาพสูงในเชิงอุตสาหกรรมโดยทั่วไปแล้วเป็นการใช้เทคนิคทางสเปย์ไฟโรไลซิสซึ่งทำให้สามารถผลิตได้ในปริมาณมาก แต่อย่างไรก็ตามเทคนิคนี้เป็นการยากในการควบคุมคุณภาพผลิตภัณฑ์ให้มีคุณสมบัติที่หลากหลายและดีเท่าเทคนิคทางการตกตะกอนหรือโซลเจลและการผลิตซิลิกาแอโรเจลในเชิงอุตสาหกรรมโดยทั่วไปแล้วส่วนมากใช้วัตถุดิบตั้งต้นในการผลิตเป็นสารเคมีที่มีราคาสูง มีความเป็นพิษ ใช้เวลาในการผลิตนาน หรือเครื่องมืออุปกรณ์มีราคาแพง ทำให้กระบวนการผลิตมีความเสี่ยง ไม่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม และมีต้นทุนในการผลิตที่สูง

ในงานวิจัยนี้จึงมีแนวคิดจะผลิตนาโนซิลิกา โดยใช้แกลบจากโรงไฟฟ้าซึ่งเป็นวัตถุดิบที่มีราคาถูก มีปริมาณมากและหาได้ง่าย ทำการศึกษาโดยพัฒนากระบวนการตกตะกอนและโซลเจล ด้วย

การใช้เทคนิค Continuous-flow ในการสังเคราะห์นาโนซิลิกาจากโซเดียมซิลิเกต กระบวนการที่ศึกษานี้เป็นการพัฒนาเทคนิคทาง Wet chemical ซึ่งเป็นเทคนิคที่ใช้พลังงานต่ำ และต้นทุนต่ำ โดยมีจุดมุ่งหมายให้สามารถผลิตนาโนซิลิกาได้ในเชิงปริมาณและมีคุณภาพคงที่ โดยการปรับสภาวะหรือสารที่เข้าร่วมในปฏิกิริยาให้เหมาะสม

จากแนวคิดในการวิจัยนี้จะเห็นได้ว่าเป็นการพัฒนากระบวนการผลิตที่ใช้ปฏิกิริยาที่สามารถเกิดขึ้นได้ง่าย ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีคุณภาพ สามารถพัฒนาเป็นการผลิตในระดับอุตสาหกรรมต่อไปได้ และคำนึงถึงกระบวนการที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม นอกจากนี้ยังเป็นการใช้เถ้าแกลบให้เกิดประโยชน์สูงสุด และสามารถเพิ่มมูลค่าทางเศรษฐกิจให้สูงขึ้นได้

วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. ศึกษาการสังเคราะห์นาโนซิลิกาโดยใช้โซเดียมซิลิเกตที่ได้จากเถ้าแกลบโรงไฟฟ้าพลังงานแกลบ
2. ศึกษาศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์นาโนซิลิกา

ขอบเขตการวิจัย

1. ศึกษาค้นคว้าเอกสารและข้อมูลที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัยเกี่ยวกับนาโนซิลิกา
2. ศึกษาข้อมูลทางเคมีและข้อมูลทางกายภาพของตัวอย่างวัตถุดิบเถ้าแกลบจากโรงงานไฟฟ้าพลังงานแกลบที่ใช้เป็นแหล่งซิลิกาโดยใช้เทคนิค Field Emission Scanning Electron Microscopy (FE-SEM), Transmission Electron Microscopy (TEM), X-Ray Diffraction (XRD)
3. เตรียมสารละลายโซเดียมซิลิเกตจากเถ้าแกลบ
4. ออกแบบและสร้างระบบการสังเคราะห์นาโนซิลิกา
5. ทำการสังเคราะห์นาโนซิลิกา ด้วยระบบที่สร้างขึ้น โดยศึกษาสภาวะและปัจจัยที่มีผลต่อรูปร่างลักษณะหรือคุณสมบัติของนาโนซิลิกา และปัจจัยที่มีผลต่อเปอร์เซ็นต์การเกิดนาโนซิลิกา เช่น อุณหภูมิ ความเข้มข้นของสารตั้งต้น อัตราการไหล ระยะเวลาการเข้าทำปฏิกิริยา เป็นต้น
6. วิเคราะห์องค์ประกอบลักษณะทางกายภาพและคุณสมบัตินาโนซิลิกาที่ได้โดยใช้เทคนิค Field Emission Scanning Electron Microscopy (FESEM), Transmission Electron Microscopy (TEM), X-Ray Diffraction (XRD).
7. วิเคราะห์หาความสัมพันธ์ระหว่างปัจจัยที่มีส่วนเกี่ยวข้องในการสังเคราะห์ต่อสมบัติของอนุภาคนาโนซิลิกา

ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. มีระบบและวิธีการสังเคราะห์ที่เหมาะสมในการผลิตนาโนซิลิกา จากเถ้าแกลบโรงไฟฟ้า เพื่อให้ได้วัสดุซิลิกาที่มีมูลค่าทางเศรษฐกิจเพิ่มขึ้นและเป็นระบบที่เหมาะสมต่อการนำไปพัฒนาในระดับที่สูงขึ้นเพื่อศึกษาการผลิตในเชิงปริมาณ หรือขยายสู่การผลิตเชิงอุตสาหกรรมต่อไป
2. มีแนวทางหรือข้อมูลพื้นฐานสำหรับกระบวนการผลิตนาโนซิลิกา ที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมมากกว่ากระบวนการทั่วไปที่ใช้ในอุตสาหกรรม
3. มีวัสดุนาโนซิลิกาสำหรับการวิจัยค้นคว้าด้านต่างๆ

บทที่ 2

แนวคิด ทฤษฎี เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

แนวคิด ทฤษฎี

ทฤษฎีที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัยประกอบด้วยทฤษฎีของแกลบ ซิลิกา และการสังเคราะห์ ซิลิกา ดังนี้

แกลบข้าว

แกลบข้าว (Rice Husk) คือเปลือกข้าวส่วนนอกสุดเป็นผลผลิตที่ได้จากการสีข้าว แกลบข้าวมีส่วนประกอบประกอบส่วนใหญ่เป็นสารอินทรีย์จำพวกไฮโดรคาร์บอน ได้แก่ เซลลูโลส 30-40% ลิกนิน 19-47% และน้ำตาลประมาณ 17-26% นอกจากนั้นจะเป็น น้ำ และสารอนินทรีย์คือ ซิลิกา นั้นเอง ซึ่งมีอยู่ในช่วงตั้งแต่ 85-99% นอกจากนั้นจะเป็นสารประกอบอนินทรีย์หรือออกไซด์ของโลหะ ชนิดอื่นๆอีกในปริมาณที่เล็กน้อยมาก ดังแสดงรายละเอียดในตารางที่ 2.1 ซึ่งในส่วนของสารอินทรีย์ และน้ำรวมกันคิดเป็นประมาณร้อยละ 74 โดยน้ำหนัก ของส่วนประกอบของแกลบทั้งหมด อย่างไรก็ตามองค์ประกอบในรายละเอียดจะมีความแตกต่างกันไปตามสภาพภูมิประเทศการเพาะปลูกและชนิดของพันธุ์ข้าว เป็นต้น ในปัจจุบันประเทศไทยมีการส่งออกข้าวในปริมาณมากจนถือเป็นพืชเศรษฐกิจของประเทศ และนับเป็นประเทศที่ส่งออกข้าวรายใหญ่ของโลก ซึ่งทำให้มีแกลบในปริมาณมากตามมา จึงได้มีการศึกษาค้นคว้าที่จะนำแกลบไปใช้ประโยชน์ในด้านอื่นๆนอกจากด้านการเกษตรเพิ่มเติมโดยการนำไปเป็นแหล่งเชื้อเพลิงในการผลิตพลังงานไฟฟ้า ซึ่งมีปริมาณการใช้งานที่มากที่สุด นอกจากการนำแกลบข้าวไปใช้เป็นเชื้อเพลิงต่างๆแล้วยังสามารถนำไปผสมกับวัสดุอื่นๆ สามารถนำมาผสมทำเป็นวัสดุก่อสร้าง แกลบข้าวนี้ยังถูกนำไปผลิตเป็นขี้เถ้าแกลบ (Rice Husk Ash) เพื่อนำขี้เถ้าแกลบไปใช้ประโยชน์อีกมากมายหลายด้าน เช่น เซรามิก วัสดุสารกึ่งตัวนำ อิเล็กทรอนิกส์ ซิลิกอนคาร์ไบด์ เป็นต้น อย่างไรก็ตามยังมีปริมาณการใช้งานที่น้อยมากเมื่อเทียบกับปริมาณแกลบที่ผลิตขึ้นมาต่อปีในประเทศ สำหรับส่วนประกอบของแกลบโดยเมื่อกลายเป็นเถ้าแกลบแล้วจะทำให้สัดส่วนของส่วนประกอบต่างๆเปลี่ยนไปซึ่งส่วนประกอบหลักของขี้เถ้าแกลบ คือ ซิลิกา (SiO_2) ดังแสดงส่วนประกอบต่างๆของเถ้าแกลบในตารางที่ 2.2 ซึ่งรายละเอียดจะเปลี่ยนไปขึ้นอยู่กับแกลบที่เป็นวัตถุดิบ เทคนิคและวิธีการเผา เป็นต้น โดยสามารถนำไปทำให้บริสุทธิ์ขึ้นด้วยกระบวนการทางเคมี หรือการเผาที่อุณหภูมิสูง ซิลิกาในขี้เถ้าแกลบมีทั้งที่อยู่ในรูปเป็น ซิลิกาผลึก (Crystalline Silica) ซิลิกาผลึกสามารถแบ่งย่อยเป็นหลายชนิดตามความแตกต่างของรูปร่าง ลักษณะผลึกและความหนาแน่นของซิลิกา รูปร่างของผลึกมีหลายแบบ เช่น สามเหลี่ยม สี่เหลี่ยม หกเหลี่ยม สี่เหลี่ยมลูกบาศก์ และเส้นยาว และซิลิกาอสัณฐาน (Amorphous Silica) ซึ่งเป็นซิลิกาที่มีรูปร่างที่ไม่เป็นผลึก (Non-crystalline Silica) โดยซิลิกาที่อยู่ในแกลบนั้นส่วนมากในแกลบจะอยู่ในผนังเซลล์ในชั้นเอพิดอร์มิส (Epidermis) ซิลิกาที่อยู่ในแกลบนั้นเกิดขึ้นจากการดูดซึมธาตุอาหารของต้นข้าว โดยรากของข้าวก็จะทำการดูดซึมธาตุอาหารต่างๆที่จำเป็นจากนั้นซิลิกาก็จะมาถูกสะสมอยู่ที่บริเวณผิวด้านนอกของเปลือกเมล็ดข้าวด้วยกลไกทางชีวภาพของพืชและกลายเป็นซิลิกา ที่รวมตัวกับเส้นใยประเภทเซลลูโลสและลิกนิน ทำให้เกิดเป็นโครงสร้างที่แข็งแรงของเปลือกข้าวหรือที่เราเรียกกันว่าแกลบนั่นเอง

ตารางที่ 2.1 แสดงส่วนประกอบของแกลบจากข้าว

ส่วนประกอบของแกลบ	%
ความชื้น (%)	7.6 - 10.2
โปรตีน (%)	1.9 - 3.7
ไขมัน (%)	0.3 - 0.8
เส้นใยหยาบ (%)	35.0 - 46.0
คาร์โบไฮเดรตที่ใช้ประโยชน์ได้ (%)	26.5 - 29.8
เถ้า (%)	13.2 - 21.0
ซิลิกา (%)	18.8 - 22.3
แคลเซียม (%)	0.6 - 1.3
ฟอสฟอรัส (%)	0.3 - 0.7
เส้นใยอาหาร (สกัดโดยสารฟอกเป็นกลาง) (%)	66 - 74
เส้นใยอาหาร (สกัดโดยสารฟอกเป็นกรด) (%)	58 - 62
ลิกนิน (%)	9 - 20
เซลลูโลส (%)	28 - 36
เพนโทเซน (%)	21 - 22
เฮมิเซลลูโลส (%)	12
สารอาหารที่ย่อยได้ทั้งหมด (%)	9.4

ที่มา สำนักพัฒนาผลิตภัณฑ์ข้าว

ตารางที่ 2.2 องค์ประกอบทางเคมีของเถ้าแกลบ

องค์ประกอบทางเคมีของเถ้าแกลบ	%
Silica - SiO_2	90.23
Alumina - Al_2O_3	3.54
Carbon - C	1.23
Calcium Oxide - CaO	1.58
Magnesium Oxide - MgO	0.53
Potassium Oxide - K ₂ O	0.39
Ferric Oxide - Fe_2O_3	0.21

ซึ่งองค์ประกอบทางเคมีของเถ้าแกลบที่แตกต่างกันขึ้นอยู่กับหลายปัจจัย เช่น ชนิดของแกลบ อุณหภูมิที่เผา กรรมวิธีก่อนการเผา เทคนิคหรือวิธีการเผา และสภาพแวดล้อมบรรยากาศในการเผา ซึ่งทำให้เกิดการเผาไหม้ที่สมบูรณ์หรือไม่สมบูรณ์ เป็นต้น ดังตัวอย่างในตารางที่ 2.3 ซึ่งแสดงปริมาณออกไซด์ต่างๆที่อยู่ในแกลบที่ผ่านการเผาแล้ว โดยสมบัติบางอย่างของเถ้าแกลบที่มีสัดส่วน

องค์ประกอบทางเคมีต่างกันจะแสดงออกที่สีของเถ้าด้วย เช่น เถ้าแกลบมีสีดำเกิดจากคาร์บอน เถ้าแกลบสีขาวขึ้นก็จะมีสัดส่วนของคาร์บอนน้อยลงและมีสัดส่วนของซิลิกาเพิ่มมากขึ้นตามลำดับ เป็นต้น

ตารางที่ 2.3 แสดงปริมาณออกไซด์ต่างๆในแกลบที่ผ่านการเผาแล้ว

%ออกไซด์	แกลบดิบเผาที่ 650 C°	แกลบดิบผ่านการล้างและเผาที่ 650 C°
%SiO ₂	95-96	98.5-99.5
%Al ₂ O ₃	1-1.5	0.5-0.8
%Fe ₂ O ₃	0.5-0.8	0.05
%CaO	0.2-0.5	0.05
%Na ₂ O	0.1-0.2	0
%K ₂ O	1.3-1.5	0.1-0.3
%MgO	0.3-0.5	0
Specific surface area(m ² /g)	15-30	250-350

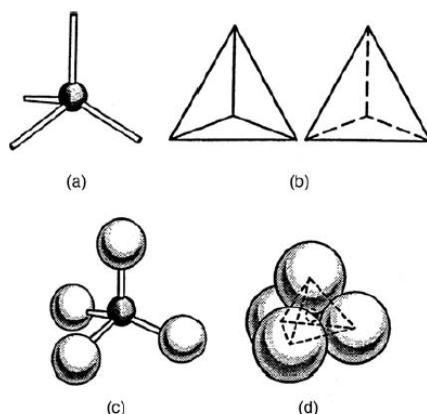
หมายเหตุ: แกลบที่ทำการวิเคราะห์นี้เป็นข้าวหอมมะลิ แหล่งอำเภอสายไผ่ จังหวัดสระบุรี

เนื่องจากปริมาณเถ้าแกลบที่เหลือจากการนำไปผลิตไฟฟ้าต่อการรวบรวมและมีปริมาณมาก ซึ่งการนำไปใช้ประโยชน์โดยทั่วไปยังมีมูลค่าทางเศรษฐกิจไม่มากนักและใช้ในปริมาณน้อย และจะพบว่าการใช้ประโยชน์จากแกลบโดยส่วนมากนั้นจะได้เถ้าแกลบเหลือออกมาอีกด้วย จึงมีความจำเป็นที่จะต้องทำการศึกษาเพื่อที่จะนำมาเป็นแหล่งของซิลิกาเพื่อใช้ในการสังเคราะห์ซิลิกาที่มีมูลค่าทางเศรษฐกิจสูงขึ้นและมีความสำคัญต่ออุตสาหกรรมในประเทศ โดยเฉพาะการศึกษาเพื่อผลิตเป็น Silica nanoparticles และ Silica aerogel

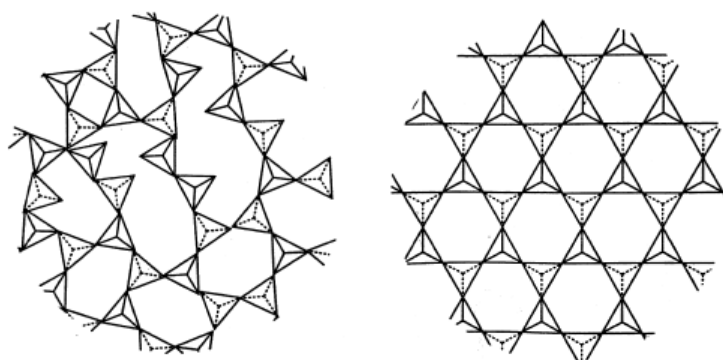
อนุภาคนาโนซิลิกา

ซิลิกา คือสารประกอบซิลิกอนไดออกไซด์ มีสูตรทางเคมีคือ SiO₂ และยังหมายความรวมถึงซิลิกอนไดออกไซด์ในทุกรูปผลึกรวมทั้งรูปอสัณฐาน ซึ่งจะมีอะตอมของซิลิกอนอยู่ตรงกลาง ล้อมรอบด้วยอะตอมออกซิเจนสี่หรือหอะตอม ซิลิกาเป็นส่วนประกอบหลักที่พบได้มากบนผิวของเปลือกโลก มักอยู่ในรูป หินทราย ควอตซ์ และในรูปของแร่ซิลิเกตในหินและดิน ซึ่งเป็นซิลิกาที่รวมอยู่กับออกไซด์ของโลหะต่างๆ เช่น แมกนีเซียม อลูมิเนียม แคลเซียม และเหล็ก เป็นต้น นอกจากนี้ยังพบในส่วนประกอบของสิ่งมีชีวิต เช่น ผนังเซลล์พืช โครงสร้างเซลล์หรือเปลือกของไดอะตอม เป็นต้น

โครงสร้างของซิลิกาและซิลิเกต โดยทั่วไปจะมีการจัดเรียงตัวเป็นแบบเตตระฮีดรอลดังแสดงในรูปที่ 2.1 ซึ่งมีอะตอมของออกซิเจนเป็นตัวเชื่อมต่อกันกับโครงสร้างที่อยู่ติดกัน เมื่อรวมกันแล้วจะมีลักษณะเป็นโครงสร้างตาข่ายสามมิติแบบไม่รู้จบดังรูปที่ 2.2



ภาพที่ 2.1 แสดงลักษณะ tetrahedral coordination ของออกซิเจนกับซิลิกา (a) ball และ stick model, (b) solid tetrahedron, (c) skeletal tetrahedron, และ (d) space-filling model



ภาพที่ 2.2 แสดงลักษณะแบบสองมิติของการเชื่อมต่อกันแต่ละ tetrahedron การเรียงตัวแบบสุ่มด้านซ้ายจะเป็นซิลิกาอสัณฐานและการเชื่อมต่อเรียงตัวกันอย่างเป็นระเบียบด้านขวาเป็นผลึกซิลิกา

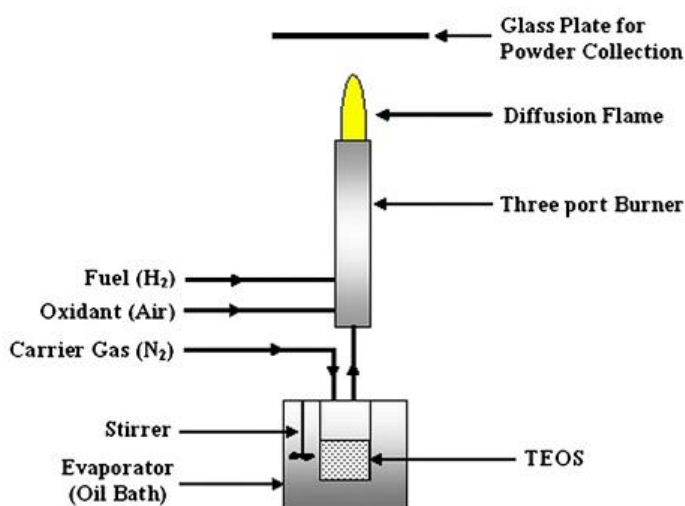
การสังเคราะห์นาโนซิลิกาในปัจจุบัน

การสังเคราะห์วัสดุนาโนซิลิกาสามารถทำได้โดยใช้กระบวนการทางเคมีและการเผาที่อุณหภูมิสูง ซึ่งกระบวนการทางเคมีเป็นระบบที่มีประสิทธิภาพสูงสามารถพัฒนากระบวนการผลิตให้มีคุณภาพที่หลากหลายและมีค่าใช้จ่ายที่ต่ำกว่า กระบวนการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาที่ใช้ในอุตสาหกรรมในปัจจุบัน เช่น กระบวนการเฟลมสเปรย์ไพโรไลซิส กระบวนการทาง Wet Chemical ได้แก่การตกตะกอน และกระบวนการโซลเจล ซึ่งในกระบวนการโซลเจlnี้ยังสามารถใช้ในการสังเคราะห์ซิลิกาแอโรเจลได้เช่นกันโดยทำการเปลี่ยนแปลงสภาวะให้เหมาะสม

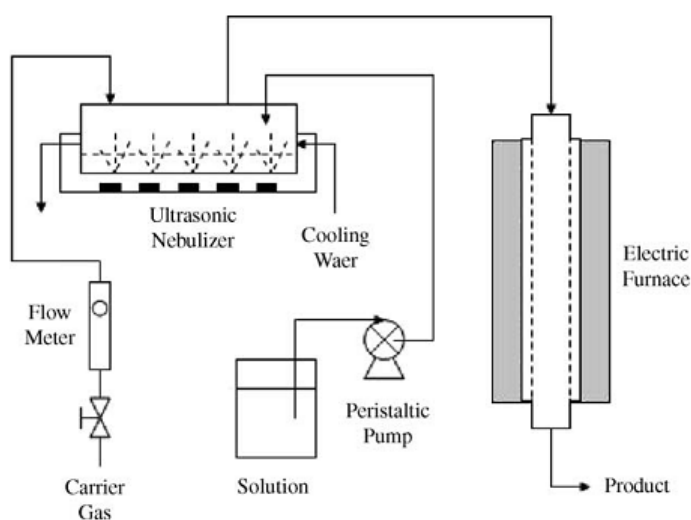
1. กระบวนการเฟลมสเปรย์ไพโรไลซิส

กระบวนการเฟลมสเปรย์ไพโรไลซิสหรือกระบวนการสเปรย์ไพโรไลซิส นับเป็นกระบวนการที่สามารถพัฒนาไปสู่การผลิตนาโนซิลิกาในระดับอุตสาหกรรมได้ ซึ่งมีข้อดีที่ชัดคือ สามารถผลิตอนุภาค

ในระดับนาโนที่มีขนาดเล็กในช่วง 5 – 20 นาโนเมตรได้ โดยที่ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีความบริสุทธิ์และขนาดของอนุภาคมีความสม่ำเสมอสูง อีกทั้งยังสามารถผลิตได้ในปริมาณมากโดยใช้เวลาน้อยและมีขั้นตอนการสังเคราะห์เพียงขั้นตอนเดียว แต่เทคนิคนี้ใช้สารตั้งต้นจำพวกซิลิกอนอัลคอกไซด์ ซึ่งจัดเป็นสารที่มีราคาสูงมาก แผนผังแสดงส่วนประกอบของเฟลม burner ของระบบเฟลมสเปรย์ไพโรไลซิส ซึ่งเป็นระบบที่ใช้ไฮโดรเจนเป็นเชื้อเพลิงและใช้อากาศเป็นตัวออกซิแดนซ์ ใช้ไนโตรเจนเป็นตัวพา และใช้สารตั้งต้นเป็น Tetraethyl orthosilicate (TEOS) และแสดงแผนผังของ burner ที่ใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาตามระบบเฟลมสเปรย์ไพโรไลซิส ดังแสดงในรูปที่ 2.3 โดยจะมีท่อสามท่อซ้อนกันและมีช่องทางเข้าของแก๊สสองช่องและทางเข้าของสารตั้งต้นตรงกลางเพื่อที่จะทำให้เคลื่อนเข้าสู่กลางเปลวไฟได้โดยตรง และแสดงแผนผังของระบบสเปรย์ไพโรไลซิสซึ่งไม่ได้ใช้เฟลมแต่เป็นการให้ความร้อนโดย Electric furnace และทำการสเปรย์โดยเทคนิค Ultrasonic nebulizer ดังแสดงในรูปที่ 2.4



ภาพที่ 2.3 แสดงส่วนประกอบของเฟลม burner ของระบบเฟลมสเปรย์ไพโรไลซิส

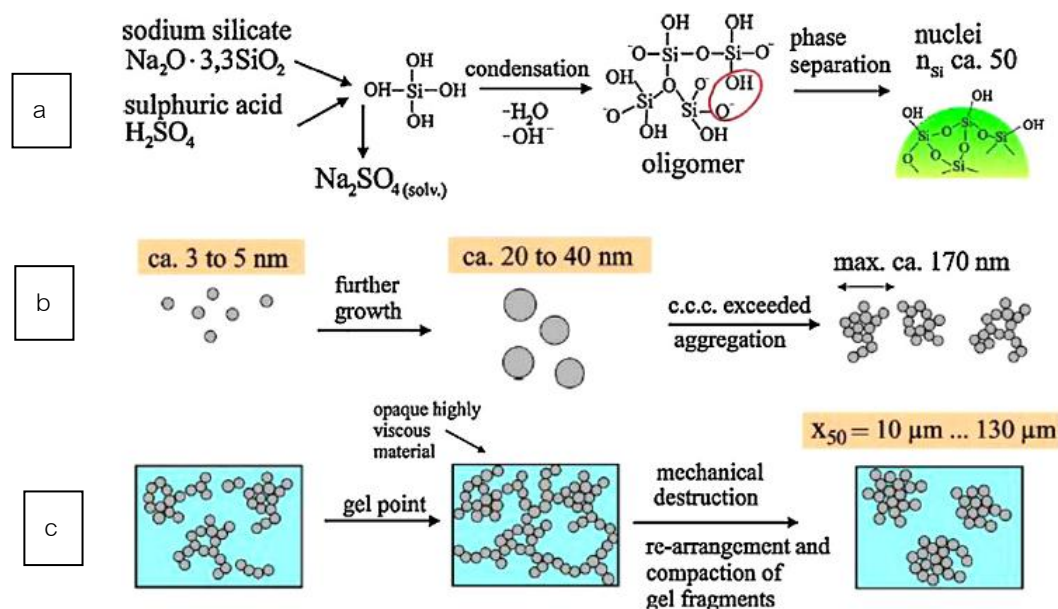


ภาพที่ 2.4 แสดงแผนผังของระบบสเปรย์ไพโรไลซิสที่ไม่ได้ใช้เฟลม

2. กระบวนการตกตะกอน

กระบวนการตกตะกอนเป็นเทคนิคที่อาศัยการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิหรือความดันของสารละลายหรือสารช่วยให้ตกตะกอน โดยทั่วไปกระบวนการหลักที่เกิดขึ้นในการตกตะกอนประกอบด้วย การเกิดนิวเคลียส และการโตขึ้นของอนุภาค ดังแสดงในรูปที่ 8.5 และ 2.6 ซึ่งถ้าระบบมีอัตราการเกิดนิวเคลียสสูงแต่มีอัตราการเติบโตช้า อนุภาคที่ได้จะมีขนาดเล็ก และในทางกลับกันด้วยตัวแปรสำคัญที่มีผลต่อความบริสุทธิ์ลักษณะทางกายภาพของการสังเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้คือ ความเข้มข้นของสารที่เข้าทำปฏิกิริยา ค่าความเป็นกรด-เบส สัดส่วนของสารที่เข้าทำปฏิกิริยา ระยะเวลาการทำปฏิกิริยา และอุณหภูมิ เป็นต้น เทคนิคนี้เป็นอีกเทคนิคที่นิยมใช้ในอุตสาหกรรมในปัจจุบันจึงนับว่ามีความสำคัญต่อการศึกษาเพิ่มเติมเนื่องจากวิธีนี้ยังมีข้อด้อยเมื่อต้องการผลิตในปริมาณมากในระดับอุตสาหกรรมหากทำการขยายระบบคือ

1. เนื่องจากต้องมัลักกวนในการทำปฏิกิริยาจึงทำให้ไม่ได้เป็นระบบต่อเนื่องอย่างแท้จริง
2. ไม่สามารถควบคุมความเป็นเนื้อเดียวกันทั้งหมดของสารที่ทำปฏิกิริยารวมทั้งความสม่ำเสมอของอุณหภูมิภายในถังกวนเป็นต้น
3. ไม่สามารถผสมสารทั้งหมดได้ดีพอหรือไม่สามารถควบคุมการทำปฏิกิริยาให้พร้อมกันทั้งหมดหรือเหมือนกันทั้งหมดได้ดีพอ
4. เนื่องจากกระบวนการที่เกิดขึ้นเป็นพลวัตกรรมทางเทอร์โมไดนามิกส์ของสารเป็นสำคัญจากเหตุผลข้อสองและสามจึงทำให้สารที่ได้ไม่มีความสม่ำเสมอของสมบัติทางกายภาพและทางเคมี

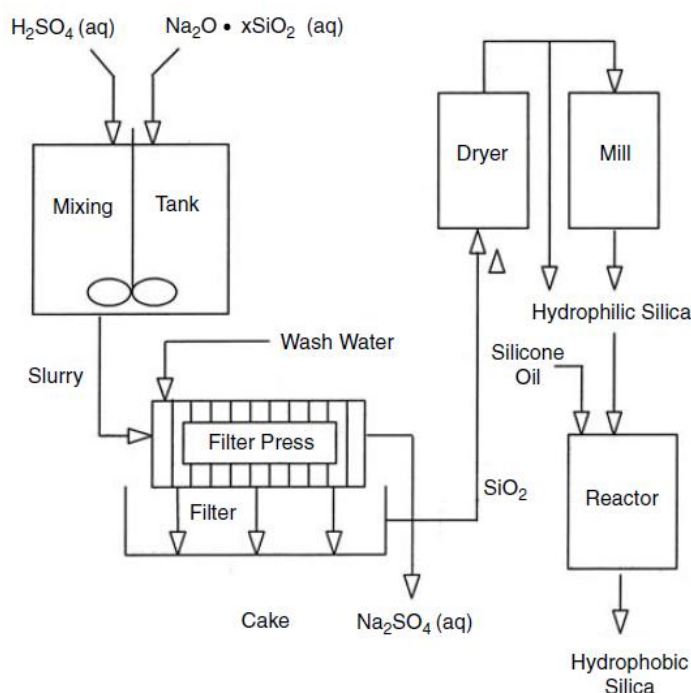


ภาพที่ 2.5 แสดงกระบวนการที่เกิดขึ้นของเทคนิคการตกตะกอนโดยใช้โซเดียมซิลิเกตเป็นสารตั้งต้น

แถวบน (แถว a) แสดงปฏิกิริยาในขั้นตอนการเกิดนิวเคลียส โดยมีขั้นตอนเรียงลำดับจากซ้ายไปขวา

แถวที่สอง (แถว b) แสดงขั้นตอนการเติบโตขึ้นของนิวเคลียสโดยมีขั้นตอนเรียงลำดับจากซ้ายไปขวา

แถวที่สาม (แถว c) เนื่องจากการทดลองนี้เกิดการเกาะกันเป็นเจลจึงมีขั้นตอนการนำมาบดให้ละเอียดอีกครั้ง (10) หรือใช้เทคนิคการปั่นกวนให้เจลเกิดการแตกกระจายและจับตัวเป็นอนุภาคใหม่ โดยมีขั้นตอนเรียงลำดับจากซ้ายไปขวา



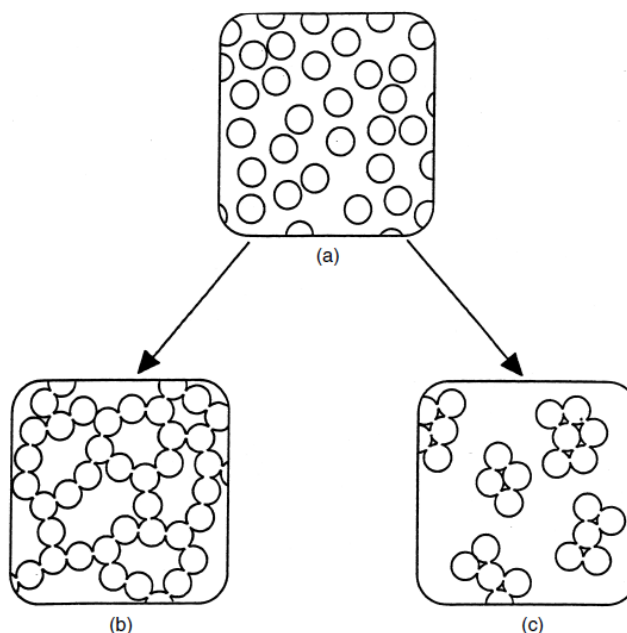
ภาพที่ 2.6 แสดงแผนผังกระบวนการโดยทั่วไปของเทคนิคการตกตะกอนในการผลิตซิลิกาที่ใช้ในอุตสาหกรรมที่ใช้โซเดียมซิลิเกตเป็นสารตั้งต้นในการผลิต

3. กระบวนการโซลเจล (sol-gel)

กระบวนการโซลเจล เป็นกระบวนการ wet-chemical technique เป็นกระบวนการผลิตวัสดุที่มีประโยชน์ต่ออุตสาหกรรมและเทคโนโลยีที่หลากหลายโดยเฉพาะที่เห็นได้ชัด คือ เซรามิกและแก้ว เป็นเทคนิคที่เหมาะสมต่อการการผลิตวัสดุที่ต้องการความบริสุทธิ์สูง โดยทั่วไปกระบวนการโซลเจลจะหมายถึงการเปลี่ยนสถานะจากของเหลวที่เรียกว่าโซล ซึ่งแท้จริงแล้วโซลจะหมายถึงสภาวะที่ของแข็งแขวนลอยกระจายอยู่ในของเหลว จึงมองในลักษณะรวมว่าเป็นของเหลว โดยส่วนมากอนุภาคที่แขวนลอยจะมีขนาดประมาณ 0.1-1 ไมโครเมตร ส่วน เจล หมายถึงสภาวะที่ของแข็งเริ่มจับตัวกันเป็นโครงข่ายภายในของเหลวซึ่งจะทำให้มีลักษณะที่แข็งตัวขึ้นเป็นวุ้น ทำให้มีความหนืดและมีความยืดหยุ่นสูงขึ้น

สำหรับการเตรียมอนุภาคซิลิกาจากเทคนิคโซลเจลนี้โดยส่วนใหญ่จะเป็นการใช้ลักษณะการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส และปฏิกิริยาคอนเดนเซชันของโลหะอัลคอกไซด์ ซึ่งขั้นตอนแรกเป็นการผสมสารตั้งต้นกับน้ำ สารตั้งต้นโดยส่วนใหญ่จะเป็นสารประกอบโลหะและกึ่งโลหะที่ล้อมรอบด้วยลิแกนด์ที่

ไวต่อการเกิดปฏิกิริยา เช่น สารพวกโลหะอัลคอกไซด์ เป็นสารตั้งต้นที่ได้รับความนิยมใช้กับเทคนิคนี้สูงมาก เนื่องจากทำปฏิกิริยากับน้ำได้ดี



ภาพที่ 2.7 แสดงลักษณะของการเกิดเป็นซิลิกาเจลและการตกตะกอนเป็นอนุภาคซิลิกา

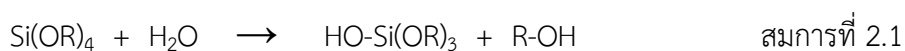
(a) sol, (b) gel และ (c) ในกรณีของการตกตะกอนจะเกิดการจับเกาะกันเป็นกลุ่มของอนุภาคและตกตะกอน

กระบวนการโซลเจล สามารถอธิบายได้สองแบบ คือ

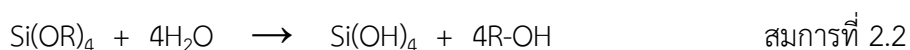
1) ระบบของอนุภาคแขวนลอย ซึ่งจะเกี่ยวข้องกับการกระจายของโลหะออกไซด์หรืออนุภาคของไฮดรอกไซด์ในของเหลวกลายเป็นโซล และจากนั้นโซลจะรวมตัวกันกลายเป็นเจล

2) ระบบของโพลิเมอร์ ซึ่งจะเกี่ยวกับการเกิดโพลิเมอร์ของสารอนินทรีย์ของโลหะอัลคอกไซด์ ซึ่งจะได้เจลที่มีลักษณะเป็นโครงข่าย

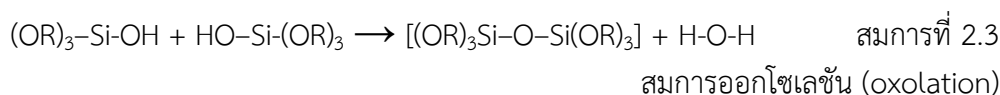
สำหรับระบบของโพลิเมอร์โครงข่ายซิลิกาเกิดจากสารอแกโนเมทัลลิกหรือโลหะอัลคอกไซด์ ซึ่งประกอบด้วยโลหะและหมู่อัลคิล ซึ่งหมู่อัลคิลจะต่ออยู่กับออกซิเจน ตัวอย่างของ alkoxide เช่น silicon tetraethoxide, หรือ tetraethyl orthosilicate (TEOS) ซึ่งมีสูตรทางเคมีคือ $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ หรือ $\text{Si}(\text{OR})_4$ โดยหมู่อัลคิลคือ $\text{R} = \text{C}_2\text{H}_5$



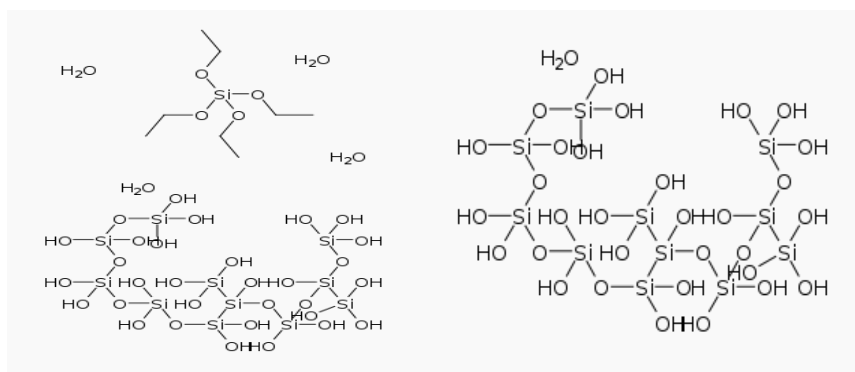
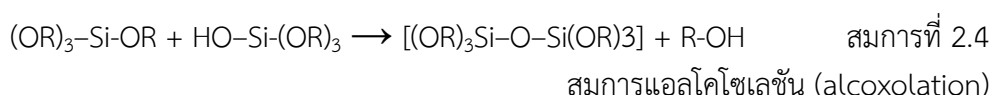
ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นขึ้นอยู่กับจำนวนของน้ำแต่ตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งอาจเกิดปฏิกิริยา hydrolysis ได้อย่างสมบูรณ์ซึ่งหมู่ OR จะถูกแทนที่ด้วยหมู่ OH ดังสมการ



จากนั้นจะเกิด polymerize ในน้ำหรือในแอลกอฮอล์ต่อโดยเกิด condensations
ดังสมการ



หรือ



ภาพที่ 2.8 แสดงระบบของ TEOS, water (ซ้าย) และเกิด polymerized Sol-gel (ขวา)

จะพบว่ากระบวนการทั้งหมดมีข้อด้อยหลักที่ทำให้ไม่สามารถควบคุมคุณภาพในการผลิตเชิงปริมาณเนื่องจากเป็นเทคนิคที่ไม่ได้เป็นกระบวนการหรือระบบต่อเนื่องที่แท้จริง ซึ่งแนวคิดในงานวิจัยนี้ต้องการจะศึกษาเพื่อปรับปรุงในข้อเสียนี้โดยการศึกษาปรับปรุงกระบวนการสังเคราะห์ให้เป็นระบบต่อเนื่อง รวมทั้งปรับปรุงให้สามารถนำไฮเดียมซิลิเกตที่ได้จากเถ้ากลับมาเป็นวัตถุดิบแทนที่ใช้สารออกแกโนเมทัลลิกหรือซิลิกอนอัลคอกไซด์ซึ่งเป็นสารตั้งต้นที่มีราคาสูง โดยอาศัยข้อดีของการสังเคราะห์ด้วยระบบการไหลแบบต่อเนื่องคือ ทำให้มีการเกิดปฏิกิริยาที่สม่ำเสมอตลอดทั้งเนื้อสารเนื่องจากเป็นการไหลและผสมในระบบที่มีปริมาตรน้อยและสม่ำเสมอเหมือนกันหมดตลอดซึ่งเป็นการกำจัดปัญหาของการใช้เทคนิคแบบแบท ได้แก่ 1. ปัญหาที่เกิดจากการแพร่ของสารที่เข้าทำปฏิกิริยาที่ไม่เท่ากันตลอดเนื้อสาร เกิดบริเวณที่มีความเข้มข้นที่ไม่สม่ำเสมอของสารในขณะทำปฏิกิริยา ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาของสารในแต่ละบริเวณที่ไม่เท่ากัน ซึ่งมีผลทำให้ผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้มีคุณภาพไม่สม่ำเสมอหรือไม่สามารถควบคุมคุณภาพตามต้องการได้ 2. ระบบการไหลแบบต่อเนื่องเป็นระบบที่ทำให้เกิดการเข้าทำปฏิกิริยาของสารอย่างทั่วถึงในเวลารวดเร็วจึงทำให้ปฏิกิริยาเกิดได้รวดเร็วขึ้น 3. สามารถทำการควบคุมระบบได้ง่ายและสามารถทำการปรับปรุงให้เป็นระบบอัตโนมัติแบบต่อเนื่องได้รวมทั้งระบบไม่มีความซับซ้อนจึงสามารถพัฒนาระบบเพื่อขยายขนาดอัตราการผลิตได้ง่ายและต้นทุนต่ำ

งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

เนื่องจากคุณสมบัติที่พิเศษขึ้นของนาโนซิลิกา จึงมีการศึกษาวิจัยอย่างกว้างขวางหลากหลายแขนงทั้งด้านการประยุกต์ใช้งานและการสังเคราะห์ จันทนา สหุณี และคณะ (2005) ได้ศึกษาวัฏจักรของซิลิกาที่มีขนาดอนุภาคระดับนาโนเมตร ด้านผลกระทบทางสิ่งแวดล้อม โดยศึกษาตั้งแต่การนำวัตถุดิบมาผลิต การใช้หรือบริโภคผลิตภัณฑ์ รวมไปถึงการเลือกวิธีสังเคราะห์ที่เหมาะสมในการนำมาใช้งานในผลิตภัณฑ์ คือ การใช้เป็นตัวเติมในผลิตภัณฑ์ยาง ผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง ผลิตภัณฑ์พินเทียม ซึ่งได้ศึกษาแนวทางในการปรับปรุงผลิตภัณฑ์ให้มีผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อมน้อยและมีต้นทุนในการผลิตต่ำ โดยในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการโซลเจล (sol-gel process) และ Flame aerosol process เนื่องจากเป็นวิธีที่นิยมใช้ในการสังเคราะห์อย่างแพร่หลาย แต่อย่างไรก็ตามสารตั้งต้นที่ใช้ในการผลิตยังคงเป็นการใช้สารตั้งต้นที่มีราคาแพง เช่น Hexamethyldisiloxane (HMDSO), TEOS และ TMOS เป็นต้น การศึกษาการใช้วัตถุดิบที่มีราคาถูก เช่น โซเดียมซิลิเกตจึงเป็นแนวทางที่ได้รับความสนใจอย่างมากรวมทั้งการใช้ซิลิกาจากเถ้าแกลบ เช่น

นาโนซิลิกา

ศรีเพ็ญ ท้าวตา และคณะ (1988) ศึกษาการเตรียมซิลิกาจากเถ้าแกลบ โดยได้นำเถ้าแกลบไปเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส จากนั้นนำไปเผาต่อที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลาหนึ่งชั่วโมง จะได้เถ้าแกลบที่มีสีขาวขึ้น ทำการศึกษาปริมาณซิลิกาที่ได้และพบว่า มีความบริสุทธิ์ถึง 99.4 เปอร์เซ็นต์ นำผงซิลิกาที่ได้ไปศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าโดยนำไปอัดเป็นเม็ดและติดไว้ที่ขั้วไฟฟ้า จากนั้นทำการวัดค่าสภาพความต้านทานไฟฟ้าที่อุณหภูมิต่างๆ ในช่วง 600 ถึง 1000 องศาเซลเซียส ผลที่ได้พบว่า ลักษณะการเปลี่ยนสภาพความต้านทานไฟฟ้าตามอุณหภูมิ มีลักษณะที่เหมือนกับสารกึ่งตัวนำ และค่าพลังงานกระตุ้น (Activation Energy) มีค่าประมาณ 1.83 อิเล็กตรอนโวลต์

สันติ รัตนวิรัตน์ และคณะ (2004) ทำการศึกษาเงื่อนไขที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมซิลิกาจากเถ้าแกลบ จากการวิเคราะห์เถ้าแกลบเริ่มต้นด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์พบว่า ปริมาณซิลิกาเริ่มต้นมีค่าเท่ากับร้อยละ 21.71 โดยน้ำหนัก ปริมาณไฮโดรคาร์บอนเท่ากับร้อยละ 75.06 โดยน้ำหนัก สารประกอบออกไซด์เท่ากับ 3.22 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เมื่อนำมาเผาที่อุณหภูมิต่างๆพบว่าสามารถเตรียมซิลิกาได้สูงกว่า 80 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และปริมาณออกไซด์ของโลหะก็มีสูงเช่นกัน ขนาดของเถ้าแกลบที่บดละเอียดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ 4.510 ถึง 3.374 ไมโครเมตร และเมื่อนำมาทำปฏิกิริยากับกรดไฮโดรคลอริกที่ความเข้มข้นสามนอโมล จะสามารถเตรียมซิลิกาที่มีความบริสุทธิ์สูงถึง 99.66 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก โดยที่สารประกอบไฮโดรคาร์บอนจะสลายตัวที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส

Tzong-Horng Liou (2004) ทำการเตรียมผงนาโนซิลิกาจากเถ้าแกลบโดยเทคนิค isothermal decomposition ด้วยอากาศ จากนั้นทำการศึกษาสมบัติของสารที่ได้ เช่น ลักษณะทางกายภาพ ขนาดอนุภาค ปริมาตรรูพรุน และการกระจายของรูพรุน โดยใช้เทคนิค TEM, SEM, XRD, FTIR, ICP-MS, และ EA ผลที่ได้พบว่า ที่อัตราการใช้ความร้อน 5 เคลวินต่อนาที ปริมาณพื้นที่ผิวจำเพาะของผงซิลิกาที่ได้มีค่าเท่ากับ 235 ตารางเมตรต่อกรัม ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุนโดยเฉลี่ยเท่ากับ 5.4 นาโนเมตร และขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 60 นาโนเมตร

จุฑามาส จิตต์เจริญ และคณะ (2006) ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการผลิตซิลิกาที่มีความบริสุทธิ์และมีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงจากแกลบข้าวเหนียวดำโดยการบำบัดด้วยกรดไฮโดรคลอริก และเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลาสามชั่วโมง ทำการศึกษาอิทธิพลของความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริกตั้งแต่ 1 นอร์มอล ถึง 7 นอร์มอล โดยใช้การรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 60 – 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลาสามชั่วโมง พบว่า ที่สภาวะที่ดีที่สุด คือบำบัดด้วยกรดไฮโดรคลอริก 5 นอร์มอล จะได้ซิลิการะหว่างร้อยละ 16 ถึง 20 โดยน้ำหนัก พื้นที่ผิวจำเพาะสูงสุดที่ได้คือ 660 ตารางเมตรต่อกรัม และผลจากการศึกษาภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พบว่า มีขนาดเกรนไซส์อยู่ในช่วงระหว่าง 1 ถึง 100 ไมครอน และมีการกระจายขนาดเกรนกว้าง ทำการศึกษาร่วมประกอบและโครงสร้างผลึกด้วยเครื่องเอ็กซเรย์ดิฟแฟร็กโทรมิเตอร์ (XRD) พบว่า อนุภาคซิลิกาที่เตรียมได้อยู่ในรูปอสัณฐานและมีความบริสุทธิ์ 99.35 – 99.83 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

นิตยา ทวดอาจ และคณะ (2008) ศึกษาการเตรียมนาโนซิลิกาจากเถ้าแกลบและการนำพวงนาโนซิลิกาที่ได้มาปรับปรุงสมบัติเชิงกลต้านกำลังอัดของซีเมนต์เพสต์ ทำการเตรียมซิลิกาโดยการเผาแกลบที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 และ 6 ชั่วโมง จากการศึกษาพบว่า ที่เวลา 6 ชั่วโมง มีความบริสุทธิ์ของซิลิกาเท่ากับ 98.14 เปอร์เซ็นต์ และสกัดด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 2.5 นอร์มอล ซึ่งให้ปริมาณร้อยละของการสกัดซิลิกาเท่ากับร้อยละ 90.3 ทำการศึกษากับ TEM พบว่า ที่ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 2.5 นอร์มอล เป็นเวลา 10 ชั่วโมง อนุภาคที่ได้มีลักษณะเกาะกลุ่มและมีขนาดอนุภาคในช่วง 5 ถึง 10 นาโนเมตร พื้นที่ผิวจำเพาะเท่ากับ 656 ตารางเมตรต่อกรัม ผลจากการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD พบว่า อนุภาคนาโนซิลิกาที่ได้เป็นซิลิกาอสัณฐาน

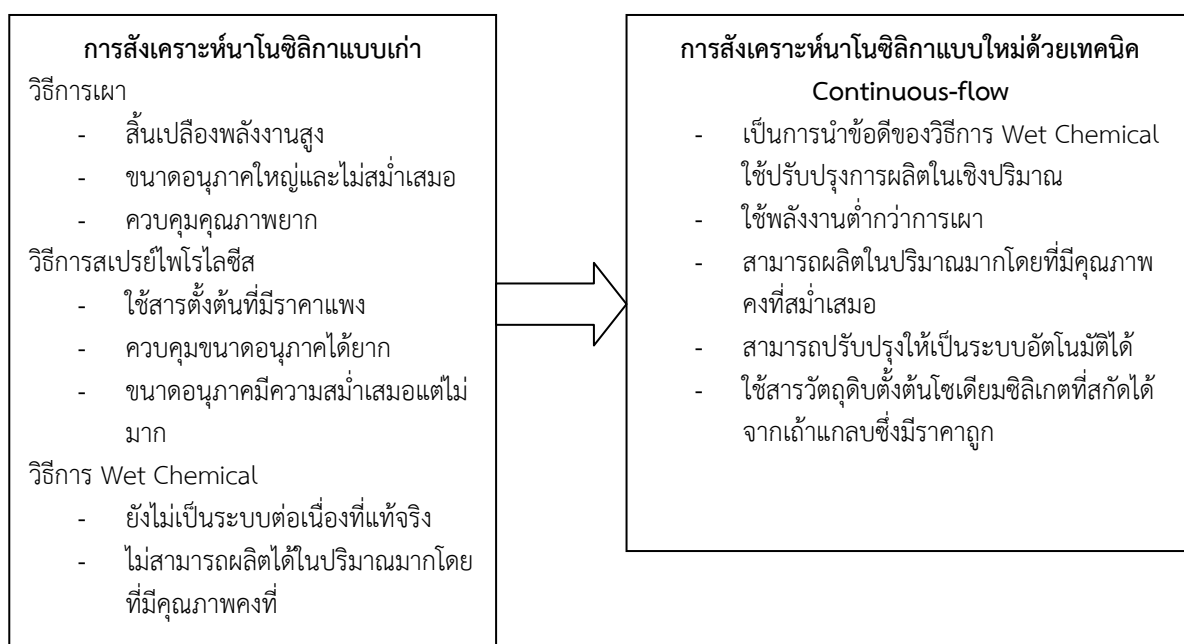
Sang-Wook Ui และคณะ (2009) รายงานการศึกษาการควบคุมลักษณะและขนาดอนุภาคของอนุภาคนาโนซิลิกาที่สังเคราะห์จากสารละลายโซเดียมซิลิเกต ได้ทำสังเคราะห์โดยใช้กระบวนการ Stöber method ทำการพัฒนาระบบในการเกิดปฏิกิริยาให้สามารถควบคุมการก่อและโตขึ้นของอนุภาคซิลิกาทรงกลมได้โดยใช้การเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของ alkyl silicates และใช้การเกิดการ condensation ของกรดซิลิกในสารละลายแอลกอฮอล์ โดยใช้สาร Cetyltrimethylammonium bromide (CTABr) ในการใช้ควบคุมรูปร่างของอนุภาคเพื่อให้ได้พื้นที่ผิวจำเพาะปริมาณสูง โดยได้ทำการศึกษาผลของรูปร่างอนุภาคและปริมาณพื้นที่ผิวจำเพาะที่ได้ต่อการใช้ CTABr ที่สัดส่วนโมลต่างกับ ethyl acetate น้ำกลั่นปราศจากไอออน และโซเดียมซิลิเกต โดยในงานวิจัยนี้ได้เน้นการสังเคราะห์พวงนาโนซิลิกาโดยใช้โซเดียมซิลิเกตซึ่งมีราคาถูกแทนการใช้สารตั้งต้นจำพวก alkoxide หรือสารประกอบจำพวก organo-metallic ซึ่งล้วนมีราคาแพง ทำการศึกษามวงนาโนซิลิกาที่ได้โดยใช้ BET (Brunauer, Emmett & Teller, specific surface area, powder pore size and distribution), และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

X. Cai และคณะ (2009) รายงานกระบวนการในการเตรียมผงซิลิกาจากวัตถุดิบราคาถูกคือ โซเดียมซิลิเกตและคาร์บอนไดออกไซด์โดยใช้กระบวนการ Carbonation ด้วยแรงดัน จากนั้นทำการวิเคราะห์โครงสร้างและขนาดของอนุภาคซิลิกาที่ได้ด้วยกล้องส่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน และเทคนิควัดการกระเพื่อมของความเข้มแสงหรือ Dynamic light scattering (DLS) จากการทดลองพบว่า ขนาดอนุภาคโดยเฉลี่ย การกระจายของขนาดอนุภาค และเปอร์เซ็นต์ของผงซิลิกาที่ได้

ขึ้นอยู่กับเวลาในการเกิดปฏิกิริยา อุณหภูมิ และความเข้มข้นของทั้งสารลดแรงตึงผิวและความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมซัลเฟตตั้งต้น โดยที่เปอร์เซ็นต์ของผงซิลิกาที่ได้จะเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มเวลาในการเกิดปฏิกิริยา การกระจายของขนาดอนุภาคสามารถควบคุมได้โดยควบคุมความเข้มข้นของ PEG โดยงานวิจัยนี้สามารถควบคุมขนาดอนุภาคให้มีขนาดในระดับนาโนเมตร มีขนาดอนุภาคที่ได้ใกล้เคียงกัน ลักษณะอนุภาคเป็นทรงกลม และมีความบริสุทธิ์สูง

Laura Gutierrez และคณะ (2011) ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาใน micromixer-microreactor และระบบ batch reactor โดยใช้ระบบรีแอคเตอร์สองระบบนี้ในการศึกษาและเปรียบเทียบผลที่ได้จากทั้งสองระบบ ซึ่งเปรียบเทียบในเทอมของขนาดอนุภาค การกระจายของขนาดอนุภาค และความสามารถในการสังเคราะห์ซ้ำ (reproducibility) ที่สภาวะต่างกัน พบว่า การใช้ระบบไมโครรีแอคเตอร์ทำให้ใช้เวลาในการสังเคราะห์สั้นกว่าและมีความสม่ำเสมอเป็นเนื้อเดียวกันของส่วนผสมและอุณหภูมิขณะทำปฏิกิริยา

กรอบแนวคิดในการวิจัย



บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย

สารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

1. กรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric acid, HCl) มวลโมเลกุล 36.46 กรัมต่อโมล ความบริสุทธิ์ 96.5 ถึง 38.0 % เกรดการทดลอง J.T. Baker ของบริษัท Baker Analyzed
2. กรดอะซิติก (Acetic acid (glacial), CH_3COOH) มวลโมเลกุล 60.05 กรัมต่อโมล ความบริสุทธิ์ 100 % เกรดการทดลอง Pro analysi ของบริษัท Merck
3. กรดซัลฟิวริก (Sulfuric acid, H_2SO_4) มวลโมเลกุล 98.08 กรัมต่อโมล ความบริสุทธิ์ 51 % เกรดการทดลอง J.T. Baker ของบริษัท Baker Analyzed
4. กรดไนตริก (Nitric acid, HNO_3) มวลโมเลกุล 63.01 กรัมต่อโมล ความบริสุทธิ์ 69 % เกรดการทดลอง Pro analysi ของบริษัท Merck
5. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide, NaOH) มวลโมเลกุล 40 กรัมต่อโมล เกรดการทดลอง Univar ของบริษัท Ajax Finechem Pty Ltd.
6. โซเดียมคลอไรด์ (Sodium chloride, NaCl) มวลโมเลกุล 58.44 กรัมต่อโมล เกรดการทดลอง Univar ของบริษัท Ajax Finechem Pty Ltd.
7. โพแทสเซียมคลอไรด์ (Potassium chloride, KCl) มวลโมเลกุล 74.555 กรัมต่อโมล ความบริสุทธิ์ 99.0 ถึง 100.0 % เกรดการทดลอง ของบริษัท Carlo Erba
8. โซเดียมอะซิเตท (Sodium acetate, $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) มวลโมเลกุล 136.08 กรัมต่อโมล ความบริสุทธิ์ 99.0 ถึง 100.0 % เกรดการทดลอง ของบริษัท Carlo Erba
9. โซเดียมซัลเฟต (Sodium sulphate anhydrous, Na_2SO_4) มวลโมเลกุล 140.04 กรัมต่อโมล ความบริสุทธิ์ 99.0 ถึง 100.0 % เกรดการทดลอง ของบริษัท BDH Laboratory supplies
10. ตัวอย่างเก่าเก็บจากโรงไฟฟ้าพลังงานกลบ คือโรงไฟฟ้าศรีแสงดาว อ.สุวรรณภูมิ จ.ร้อยเอ็ด

เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย

1. เครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง
2. เครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง รุ่น 202A ยี่ห้อ Precisa
3. เครื่องกวนสาร ให้ความร้อน Hot Plate Stirrer Model
4. ตู้บสสาร รุ่น UM 400 ยี่ห้อ Memmert
5. ขวดวัดปริมาตรขนาด 10 25 50 250 500 และ 1000 มิลลิลิตร พร้อมฝาปิด
6. แท่งแก้วคนสาร
7. กระบอกตวงขนาด 10 50 และ 100 มิลลิลิตร
8. หลอดหยดพร้อมจุกยาง

9. ซ้อนตั๊กสาร

10. ปีกเกอร์ขนาด 50 250 500 1000 และ 4000 มิลลิลิตร
11. Büchner funnel
12. กระดาษกรอง Whatman Scheicher & Schuell เบอร์ 1
13. ปัมพ์รุ่น R-300 ยี่ห้อ BOECO Germany
14. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิสิกส์ Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM) รุ่น FE-SEM MODEL: HITACHI – S4700
15. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน ยี่ห้อ FEI รุ่น TECNAI T20 G² ประเทศเนเธอร์แลนด์ (Netherland)
16. เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ หรือ X-ray Diffractometer (XRD)
17. ปัมพ์ดูดสารเคมี และเครื่องควบคุมไฟฟ้ากระแสตรง
18. syringe pump และ syringe

ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

1. เก็บตัวอย่างเถาวัลย์จากโรงไฟฟ้าพลังงานถ่านหิน คือโรงไฟฟ้าศรีสะเกษ อ.สุวรรณภูมิ จ.ร้อยเอ็ด



ภาพที่ 3.1 บริเวณเก็บตัวอย่างเถาวัลย์



ภาพที่ 3.2 ภาพตัวอย่างสถานที่เก็บแกลบจากโรงไฟฟ้าพลังงานแกลบ โรงไฟฟ้าศรีแสงดาว อ.สุวรรณภูมิ จ.ร้อยเอ็ด

2. วิธีการเตรียมสารละลายโซเดียมซิลิเกตจากแกลบ

นำแกลบที่ได้มาหาส่วนประกอบปริมาณของซิลิการ้อยละโดยน้ำหนัก โดยการชั่งตัวอย่างแกลบ 2 กรัม จากนั้นนำไปเผาภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจนที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้องแล้วนำของแข็งสีขาวส่วนที่เหลือมาชั่งน้ำหนัก และนำค่าที่ได้สามค่าไปคำนวณหาค่าเฉลี่ยเพื่อใช้เป็นร้อยละโดยน้ำหนักของซิลิกาในแกลบตัวอย่างเพื่อใช้ในการคำนวณในการทดลองขั้นต่อไป

การเตรียมสารละลายกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้นหนึ่งโมลาร์

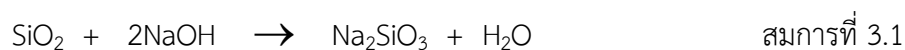
นำกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นมา 83.6 มิลลิลิตร ใส่ในขวดวัดปริมาตรขนาดหนึ่งลิตร จากนั้นปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นให้ได้หนึ่งลิตร เขย่าให้เข้ากัน

การเตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้นสองโมลาร์

ชั่งโซเดียมไฮดรอกไซด์ 80 กรัม ใส่ในบีกเกอร์ ละลายด้วยน้ำกลั่น เทใส่ขวดวัดปริมาตรขนาดหนึ่งลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นให้ได้หนึ่งลิตร เขย่าให้เข้ากัน

การเตรียมสารละลายโซเดียมซิลิเกตจากเถ้าแกลบมีขั้นตอนดังนี้

- 1) นำตัวอย่างเถ้าแกลบที่เก็บมาจากโรงไฟฟ้าพลังงานแกลบมาล้างด้วยน้ำสะอาด และตากแดดให้แห้ง
- 2) แช่เถ้าแกลบด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้นหนึ่งโมลาร์จนท่วม เป็นเวลาหนึ่งวัน
- 3) กรองเถ้าแกลบด้วยบุชเนอร์และล้างด้วยน้ำสะอาดจนน้ำที่ล้างเป็นกลาง
- 4) นำเถ้าแกลบที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง
- 5) นำเถ้าแกลบมาหาปริมาณซิลิกาคร่าวๆโดยชั่งเถ้าแกลบหนึ่งกรัมแล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นนำมาชั่งน้ำหนักของแข็งที่เหลือ จะได้เปอร์เซ็นต์ของซิลิกาโดยมวล
- 6) ทำการสกัดซิลิกาจากเถ้าแกลบด้วยการเตรียมเป็นสารละลายโซเดียมซิลิเกตความเข้มข้นสองโมลาร์ โดยอาศัยปฏิกิริยาตามสมการที่ 3.1



ชั่งเถ้าแกลบให้ได้น้ำหนักแน่นอนตามต้องการ โดยคำนวณปริมาณเถ้าแกลบเพื่อให้มีปริมาณซิลิกาพอดีกับปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์ในสารละลายสองโมลาร์โซเดียมไฮดรอกไซด์ ในอัตราส่วนหนึ่งต่อสองโมลาร์ตามความสัมพันธ์ดังสมการที่ 3.1

- 7) เทสารละลายสองโมลาร์โซเดียมไฮดรอกไซด์ ตามปริมาณที่คำนวณไว้ในเถ้าแกลบ
- 8) นำไปต้มที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง และทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง
- 9) กรองเอาสารละลายโซเดียมซิลิเกตด้วยกรวยกรองบุชเนอร์ จะได้สารละลายโซเดียมซิลิเกตความเข้มข้นสองโมลาร์ ที่มีลักษณะใส สีน้ำตาล



ภาพที่ 3.3 เถ้าแกลบก่อนล้างน้ำและเถ้าแกลบขณะแช่สารละลายกรดไฮโดรคลอริก



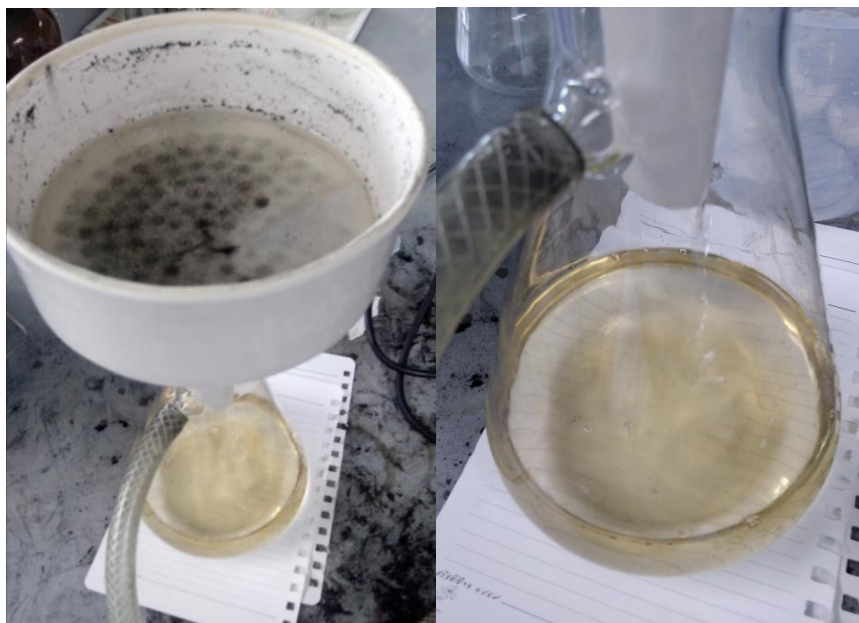
ภาพที่ 3.4 การกรองและล้างกรดออกจากเถ้าเคลือบ



ภาพที่ 3.5 เถ้าเคลือบที่ล้างทำความสะอาดแล้ว



ภาพที่ 3.6 เถ้าเคลือบที่นำไปอบให้แห้งหลังจากล้างทำความสะอาดแล้ว



ภาพที่ 3.7 การกรองเอาสารละลายโซเดียมซิลิเกตโดยสารละลายที่ได้จะมีสีน้ำตาล

3. วิธีการเตรียมอนุภาคซิลิกาจากสารละลายโซเดียมซิลิเกต

1) ทดสอบหาความเข้มข้นที่เหมาะสมของสารตั้งต้น

ทำการทดสอบเพื่อหาความเข้มข้นที่เหมาะสมของสารตั้งต้น ที่ความเข้มข้นต่างๆที่ใช้เวลาในการเกิดปฏิกิริยาน้อยที่สุด โดยเตรียมสารละลายตั้งต้นที่มีความเข้มข้นต่างๆในการทำปฏิกิริยาดังตารางที่ 3.1 โดยทำการเทสารละลายกรดปริมาตร 40 มิลลิลิตร ลงในสารละลายโซเดียมซิลิเกต ปริมาตร 40 มิลลิลิตร พร้อมทั้งทำการคนสารละลายให้เข้ากัน จากนั้นทำการเลือกความเข้มข้นที่เหมาะสม ที่เกิดปฏิกิริยาได้ทันทีเพื่อนำมาศึกษาผลการสังเคราะห์และทำการทดลองสังเคราะห์ด้วยระบบการไหล

ตารางที่ 3.1 ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมซิลิเกตและสารละลายกรดที่ทำการศึกษา

ตัวอย่าง	สารละลายโซเดียมซิลิเกต		สารละลายกรด	
	ความเข้มข้น (M)	ชนิดเกลือและความเข้มข้น (%)	ชนิดกรด และความเข้มข้น (M)	ชนิดเกลือและความเข้มข้น (%)
2NaSi2NaCl HCl	2.0	NaCl 2%	2.0M HCl	-
2NaSi5NaCl HCl	2.0	NaCl 5%	2.0M HCl	-
2NaSi10NaCl HCl	2.0	NaCl 10%	2.0M HCl	-
2NaSi20NaCl HCl	2.0	NaCl 20%	2.0M HCl	-
2NaSi25NaCl HCl	2.0	NaCl 25%	2.0M HCl	-
1NaSi10NaCl HCl	1.0	NaCl 10%	1.0M HCl	-

ตารางที่ 3.1 (ต่อ)

ตัวอย่าง	สารละลายโซเดียมซิลิเกต		สารละลายกรด	
	ความเข้มข้น (M)	ชนิดเกลือและ ความเข้มข้น (%)	ชนิดกรด และ ความเข้มข้น (M)	ชนิดเกลือ และความ เข้มข้น (%)
1NaSi15NaCl HCl	1.0	NaCl 15%	1.0M HCl	-
1NaSi20NaCl HCl	1.0	NaCl 20%	1.0M HCl	-
1NaSi25NaCl HCl	1.0	NaCl 25%	1.0M HCl	-
0.5NaSi15NaCl HCl	0.5	NaCl 15%	0.5M HCl	-
0.5NaSi20NaCl HCl	0.5	NaCl 20%	0.5M HCl	-
0.5NaSi25NaCl HCl	0.5	NaCl 25%	0.5M HCl	-
0.5NaSi15NaCl HCl20NaCl	0.5	NaCl 15%	0.5M HCl	NaCl 20%
0.1NaSi10NaCl HCl	0.1	NaCl 10%	0.1M HCl	-
0.1NaSi20NaCl HCl	0.1	NaCl 20%	0.1M HCl	-
0.1NaSi25NaCl HCl	0.1	NaCl 25%	0.1M HCl	-
1NaSi2KCl HCl	0.1	KCl 2%	0.1M HCl	-
1NaSi5KCl HCl	0.1	KCl 5%	0.1M HCl	-
1NaSi10KCl HCl	0.1	KCl 10%	0.1M HCl	-
1NaSi20KCl HCl	0.1	KCl 20%	0.1M HCl	-
2NaSi2NaCl H ₂ SO ₄	2.0	NaCl 2%	2.0M H ₂ SO ₄	-
2NaSi5NaCl H ₂ SO ₄	2.0	NaCl 5%	2.0M H ₂ SO ₄	-
2NaSi10NaCl H ₂ SO ₄	2.0	NaCl 10%	2.0M H ₂ SO ₄	-
2NaSi15NaCl H ₂ SO ₄	2.0	NaCl 15%	2.0M H ₂ SO ₄	-
2NaSi20NaCl H ₂ SO ₄	2.0	NaCl 20%	2.0M H ₂ SO ₄	-
0.5NaSi2NaCl H ₂ SO ₄	0.5	NaCl 2%	0.5M H ₂ SO ₄	-
0.5NaSi5NaCl H ₂ SO ₄	0.5	NaCl 5%	0.5M H ₂ SO ₄	-
0.5NaSi10NaCl H ₂ SO ₄	0.5	NaCl 10%	0.5M H ₂ SO ₄	-
0.5NaSi15NaCl H ₂ SO ₄	0.5	NaCl 15%	0.5M H ₂ SO ₄	-
0.5NaSi20NaCl H ₂ SO ₄	0.5	NaCl 20%	0.5M H ₂ SO ₄	-
0.5NaSi25NaCl H ₂ SO ₄	0.5	NaCl 25%	0.5M H ₂ SO ₄	-
2NaSi5Na ₂ SO ₄ H ₂ SO ₄	2.0	Na ₂ SO ₄ 5%	2.0M H ₂ SO ₄	-
2NaSi10Na ₂ SO ₄ H ₂ SO ₄	2.0	Na ₂ SO ₄ 10%	2.0M H ₂ SO ₄	-
2NaSi20Na ₂ SO ₄ H ₂ SO ₄	2.0	Na ₂ SO ₄ 20%	2.0M H ₂ SO ₄	-
2NaSi30Na ₂ SO ₄ H ₂ SO ₄	2.0	Na ₂ SO ₄ 30%	2.0M H ₂ SO ₄	-
2NaSi40Na ₂ SO ₄ H ₂ SO ₄	2.0	Na ₂ SO ₄ 40%	2.0M H ₂ SO ₄	-

ตารางที่ 3.1 (ต่อ)

ตัวอย่าง	สารละลายโซเดียมซัลเฟต		สารละลายกรด	
	ความเข้มข้น (M)	ชนิดเกลือและความเข้มข้น (%)	ชนิดกรด และความเข้มข้น (M)	ชนิดเกลือและความเข้มข้น (%)
2NaSi40Na ₂ SO ₄ H ₂ SO ₄ 40Na ₂ SO ₄	2.0	Na ₂ SO ₄ 40%	2.0M H ₂ SO ₄	Na ₂ SO ₄ 40%
0.5NaSi5Na ₂ SO ₄ H ₂ SO ₄	0.5	Na ₂ SO ₄ 5%	0.5M H ₂ SO ₄	-
0.5NaSi10Na ₂ SO ₄ H ₂ SO ₄	0.5	Na ₂ SO ₄ 10%	0.5M H ₂ SO ₄	-
0.5NaSi20Na ₂ SO ₄ H ₂ SO ₄	0.5	Na ₂ SO ₄ 20%	0.5M H ₂ SO ₄	-
0.5NaSi30Na ₂ SO ₄ H ₂ SO ₄	0.5	Na ₂ SO ₄ 30%	0.5M H ₂ SO ₄	-
0.5NaSi40Na ₂ SO ₄ H ₂ SO ₄	0.5	Na ₂ SO ₄ 40%	0.5M H ₂ SO ₄	-
2NaSi2NaCl HNO ₃	2.0	NaCl 2%	4.0M HNO ₃	-
2NaSi5NaCl HNO ₃	2.0	NaCl 5%	4.0M HNO ₃	-
2NaSi10NaCl HNO ₃	2.0	NaCl 10%	4.0M HNO ₃	-
2NaSi15NaCl HNO ₃	2.0	NaCl 15%	4.0M HNO ₃	-
2NaSi20NaCl HNO ₃	2.0	NaCl 20%	4.0M HNO ₃	-
0.5NaSi2NaCl HNO ₃	0.5	NaCl 2%	1.0M HNO ₃	-
0.5NaSi5NaCl HNO ₃	0.5	NaCl 5%	1.0M HNO ₃	-
0.5NaSi10NaCl HNO ₃	0.5	NaCl 10%	1.0M HNO ₃	-
0.5NaSi15NaCl HNO ₃	0.5	NaCl 15%	1.0M HNO ₃	-
0.5NaSi20NaCl HNO ₃	0.5	NaCl 20%	1.0M HNO ₃	-
0.5NaSi25NaCl HNO ₃	0.5	NaCl 25%	1.0M HNO ₃	-
2NaSi2NaCl CH ₃ COOH	2.0	NaCl 2%	4.0M CH ₃ COOH	-
2NaSi5NaCl CH ₃ COOH	2.0	NaCl 5%	4.0M CH ₃ COOH	-
2NaSi10NaCl CH ₃ COOH	2.0	NaCl 10%	4.0M CH ₃ COOH	-
2NaSi15NaCl CH ₃ COOH	2.0	NaCl 15%	4.0M CH ₃ COOH	-
2NaSi20NaCl CH ₃ COOH	2.0	NaCl 20%	4.0M CH ₃ COOH	-
0.5NaSi2NaCl CH ₃ COOH	0.5	NaCl 2%	1.0M CH ₃ COOH	-
0.5NaSi5NaCl CH ₃ COOH	0.5	NaCl 5%	1.0M CH ₃ COOH	-
0.5NaSi10NaCl CH ₃ COOH	0.5	NaCl 10%	1.0M CH ₃ COOH	-
0.5NaSi15NaCl CH ₃ COOH	0.5	NaCl 15%	1.0M CH ₃ COOH	-
0.5NaSi20NaCl CH ₃ COOH	0.5	NaCl 20%	1.0M CH ₃ COOH	-
0.5NaSi25NaCl CH ₃ COOH	0.5	NaCl 25%	1.0M CH ₃ COOH	-

ตารางที่ 3.1 (ต่อ)

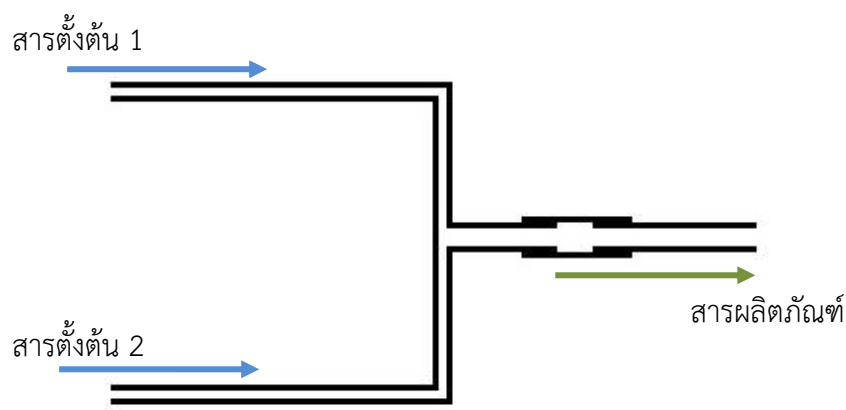
ตัวอย่าง	สารละลายโซเดียมซิลิเกต		สารละลายกรด	
	ความเข้มข้น (M)	ชนิดเกลือและความเข้มข้น (%)	ชนิดกรดและความเข้มข้น (M)	ชนิดเกลือและความเข้มข้น (%)
2NaSi5CH ₃ COONa CH ₃ COOH	2.0	CH ₃ COONa 5%	4.0M CH ₃ COOH	-
2NaSi10CH ₃ COONa CH ₃ COOH	2.0	CH ₃ COONa10%	4.0M CH ₃ COOH	-
2NaSi20CH ₃ COONa CH ₃ COOH	2.0	CH ₃ COONa20%	4.0M CH ₃ COOH	-
2NaSi30CH ₃ COONa CH ₃ COOH	2.0	CH ₃ COONa30%	4.0M CH ₃ COOH	-
2NaSi40CH ₃ COONa CH ₃ COOH	2.0	CH ₃ COONa40%	4.0M CH ₃ COOH	-
0.5NaSi5CH ₃ COONa CH ₃ COOH	0.5	CH ₃ COONa 5%	1.0M CH ₃ COOH	-
0.5NaSi10CH ₃ COONa CH ₃ COOH	0.5	CH ₃ COONa10%	1.0M CH ₃ COOH	-
0.5NaSi20CH ₃ COONa CH ₃ COOH	0.5	CH ₃ COONa20%	1.0M CH ₃ COOH	-
0.5NaSi30CH ₃ COONa CH ₃ COOH	0.5	CH ₃ COONa30%	1.0M CH ₃ COOH	-
0.5NaSi40CH ₃ COONa CH ₃ COOH	0.5	CH ₃ COONa40%	1.0M CH ₃ COOH	-



ภาพที่ 3.8 ตัวอย่างสารละลายโซเดียมซิลิเกตที่ส่วนผสมและความเข้มข้นต่างๆที่เตรียม

2) การเตรียมอนุภาคซิลิกาจากสารละลายโซเดียมซิลิเกตโดยเทคนิคการไหลแบบต่อเนื่อง ทำการเลือกสภาวะความเข้มข้นของสารตั้งต้นที่สามารถเกิดปฏิกิริยาได้ทันทีจากขั้นตอนที่ 3 เพื่อนำมาทำการสังเคราะห์อนุภาคซิลิกาด้วยเทคนิคการไหลแบบต่อเนื่อง โดยออกแบบระบบการสังเคราะห์ให้

สารละลายตั้งต้นไหลผ่านท่อสามทางขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 4 มิลลิเมตร และเข้าทำปฏิกิริยากันในรีแอคเตอร์ลักษณะรูปตัวที และใช้ท่อที่ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางขาออก 5 มิลลิเมตร ดังนี้



ภาพที่ 3.9 แสดงแผนผังของระบบการสังเคราะห์และรีแอคเตอร์ของการสังเคราะห์ด้วยระบบการไหล

4. ตรวจสอบคุณลักษณะทางเคมีและทางกายภาพของอนุภาคนาซิลิกาที่เตรียมจากเถ้าแกลบ

ทำการตรวจสอบลักษณะทางกายภาพลักษณะรูปร่างและขนาดของอนุภาคนาซิลิกาด้วยกล้อง

จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

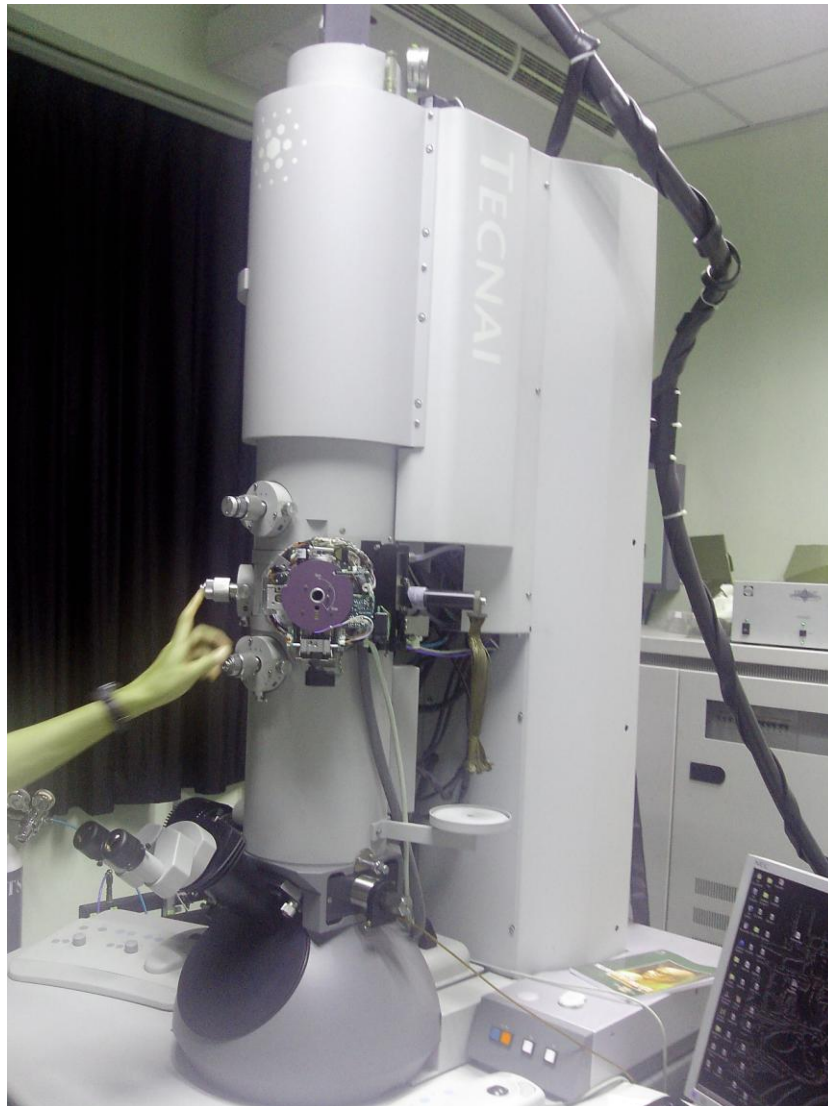
ทำการเตรียมตัวอย่างสำหรับวิเคราะห์ด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิลด์อีมิชชัน Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM) รุ่น FE-SEM MODEL: HITACHI – S4700 โดยทำการล้างสารตัวอย่างให้สะอาดด้วยน้ำกลั่นและเตรียมตัวอย่างให้แห้งปราศจากความชื้นโดยทำการนำตัวอย่างไปอบที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง จากนั้นนำตัวอย่างปริมาณเพียงเล็กน้อยไปติดบนเทปกาวที่เกาะติดตัวอย่าง แล้วนำไปเคลือบด้วยทองหรือแพลททินัม ด้วยเทคนิคการสปัตเตอริงเพื่อให้ตัวอย่างมีสภาพการนำไฟฟ้าที่ดี จากนั้นจึงนำเข้าเครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน ทำการถ่ายภาพที่กำลังขยายต่างๆดังนี้ คือ 1,000, 5,000, 50,000 และ 100,000 เท่า



ภาพที่ 3.10 ภาพกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิลด์อีมิชชัน (FE-SEM) รุ่น FE-SEM MODEL: HITACHI – S4700 ที่ใช้ในการวิจัยนี้

ทำการตรวจลักษณะทางกายภาพลักษณะรูปร่างและขนาดของอนุภาคซิลิกาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

ทำการเตรียมตัวอย่างสำหรับวิเคราะห์ด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน Transmission electron microscopy (TEM) ยี่ห้อ FEI รุ่น TECNAI T20 G² โดยทำการล้างสารตัวอย่างให้สะอาดด้วยน้ำกลั่นและเตรียมตัวอย่างให้แห้งปราศจากความชื้นโดยทำการนำตัวอย่างไปอบที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง จากนั้นนำตัวอย่างเพียงเล็กน้อยไปกระจายตัวในเอทานอลด้วยอัลตราโซนิกบัท จากนั้นนำไปเตรียมเป็นชิ้นงานวิเคราะห์บน Grid (Formvar coated grids) ชนิด Copper grid 300 mesh



ภาพที่ 3.11 ภาพแสดงกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ยี่ห้อ FEI รุ่น TECNAI T20 G² ที่ใช้ในงานวิจัยนี้

ทำการตรวจลักษณะทางเคมีด้วยเทคนิคเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโทมิเตอร์ (XRD) การวิเคราะห์ครั้งนี้ได้มีการเตรียมสารที่นำไปวิเคราะห์เป็นแบบผงมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

1. บดผงที่ของสารที่สังเคราะห์ได้ให้ละเอียดพอประมาณ
2. นำผงสารที่สังเคราะห์ได้อัดลงบนแผ่นกระจกที่มีลักษณะเป็นหลุมเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 1 เซนติเมตร ลึกประมาณ 3 มิลลิเมตร
3. นำผงของสารอัดเรียบร้อยแล้วไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโทมิเตอร์
4. บันทึกข้อมูล และวิเคราะห์ผลการทดลอง



ภาพที่ 3.12 เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโทมิเตอร์ (XRD) ที่ใช้ในงานวิจัยนี้

สถานที่ทำการวิจัย

1. ศูนย์เครื่องมือปฏิบัติการวิทยาศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยราชภัฏสวนดุสิต
2. คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
3. คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
4. ศูนย์เทคโนโลยีไมโครอิเล็กทรอนิกส์ ศูนย์เทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติ

บทที่ 4

ผลการวิจัย

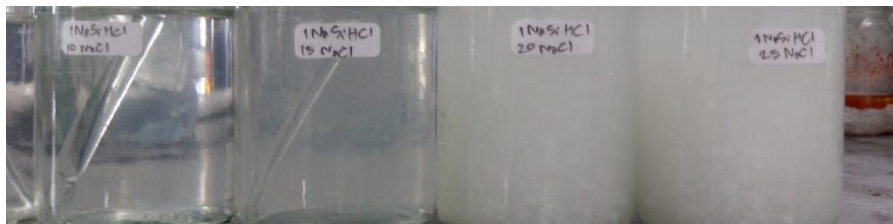
ผลการหรร้อยละของซิลิกาในตัวอย่างแก้วกลมมีค่าเท่ากับร้อยละ 87 โดยน้ำหนัก เมื่อทำการสกัดและนำมาสังเคราะห์เป็นอนุภาคนาโนซิลิกา โดยใช้ค่านี้ในการคำนวณเพื่อเตรียมสารละลายตั้งต้นโซเดียมซิลิเกตตลอดการทำการทดลอง โดยผลที่ได้ดังรายละเอียดต่อไปนี้ ผลการวิจัยได้แบ่งออกเป็นสามส่วนหลักคือ การศึกษาผลของความเข้มข้นของสารตั้งต้นที่ทำให้สามารถเกิดปฏิกิริยาได้รวดเร็ว ได้แก่ เกลือ โซเดียมซิลิเกต และ กรด โดยใช้การทำปฏิกิริยาแบบแบท การศึกษาสมบัติทางเคมีแลทางกายภาพของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นทันทีจากขั้นตอนแรก และผลการศึกษาสมบัติทางเคมีแลทางกายภาพของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยระบบการไหลต่อเนื่อง โดยเป็นการเลือกสภาวะที่เหมาะสมจากขั้นตอนแบบแบทมาทำการศึกษาต่อในการบวนการสังเคราะห์ด้วยระบบการไหล ซึ่งได้ทำการศึกษาผลของความเข้มข้นของสารตั้งต้นและอัตราการไหลต่อลักษณะของอนุภาคที่ได้ โดยมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

ผลของความเข้มข้นของสารตั้งต้น

จากการทดลองทำปฏิกิริยาแบบแบท พบว่า ความเข้มข้นเริ่มต้นที่เหมาะสมที่สามารถทำให้เกิดปฏิกิริยาได้ทันทีคือ

- สารละลายโซเดียมซิลิเกตความเข้มข้น 1 โมลาร์ โซเดียมคลอไรด์ร้อยละ 15 และ สารละลายกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 1 โมลาร์
- สารละลายโซเดียมซิลิเกตความเข้มข้น 1 โมลาร์ โพแทสเซียมคลอไรด์ร้อยละ 10 และ สารละลายกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 1 โมลาร์
- สารละลายโซเดียมซิลิเกตความเข้มข้น 2 โมลาร์ โซเดียมคลอไรด์ร้อยละ 15 และ สารละลายกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 2 โมลาร์
- สารละลายโซเดียมซิลิเกตความเข้มข้น 2 โมลาร์ โซเดียมคลอไรด์ร้อยละ 15 และ สารละลายกรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 2 โมลาร์
- สารละลายโซเดียมซิลิเกตความเข้มข้น 2 โมลาร์ โซเดียมคลอไรด์ร้อยละ 10 และ สารละลายกรดอะซิติกความเข้มข้น 4 โมลาร์
- สารละลายโซเดียมซิลิเกตความเข้มข้น 2 โมลาร์ โซเดียมอะซิเตทร้อยละ 10 และ สารละลายกรดอะซิติกความเข้มข้น 4 โมลาร์

โดยปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นสามารถสังเกตได้จากตะกอนสีขาวของอนุภาคซิลิกาที่เกิดขึ้น ดังแสดงตัวอย่างลักษณะของสีที่เกิดขึ้น ดังภาพที่ 4.1 เป็นตัวอย่างของสภาวะสารละลาย 1M Na_2SiO_3 และเกลือโซเดียมคลอไรด์ ความเข้มข้นร้อยละ 2, 5, 10, 20, และ 25 ตามลำดับจากซ้ายไปขวา ทำปฏิกิริยาด้วยกรด 1M HCl โดยสภาวะที่ปฏิกิริยาสามารถเกิดขึ้นได้ทันทีได้แก่สภาวะที่มีความเข้มข้นของโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้นตั้งแต่ร้อยละ 20 ขึ้นไป ซึ่งจะเห็นสารละลายเปลี่ยนเป็นสีขาวทันทีอย่างชัดเจน



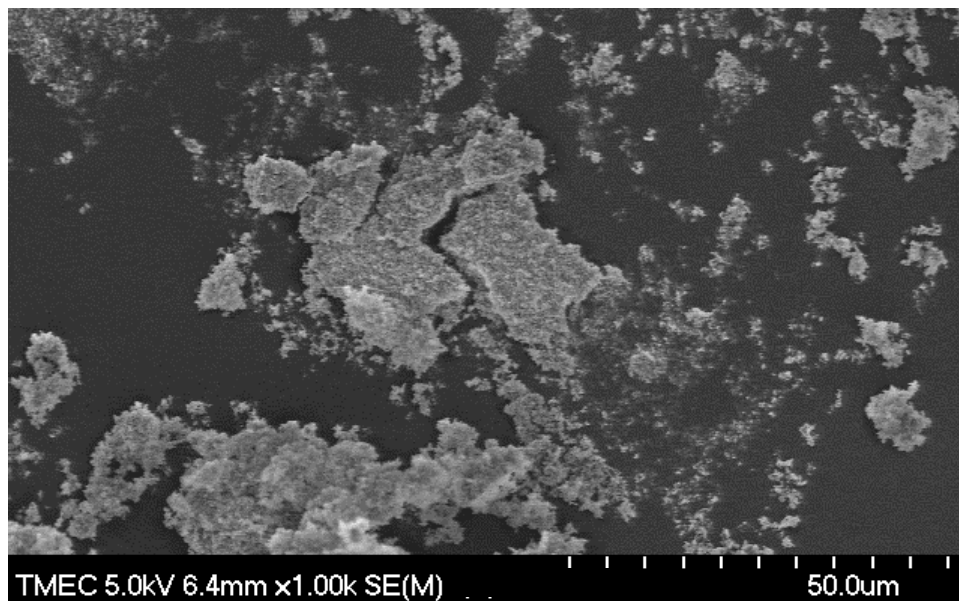
ภาพที่ 4.1 สารละลาย 1M Na_2SiO_3 และเกลือโซเดียมคลอไรด์ ความเข้มข้นร้อยละ 2, 5, 10, 20, และ 25 ตามลำดับ ทำปฏิกิริยาด้วยกรด 1M HCl

ผลการวิเคราะห์ลักษณะทางกายภาพและทางเคมีของอนุภาคที่ได้จากการสังเคราะห์แบบแบบในขั้นตอนการหาความเข้มข้นที่เหมาะสม

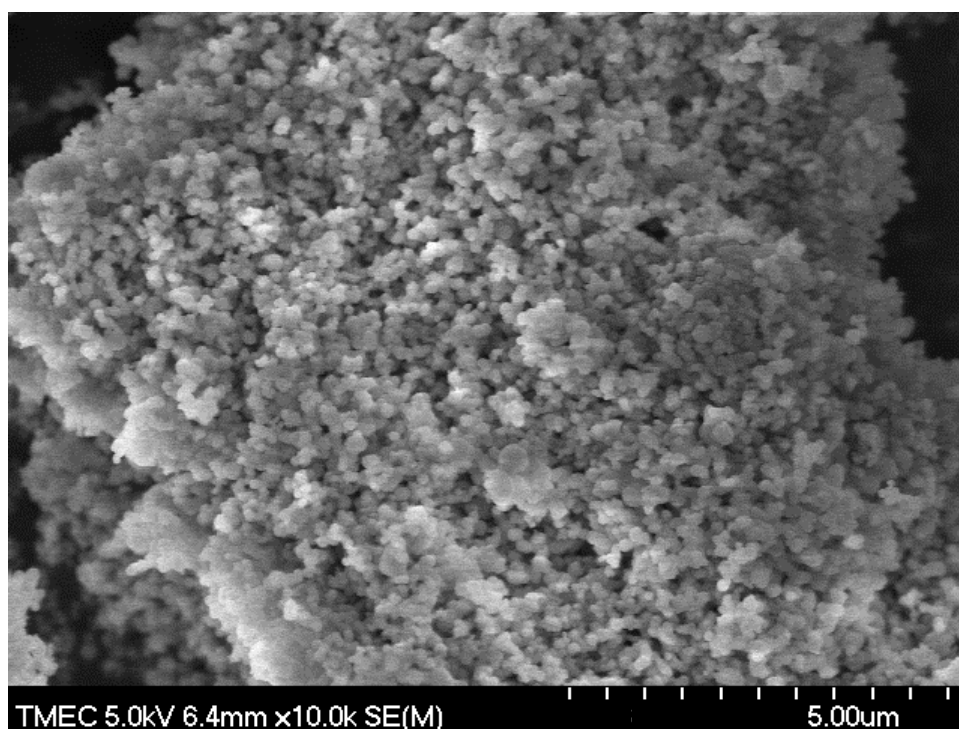
1. ผลของการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิลด์อิมิชัน

โดยนำสภาวะที่สามารถเกิดปฏิกิริยาได้ทันทีมาทำการศึกษาลักษณะทางกายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิลด์อิมิชัน เพื่อศึกษาลักษณะทางกายภาพของอนุภาคที่ได้ ซึ่งจากผลการศึกษาพบว่า เกลือโซเดียมคลอไรด์สามารถทำให้เกิดปฏิกิริยาตกตะกอนได้ทันที และอนุภาคนาโนซิลิกาได้มีขนาดระหว่าง 50 ถึง 150 นาโนเมตร โดยมีรูปร่างอนุภาคเป็นทรงกลมสม่ำเสมอ ซึ่งการตกตะกอนด้วยกรดไฮโดรคลอริกและเกลือโซเดียมคลอไรด์จะได้อนุภาคที่มีรูปร่างใกล้เคียงทรงกลมมากที่สุด ซึ่งมีรายละเอียดที่สภาวะต่างๆดังนี้

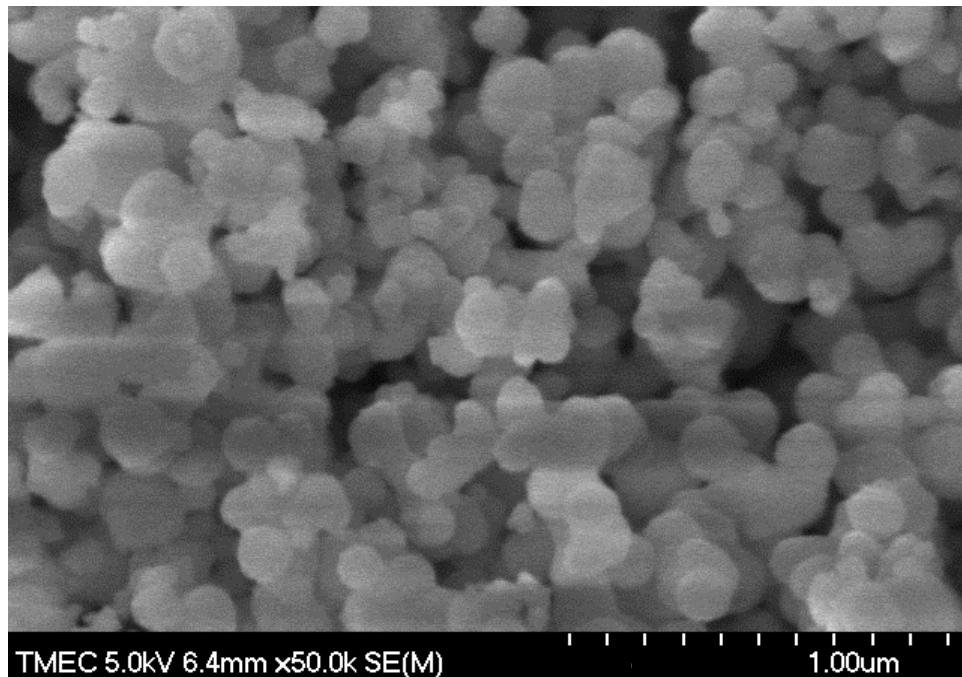
1.1 ภาพถ่ายที่สภาวะการใช้สารละลาย 0.5M Na_2SiO_3 และเกลือโซเดียมคลอไรด์ ความเข้มข้น 15 เปอร์เซ็นต์ ทำปฏิกิริยาด้วยกรด 0.5M HCl และเกลือโซเดียมคลอไรด์ ความเข้มข้น 20 เปอร์เซ็นต์ อนุภาคนาโนซิลิกาที่มีลักษณะทรงกลม ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในช่วง 50 ถึง 150 นาโนเมตร ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 1,000 เท่า (ภาพที่ 4.2 ก.) แสดงให้เห็นว่าอนุภาคที่เกิดขึ้นมีลักษณะอนุภาคเป็นรูปแบบเดียวกันเหมือนกันหมดตลอดทั้งเนื้อสาร โดยเมื่อขยายขึ้นมาที่กำลังขยาย 10,000 เท่า (ภาพที่ 4.2 ข.) เพื่อให้เห็นลักษณะอนุภาคโดยรวมชัดเจนขึ้น และที่ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 50,000 เท่า (ภาพที่ 4.2 ค.) พบว่า อนุภาคที่ได้มีลักษณะคล้ายทรงกลมมนรูปแบบเดียวกันทั้งหมด ซึ่งที่กำลังขยายนี้จะพบว่าอนุภาคที่ได้นั้นมีขนาดที่แตกต่างกันชัดเจนขึ้น โดยมีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วงระหว่าง 50 ถึง 150 นาโนเมตร



ก. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 1,000 เท่า แสดงภาพรวมของอนุภาคที่ได้ซึ่งมีลักษณะเดียวกันทั้งหมดตลอดเนื้อสาร

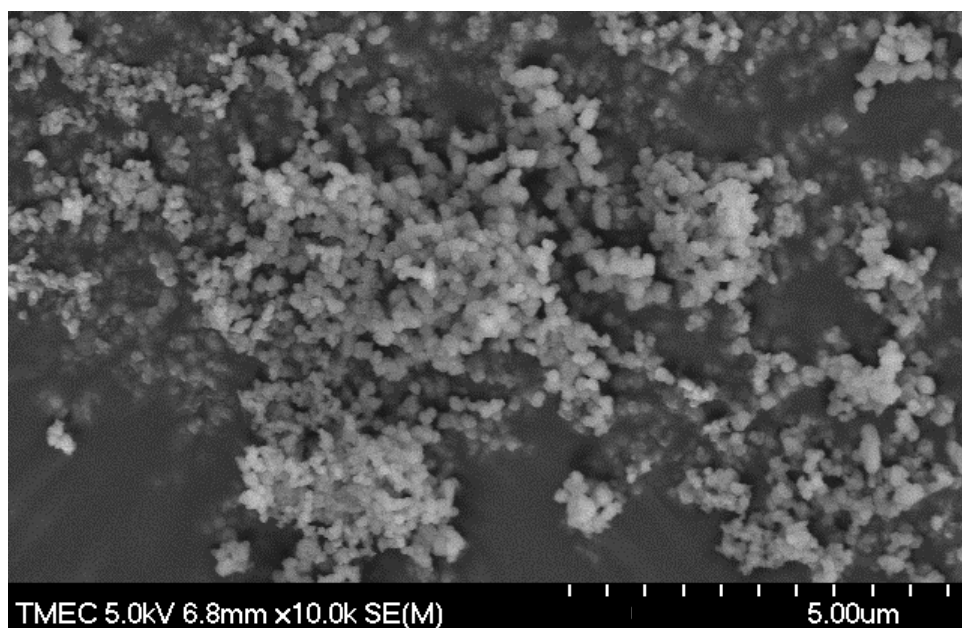


ข. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่า

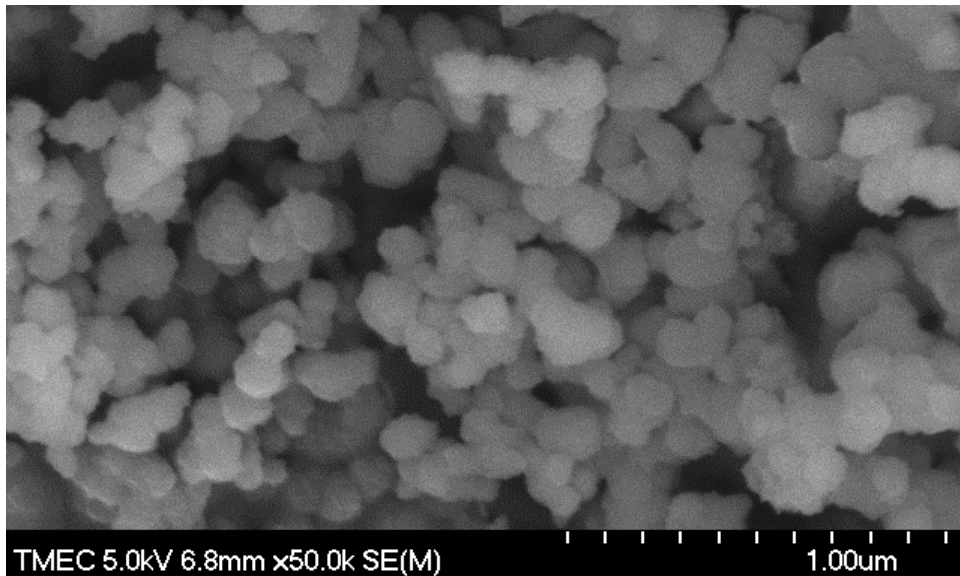


ค. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 50,000 เท่า อนุภาคที่ได้มีลักษณะคล้ายทรงกลมมนรูปแบบเดียวกัน
ภาพที่ 4.2 แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยายต่างๆดังนี้

1.2 ภาพถ่ายอนุภาคที่สภาวะการใช้สารละลาย 2.0M Na_2SiO_3 และกลีโอะเตียมคลอไรด์ ความเข้มข้น 10 เปอร์เซ็นต์ ทำปฏิกิริยาด้วยกรด 2.0M HCl อนุภาคซิลิกาที่มีลักษณะทรงกลม ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในช่วง 50 ถึง 150 นาโนเมตร โดยแสดงภาพถ่ายที่กำลังขยายต่างๆดังนี้

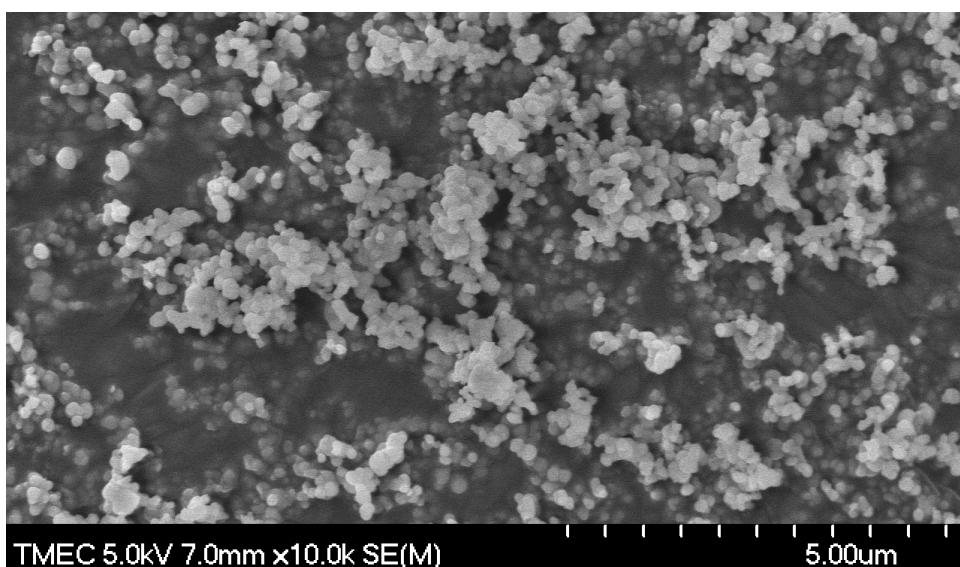


ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่า

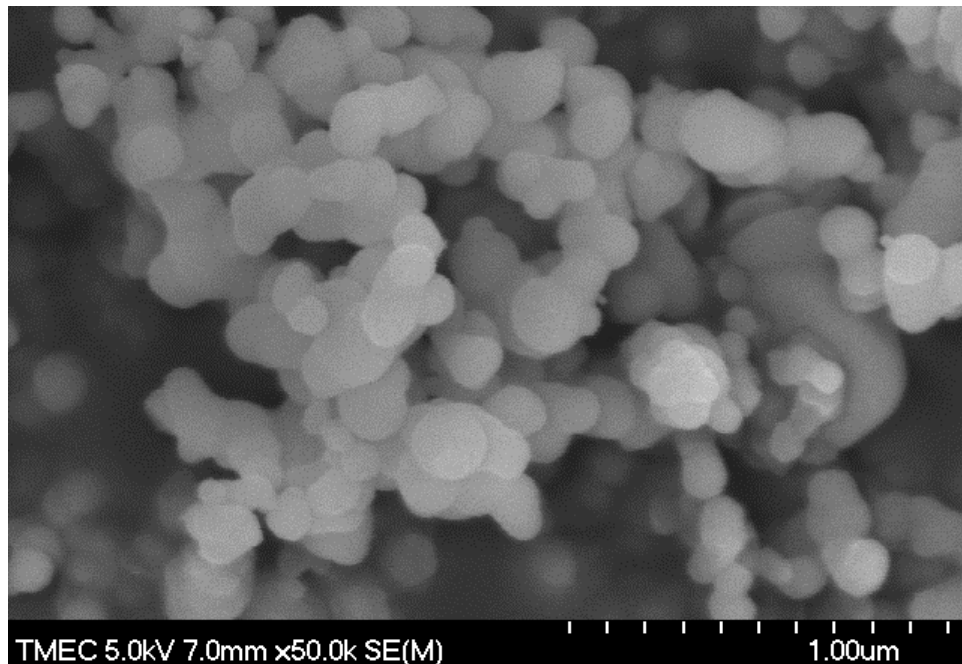


ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 50,000 เท่า อนุภาคที่ได้มีลักษณะคล้ายทรงกลมรูปแบบเดียวกันตลอดเนื้อสาร มีขนาดอนุภาคระหว่าง 50 ถึง 150 นาโนเมตร
ภาพที่ 4.3 แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยายต่าง ๆ ดังนี้

1.3 ภาพถ่ายที่สภาวะการใช้สารละลาย 1.0M Na_2SiO_3 และกลีโอดียมคลอไรด์ ความเข้มข้น 25 เปอร์เซ็นต์ ทำปฏิกิริยาด้วยกรด 1.0M HCl ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่า (ภาพที่ 4.4 ก.) แสดงให้เห็นภาพรวมของอนุภาคที่ได้ซึ่งมีลักษณะรูปแบบเดียวกันหมดตลอดทั้งเนื้อสาร และที่กำลังขยายสูงขึ้น (ภาพที่ 4.4 ข.) แสดงให้เห็นขนาดที่ชัดเจนขึ้นของอนุภาคซิลิกา ซึ่งมีมีลักษณะทรงกลม ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในช่วง 50 ถึง 200 นาโนเมตร โดยแสดงภาพถ่ายที่กำลังขยายต่าง ๆ ดังนี้

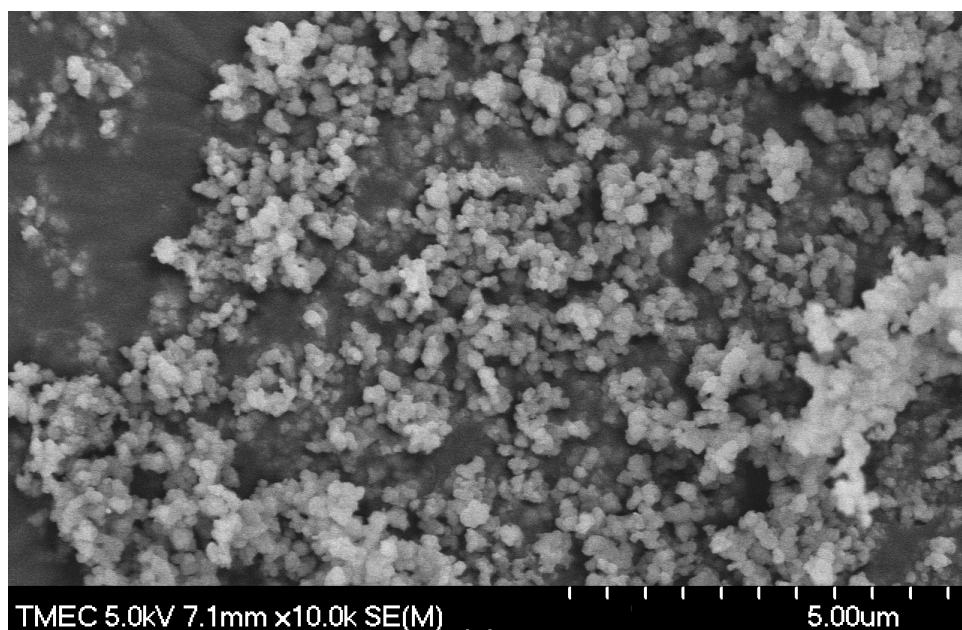


ก. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่า

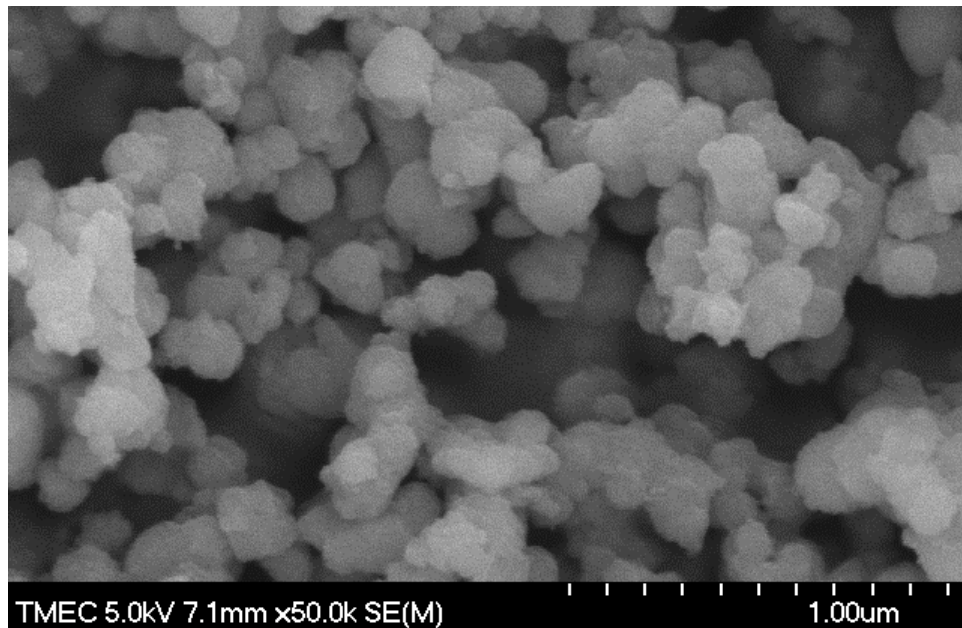


ข. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 50,000 เท่า อนุภาคที่ได้ค่อนข้างทรงกลม ขนาดระหว่าง 50 ถึง 200 นาโนเมตร โดยอนุภาคส่วนมากจะมีขนาดประมาณ 100 nm
ภาพที่ 4.4 แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยายต่างๆดังนี้

1.4 ภาพถ่ายที่สภาวะการใช้สารละลาย 2.0M Na_2SiO_3 และเกลือ NaCl ความเข้มข้น 15 เปอร์เซ็นต์ ทำปฏิกิริยาด้วยกรด 2.0M H_2SO_4 อนุภาคซิลิกาที่ได้มีลักษณะทรงกลม และมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในช่วง 50 ถึง 150 นาโนเมตร



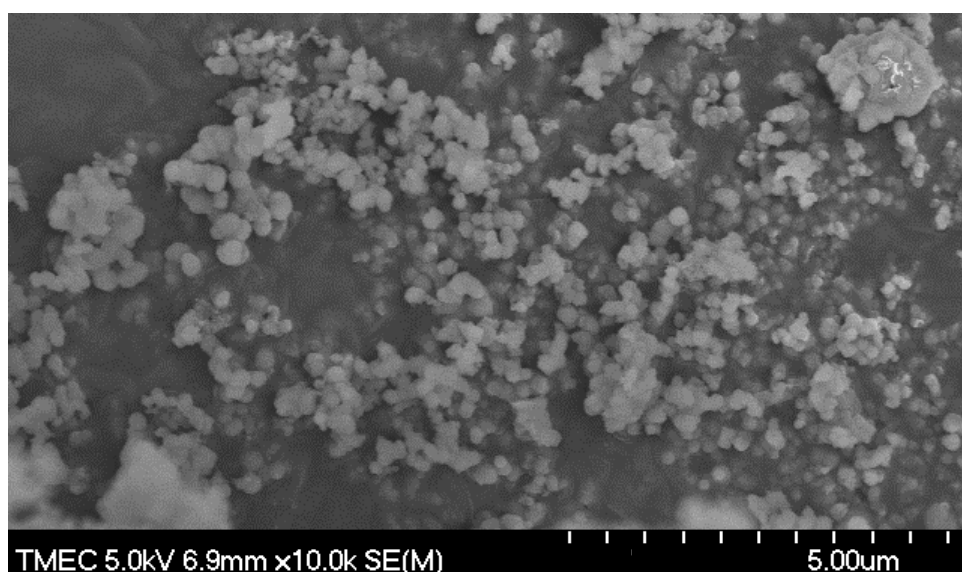
ก. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่า



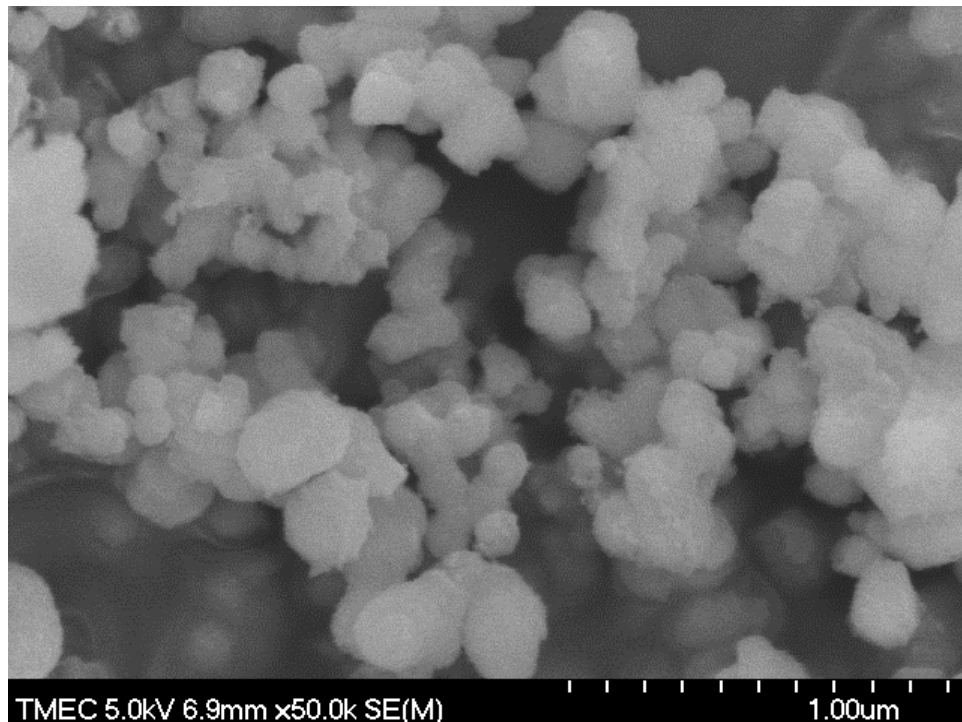
ข. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 50,000 เท่า อนุภาคที่ได้ค่อนข้างทรงกลม ขนาดระหว่าง 50 ถึง 150 นาโนเมตร

ภาพที่ 4.5 แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยายต่าง ๆ ดังนี้

1.5 ภาพถ่ายอนุภาคที่สภาวะการใช้สารละลายโซเดียมซิลิเกต 2.0 M และใช้เกลือโซเดียมคลอไรด์ ความเข้มข้น 20 เปอร์เซ็นต์ ทำปฏิกิริยาด้วยกรด 4.0M HNO_3 อนุภาคซิลิกา มีลักษณะทรงกลมรูปแบบเดียวกันหมด โดยที่ภาพกำลังขยาย 50,000 เท่า (ภาพที่ 4.6 ข.) แสดงให้เห็นว่าอนุภาคที่ได้มีขนาดที่ค่อนข้างไม่สม่ำเสมอ ผิวมีความขรุขระ มีขนาดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคอยู่ในช่วง 50 ถึง 200 นาโนเมตร



ก. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่า



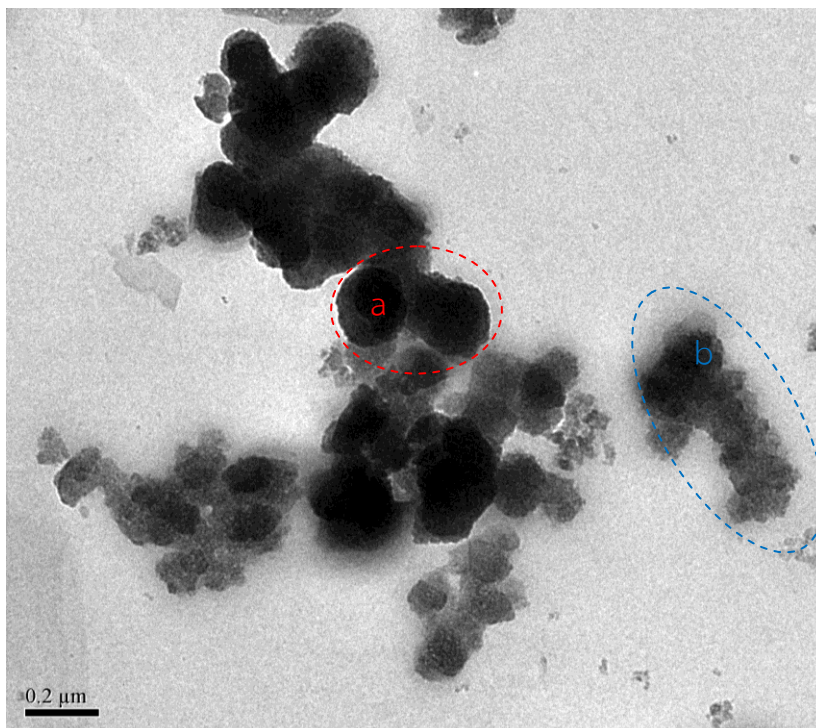
ข. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 50,000 เท่า อนุภาคที่ได้ค่อนข้างทรงกลม ขนาดระหว่าง 50 ถึง 200 นาโนเมตร และมีความสม่ำเสมอของขนาดอนุภาคน้อยกว่าแบบอื่น

ภาพที่ 4.6 แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยายต่างๆดังนี้

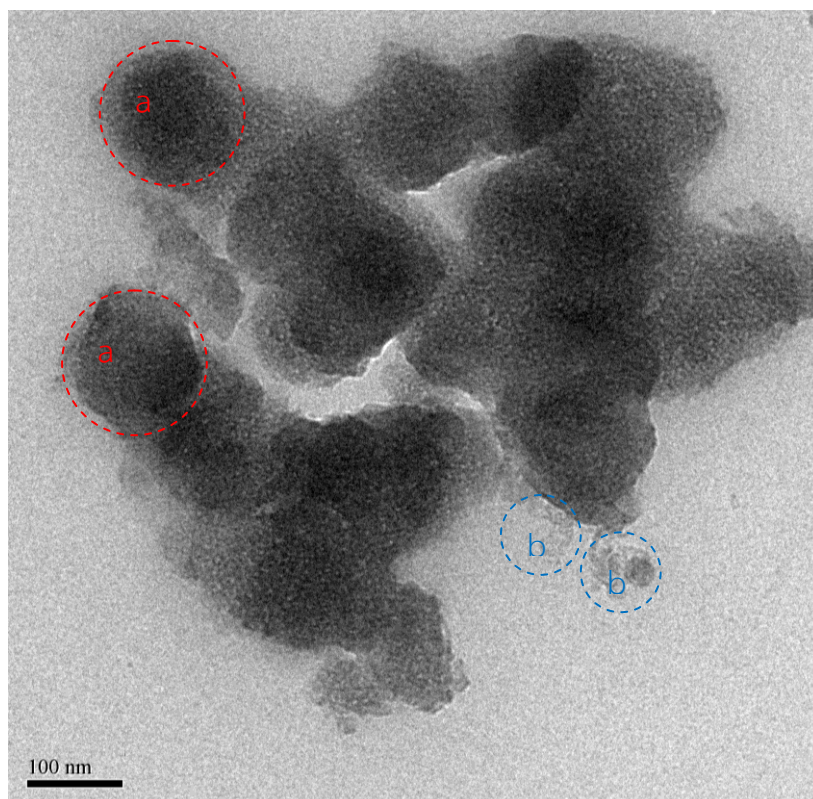
2. ผลการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

ทำการวิเคราะห์ลักษณะสัญญาณของอนุภาคที่เตรียมได้ด้วยวิธีแบบโทโดยการศึกษาตัวอย่างที่ได้จากใช้กรดสองชนิด ได้แก่ กรดไฮโดรคลอริก และกรดไนตริก ผลที่ได้ดังนี้

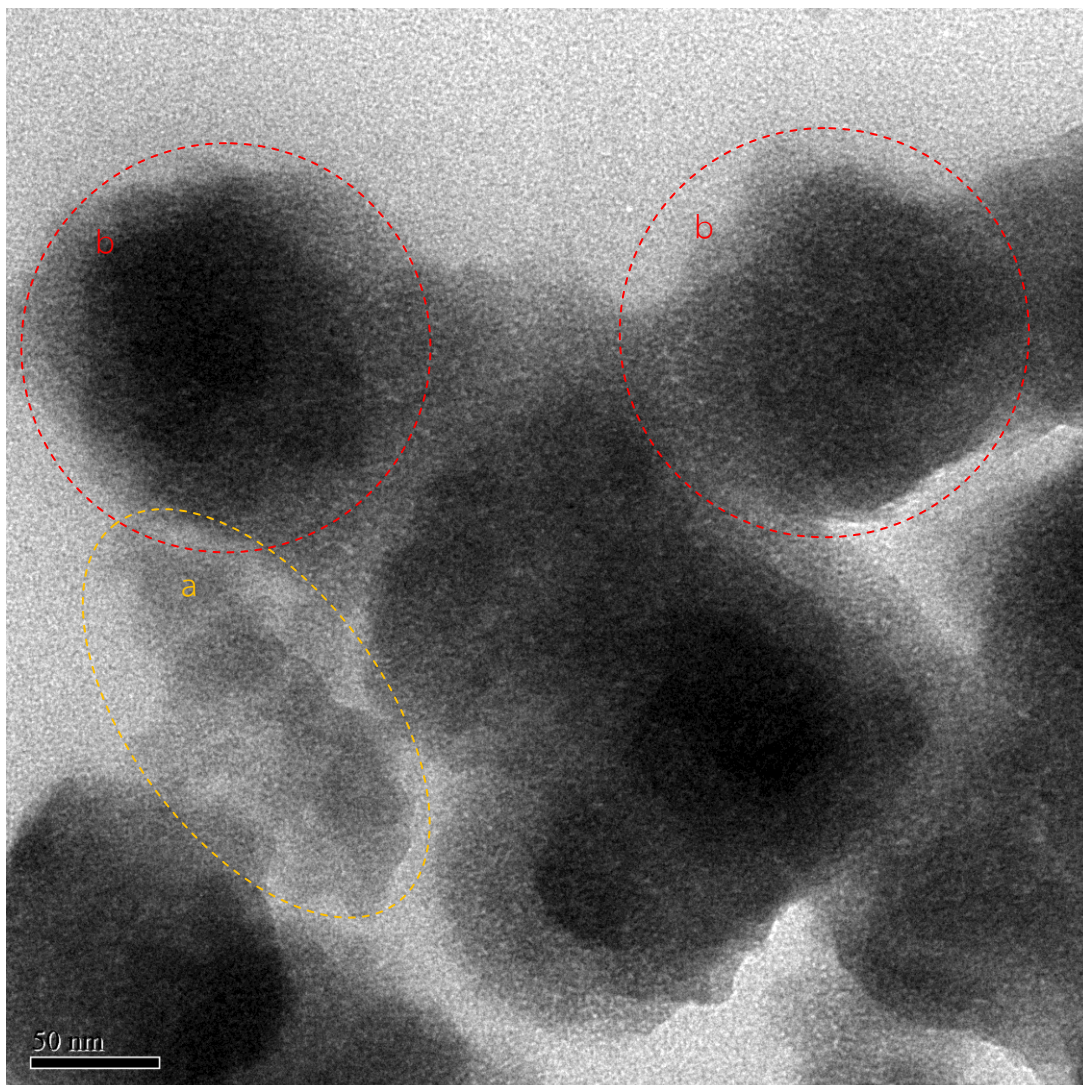
2.1 ตัวอย่างซิลิกาที่เตรียมได้จากสถานะที่ใช้กรดไฮโดรคลอริก และใช้ความเข้มข้นของเกลือเท่ากับสิบเปอร์เซ็นต์ พบว่าอนุภาคที่ได้มีทั้งอนุภาคลักษณะไม่แน่นอน คล้ายทรงกลม มีขนาดอนุภาคที่เกิดขึ้น 3 ช่วงขนาด คืออยู่ในช่วง 100 นาโนเมตร (ภาพที่ 4.7 a. และ 4.8 a.) และน้อยกว่าห้าสิบนานาโนเมตร (ภาพที่ 4.7 b. และ 4.8 b.) และอนุภาคที่มีลักษณะทรงกลมมีขนาดอยู่ในช่วง 200 นาโนเมตร ปริมาณเล็กน้อย ซึ่งอนุภาคที่มีขนาดในช่วง 100 และ 200 นาโนเมตร มีลักษณะคล้ายการเกาะกลุ่มกันของอนุภาคขนาดเล็ก



ภาพที่ 4.7 แสดงลักษณะของอนุภาคซิลิกาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านเทียบกับเส้น
มาตราส่วนขนาด 200 นาโนเมตร



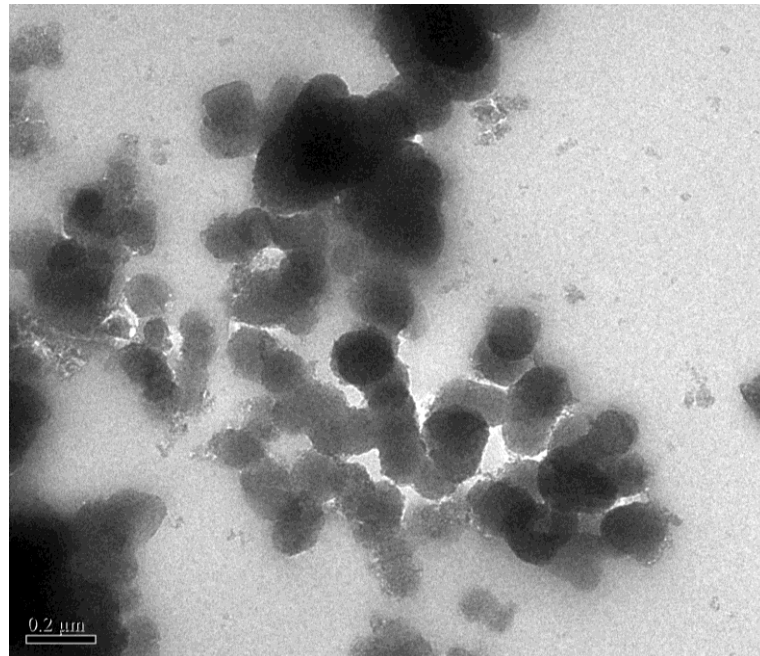
ภาพที่ 4.8 แสดงลักษณะของอนุภาคซิลิกาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านเทียบกับเส้น
มาตราส่วนขนาด 100 นาโนเมตร



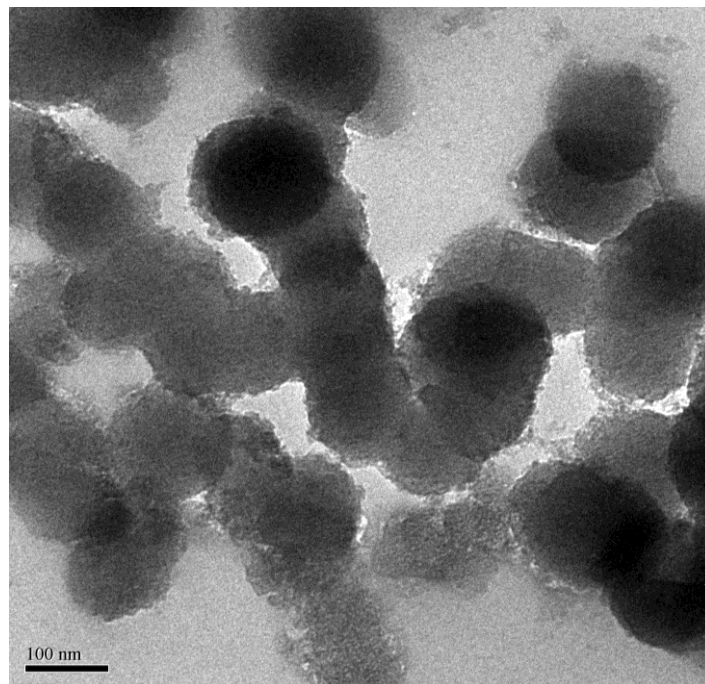
ภาพที่ 4.9 แสดงลักษณะของอนุภาคซิลิกาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านเทียบกับเส้น
มาตราส่วนขนาด 50 นาโนเมตร

จากภาพขยายที่ 4.9 เมื่อเทียบกับเส้นมาตราส่วนขนาด 50 นาโนเมตร ซึ่งทำให้เห็นชัดเจน
ขึ้นจะพบว่า อนุภาคที่ได้มีอยู่สองลักษณะคือรูปร่างไม่แน่นอนขนาดประมาณ 25 นาโนเมตร (a.) และ
อนุภาคคล้ายทรงกลมมีขนาดอยู่ในช่วง 100 ถึง 150 นาโนเมตร (b.)

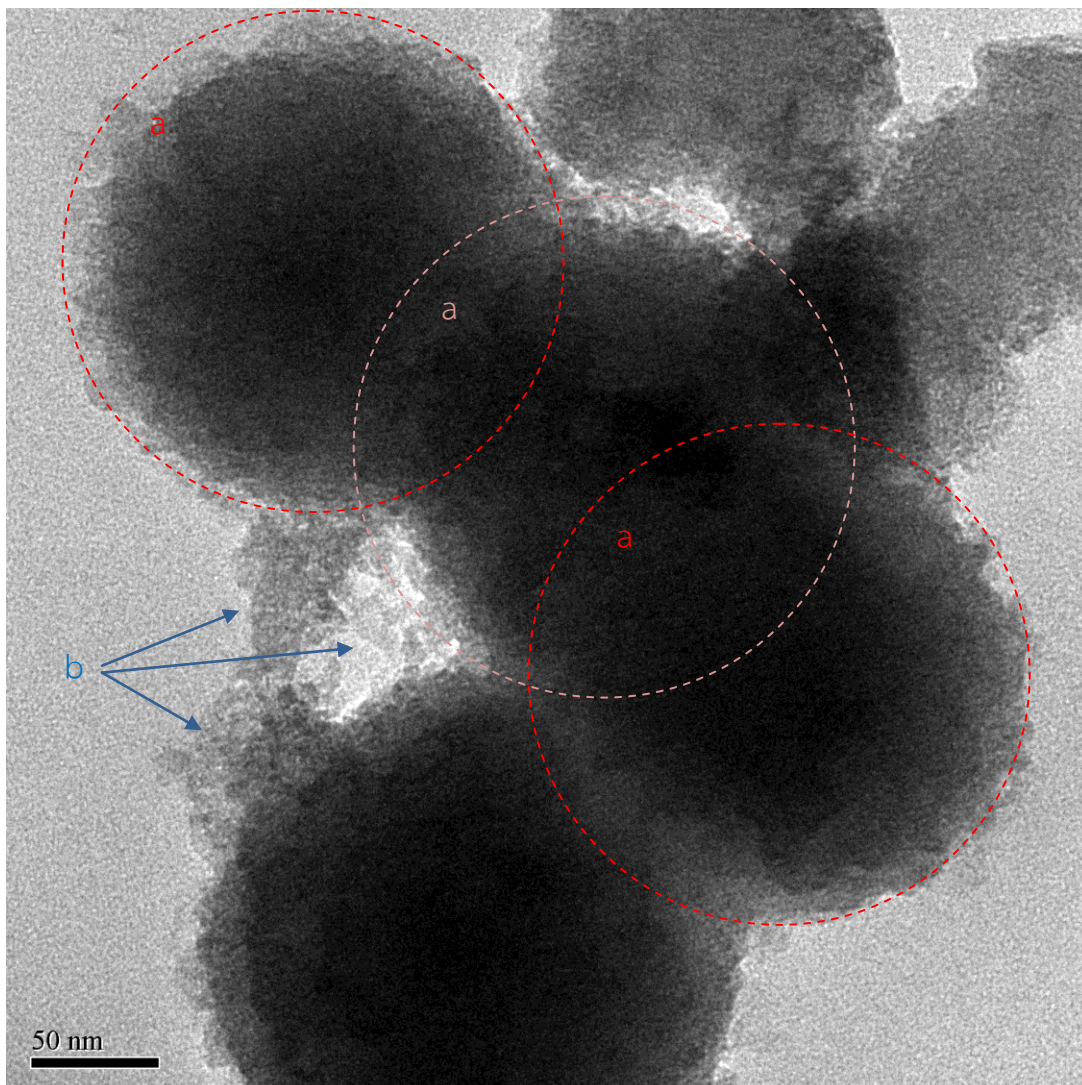
2.2 ตัวอย่างที่เตรียมได้จากสถานะที่ใช้กรดไนตริกและความเข้มข้นของเกลือโซเดียมคลอไรด์เท่ากับยี่สิบเปอร์เซ็นต์



ภาพที่ 4.10 แสดงลักษณะของอนุภาคซิลิกาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านเทียบกับเส้นมาตราส่วนขนาด 200 นาโนเมตร



ภาพที่ 4.11 แสดงลักษณะของอนุภาคซิลิกาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านเทียบกับเส้นมาตราส่วนขนาด 100 นาโนเมตร



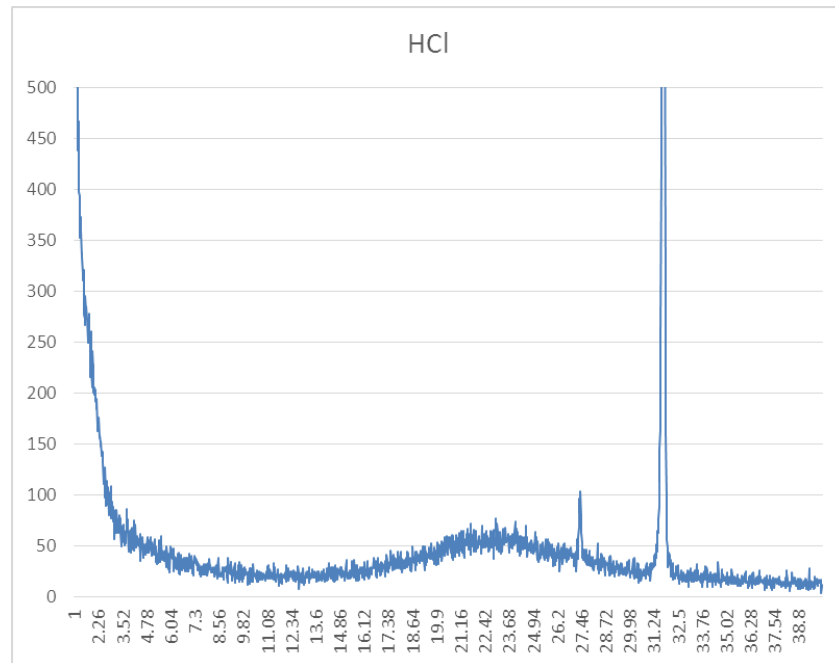
ภาพที่ 4.12 แสดงลักษณะของอนุภาคซิลิกาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านเทียบกับเส้นมาตราส่วนขนาด 50 นาโนเมตร

จากภาพขยายเมื่อเทียบกับเส้นมาตราส่วนขนาด 50 นาโนเมตร (ภาพที่ 4.12 a.) พบว่าอนุภาคที่ได้มีอยู่สองลักษณะคือรูปร่างไม่แน่นอนขนาดประมาณ 10 นาโนเมตร และอนุภาคคล้ายทรงกลมมีขนาดอยู่ในช่วง 100 ถึง 150 นาโนเมตร (ภาพที่ 4.12 b.) โดยมีลักษณะคล้ายการเกาะรวมกลุ่มกันของอนุภาคนาโนขนาดเล็ก

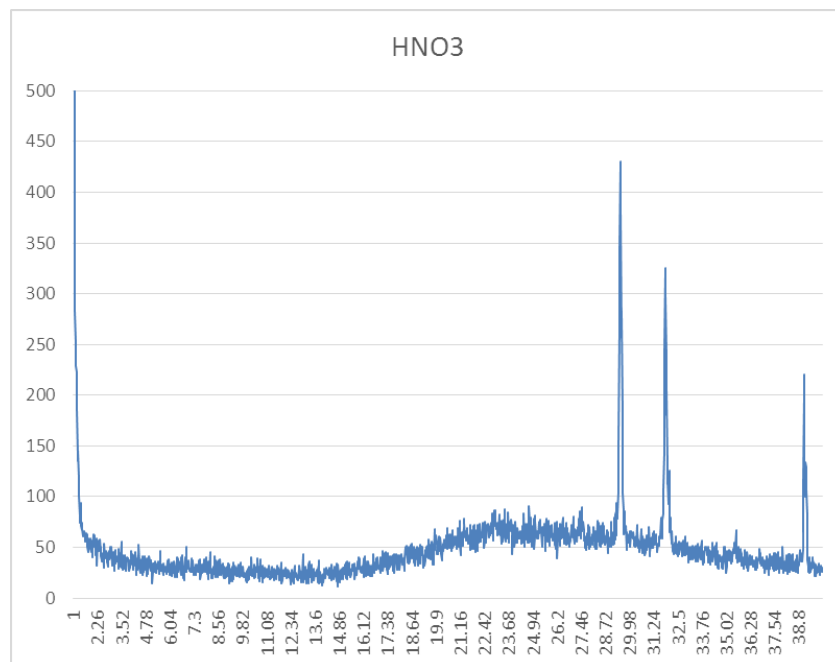
3 ผลการตรวจสอบรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ด้วยเทคนิค Xray Diffraction

จากรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์พบว่า อนุภาคซิลิกามีการจัดเรียงของโมเลกุลอยู่ในวัฏภาคอสัณฐาน ซึ่งพบเป็นพีกกว้างที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 20 -26 นอกจากนั้นจะพบรูปแบบของเกลือโซเดียมคลอไรด์ที่เหลือจากปฏิกิริยาในการใช้กรดไฮโดรคลอริก ซึ่งเป็นพีกแหลมชัดเจนของผลึกที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 27.46 และที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 32 ดังภาพที่ 4.13 และพบรูปแบบของเกลือโซเดียมไนเตรทที่เหลือจากปฏิกิริยาที่ได้จากการใช้กรดไนตริก โดยเป็นพีกแหลมชัดเจนของผลึก

ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 28 ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 32 และที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 38.8 ดังแสดงในภาพที่ 4.14



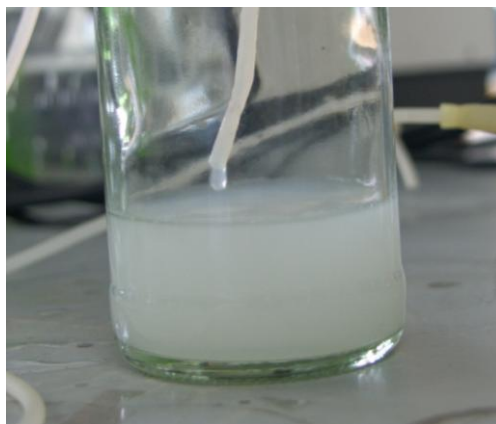
ภาพที่ 4.13 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จากการใช้กรดไฮโดรคลอริก



ภาพที่ 4.14 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จากการใช้กรดไนตริก

การเตรียมอนุภาคซิลิกาด้วยเทคนิคการไหลต่อเนื่อง

ทำการสังเคราะห์อนุภาคซิลิกาด้วยเทคนิคการไหลต่อเนื่องโดยเลือกความเข้มข้นของสารตั้งต้นที่สามารถเกิดปฏิกิริยาได้ทันที ซึ่งผลที่ได้พบว่าสามารถทำการสังเคราะห์อนุภาคซิลิกาได้โดยเกิดปฏิกิริยาได้ทันที อนุภาคซิลิกาที่ได้มีรูปร่างลักษณะคล้ายแท่ง แสดงรายละเอียดดังนี้



ภาพที่ 4.15 แสดงการเกิดตะกอนสีขาวทันทีจากระบบการไหล

ผลการสังเคราะห์ด้วยระบบการไหล โดยใช้สารละลายความเข้มข้น 2 โมลาร์ โซเดียมซิลิเกต 5 เปอร์เซ็นต์ โซเดียมคลอไรด์ ทำปฏิกิริยากับสารละลายกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 2 โมลาร์ ที่อัตราการไหลต่างๆ ดังนี้

1. ผลการวิเคราะห์ลักษณะทางกายภาพและทางเคมีของอนุภาคที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยเทคนิคการไหลแบบต่อเนื่อง

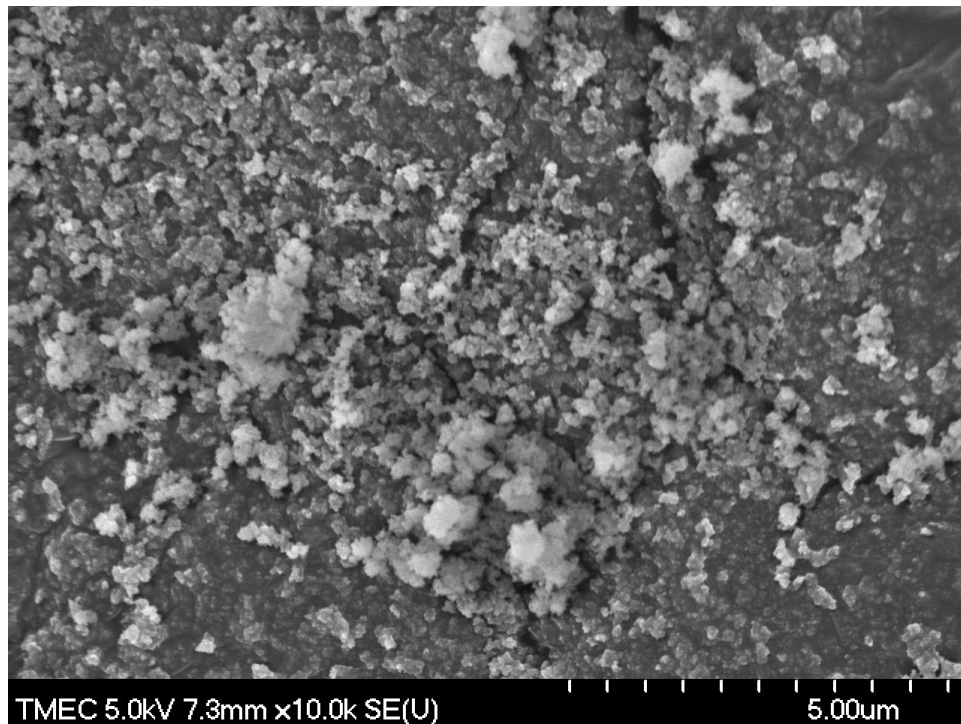
นำผลที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยเทคนิคการไหลมาศึกษาลักษณะ และสมบัติทางกายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิลด์อิมิชชัน และทำการศึกษาสมบัติทางเคมีด้วยเทคนิค Xray Diffraction ตามลำดับ

โดยทำการแบ่งการแสดงผลของการวิเคราะห์ผลที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ความเข้มข้นของเกลือ 5 เปอร์เซ็นต์ และ 10 เปอร์เซ็นต์ และที่แต่ละความเข้มข้นของเกลือแบ่งออกเป็นผลการศึกษากำทำปฏิกิริยากับกรดไฮโดรคลอริกที่ความเข้มข้น 2 และ 4 โมลาร์ โดยที่แต่ละความเข้มข้นทำการศึกษาผลของอัตราการไหล โดยทำการสังเคราะห์ที่อัตราการไหลต่างๆ ดังรายละเอียดต่อไปนี้

1.1 ผลของการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิลด์อิมิชชัน

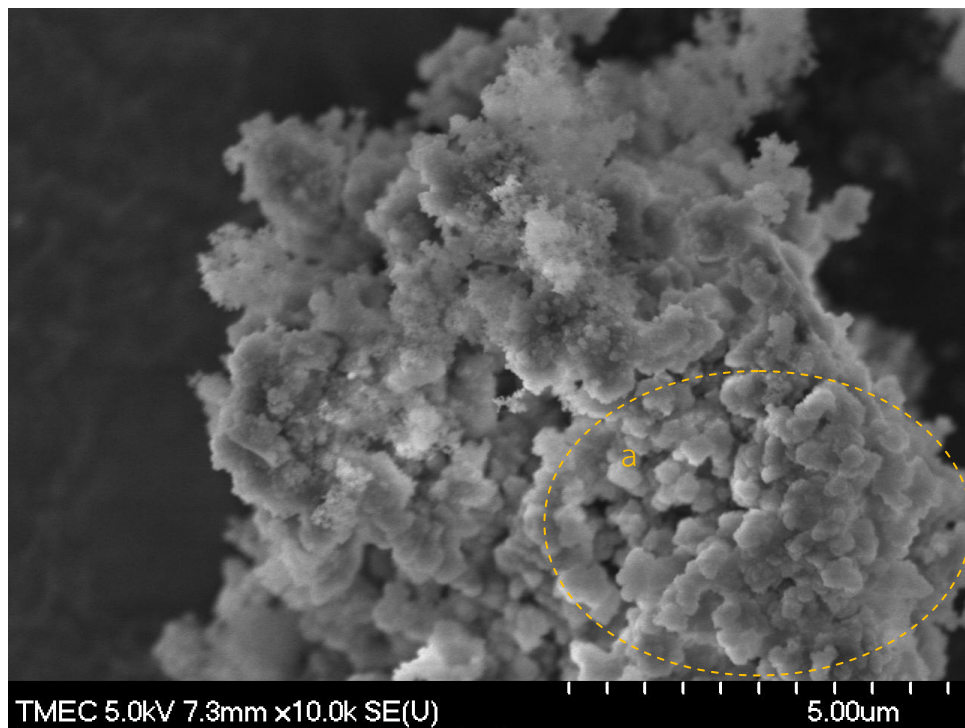
1.1.1 ผลของการวิเคราะห์อนุภาคซิลิกาที่ได้จากสารละลายโซเดียมซิลิเกตความเข้มข้น 2 โมลาร์ และเกลือโซเดียมคลอไรด์ 5 เปอร์เซ็นต์ ทำปฏิกิริยากับกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 2 โมลาร์ ที่อัตราการไหลต่างๆ ดังนี้

1.1.1.1 อัตราการไหล 0.10 มิลลิลิตรต่อนาที

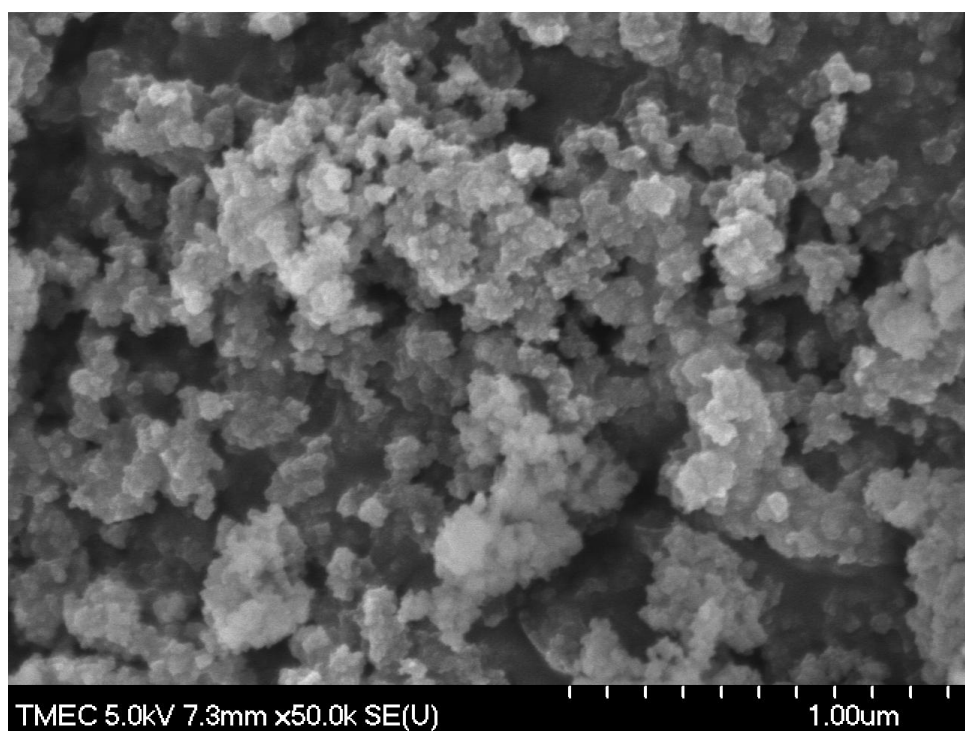


ก. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่า

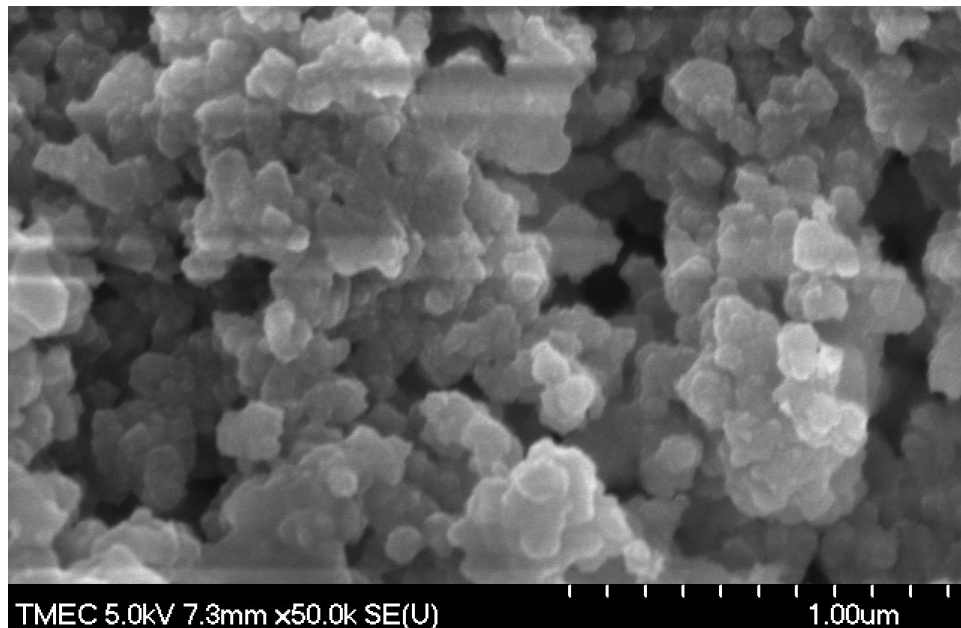
โดยทำการถ่ายภาพสองตำแหน่งเนื่องจากอนุภาคที่เกิดขึ้นสองลักษณะด้วยกันตลอดทั้งเนื้อสารคือ อนุภาคนาโนขนาดเล็กระหว่าง 20 ถึง 30 นาโนเมตร ดังภาพที่ 4.16 ก. และอนุภาคลักษณะเกาะกลุ่มคล้ายทรงกลมมีขนาดประมาณ 100 นาโนเมตร ดังจะเห็นในภาพรวมที่อัตราขยาย 10,000 เท่าภาพที่ 4.16 ข. ที่บริเวณตำแหน่ง a. และภาพรายละเอียดที่กำลังขยาย 50,000 เท่า ภาพที่ 4.16 ค. แสดงรายละเอียดอนุภาคนาโนขนาดเล็กระหว่าง 20 ถึง 30 นาโนเมตร ภาพที่ 4.16 ง. แสดงรายละเอียดของอนุภาคนาโนที่มีขนาดประมาณ 100 นาโนเมตร สำหรับที่อัตรากำลังขยายสูงขึ้นไม่สามารถทำการบันทึกภาพได้เนื่องจากสภาพการนำไฟฟ้าของตัวอย่างต่ำมากจนไม่สามารถโฟกัสภาพได้



ข. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่า ตำแหน่งที่2



ค. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 50,000 เท่า

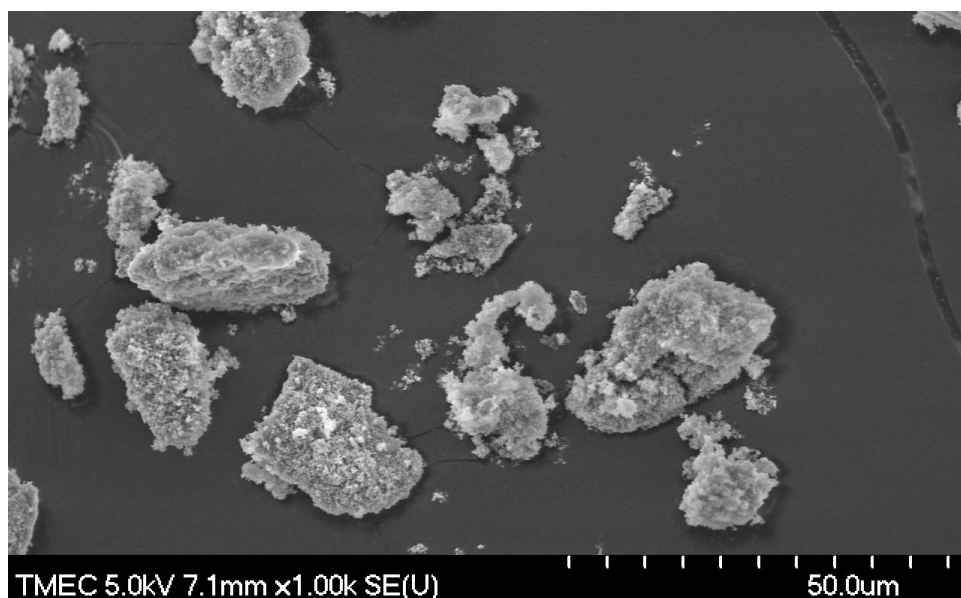


ง. ภาพถ่ายที่กล้องขยาย 50,000 เท่า ตำแหน่งที่2

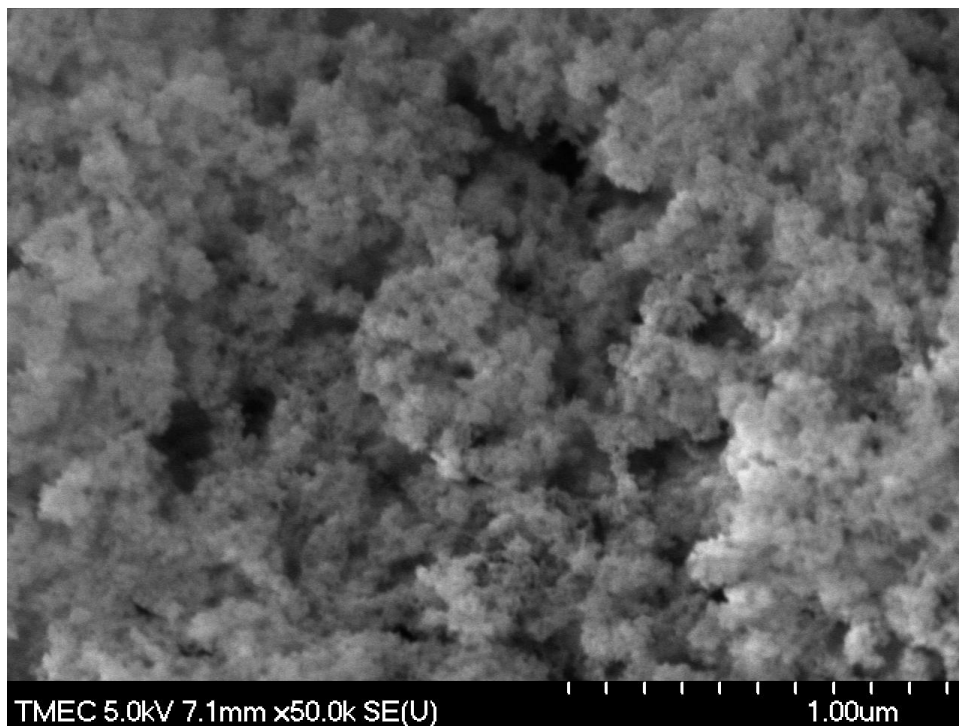
ภาพที่ 4.16 แสดงภาพถ่ายที่กล้องขยายต่างๆ

1.1.1.2 อัตราการไหล 0.50 มิลลิตรต่อนาที

อนุภาคที่ได้มีลักษณะเดียวกันตลอดทั้งเนื้อสารมีขนาดและรูปร่างที่สม่ำเสมอ ดังแสดงในภาพรวมภาพที่ 4.17 ก. ที่กล้องขยาย 1,000 เท่า ซึ่งแสดงให้เห็นว่าอนุภาคที่เกิดขึ้นนั้นมีลักษณะเดียวกันหมดตลอดทั้งเนื้อสาร จากภาพที่ 4.17 ข. แสดงรายละเอียดที่กล้องขยาย 50,000 เท่า โดยมีขนาดเล็กประมาณ 10 นาโนเมตร ขนาดสม่ำเสมอชัดเจน สำหรับที่อัตราการไหลสูงขึ้นไม่สามารถทำการบันทึกภาพได้เนื่องจากสภาพการนำไฟฟ้าของตัวอย่างต่ำมากจนไม่สามารถโฟกัสภาพได้

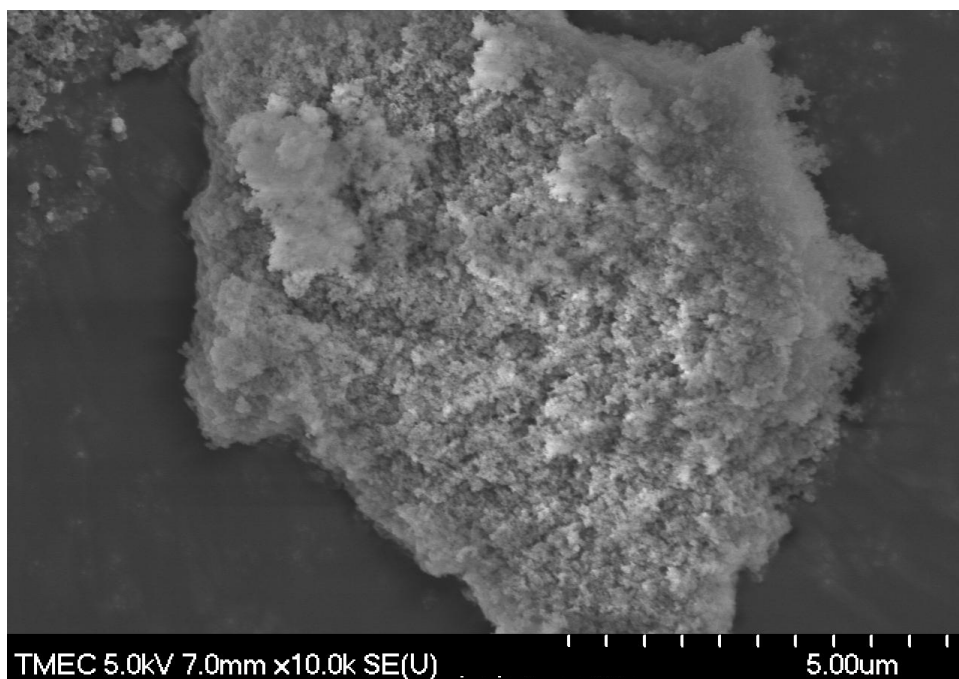


ก. ภาพถ่ายที่กล้องขยาย 1,000 เท่า

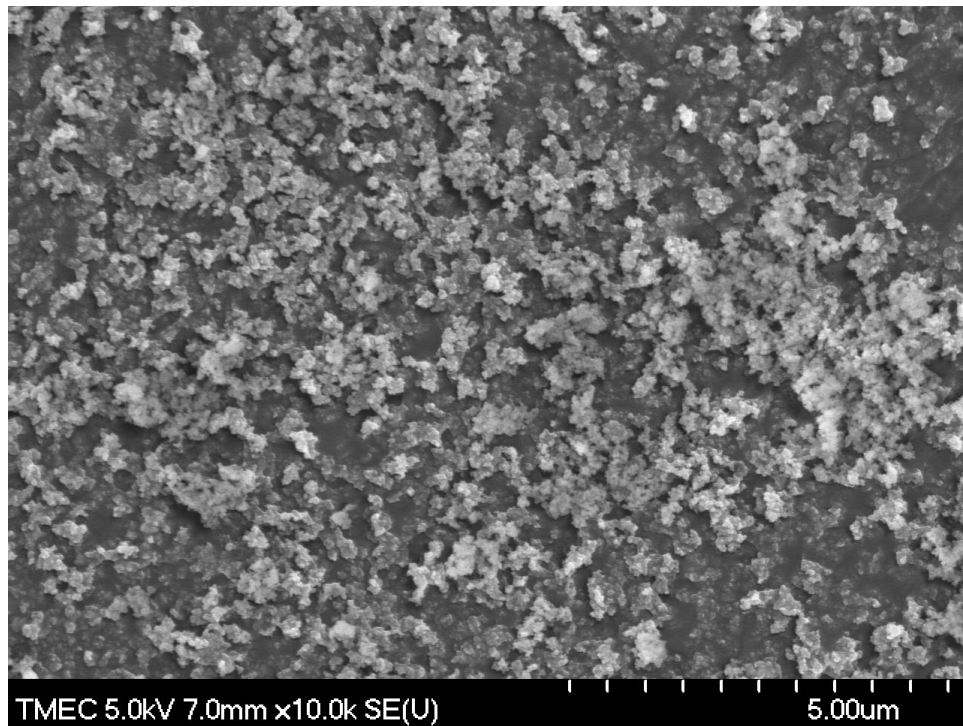


ข. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 50,000 เท่า
ภาพที่ 4.17 แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยายต่างๆดังนี้

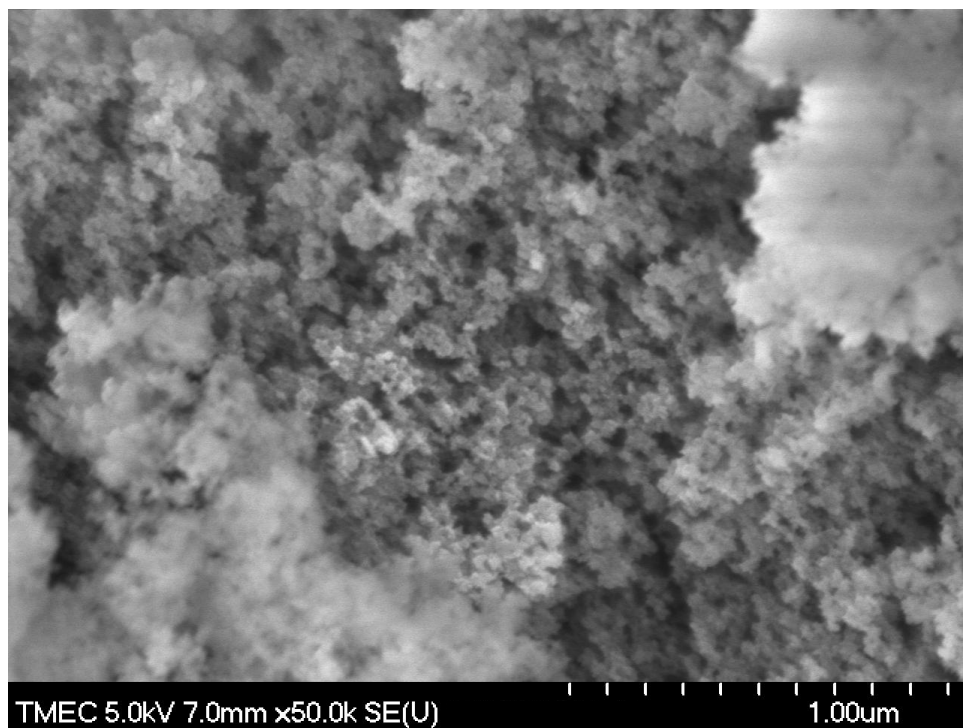
1.1.1.3 อัตราการไหล 1.00 มิลลิลิตรต่อนาที



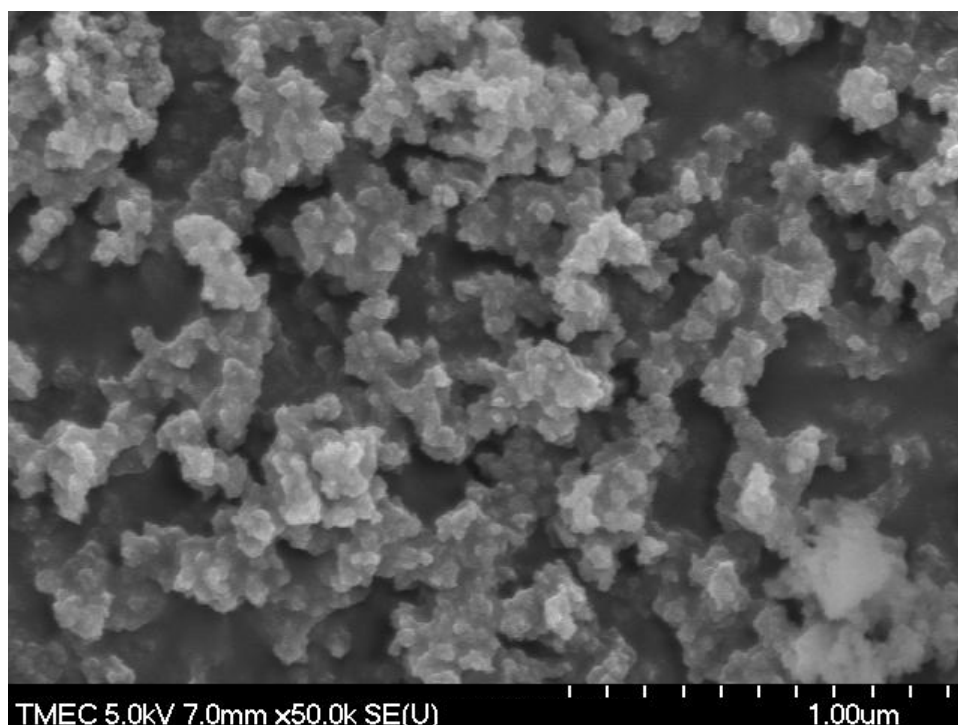
ก. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่า



ข. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่า ตำแหน่งที่ 2



ค. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 50,000 เท่า



จ. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 50,000 เท่า ตำแหน่งที่ 2
ภาพที่ 4.18 แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยายต่างๆดังนี้

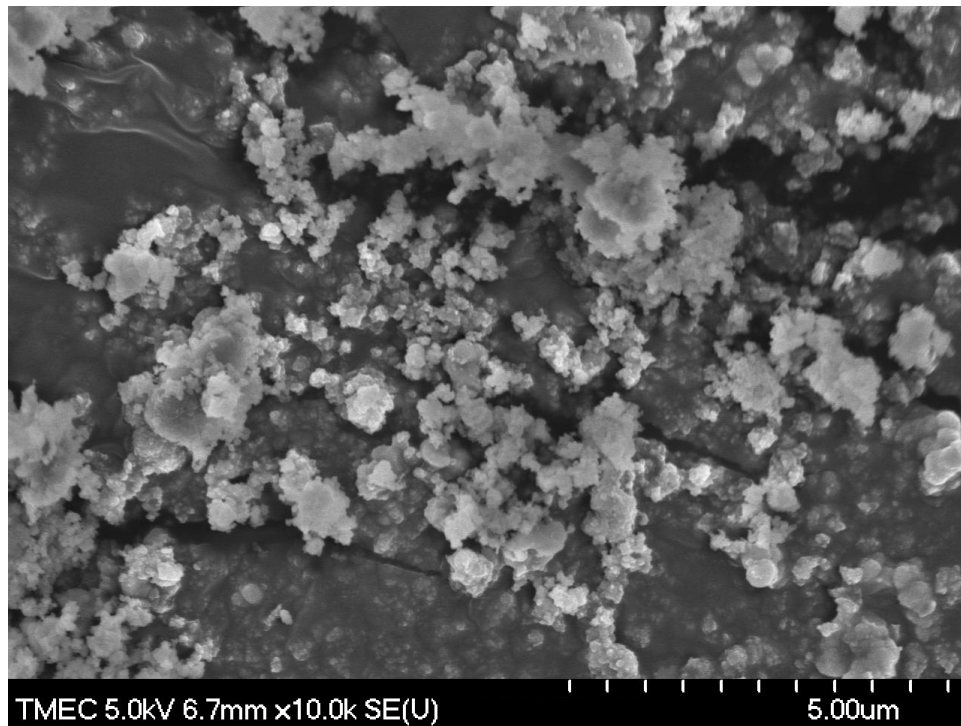
เกิดอนุภาคสองลักษณะคืออนุภาคขนาดประมาณ 10 นาโนเมตร ดังแสดงในภาพรวมภาพที่ 4.18 ก. รายละเอียดภาพที่กำลังขยายเพิ่มขึ้นดังภาพที่ 4.18 ค. และอนุภาคที่มีลักษณะเกาะกลุ่มขนาดใหญ่ขึ้นมีขนาดไม่แน่นอนระหว่าง 10 ถึง 50 นาโนเมตร ซึ่งเกิดขึ้นเจือปนมาในปริมาณเล็กน้อย ดังแสดงในภาพที่ 4.18 ข. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 50,000 เท่า ตำแหน่งที่ 2 ภาพที่ 4.18 ง.

1.1.1.4 การสังเคราะห์ที่อัตราการไหล 1.50 มิลลิลิตรต่อนาที ขึ้นไป
ผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้มีปริมาณน้อยมากจึงไม่เลือกมาศึกษาต่อ

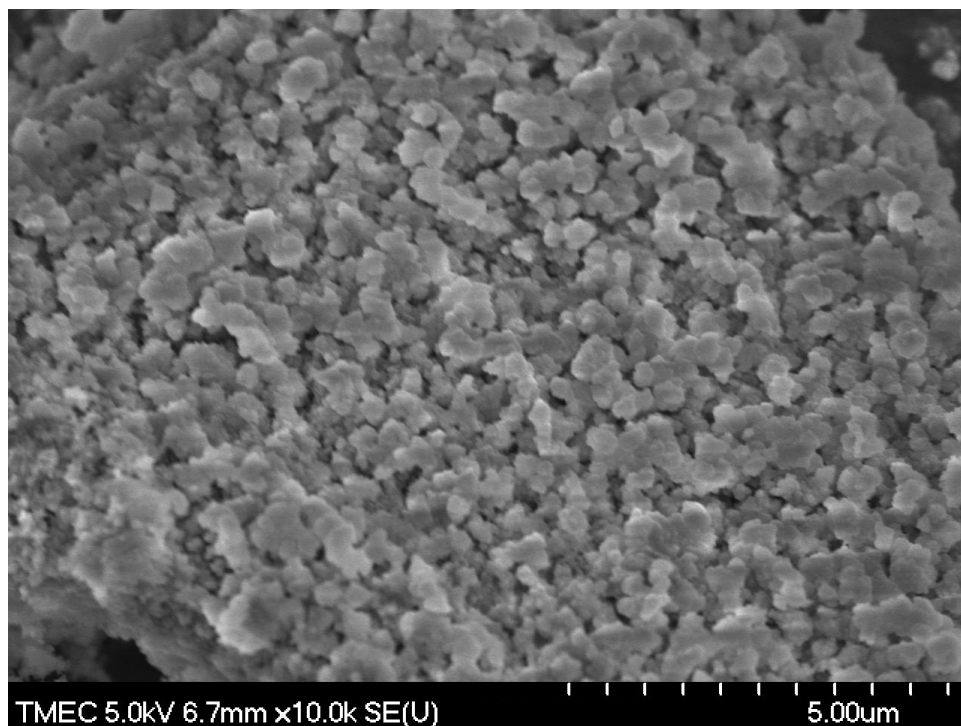
1.1.2 ผลของการวิเคราะห์อนุภาคซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายโซเดียมซิลิเกตความเข้มข้น 2 โมลาร์ และเกลือ 5 เปอร์เซนต์ ทำปฏิกิริยากับกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 4 โมลาร์ ที่อัตราการไหลต่างๆ ดังนี้

1.1.2.1 อัตราการไหล 0.10 มิลลิลิตรต่อนาที

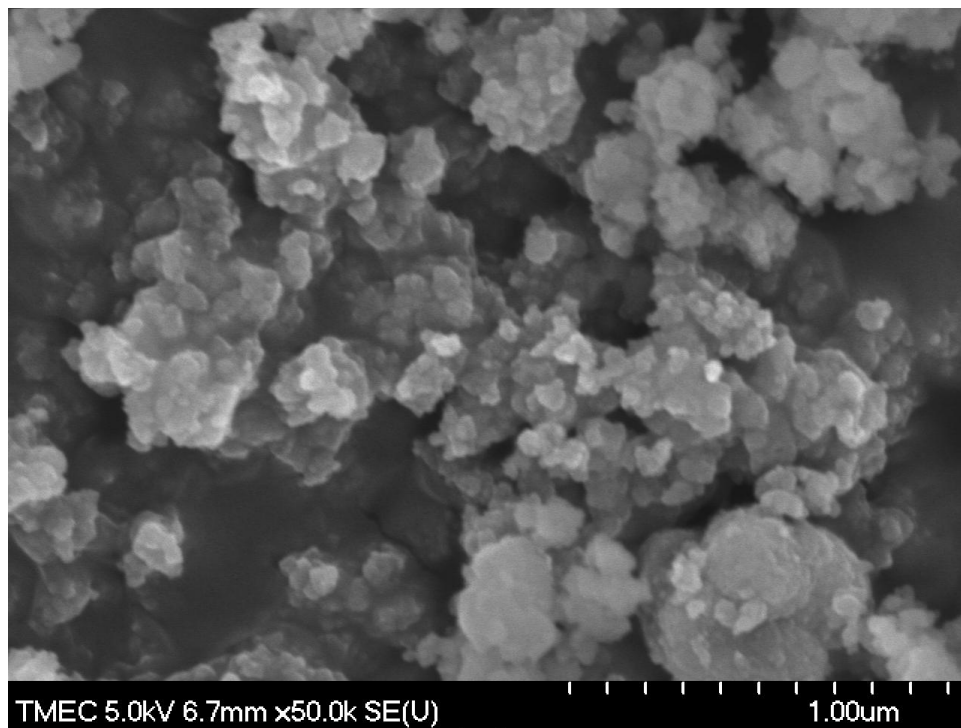
อนุภาคที่ได้มีลักษณะเกาะกันเป็นก้อนมีขนาดไม่แน่นอนตั้งแต่ 50 ถึง 300 นาโนเมตร ภาพที่ 4.19 ก. แสดงลักษณะโดยรวมของอนุภาคที่มีขนาดในช่วงประมาณ 50 นาโนเมตร ภาพที่ 4.19 ข. แสดงลักษณะโดยรวมของการเกิดอนุภาคที่มีลักษณะเกาะกลุ่มที่มีขนาดและรูปร่างไม่แน่นอนที่มีขนาดอยู่ในช่วงประมาณ 300 นาโนเมตร และเล็กลง ภาพที่ 4.19 ง. แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยาย 150,000 เท่า เพื่อให้เห็นขนาดและลักษณะอนุภาคที่ชัดเจนขึ้น โดยเทียบกับขนาดช่องมาตรฐานขนาด 30 นาโนเมตร



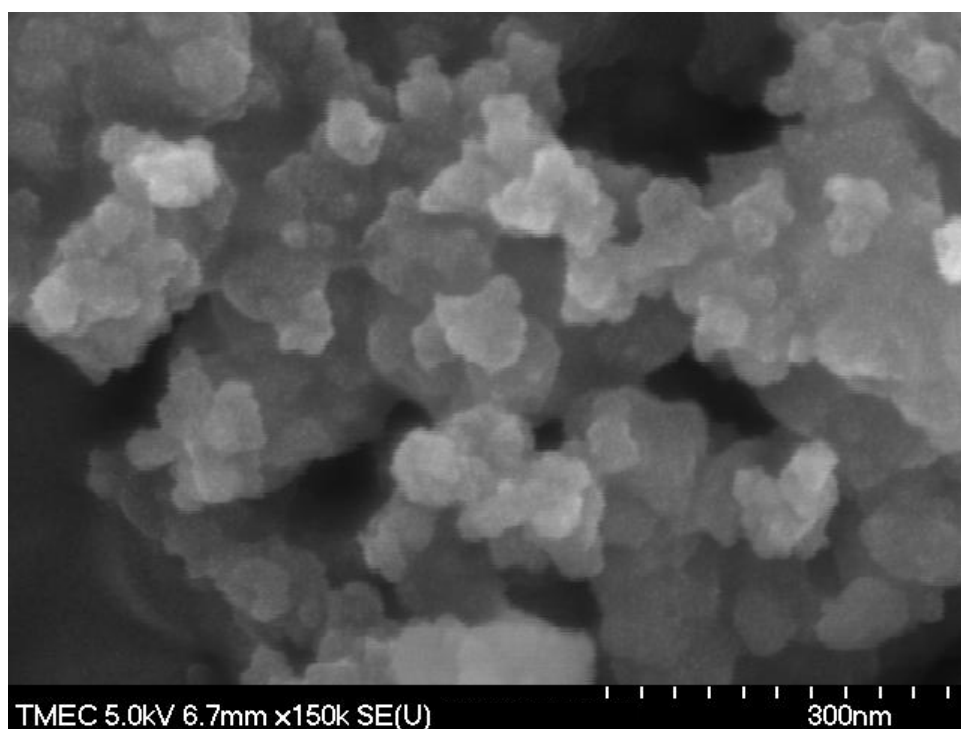
ก. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่า



ข. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่า ตำแหน่งที่2



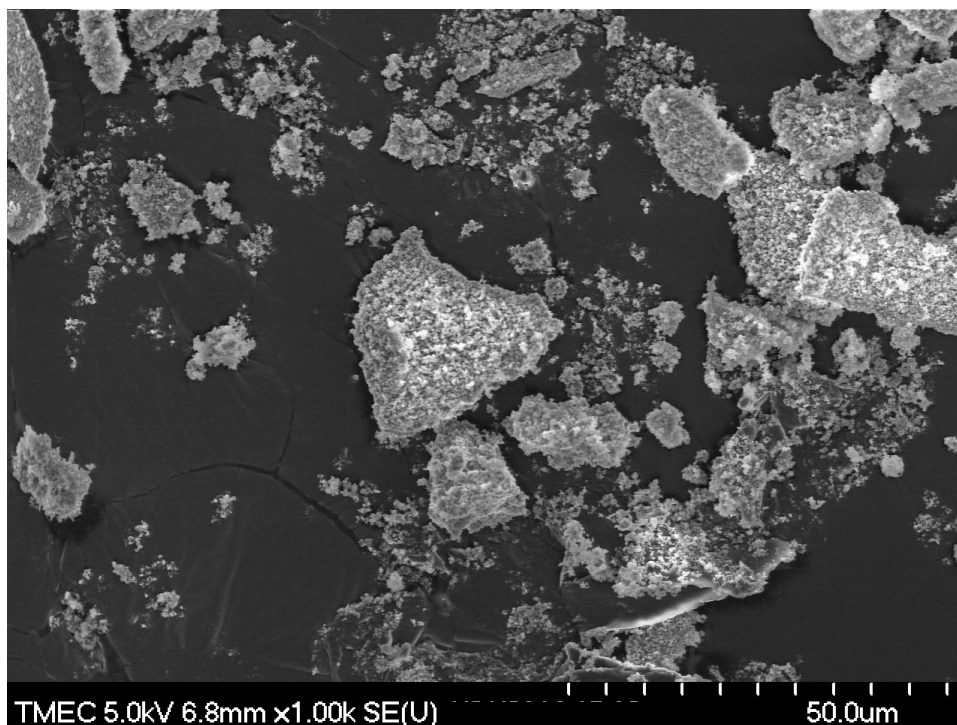
ค. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 50,000 เท่า



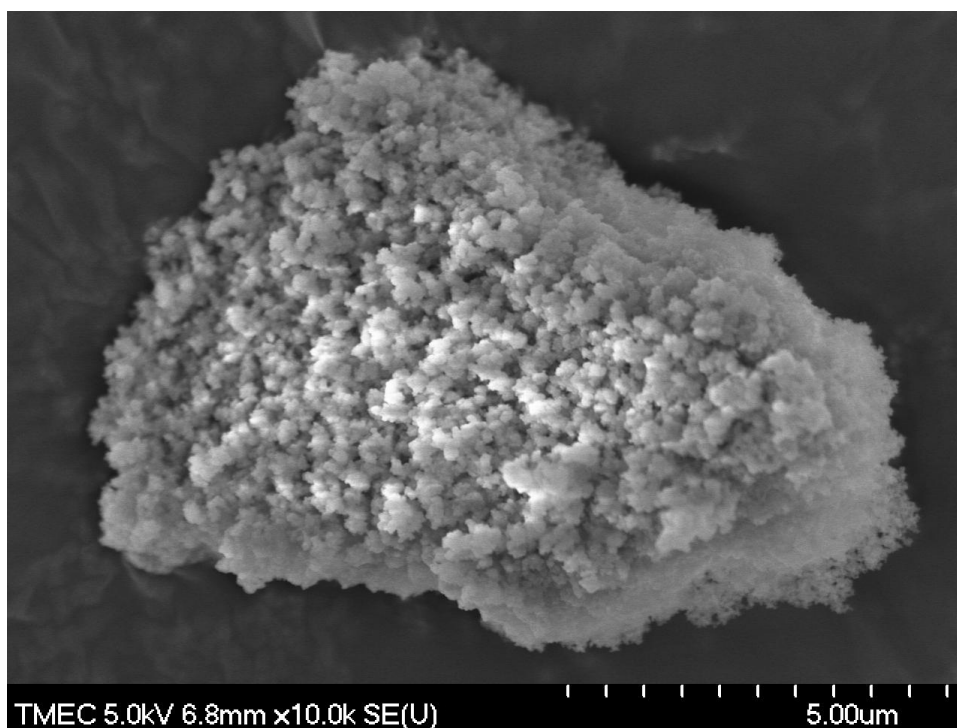
ง. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 150,000 เท่า

ภาพที่ 4.19 แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยายต่างๆ

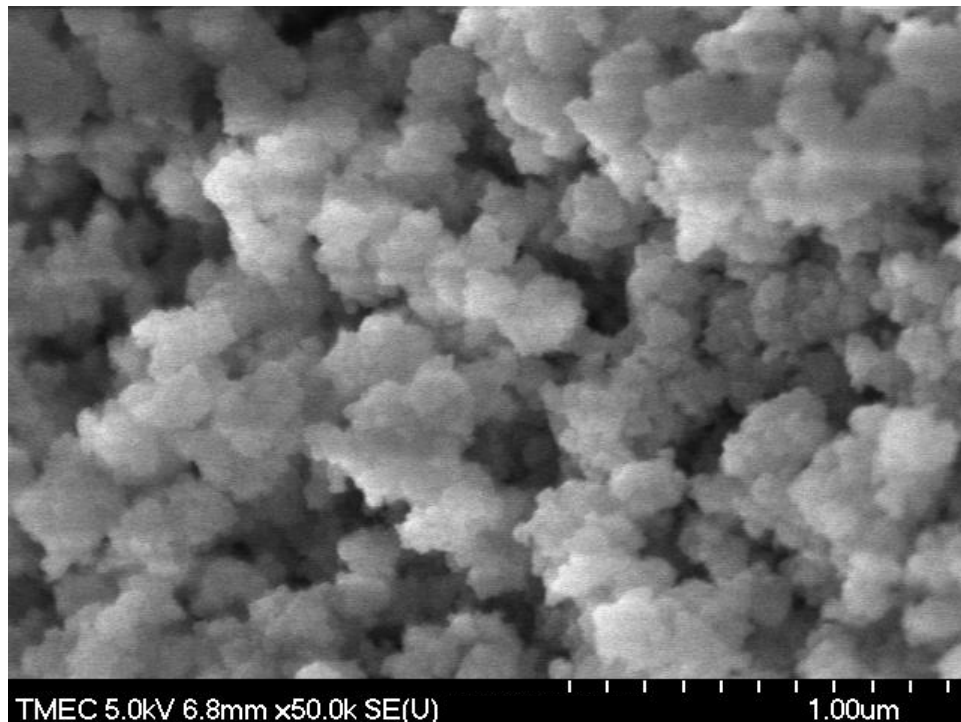
1.1.2.2 อัตราการไหล 0.50 มิลลิลิตรต่อนาที



ก. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 1,000 เท่า



ข. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่า

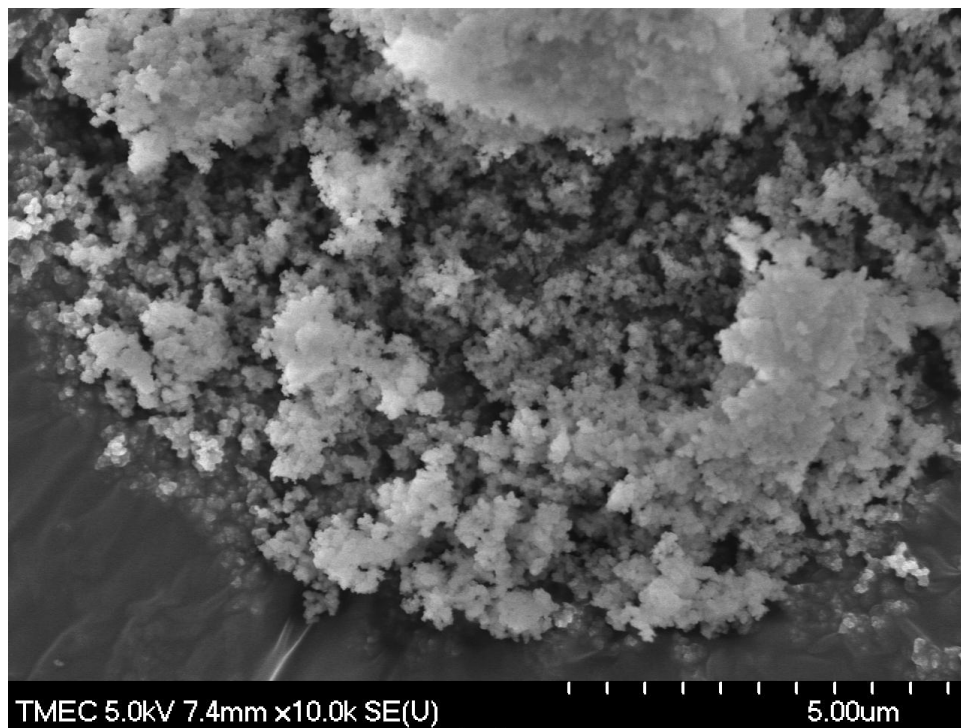


ค. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 50,000 เท่า
 ภาพที่ 4.20 แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยายต่างๆ

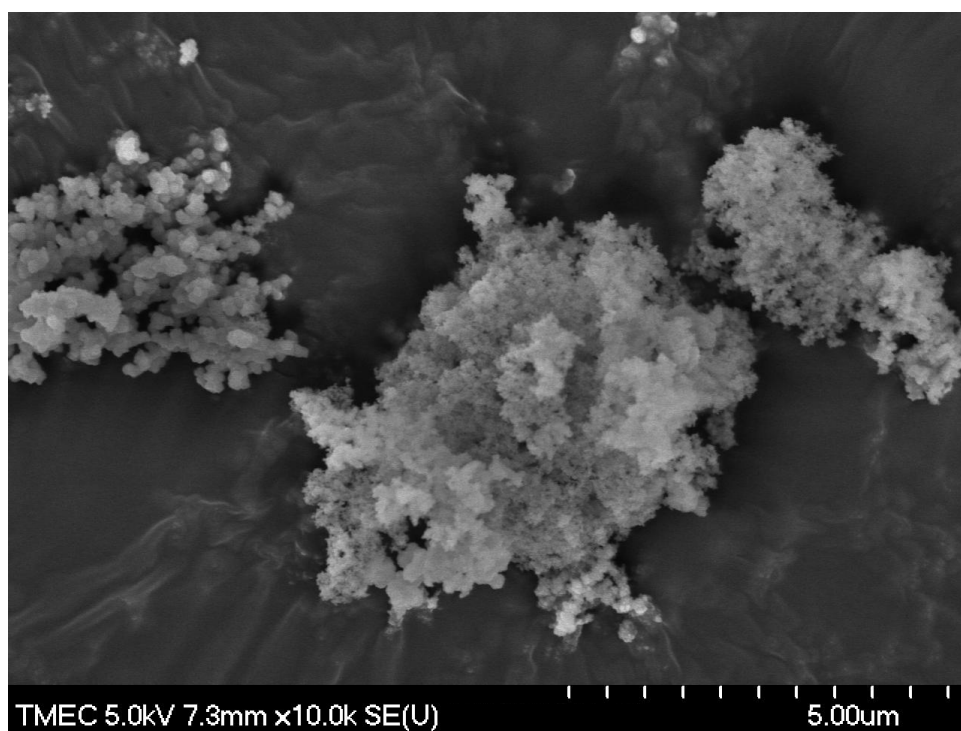
อนุภาคที่ได้มีขนาดและรูปร่างที่สม่ำเสมอมาก โดยมีขนาดอนุภาคประมาณ 20 นาโนเมตร สม่ำเสมอตลอดทั้งเนื้อสารที่ได้ ดังแสดงในภาพรวมภาพที่ 4.20 ก. และแสดงรายละเอียดของอนุภาคที่ได้ที่ชัดเจนขึ้นในภาพที่ 4.20 ข. และ ค. ตามลำดับ

1.1.2.3 อัตราการไหล 1.00 มิลลิลิตรต่อนาที

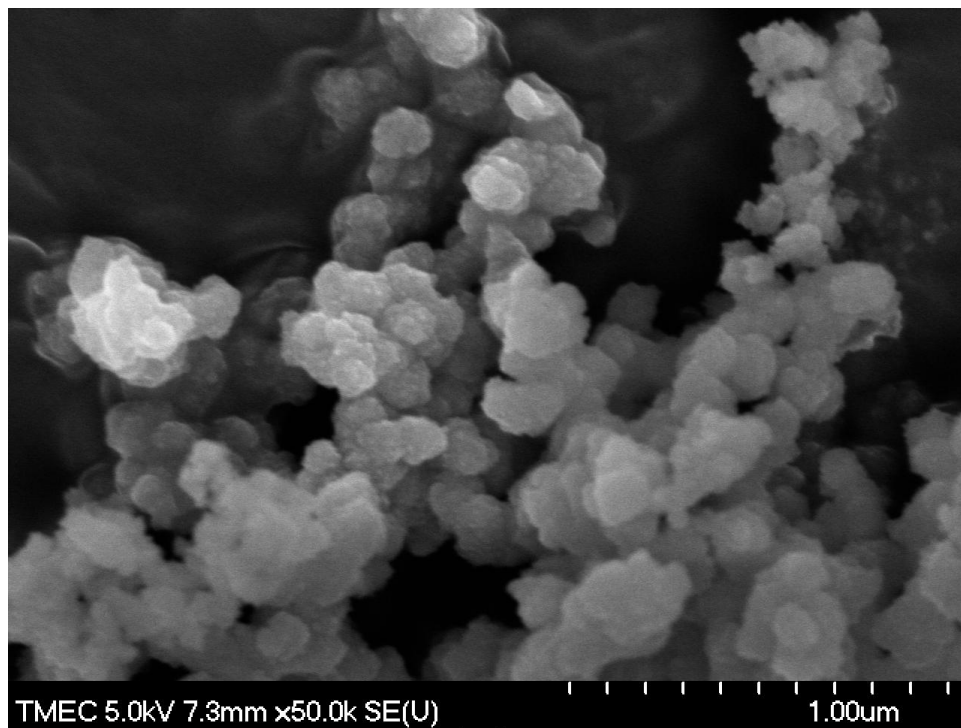
เกิดอนุภาคซิลิกาขึ้นสามลักษณะ โดยได้แสดงรายละเอียดของอนุภาคที่ได้ทั้งสามลักษณะในภาพถ่ายที่กำลังขยาย 50,000 เท่า อนุภาคขนาดประมาณ 10 ถึง 20 นาโนเมตร ดังภาพที่ 4.21 จ. อนุภาคขนาด 20 ถึง 40 นาโนเมตร ดังภาพที่ 4.21 ง. และอนุภาคที่มีลักษณะเกาะเป็นก้อนขนาดประมาณ 100 นาโนเมตร ดังภาพที่ 4.21 ค. ซึ่งแสดงภาพโดยรวมในภาพถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่า ดังภาพที่ 4.21 ก. และ ข.



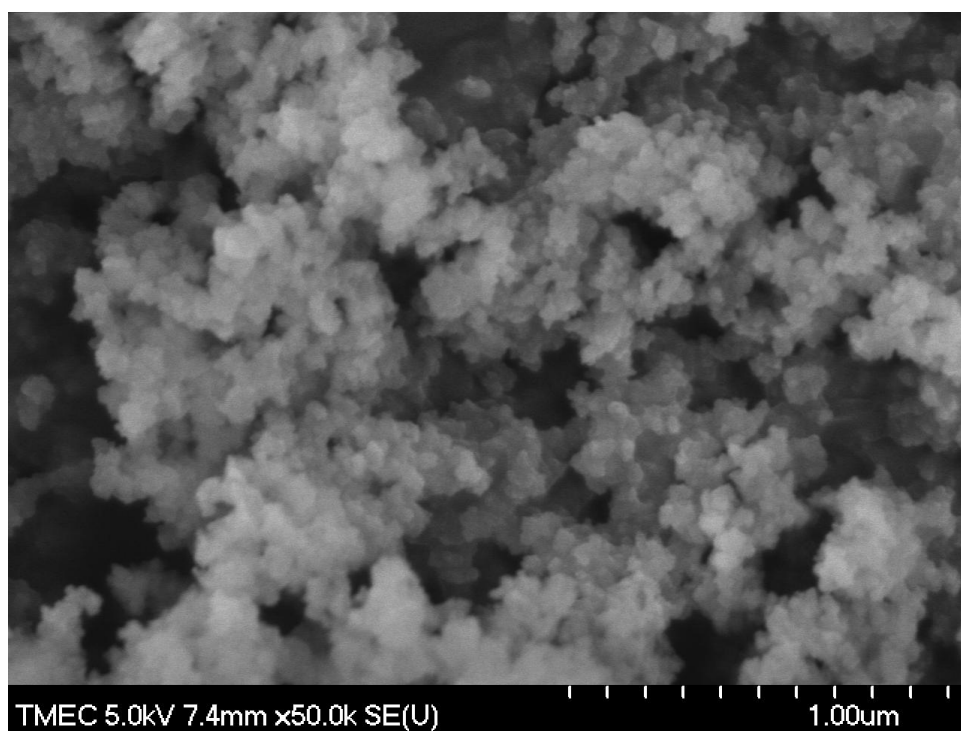
ก. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่า



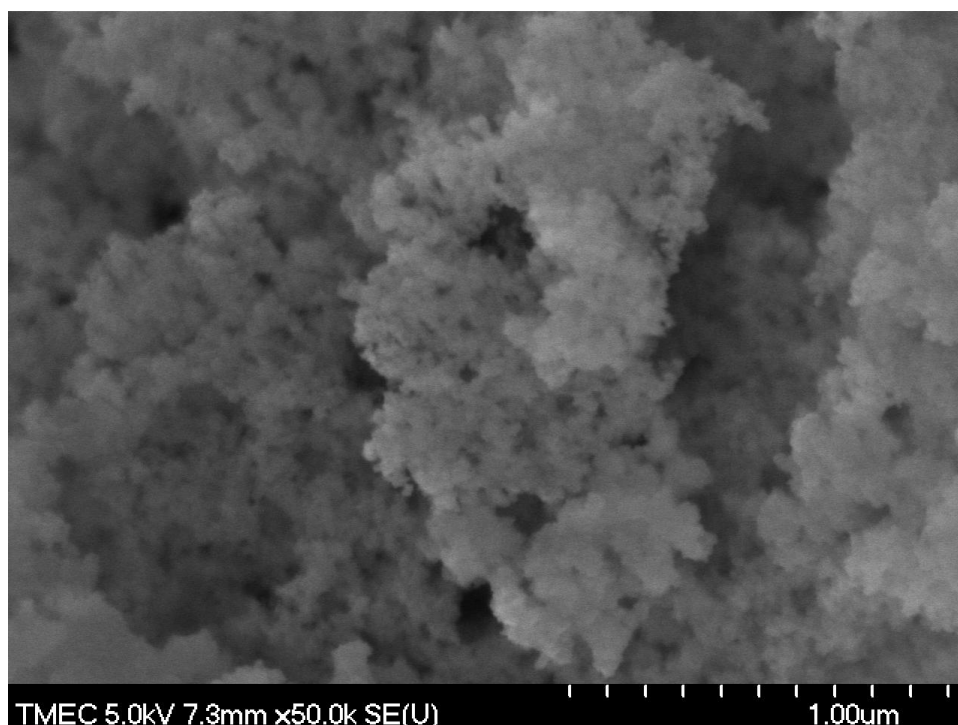
ข. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่า ตำแหน่งที่2



ค. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 50,000 เท่า



ง. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 50,000 เท่า ตำแหน่งที่2



จ. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 50,000 เท่า ตำแหน่งที่3

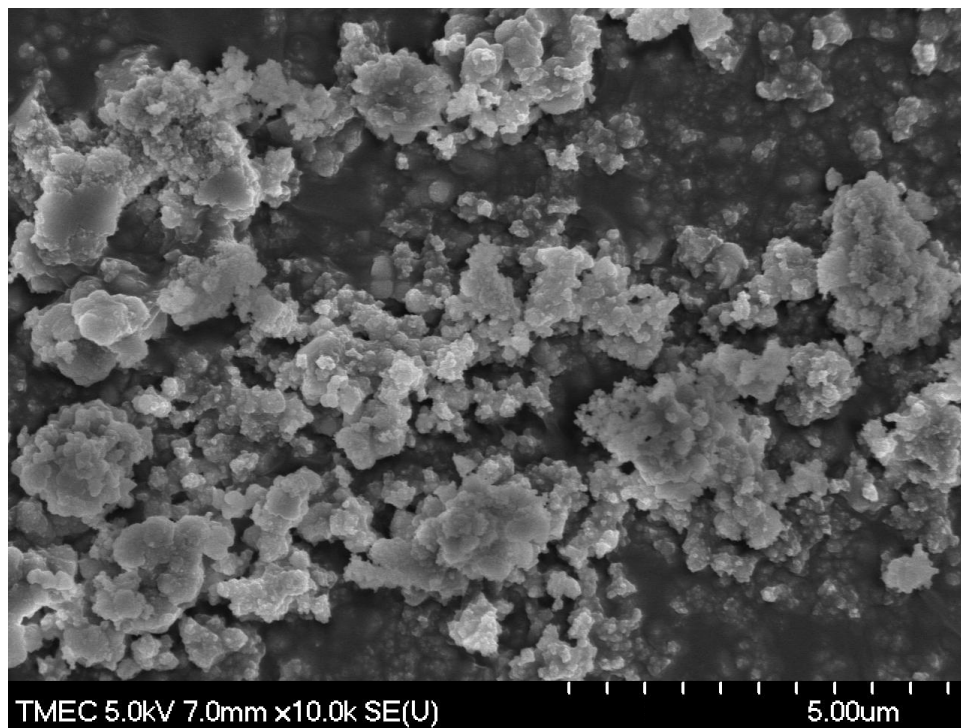
ภาพที่ 4.21 แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยายต่างๆ

1.1.2.4 ที่สภาวะอัตราการไหลสูงกว่านี้ ผลิตตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้น้อยมาก จึงไม่เลือกมาศึกษาต่อ

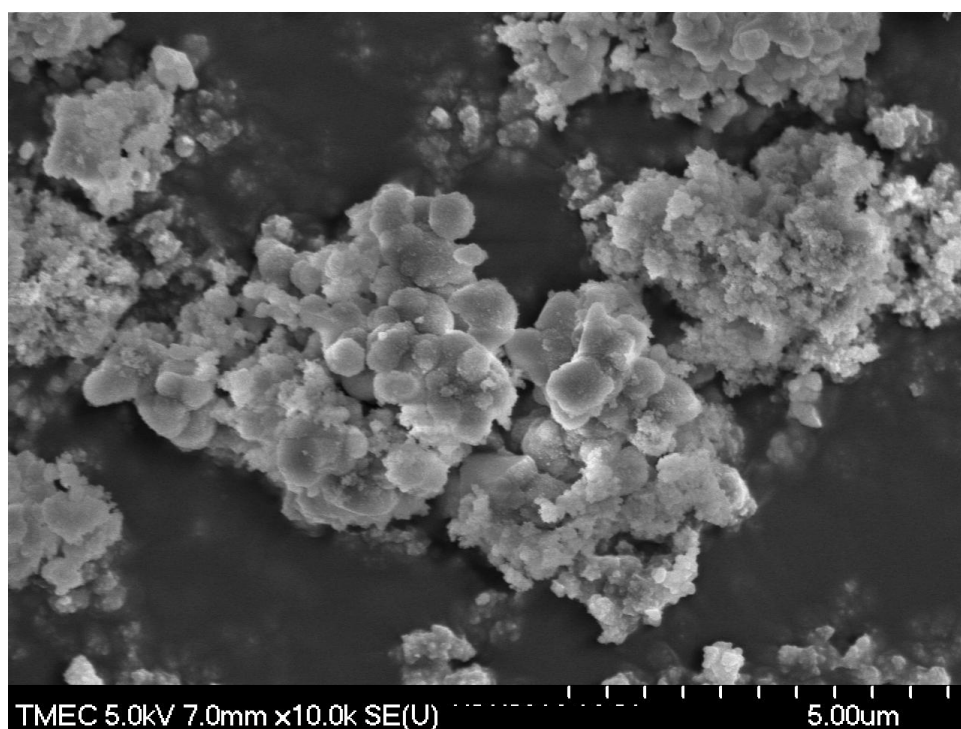
1.1.3 ผลของการวิเคราะห์อนุภาคซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จากสภาวะที่ใช้สารละลาย โซเดียมซิลิเกตความเข้มข้น 2 โมลาร์ เกลือ 10 เปอร์เซ็นต์ ทำปฏิกิริยากับกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 2 โมลาร์ ที่อัตราการไหลต่างๆ ดังนี้

1.1.3.1 อัตราการไหล 0.10 มิลลิลิตรต่อนาที

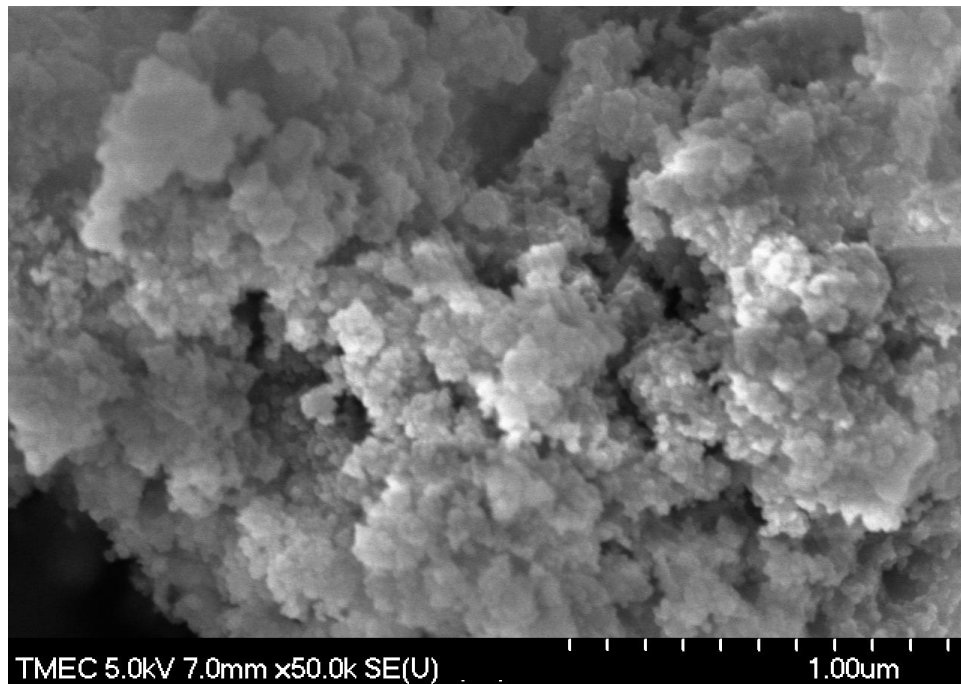
อนุภาคมีสองลักษณะรวมกันคือมีขนาดอนุภาคระหว่าง 10 ถึง 20 นาโนเมตร ดังแสดงรายละเอียดของอนุภาคที่ได้ในภาพถ่ายที่กำลังขยาย 50,000 เท่า ภาพที่ 4.22 ค. และอนุภาคที่เกาะกลุ่มกันเป็นทรงกลมขนาดไม่แน่นอนอยู่ระหว่าง 50 ถึง 500 นาโนเมตร ภาพที่ 4.22 ง. และแสดงภาพโดยรวมในภาพถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่า ดังภาพที่ 4.22 ก. และ ข. ซึ่งจะเห็นอนุภาคทั้งสองลักษณะปะปนกัน



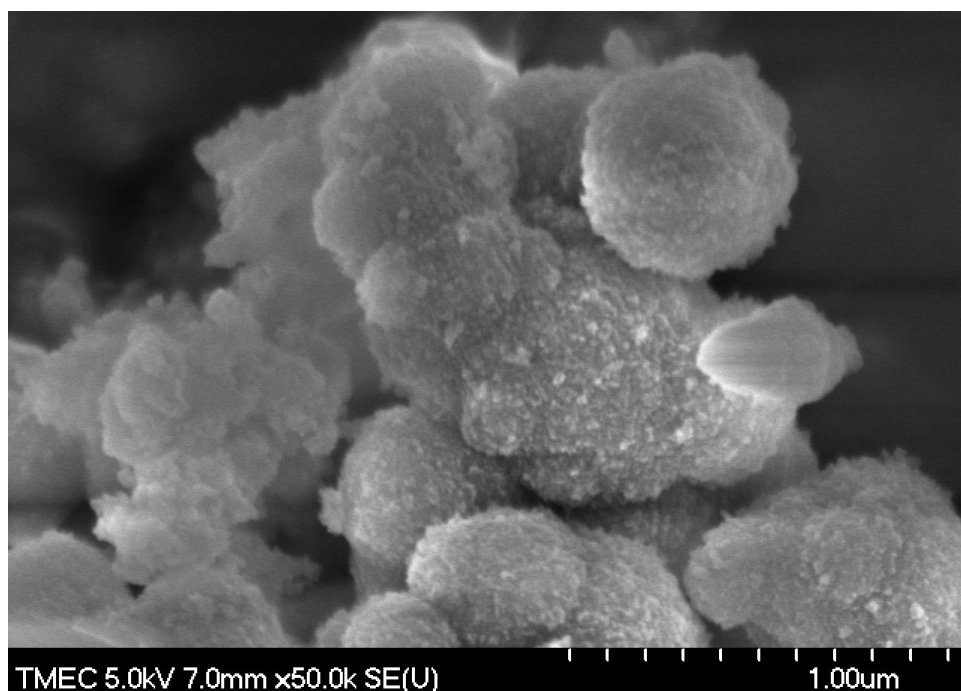
ก. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่า



ข. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่า ตำแหน่งที่2



ค. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 50,000 เท่า



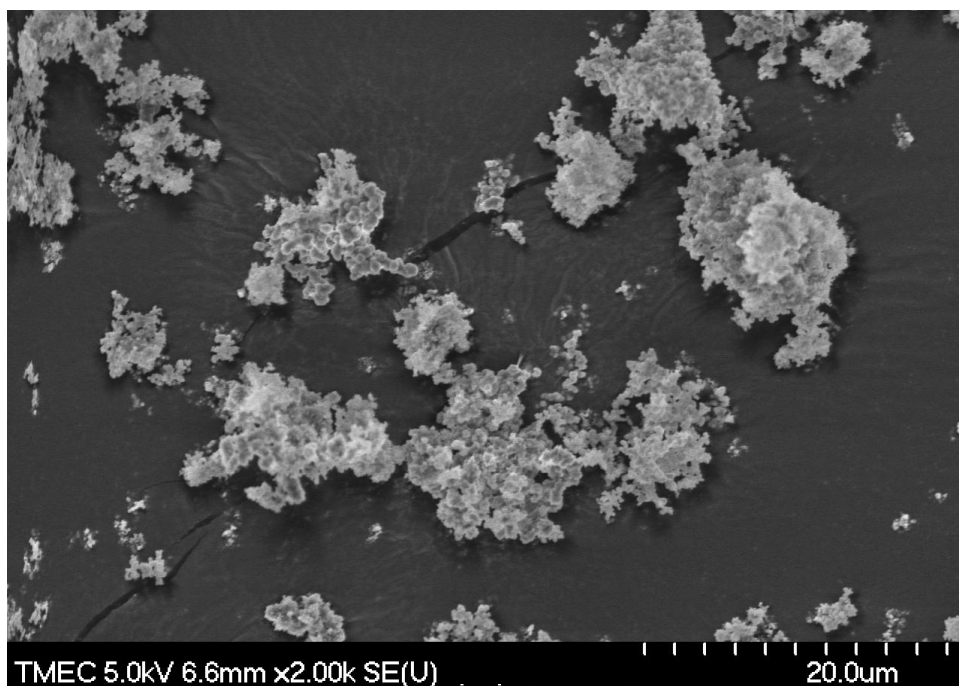
ง. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 50,000 เท่า ตำแหน่งที่ 2

ภาพที่ 4.22 แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยายต่างๆ

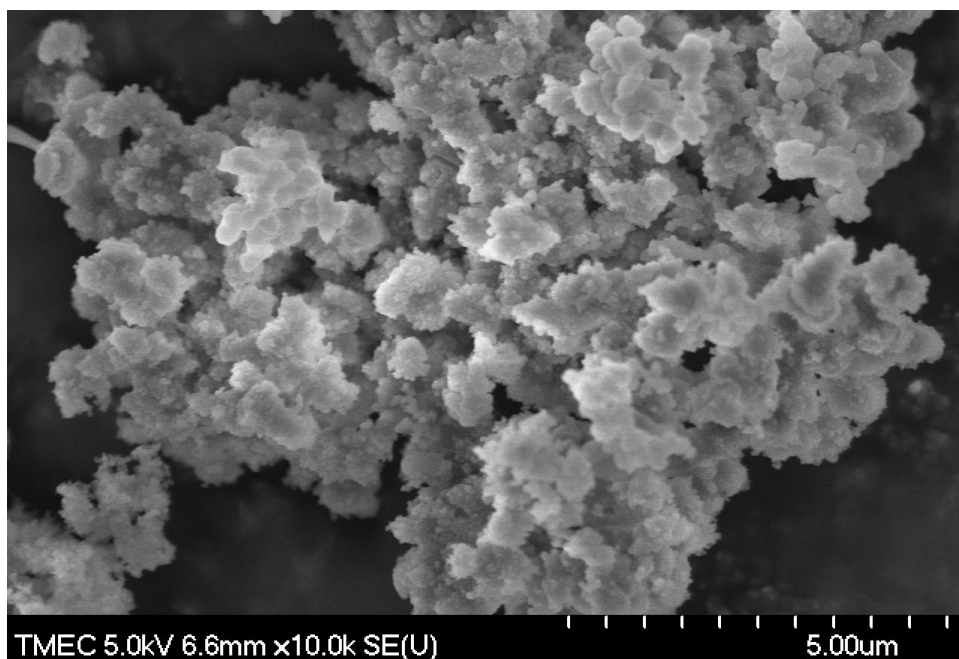
1.1.3.2 อัตราการไหล 0.50 มิลลิตรต่อนาที

เกิดอนุภาคสามลักษณะคือ อนุภาคที่มีขนาดช่วง 20 ถึง 30 นาโนเมตร แสดงรายละเอียดของอนุภาคที่ได้ในภาพถ่ายที่กำลังขยาย 50,000 เท่า ในภาพที่ 4.23 จ. อนุภาคที่มีขนาดช่วง 50 ถึง

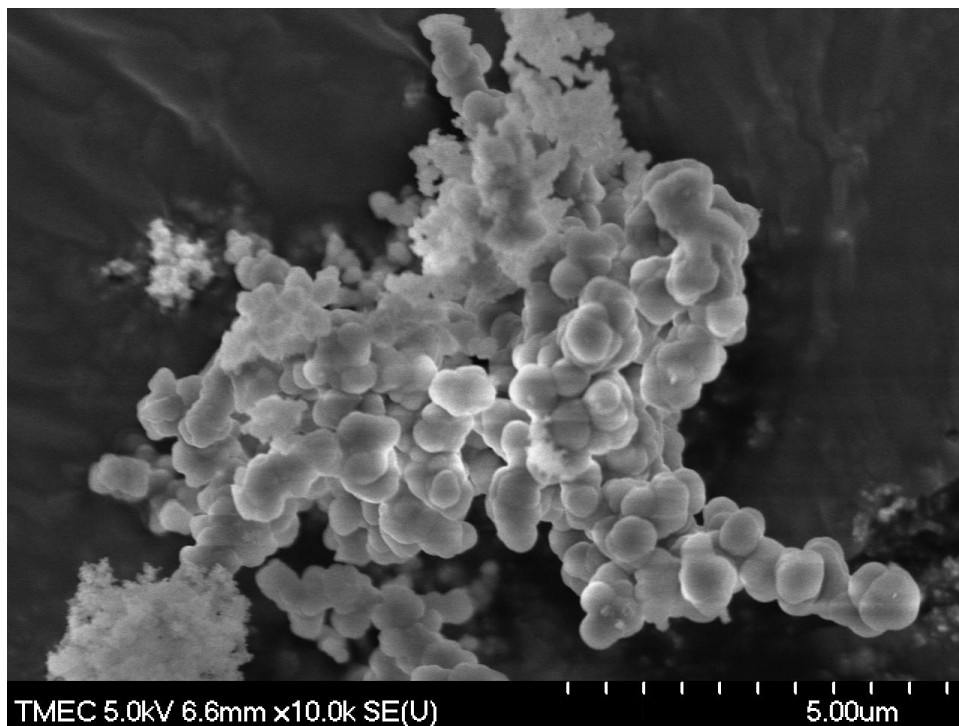
80 นาโนเมตร ภาพที่ 4.23 ง. และอนุภาคทรงกลมที่มีขนาดไม่แน่นอนอยู่ในช่วงตั้งแต่ 300 ถึง 700 นาโนเมตร ปะปนมาปริมาณน้อยในภาพถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่าตำแหน่งที่2 ภาพที่ 4.23 ค. แสดงภาพโดยรวมในภาพถ่ายที่ 4.23 ก. ที่กำลังขยาย 2,000 เท่า ซึ่งแสดงอนุภาคส่วนมากที่มีขนาดช่วง 20 ถึง 30 นาโนเมตร และอนุภาคที่มีขนาดช่วง 50 ถึง 80 นาโนเมตร ปะปนกัน โดยขยายภาพรายละเอียด ดังในภาพที่ 4.23 ข.



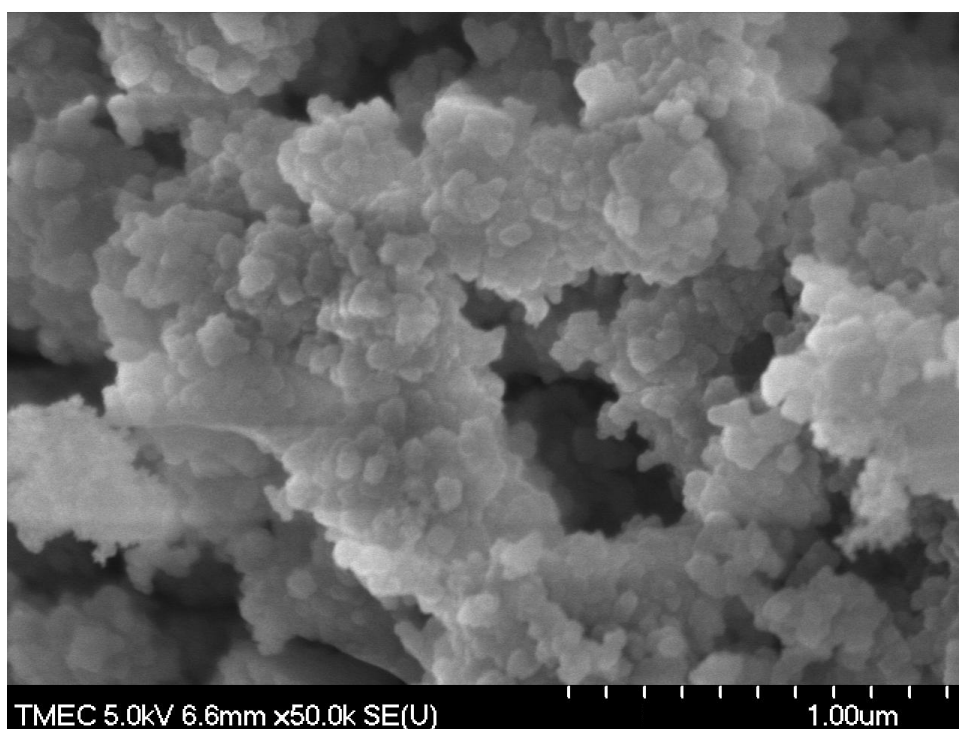
ก. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 2,000 เท่า



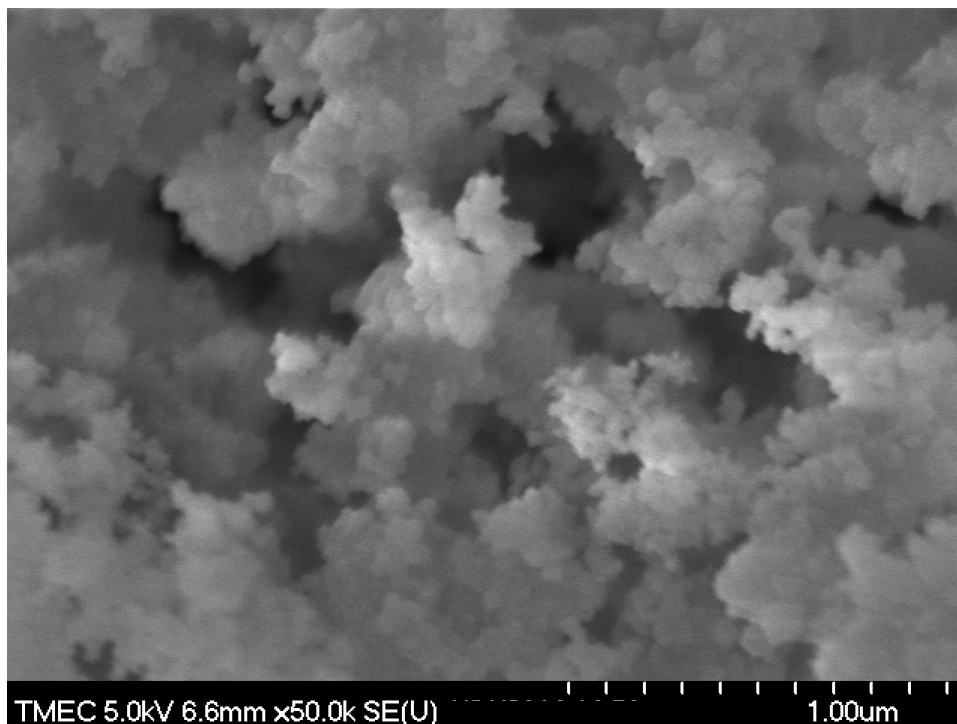
ข. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่า



ค. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่า ตำแหน่งที่2



ง. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 50,000 เท่า

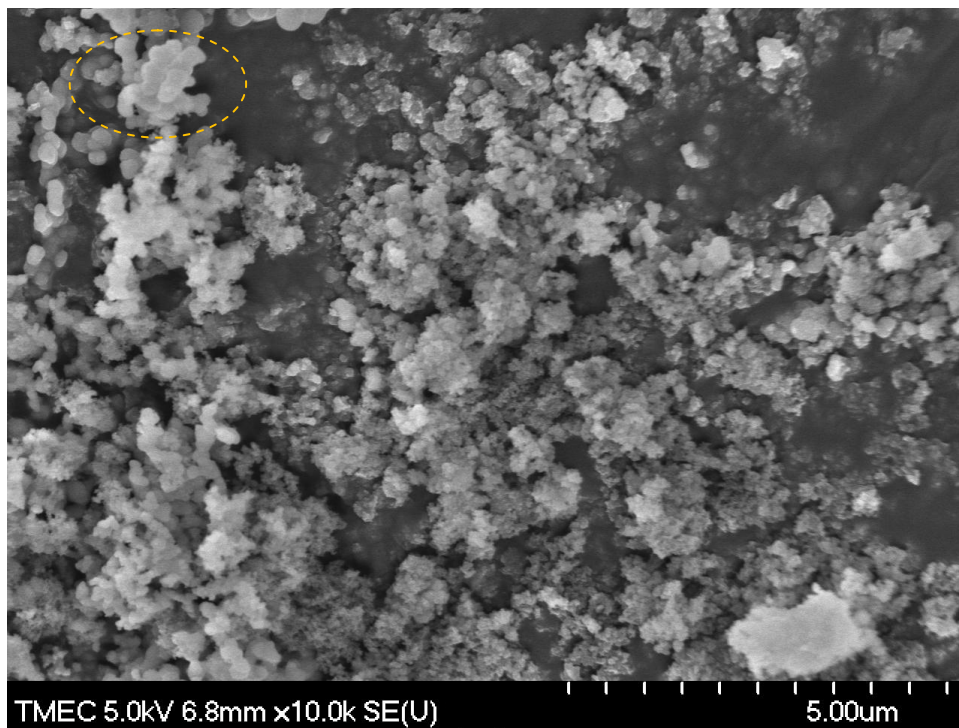


จ. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 50,000 เท่า ตำแหน่งที่2

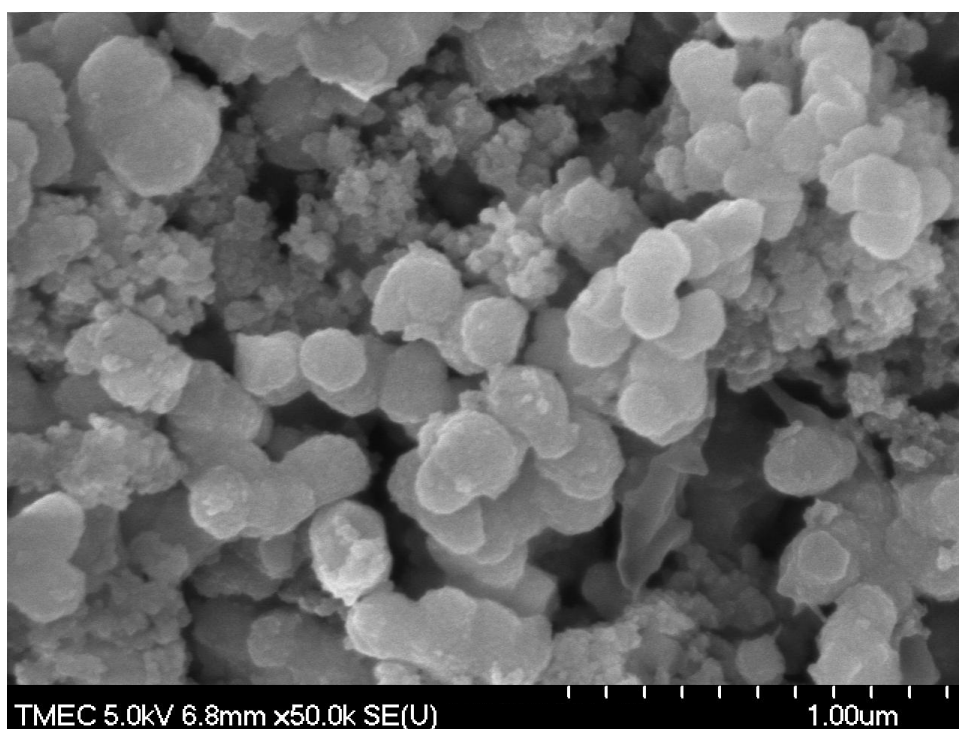
ภาพที่ 4.23 แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยายต่างๆ

1.1.3.3 อัตราการไหล 1.00 มิลลิตรต่อนาที

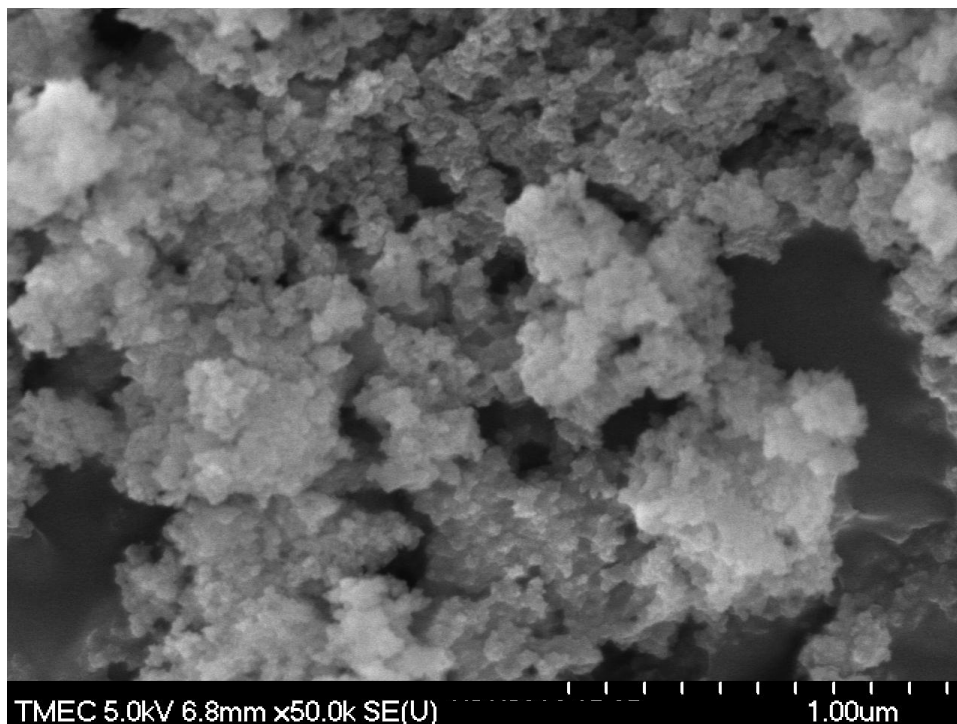
พบว่าเกิดอนุภาคซิลิกาสองลักษณะคือ อนุภาคที่มีขนาดอยู่ในช่วง 20 ถึง 30 นาโนเมตร สม่ำเสมอตลอดทั้งเนื้อสาร ดังแสดงในภาพถ่ายที่กำลังขยาย 50,000 เท่าภาพที่ 4.24 ค. และแสดงภาพโดยรวมในภาพถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่า ในภาพที่ 4.24 ก. และพบอนุภาคทรงกลมขนาดไม่แน่นอนอยู่ในช่วง 100 ถึง 200 นาโนเมตร ปะปนมาปริมาณน้อยแสดงในภาพโดยรวมทำการเลือกถ่ายบริเวณที่มีอนุภาคทรงกลมเจือปนมา โดยแสดงในภาพถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่า บริเวณในวงกลมเส้นประในภาพที่ 4.24 ก. และทำการขยายขนาดและรายละเอียดดัง ภาพที่ 4.24 ข.



ก. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่า



ข. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 50,000 เท่า



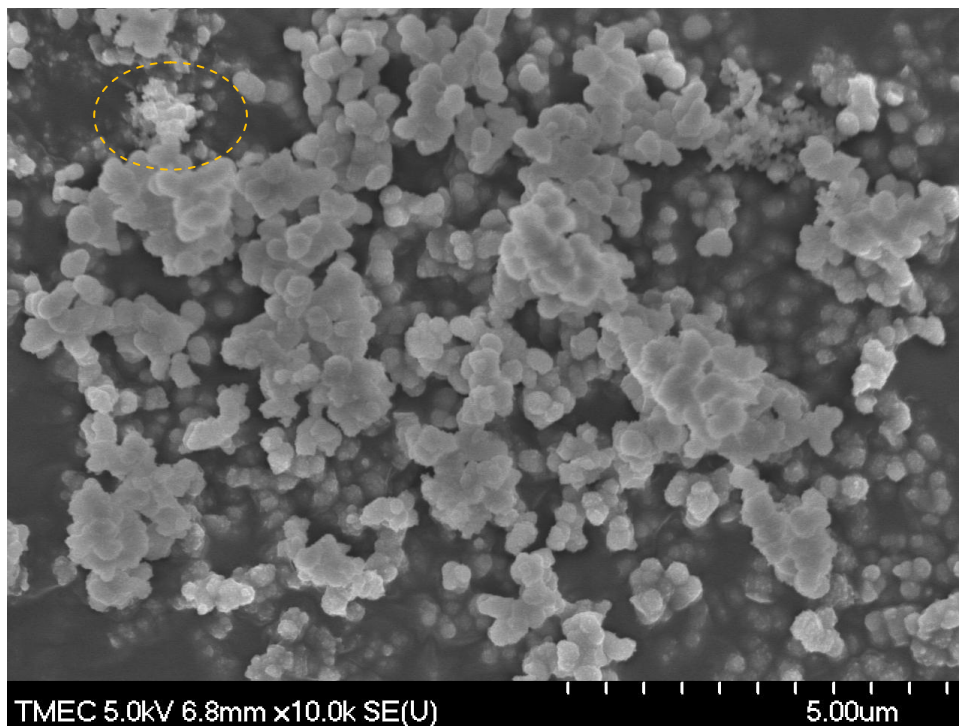
ค. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 50,000 เท่า ตำแหน่งที่2

ภาพที่ 4.24 แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยายต่างๆ

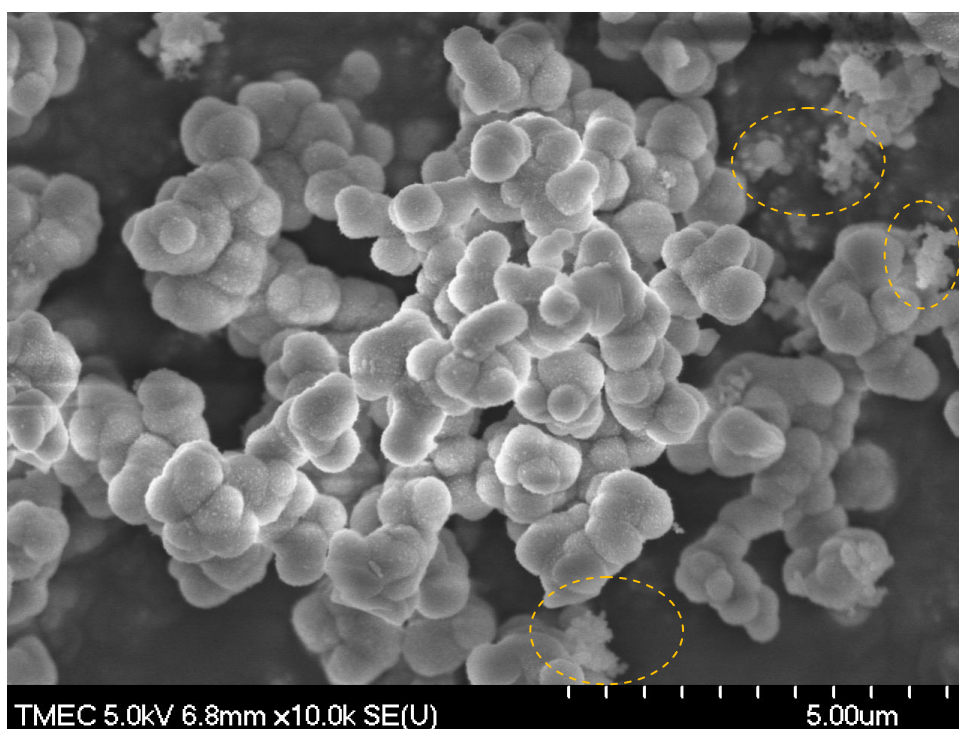
1.1.4 ผลของการวิเคราะห์อนุภาคซิลิกาที่ได้จากสารละลายโซเดียมซิลิเกต ที่ความเข้มข้น 2 โมลาร์ และเกลือ 10 เปอร์เซนต์ ทำปฏิกิริยากับกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 4 โมลาร์ ที่อัตราการไหลต่างๆ ดังนี้

1.1.4.1 อัตราการไหล 0.10 มิลลิลิตรต่อนาที

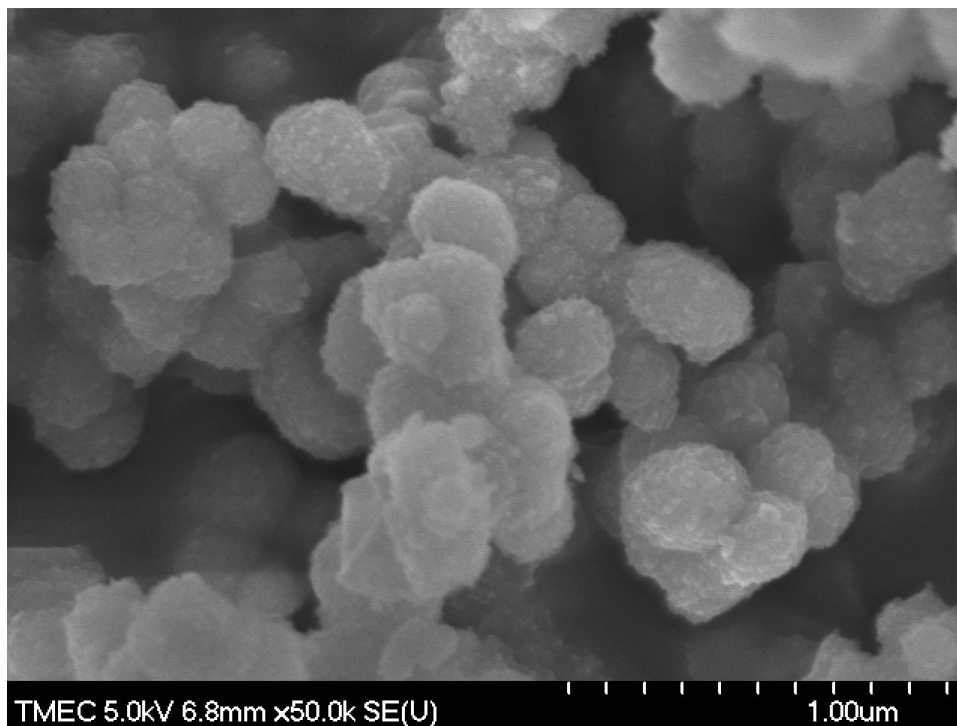
ภาพที่ 4.25 ก. แสดงภาพรวมจะพบว่า อนุภาคที่ได้ส่วนใหญ่มีลักษณะเป็นทรงกลมมีขนาดประมาณ 300 นาโนเมตร และเกิดอนุภาคนาโนขนาดเล็กขนาดประมาณ 50 นาโนเมตร ปนมาในปริมาณน้อยดังแสดงในเส้นประ ภาพที่ 4.25 ข. แสดงให้เห็นรายละเอียดลักษณะของอนุภาคทั้งสองลักษณะทั้งอนุภาคหลักที่ได้ และอนุภาคที่เจือปนมาปริมาณเล็กน้อยในวงกลมเส้นประ โดยแสดงรายละเอียดขยายอนุภาคหลักที่ได้ดังภาพที่ 4.25 ค. และ ง. โดยในภาพที่ 4.25 ง. ถ่ายที่กำลังขยาย 150,000 เท่า ลักษณะของอนุภาคมีลักษณะคล้ายการเกาะกลุ่มรวมกันของอนุภาคนาโนขนาดเล็กอยู่ในช่วงประมาณ 30 นาโนเมตร



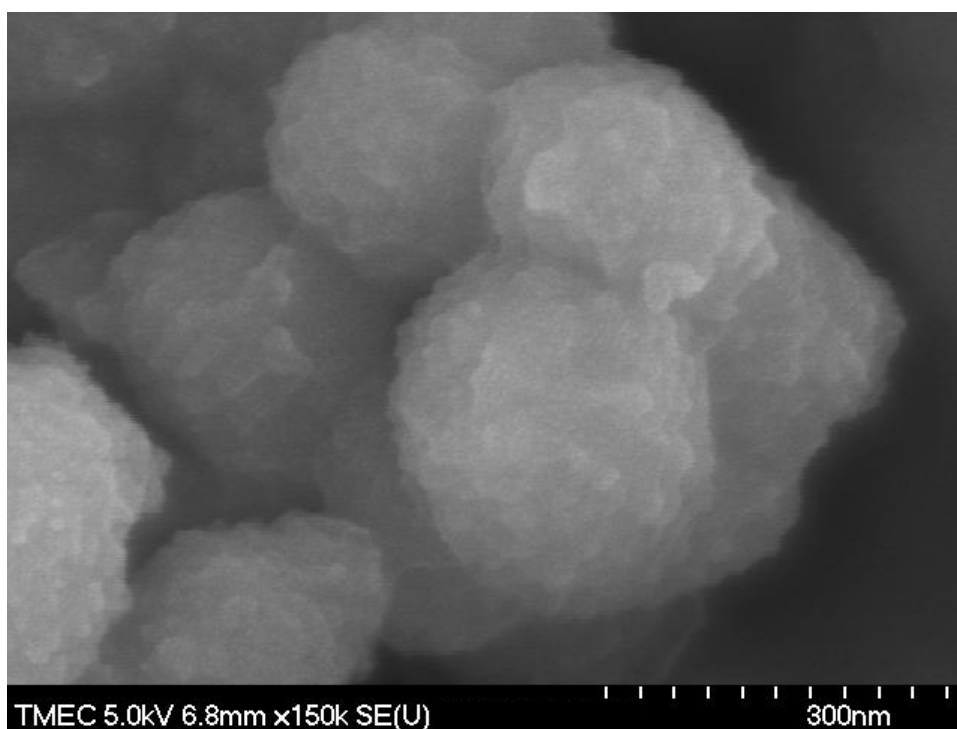
ก. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่า



ข. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่า ตำแหน่งที่2



ค. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 50,000 เท่า

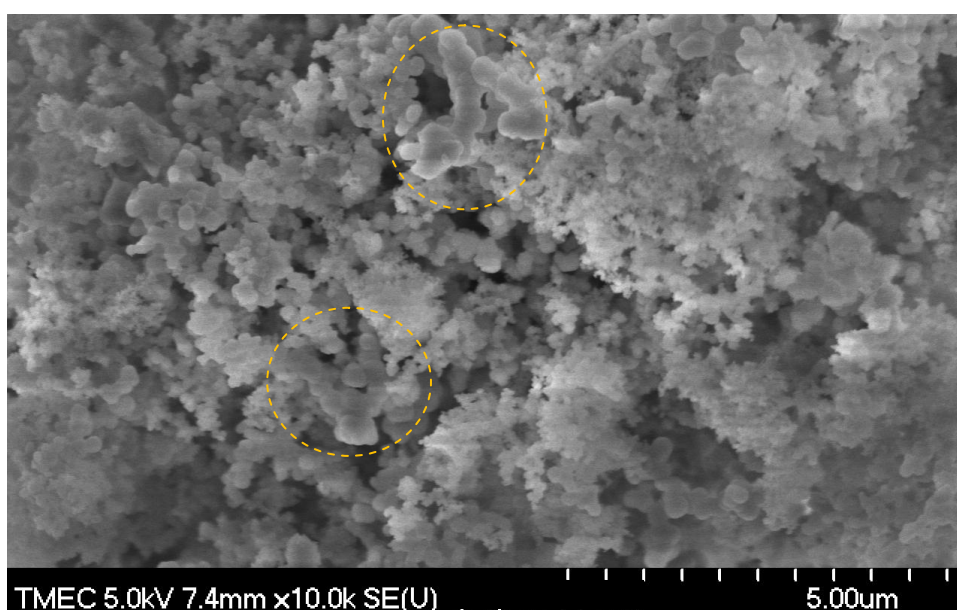


ง. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 150,000 เท่า

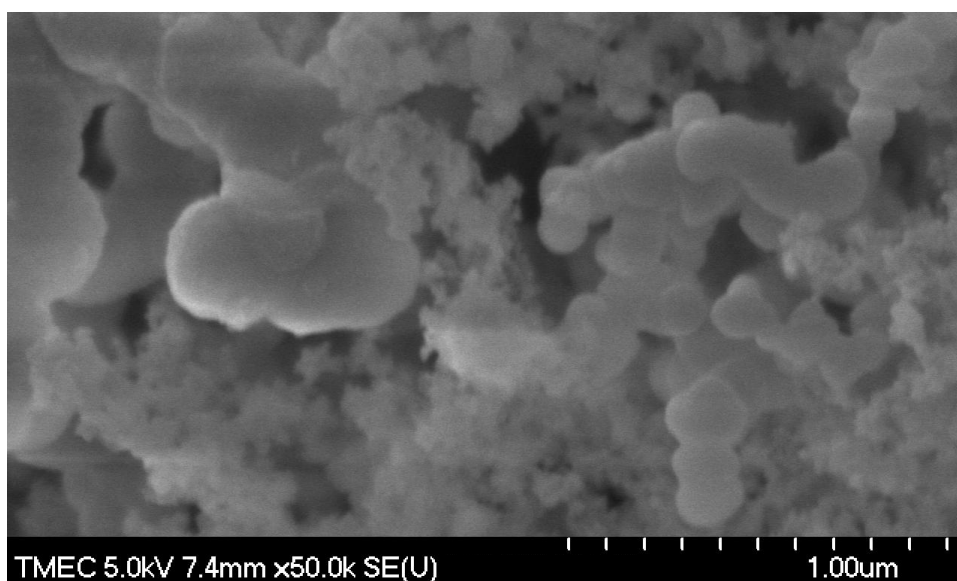
ภาพที่ 4.25 แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยายต่างๆ

1.1.4.2 อัตราการไหล 0.25 มิลลิลิตรต่อนาที

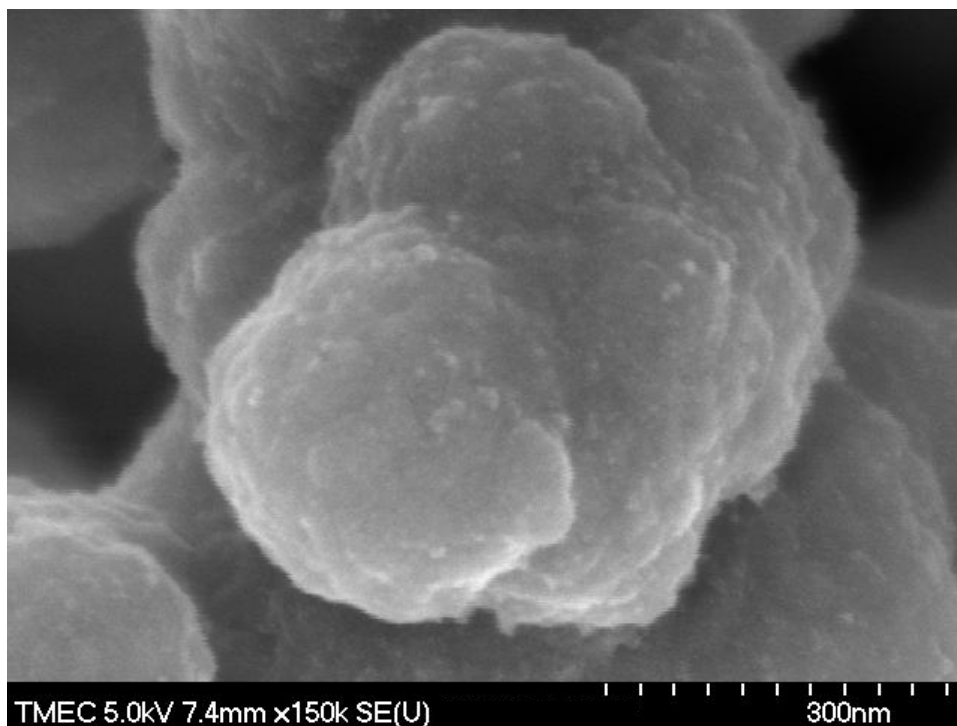
อนุภาคที่ได้มีลักษณะค่อนข้างสม่ำเสมอ โดยอนุภาคที่ได้หลักคืออนุภาคที่มีขนาดระหว่าง 10 ถึง 20 นาโนเมตร และมีอนุภาคลักษณะทรงกลมขนาดระหว่าง 200 ถึง 400 นาโนเมตร ดังแสดงภาพรวมในภาพถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่า ภาพที่ 4.26 ก. ซึ่งจะสังเกตเห็นอนุภาคขนาดใหญ่ที่เจือปนมาด้วยดังแสดงในวงกลมเส้นประ และได้ทำการแสดงเปรียบเทียบทั้งสองลักษณะในภาพถ่ายที่กำลังขยาย 50,000 เท่า ดังภาพที่ 4.26 ข. ซึ่งจะสังเกตเห็นอนุภาคสองขนาดแตกต่างกันชัดเจนยิ่งขึ้น ภาพที่ 4.26 ค. ภาพขยายอนุภาคทรงกลมที่มีขนาดประมาณ 300 นาโนเมตร จะพบว่ามีลักษณะคล้ายการเกาะรวมกลุ่มกันของอนุภาคขนาดเล็ก



ก. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่า



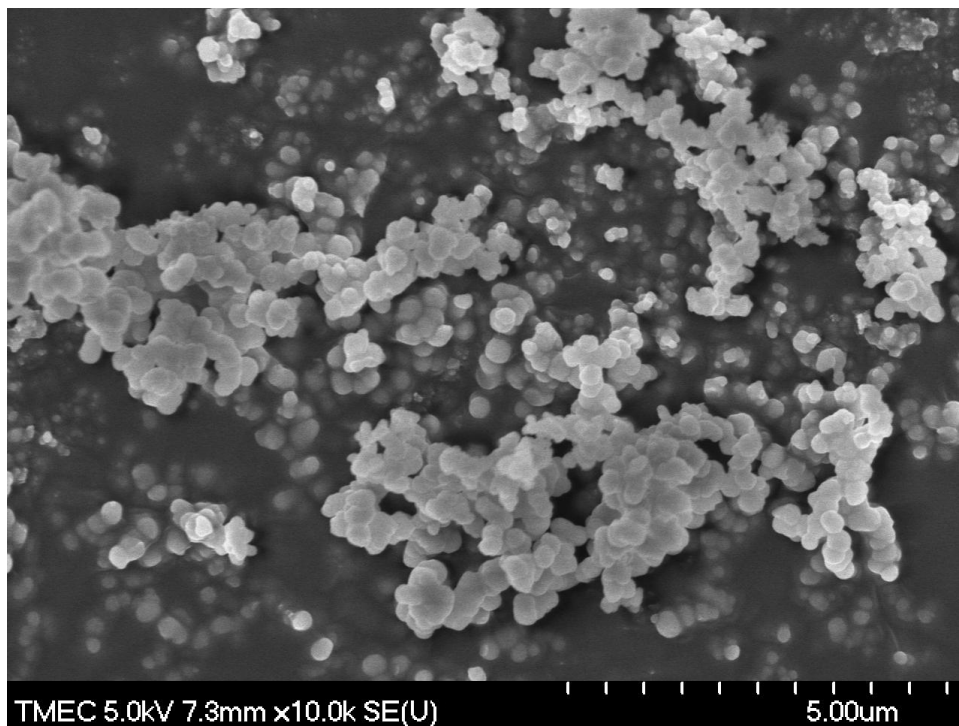
ข. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 50,000 เท่า



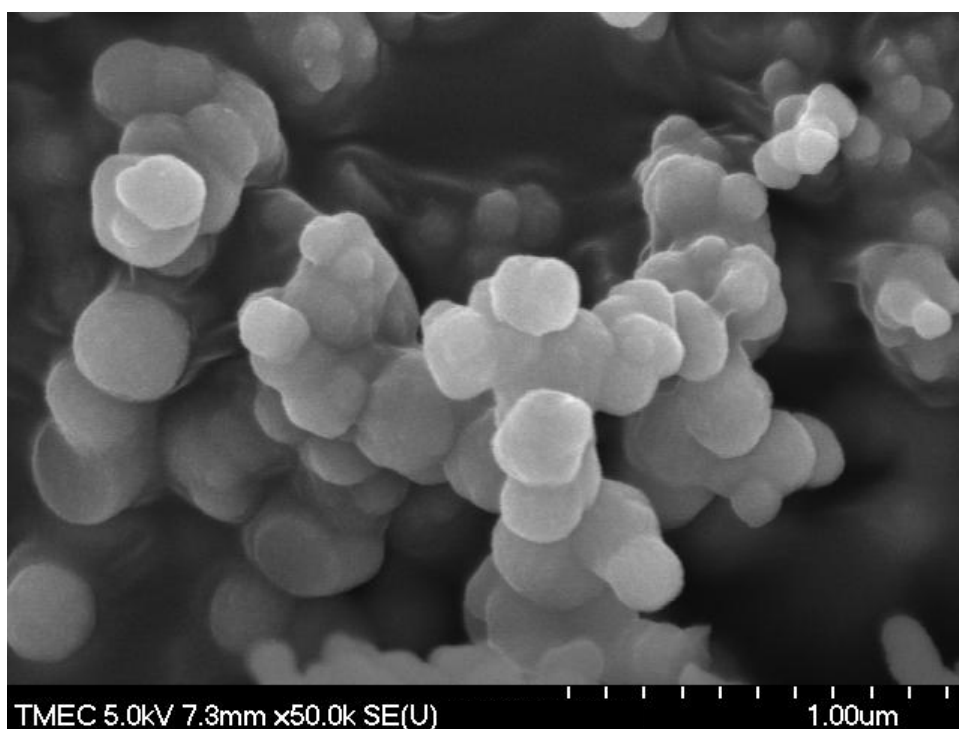
ค. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 150,000 เท่า
 ภาพที่ 4.26 แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยายต่างๆ

1.1.4.3 อัตราการไหล 0.50 มิลลิลิตรต่อนาที

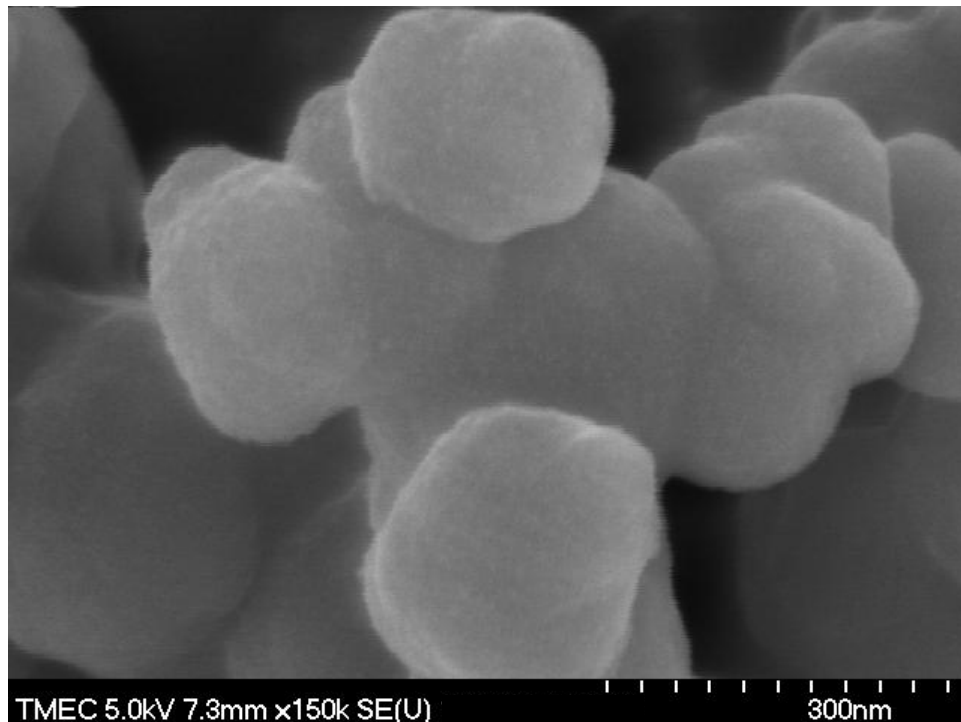
พบว่า อนุภาคซิลิกาที่ได้มีลักษณะเดี่ยวตลอดทั้งเนื้อสาร อนุภาคมีลักษณะทรงกลม มีขนาดอยู่ในช่วง 100 ถึง 200 นาโนเมตร ดังแสดงภาพรวมในภาพถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่า ในภาพที่ 4.27 ก. และแสดงรายละเอียดที่กำลังขยายมากขึ้นที่กำลังขยาย 50,000 เท่า และ 150,000 เท่า แสดงในภาพที่ 4.27 ข. และ ค. ตามลำดับ



ก. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่า



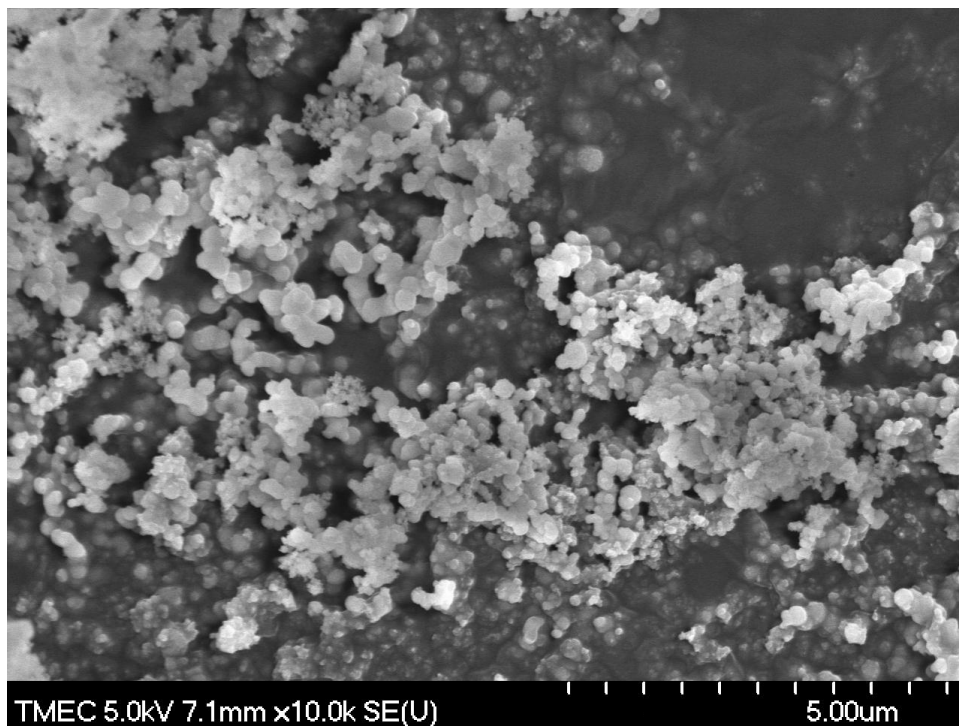
ข. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 50,000 เท่า



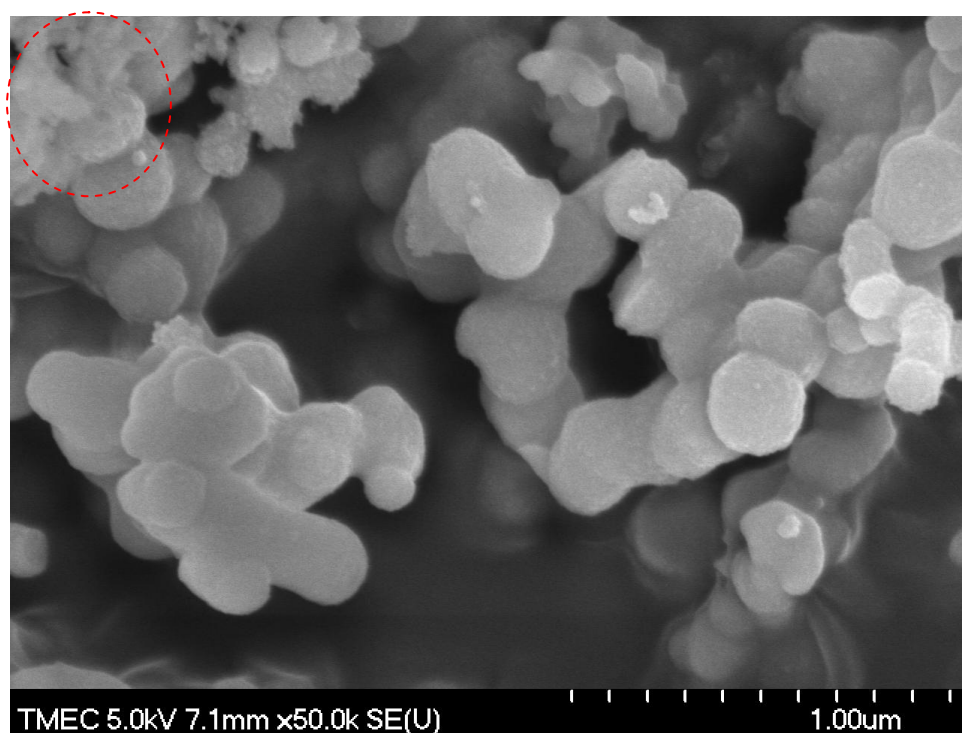
ค. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 150,000 เท่า
 ภาพที่ 4.27 แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยายต่างๆ

1.1.4.4 อัตราการไหล 1.00 มิลลิลิตรต่อนาที

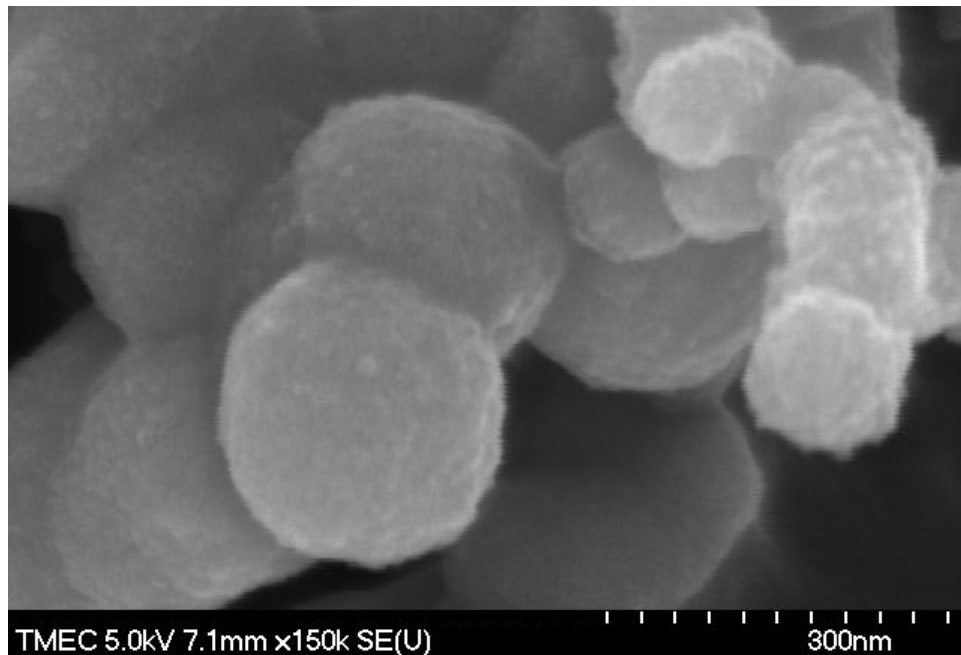
พบว่าอนุภาคซิลิกาที่ได้มีลักษณะเดี่ยวตลอดทั้งเนื้อสาร อนุภาคมีลักษณะทรงกลมมีขนาดอยู่ในช่วง 100 ถึง 200 นาโนเมตร ดังแสดงภาพรวมในภาพที่ 4.28 ก. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่า และแสดงรายละเอียดที่กำลังขยายมากขึ้นตามลำดับ และยังพบว่าอนุภาคขนาดประมาณ 20 นาโนเมตร เจือปนมาปริมาณน้อยมากดังพบในภาพถ่ายที่กำลังขยาย 50,000 เท่า ซึ่งแสดงในวงกลมเส้นประในภาพที่ 4.28 ข.



ก. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่า



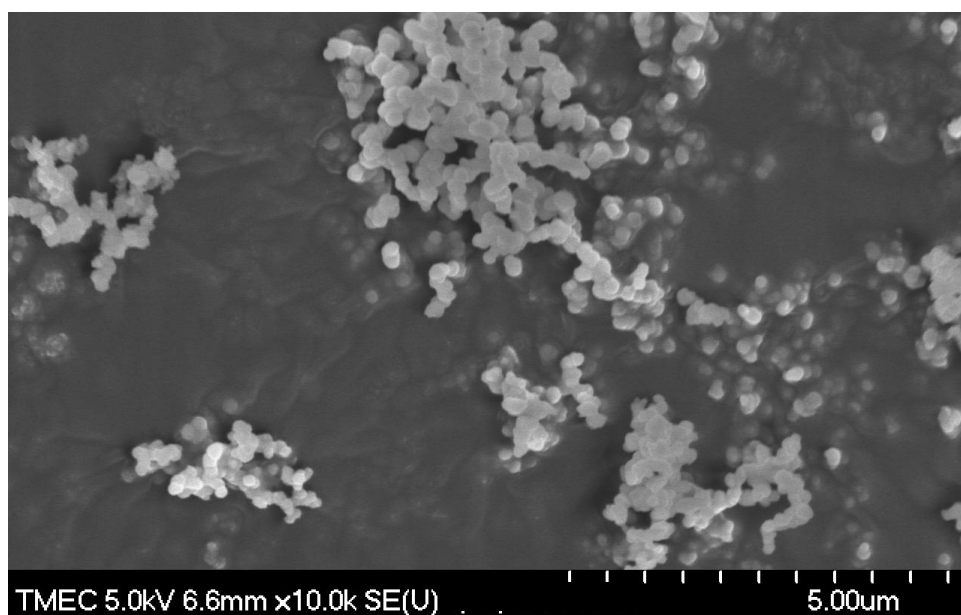
ข. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 50,000 เท่า



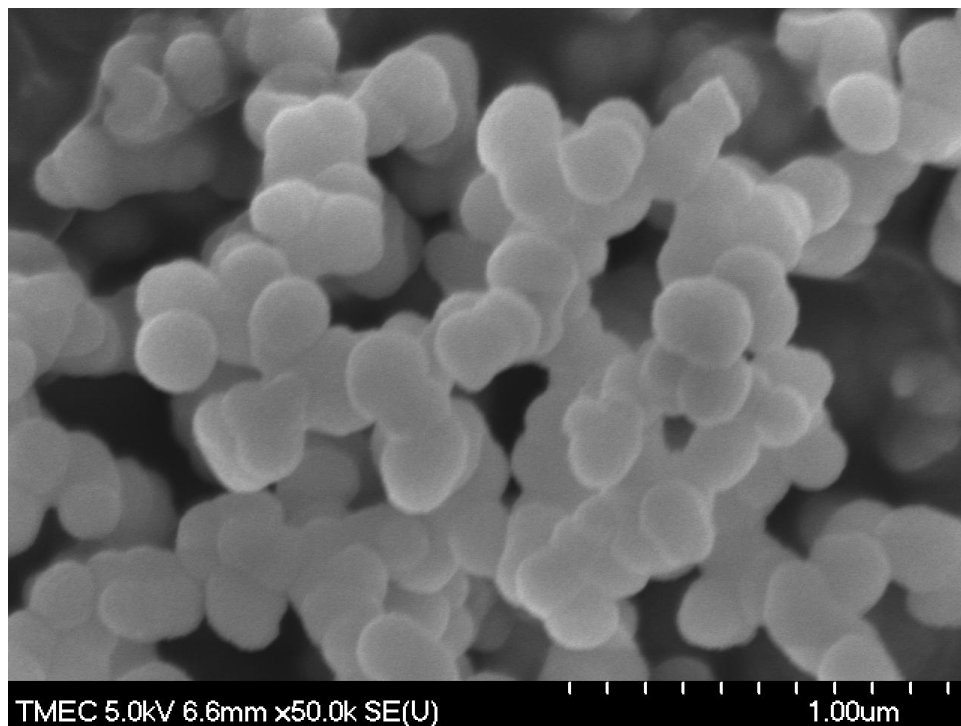
ค. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 150,000 เท่า
ภาพที่ 4.28 แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยายต่างๆ

1.1.4.5 อัตราการไหล 2.00 มิลลิตรต่อนาที

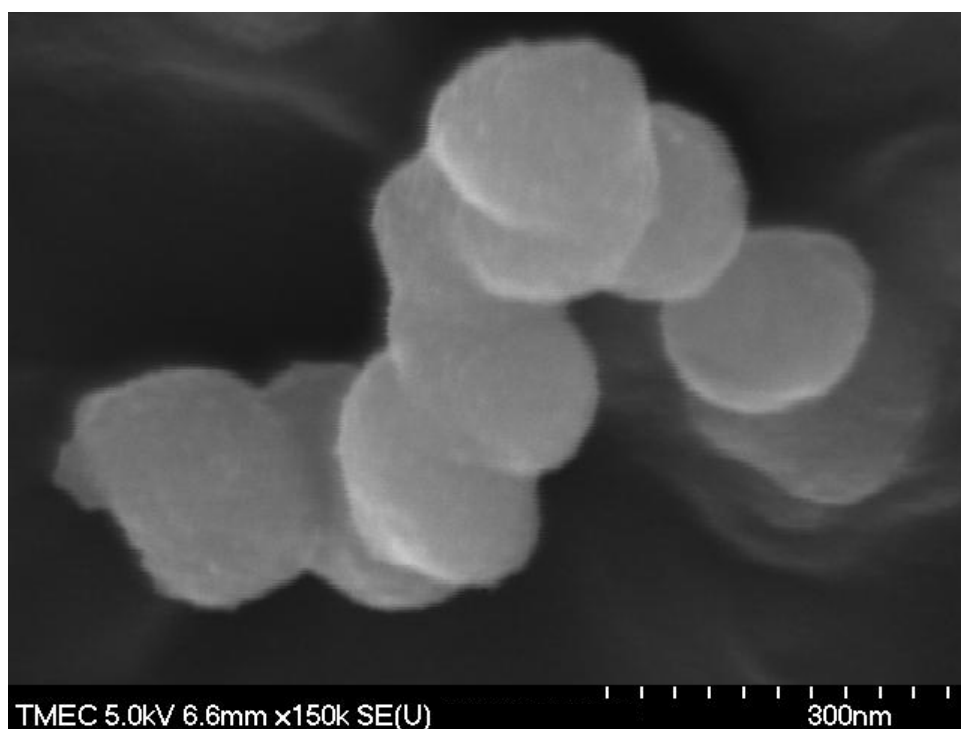
พบว่า ที่สภาวะนี้อนุภาคซิลิกาที่ได้มีลักษณะเดี่ยวตลอดทั้งเนื้อสาร โดยอนุภาคมีลักษณะทรงกลมมีขนาดสม่ำเสมอมาก โดยมีขนาดในช่วงประมาณ 150 นาโนเมตร ดังแสดงภาพรวมในภาพถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่า ภาพที่ 4.29 ก. และได้ทำการแสดงรายละเอียดของลักษณะอนุภาคที่ได้ที่กำลังขยายมากขึ้นดังภาพที่ 4.29 ข. และ ค. ตามลำดับ



ก. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่า



ข. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 50,000 เท่า

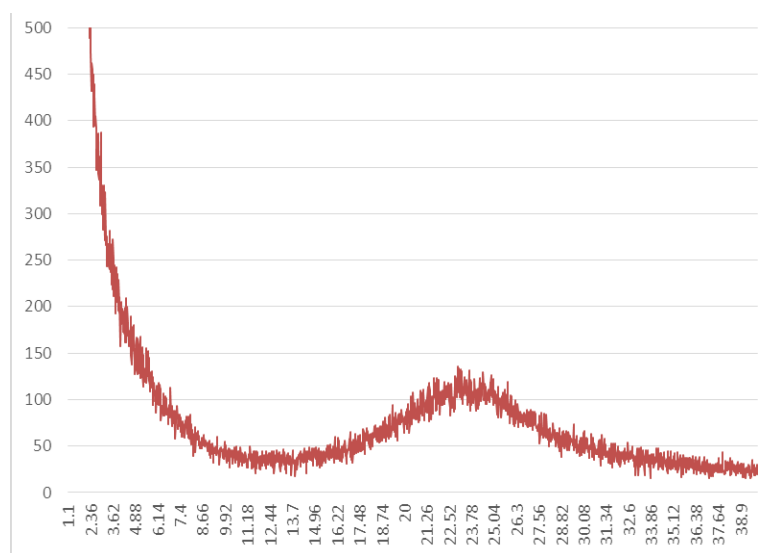


ค. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 150,000 เท่า

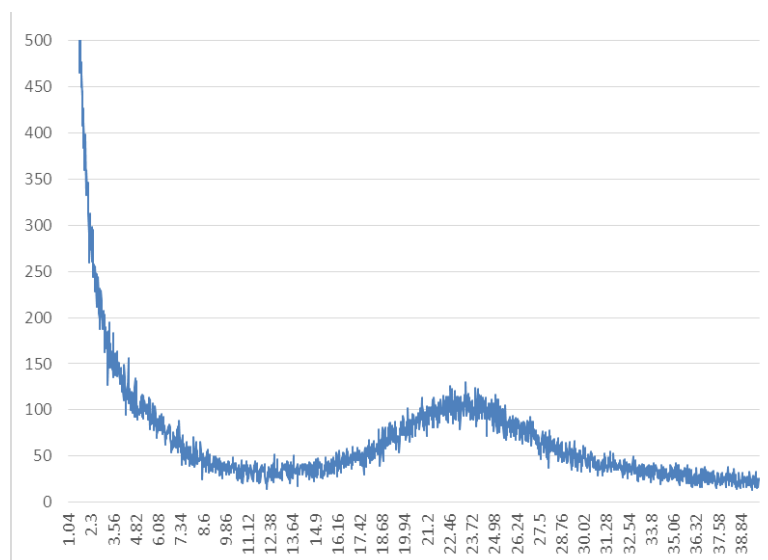
ภาพที่ 4.29 แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยายต่างๆ

2. ผลการตรวจสอบรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ด้วยเทคนิค Xray Diffraction

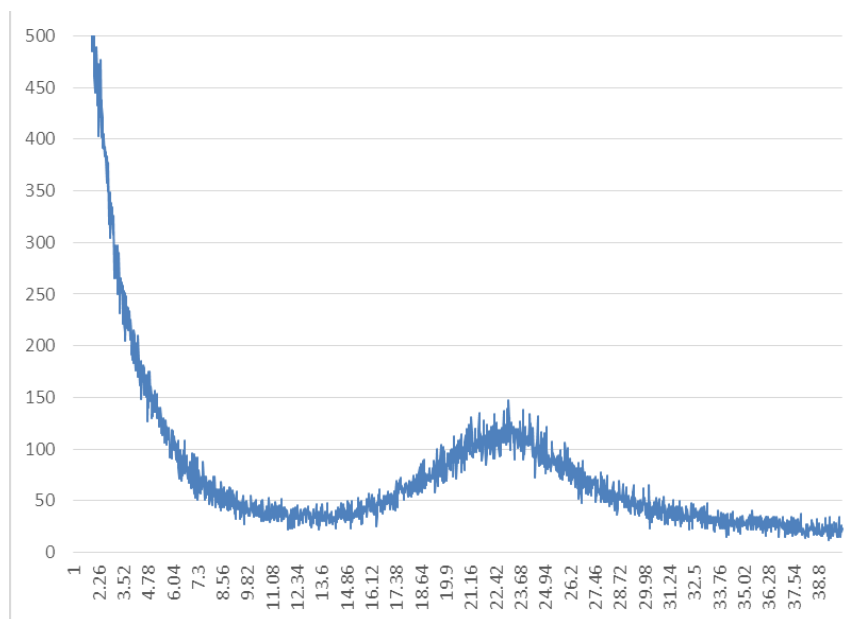
จากรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ได้พบว่า อนุภาคซิลิกาที่ได้มีการจัดเรียงของโมเลกุลอยู่ในวัฏภาคอสัณฐาน ซึ่งพบเป็นพีคกว้างที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 19 -27 และไม่พบรูปแบบของพีคเคลื่อนที่ในปฏิกิริยาโดยที่ใช้ขั้นตอนการล้างเดียวกันกับการสังเคราะห์แบบเบท



ภาพที่ 4.30 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จากการใช้กรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 2 โมลาร์



ภาพที่ 4.31 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จากการใช้กรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 4 โมลาร์

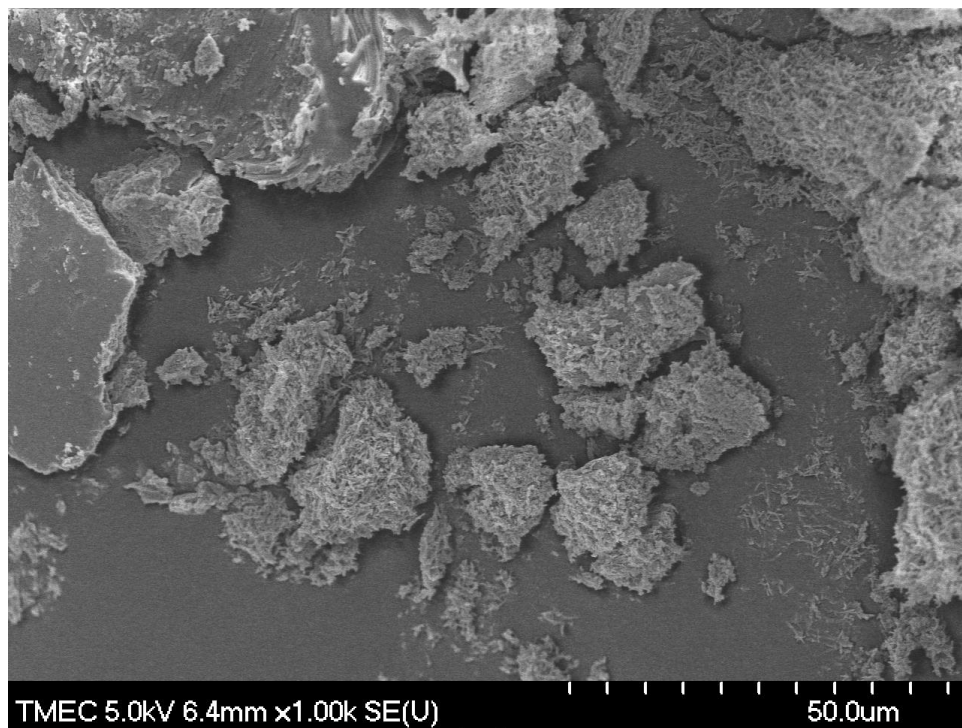


ภาพที่ 4.32 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จากการใช้เกลือ 5 เปอร์เซ็นต์ ทำปฏิกิริยากับกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 2 โมลาร์

3. ผลการสังเคราะห์ด้วยระบบการไหลด้วยภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่อัตราการไหล 300 มิลลิลิตรต่อนาที

ได้ทำการทดลองสังเคราะห์โดยใช้ผลของความเข้มข้นของเกลือที่สามารถเกิดปฏิกิริยาได้ทันที ที่ได้มาจากการทดลองแบบแบท ซึ่งเมื่อใช้เทคนิคการสังเคราะห์ด้วยการไหลแบบต่อเนื่องโดยใช้รีแอกเตอร์ระบบการไหลเดียวกันนี้ ผลที่ได้พบว่าปฏิกิริยาเกิดขึ้นได้รวดเร็วมากจนเกิดการอุดตันในรีแอกเตอร์ที่อัตราการไหลต่ำ จึงได้ทำการปรับปรุงระบบโดยเพื่อให้สามารถทำการเพิ่มอัตราการไหลที่สูงขึ้นได้ โดยพบว่า การสังเคราะห์ที่ความเข้มข้นของสารตั้งต้นดังกล่าวนี้สามารถสังเคราะห์ในระบบการไหลได้ที่อัตราการไหลที่สูงขึ้น โดยที่อัตราการไหลที่เหมาะสมสำหรับระบบนี้ คือ 300 มิลลิลิตรต่อนาที และได้ทำการศึกษาถึงผลของความเข้มข้นของกรด และผลของความเข้มข้นของเกลือโซเดียมคลอไรด์ ผลที่ได้ดังนี้

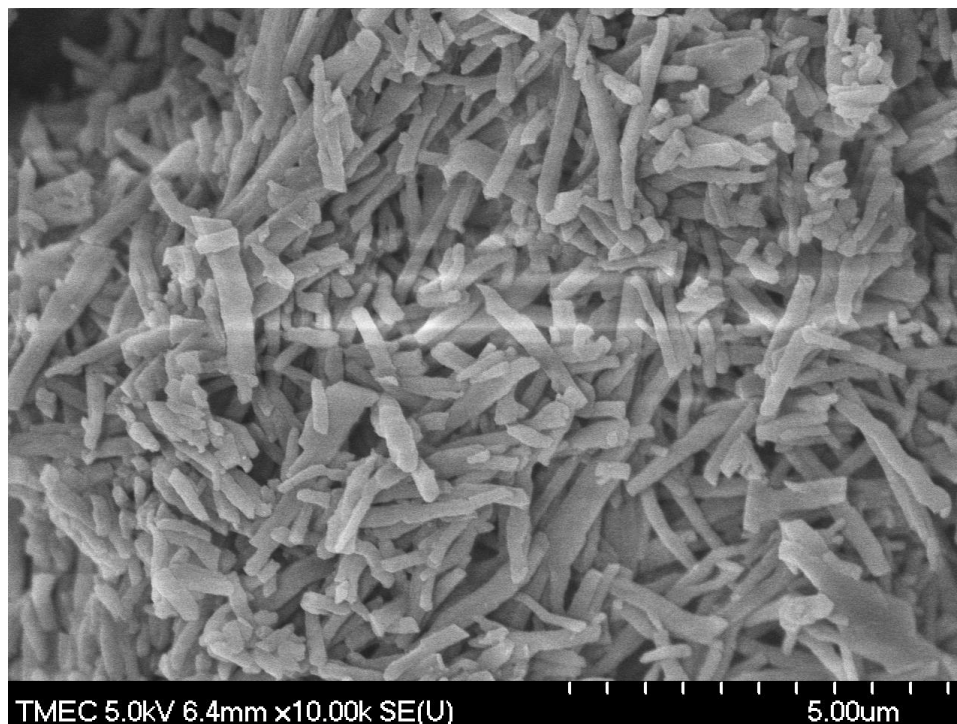
3.1 ที่สภาวะสารละลาย 1.0 โมลาร์ Na_2SiO_3 และเกลือโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้น 25 เปอร์เซ็นต์ ทำปฏิกิริยากับกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 1.0 โมลาร์ และได้ใช้อัตราการไหลที่ 300 มิลลิลิตรต่อนาที อนุภาคซิลิกามีรูปร่างลักษณะคล้ายแท่งและปลายแหลม และมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในช่วง 200 ถึง 400 นาโนเมตร โดยส่วนใหญ่มีความยาว 5 ไมโครเมตร แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยายต่างๆดังนี้ ภาพที่ 4.33 ก. แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยาย 1,000 เท่า เพื่อแสดงภาพโดยรวมของลักษณะอนุภาคที่สังเคราะห์ได้ ภาพที่ 4.33 ข. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 5,000 เท่า และภาพที่ 4.33 ค. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่า ซึ่งแสดงถึงลักษณะของอนุภาคที่สังเคราะห์ได้ ซึ่งมีรูปร่างลักษณะรูปแบบคล้ายกันตลอดทั้งเนื้อสาร



ก. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 1,000 เท่า

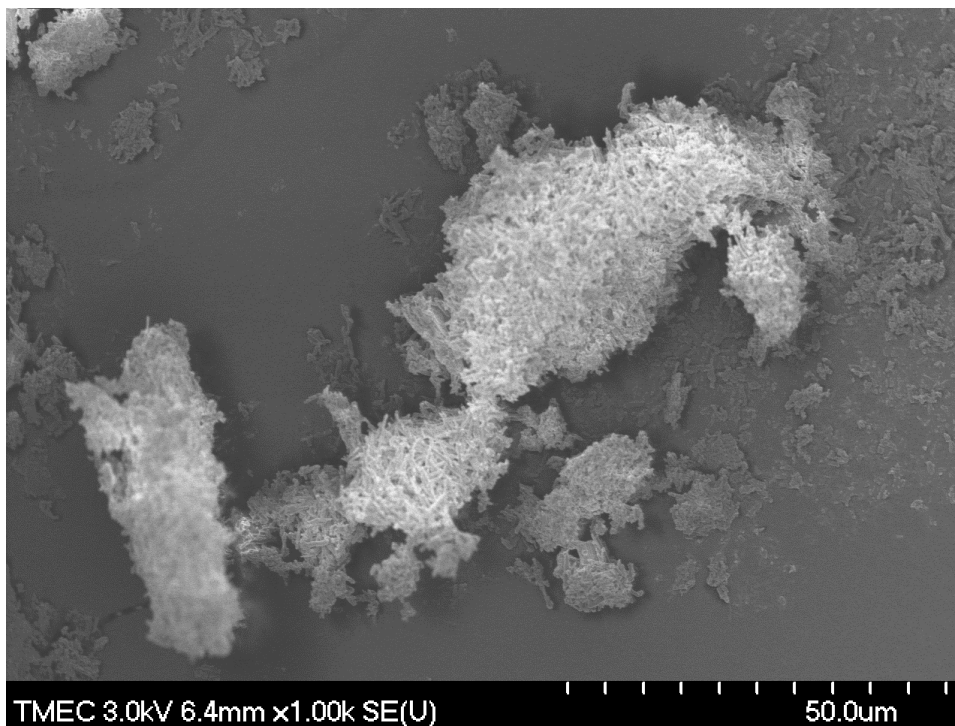


ข. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 5,000 เท่า

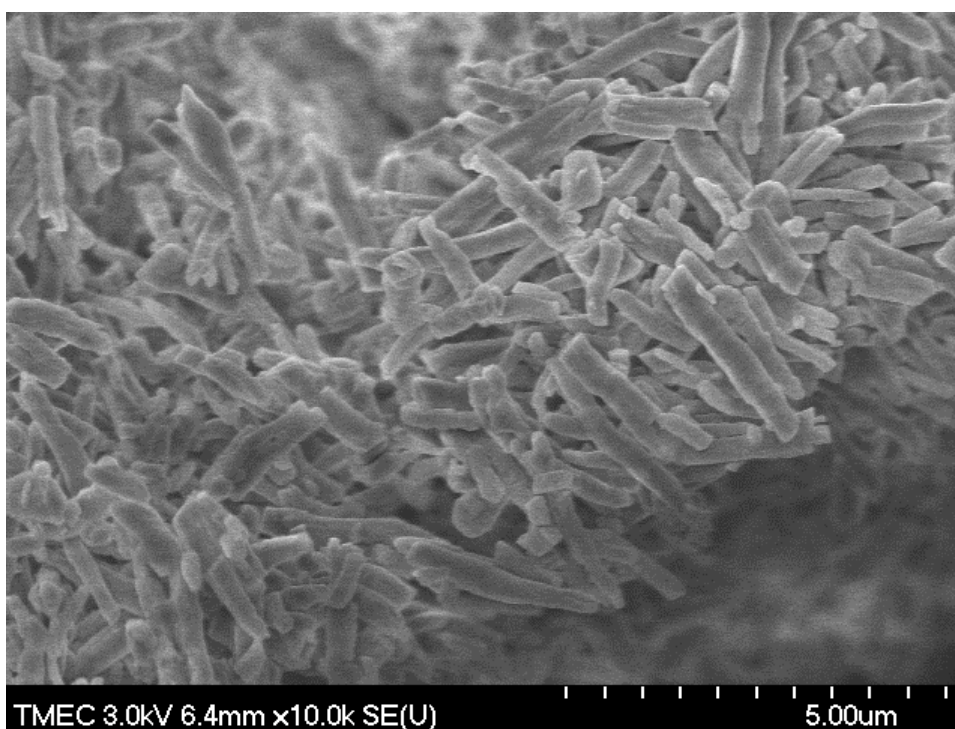


ค. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่า
 ภาพที่ 4.33 แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยายต่างๆ

3.2 ที่สภาวะอัตราการไหลที่ 300 มิลลิลิตรต่อนาที วิเคราะห์ผลการสังเคราะห์ด้วยระบบการไหลด้วยภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ที่สภาวะสารละลายความเข้มข้น 1.0 โมลาร์ Na_2SiO_3 และกลีโอดีียมคลอไรด์ความเข้มข้น 25 เปอร์เซ็นต์ ทำปฏิกิริยาด้วยกรด 0.5.0 โมลาร์ HCl ภาพที่ 4.34 ก. เป็นภาพถ่ายที่กำลังขยาย 1,000 เท่า แสดงลักษณะโดยรวมของอนุภาคที่ได้โดยมีลักษณะรูปแบบเดียวกันตลอดซึ่งอนุภาคซิลิกาที่มีรูปร่างลักษณะคล้ายแท่งสม่ำเสมอ ภาพที่ 4.34 ข. แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่า ซึ่งจะเห็นลักษณะและขนาดของอนุภาคที่ชัดเจนโดยขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในช่วง 150 ถึง 400 นาโนเมตร โดยส่วนใหญ่มีความยาวอยู่ในช่วง 2 ถึง 3 ไมโครเมตร แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยายต่างๆ ดังนี้



ก. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 1,000 เท่า



ข. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่า

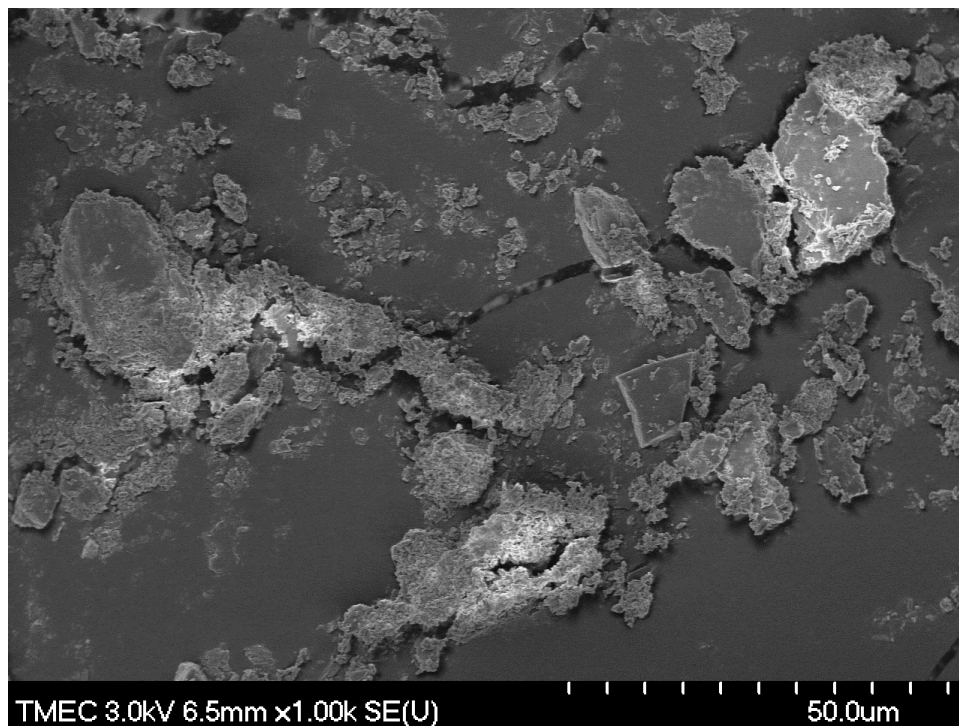
ภาพที่ 4.34 แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยายต่างๆ

3.3 วิเคราะห์ผลการสังเคราะห์ด้วยระบบการไหล ด้วยภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ที่สภาวะอัตราการไหลที่ 300 มิลลิลิตรต่อนาที และใช้สารละลาย Na_2SiO_3 ความเข้มข้น 1.0 โมลาร์ และกลีโอดีียมคลอไรด์ความเข้มข้น 25 เปอร์เซ็นต์ ทำปฏิกิริยาด้วยกรด 0.25.0 โมลาร์ HCl อนุภาคซิลิกาที่มีรูปร่างลักษณะคล้ายแท่ง โดยขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคอยู่ในช่วง 400 ถึง 500 นาโนเมตร และส่วนใหญ่มีความยาวอยู่ในช่วง 3 ถึง 4 ไมโครเมตร ดังภาพที่ 4.35 แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่า



ภาพที่ 4.35 แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่า

3.4 วิเคราะห์ผลการสังเคราะห์ด้วยระบบการไหล ด้วยภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ที่อัตราการไหลที่ 300 มิลลิลิตรต่อนาที ที่สภาวะสารละลาย 1.0 โมลาร์ Na_2SiO_3 และกลีโอดีียมคลอไรด์ความเข้มข้น 20 เปอร์เซ็นต์ ทำปฏิกิริยาด้วยกรด 0.50 โมลาร์ HCl แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยายต่างกันดังภาพที่ 4.36 ก. แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยาย 1,000 เท่า แสดงลักษณะโดยรวมของอนุภาคที่ได้ซึ่งมีลักษณะรูปแบบคล้ายกันตลอด ภาพที่ 4.36 ข. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่า แสดงลักษณะและขนาดที่ชัดเจนของอนุภาคโดยอนุภาคซิลิกาที่ได้มีรูปร่างลักษณะคล้ายแท่งสั้นลงและมีการเกาะกลุ่มรวมติดกัน ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคอยู่ในช่วง 300 ถึง 400 นาโนเมตร โดยส่วนใหญ่มีความยาวอยู่ในช่วงกว้างตั้งแต่ 200 ถึง 800 นาโนเมตร โดยมีลักษณะค่อนข้างไม่แน่นอน ดังต่อไปนี้



ก. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 1,000 เท่า



ข. ภาพถ่ายที่กำลังขยาย 10,000 เท่า

ภาพที่ 4.36 แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยายต่างๆ

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัย อภิปรายผล และข้อเสนอแนะ

สรุปผลการวิจัย

การศึกษาร้อยละของซิลิกาในตัวอย่างแก้วจากโรงไฟฟ้าพลังงานแสงอาทิตย์พบว่ามีปริมาณซิลิกาเฉลี่ยประมาณ 87 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งใช้ค่านี้ในการคำนวณปริมาณสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เหมาะสมในการเตรียมสารละลายโซเดียมซิลิเกต

1 การศึกษาการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกา จากสารละลายโซเดียมซิลิเกตที่สกัดได้จากแก้วจากโรงไฟฟ้าพลังงานแสงอาทิตย์ โดยทำการศึกษาในแบบแบท พบว่า ปฏิกริยาสามารถเกิดขึ้นได้ทันทีเมื่อใช้เกลือโซเดียมคลอไรด์ที่ความเข้มข้นร้อยละ 5 ขึ้นไป กับกรดไฮโดรคลอริก และสำหรับการใช้กรดไนตริกและกรดซัลฟิวริกจะสามารถปฏิกริยาได้รวดเร็ว เมื่อใช้เกลือโซเดียมคลอไรด์ที่ความเข้มข้นร้อยละ 15 ขึ้นไป ผลจากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แสดงให้เห็นว่าลักษณะของอนุภาคนาโนซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จากการใช้กรดทั้งสามชนิดนั้นไม่แตกต่างกัน โดยอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีลักษณะคล้ายทรงกลม มีขนาดอยู่ในช่วง 100 นาโนเมตร ค่อนข้างสม่ำเสมอตลอดทั้งเนื้อสาร และผลการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน ก็ให้ผลที่สอดคล้องกันกับผลจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ผลการตรวจสอบรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ด้วยเทคนิค Xray Diffraction พบว่า อนุภาคนาโนซิลิกาที่อยู่ในรูปอสัณฐาน

2. ผลจากการสังเคราะห์ซิลิกาด้วยระบบการไหลแบบต่อเนื่อง พบว่า เทคนิคที่ใช้สามารถพัฒนาเพื่อสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาในเชิงปริมาณโดยที่สามารถควบคุมลักษณะอนุภาค และขนาดของอนุภาคได้หลายขนาดตามต้องการได้ ซึ่งจากผลการทดลองอนุภาคนาโนซิลิกาที่เกิดขึ้นมีหลายลักษณะ โดยพบว่าเทคนิคการสังเคราะห์ด้วยระบบการไหลสามารถที่จะเกิดอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีขนาดเล็กถึงประมาณ 10 นาโนเมตร และสามารถสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาที่มีลักษณะคล้ายทรงกลม มีขนาดอยู่ในช่วง 100 นาโนเมตรได้เช่นกัน จากการทดลองศึกษาผลของอัตราการไหล และความเข้มข้นของสารที่เข้าทำปฏิกริยา โดยศึกษาผลของความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมซิลิเกต ที่ 1 โมลาร์ และ 2 โมลาร์ ศึกษาผลของความเข้มข้นของเกลือโซเดียมคลอไรด์ที่เปอร์เซ็นต์ต่างๆ และจากการศึกษาผลของความเข้มข้นของกรดเนื่องจากผลการทดลองแบบแบทพบว่าชนิดของกรดจากการสังเคราะห์แบบแบทส่งผลต่อลักษณะของซิลิกาที่ได้ไม่แตกต่างกัน จึงได้เลือกนำกรดไฮโดรคลอริกมาศึกษาเพราะเป็นกรดที่สามารถหาได้ง่ายในอุตสาหกรรมและราคาต่ำ นอกจากนั้นแล้วยังได้ทำการทดลองเพิ่มเติมที่สภาวะความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมซิลิเกต ที่ 1 โมลาร์ และเกลือโซเดียมคลอไรด์ร้อยละ 25 และสารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่ความเข้มข้น 0.25, 0.50, และ 1.00 โมลาร์ จากผลการทดลองพบว่า สภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกามีขนาดต่างๆด้วยเทคนิคการไหลดังนี้

2.1 อัตราการไหล 0.50 มิลลิลิตรต่อวินาที ที่ความเข้มข้นของโซเดียมซิลิเกตเท่ากับ 2 โมลาร์ เกลือ 5 เปอร์เซ็นต์ และความเข้มข้นของกรดที่ 2 และ 4 โมลาร์ สามารถเกิดอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีขนาดเล็กลงกว่า 20 นาโนเมตร

2.2 อัตราการไหล 0.50 และ 1.00 มิลลิลิตรต่อนาที ที่ความเข้มข้นของสารละลาย โซเดียมซิลิเกตเท่ากับ 2 โมลาร์ เกลือ 10 เปอร์เซ็นต์ และความเข้มข้นของกรดที่ 4 โมลาร์ สามารถเกิดอนุภาครูปร่างกลมขนาดอยู่ในช่วง 200 นาโนเมตร

2.3 ที่อัตราการไหลสูงถึง 300 มิลลิลิตรต่อนาที สามารถเกิดปฏิกิริยาได้ทันทีที่ความเข้มข้นของเกลือโซเดียมคลอไรด์ 20 เปอร์เซ็นต์ ขึ้นไป อนุภาคที่ได้มีลักษณะคล้ายแท่ง ทรงกระบอก โดยมีขนาดอยู่ในช่วงประมาณตั้งแต่ประมาณ 150 ถึง 500 นาโนเมตร และมีความยาวอยู่ในช่วงประมาณตั้งแต่ 200 นาโนเมตร ไปจนถึงประมาณ 5 ไมโครเมตร ซึ่งสามารถควบคุมลักษณะและขนาดความกว้างความยาวของอนุภาคได้โดยทำการควบคุมความเข้มข้นของกรดที่เข้าทำปฏิกิริยาและควบคุมความเข้มข้นของเกลือโซเดียมคลอไรด์ที่เติมเข้าไป

จากผลการทดลองในระบบการไหลพบว่า ในหลายคอนดิชันจะเกิดอนุภาคที่ไม่สม่ำเสมอหรือเกิดอนุภาคในหลายขนาดปะปนกัน ซึ่งคาดว่าเกิดจากการเกิดปริมาตรตายของรีแอกเตอร์เนื่องจากการเกิดปฏิกิริยาที่รวดเร็วทำให้อนุภาคบางส่วนอุดตัน หรือตกค้างภายในปริมาตรตายของรีแอกเตอร์ ซึ่งทำให้มีระยะเวลาในการเกิดอนุภาคในแต่ละส่วนไม่เท่ากัน ทำให้มีการโตของอนุภาคไม่เท่ากันทั้งหมด และโอกาสการเกิดปฏิกิริยาของอนุภาคไม่สม่ำเสมอกันทั้งหมด และผลการตรวจสอบรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ด้วยเทคนิค Xray Diffraction พบว่าอนุภาคที่ได้อยู่ในรูปอสัณฐานทั้งหมด

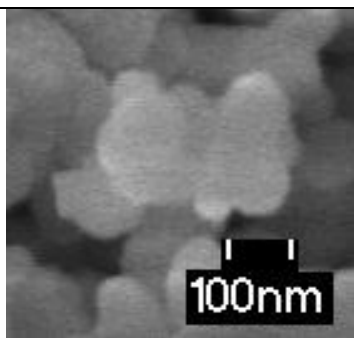
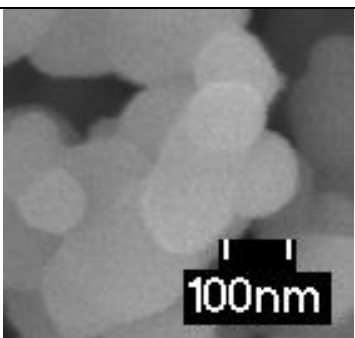
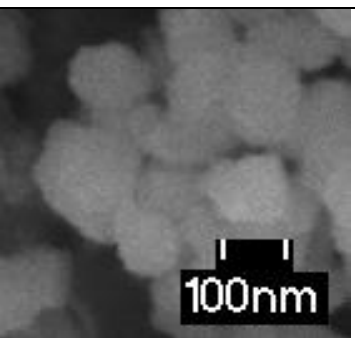
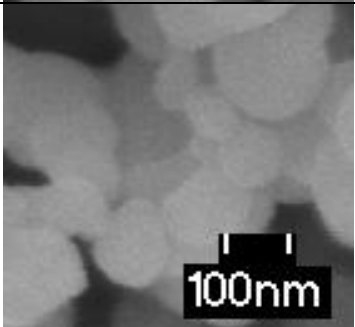
จากผลการทดลองทั้งหมดแสดงให้เห็นว่าสามารถเตรียมซิลิกาที่มีขนาดอยู่ในช่วงนาโนเมตร ขนาดต่างๆซึ่งเป็นวัสดุที่มีมูลค่าสูงได้ โดยแต่ละเทคนิคเหมาะสมสำหรับใช้เตรียมซิลิกาที่มีขนาดและรูปร่างแตกต่างกัน การสังเคราะห์แบบแบบนี้สามารถใช้ในการผลิตอนุภาคซิลิกาที่มีรูปร่างทรงกลม สม่ำเสมอ มีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วงประมาณ 100 นาโนเมตร และการสังเคราะห์โดยเทคนิคการไหลแบบต่อเนื่องสามารถใช้ผลิตและควบคุมให้ได้ซิลิกาที่มีขนาดประมาณ 10 นาโนเมตร และสามารถควบคุมให้เกิดอนุภาครูปร่างทรงกลม รูปร่างคล้ายแท่งได้ โดยใช้การควบคุมความเข้มข้นของสารที่เข้าทำปฏิกิริยาและควบคุมอัตราการไหลซึ่งต้องทำการศึกษาละเอียดเพื่อให้สามารถทำการควบคุมได้อย่างแม่นยำขึ้น โดยในการผลิตอนุภาคนาโนซิลิกาในการทดลองนี้ เป็นการใช้อัตราการไหลแบบต่อเนื่องจากโรงไฟฟ้าพลังงานกลบ ได้ใช้เทคนิคการสังเคราะห์เป็นเทคนิคที่สามารถขยายการผลิตในเชิงปริมาณได้ง่ายต้นทุนต่ำ รวมทั้งใช้สารเคมีที่หาง่ายและต้นทุนต่ำ

สารเคมีที่ใช้ในปฏิกิริยารวมทั้งสารเคมีที่เกิดจากปฏิกิริยาทั้งหมด เช่น เกลือโซเดียมคลอไรด์ และเกลืออื่นตามปฏิกิริยาและเกลือที่ใช้ เป็นสารที่สามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้ โดยเมื่อทำการผลิตในระดับอุตสาหกรรมจะทำให้สามารถนำสารเคมีกลับมาใช้ใหม่ได้ด้วยระบบต่อเนื่องเช่นกัน รวมทั้งเกลือที่ใช้และได้ออกมาเป็นสารเคมีพื้นฐานที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม

อภิปรายผล

1. เปรียบเทียบผลของอนุภาคซิลิกาที่ได้ที่สภาวะแบบเบบต่างๆ

ตารางที่ 5.1 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสองกราดชนิดฟิล์มมิชชันเปรียบเทียบผลของความเข้มข้นของสารตั้งต้นสารละลายโซเดียมซิลิเกต

0.50M Na_2SiO_3 20%NaCl + 0.50M HCl 15%NaCl	1.00M Na_2SiO_3 25%NaCl + 1.00M HCl	2.00M Na_2SiO_3 10%NaCl + 2.00M HCl
		
		

จากตารางแสดงลักษณะและขนาดของอนุภาคที่ได้โดยแถบแสดงอนุภาคหลักที่เกิดขึ้นในปริมาณมาก แถวล่างแสดงอนุภาคที่เกิดขึ้นเจือปนมาในปริมาณน้อย ซึ่งจะเกิดขึ้นในสภาวะที่ใช้เกลือโซเดียมคลอไรด์ที่ความเข้มข้นร้อยละ 25

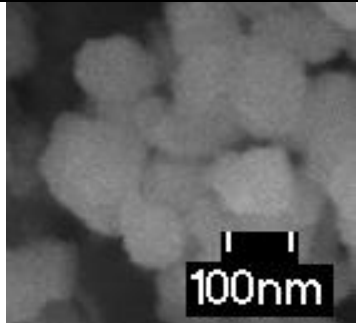
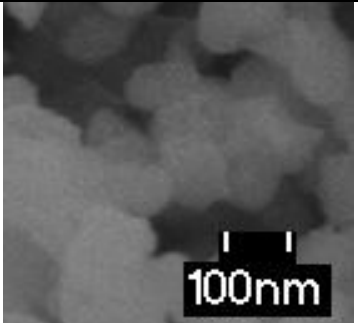
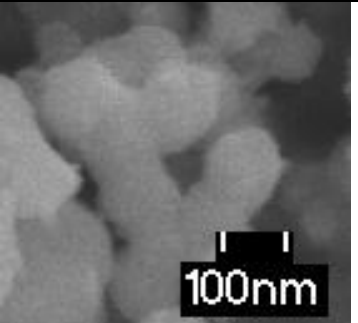
ผลของซิลิกาที่สังเคราะห์ได้ที่ความเข้มข้นของสารตั้งต้นโซเดียมซิลิเกตและกรดไฮโดรคลอริกที่ความเข้มข้น 0.50, 1.00 และ 2.00 โมลาร์ และที่ความเข้มข้นของเกลือต่ำสุดที่เกิดปฏิกิริยาได้ทันทีจากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสองกราดชนิดฟิล์มมิชชันพบว่า ทั้งสามความเข้มข้นอนุภาคที่ได้มีลักษณะและขนาดที่ใกล้เคียงกัน โดยอนุภาคที่ได้มีลักษณะทรงกลม และมีขนาดประมาณ 100 นาโนเมตร สม่าเสมอ โดยมีลักษณะเป็นการเกาะรวมของอนุภาคทรงกลม (Aggregates of particles) มากกว่าการเชื่อมต่อระหว่างกัน (interconnect structure) (Recent advances in sol-gel synthesis of monolithic silica and silica-based glasses 2013) โดยผลิตภัณฑ์ซิลิกาที่ได้จากการเตรียมด้วยเทคนิคนี้จะมีลักษณะที่คล้ายคลึงกับการเตรียมซิลิกาจากเถ้าแกลบด้วยเทคนิคการตกตะกอน จากสารละลายโซเดียมซิลิเกตอื่นๆก่อนหน้านี้ เช่น งานของ Dawei Li, และ Xifeng Zhu (Short-period synthesis of high specific surface area silica from rice husk char

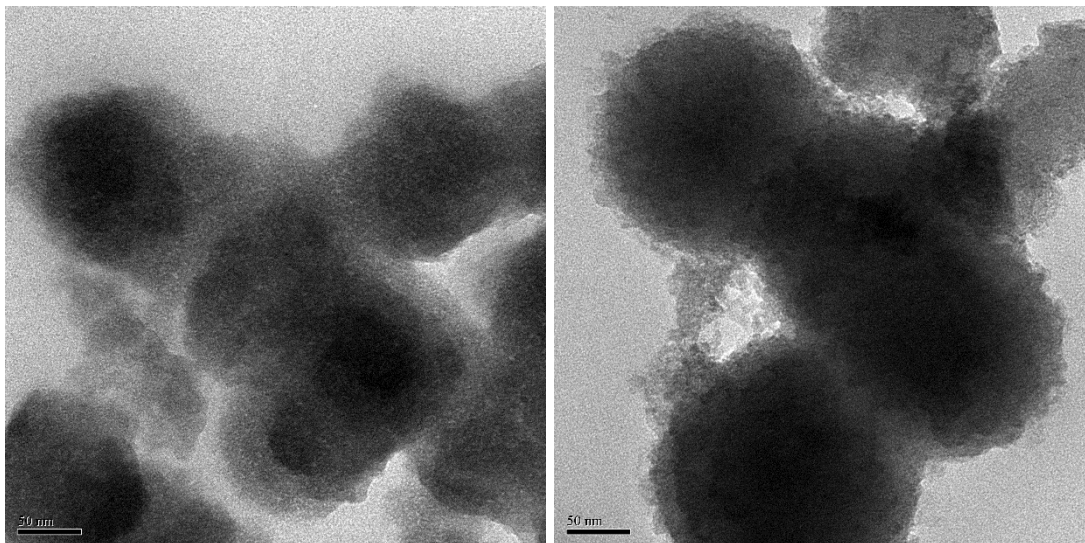
2011) สามารถเตรียมอนุภาคซิลิกาโดยใช้แหล่งซิลิกาจากแกลบข้าว ซึ่งได้อนุภาคทรงกลมในลักษณะเดียวกัน โดยในงานนั้นได้ใช้เทคนิคสังเคราะห์ด้วยสารละลายน้ำภายใต้ที่อุณหภูมิ และใช้ความดันสูง (Hydrothermal) และใช้สารแม่แบบโพลิเอทิลีนไกลคอล (PEG, polyethylene glycol) และ D.N. Subbukrishna และคณะ (Precipitated Silica from Rice Husk Ash by IPSIT process 2007) ได้ทำการสังเคราะห์ซิลิกาจากเถ้าแกลบผ่านทางสารละลายโซเดียมซิลิเกตด้วยเทคนิคการตกตะกอนด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ โดยลักษณะอนุภาคที่ได้มีขนาดโครงสร้างอยู่ในช่วงมากกว่า 300 นาโนเมตร ไม่สม่ำเสมอ และมีลักษณะหลอมรวมเป็นโครงสร้างที่ใหญ่กว่า 3 ไมโครเมตร สำหรับผลของความเข้มข้นของสารตั้งต้นเมื่อศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสองกราดชนิดฟิล์มมิชชันนั้นไม่พบความแตกต่างที่ชัดเจน ซึ่งอาจเกิดจากสองสาเหตุ คือ 1 ผลของการเติมเกลืออินทรีย์แกนิก ซึ่งควบคุมการเกิดอนุภาคให้มีลักษณะใกล้เคียงกันการเกิดอนุภาคที่ได้จึงมีลักษณะไม่แตกต่างกัน และ 2 การเปลี่ยนแปลงอาจเกิดในระดับโครงสร้างที่เล็กกว่า 20 นาโนเมตร ดังผลการทดลองของ นิตยา ทวดอาจ และ อภินันท์ นันทิยา (2008) ที่ได้ทำการตกตะกอนซิลิกาจากเถ้าแกลบด้วยสารละลายกรดซิลฟิวริกและแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ โดยได้ทำการศึกษาผลของความเข้มข้นของสารละลายตั้งต้นโซเดียมซิลิเกต ที่ความเข้มข้น 2.0, 2.5, และ 3.0 นอร์มอล ต่อผลของอนุภาคซิลิกา ซึ่งพบว่ามีความเปลี่ยนแปลงของอนุภาคโดยมีขนาดต่างกันประมาณ 5 ถึง 10 นาโนเมตร ซึ่งอนุภาคที่ได้มีขนาดในระดับ 15 – 20, 5 – 10, และ 20 – 50 นาโนเมตร สำหรับแต่ละความเข้มข้น ตามลำดับ

ด้วยเทคนิคการเติมเกลืออินทรีย์แกนิกในงานวิจัยนี้จะพบว่าการสังเคราะห์แบบแบบนี้จะทำให้สามารถได้อนุภาคที่มีลักษณะทรงกลมสม่ำเสมอโดยที่ใช้สารเคมีที่มีต้นทุนต่ำและใช้เวลาในการเกิดปฏิกิริยาที่รวดเร็ว

2. เปรียบเทียบผลของชนิดของกรดสำหรับแบบแบท

ตารางที่ 5.2 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสองกราดชนิดฟิล์มมิชชันเปรียบเทียบผลของชนิดของกรดที่เข้าทำปฏิกิริยา

2M Na ₂ SiO ₃ NaCl		
HCl	15% NaCl + 2.0M H ₂ SO ₄	HNO ₃
		



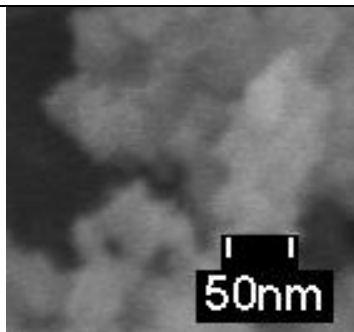
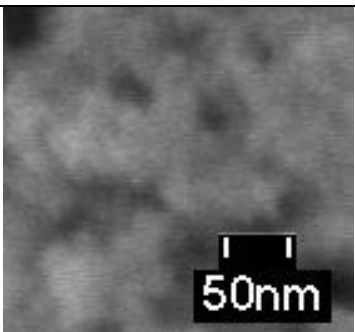
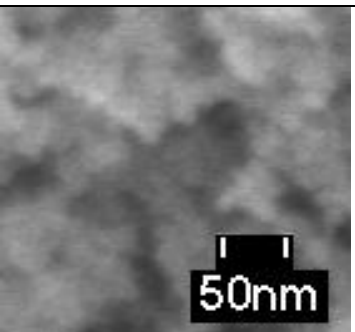
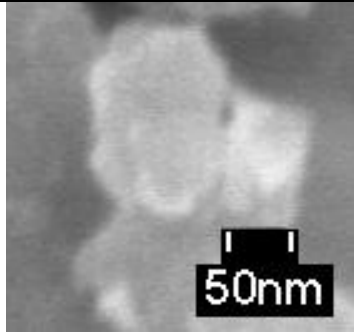
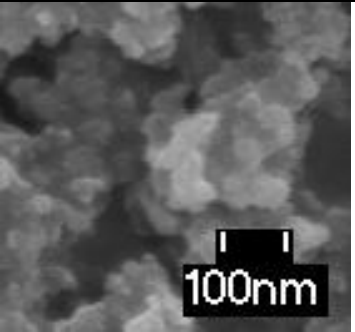
รูปที่ 5.1 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านเปรียบเทียบผลของกรดไฮโดรคลอริก (ซ้าย) และกรดไนตริก(ขวา)

ผลของชนิดของกรดที่ใช้คือ กรดไฮโดรคลอริก กรดซัลฟิวริก และกรดไนตริก ที่มีต่ออนุภาคซิลิกาที่สังเคราะห์ได้ จากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิล์มมิชันนั้นพบว่าขนาดและลักษณะของอนุภาคที่ได้ใกล้เคียงกัน รวมทั้งผลที่ได้จากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านเปรียบเทียบ ซึ่งเทียบระหว่างการใช้กรดไฮโดรคลอริกและกรดไนตริกพบว่าขนาดและลักษณะอนุภาคที่ได้ใกล้เคียงกันเช่นกัน ซึ่งในภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านจะพบว่าโครงสร้างอนุภาคทรงกลมของซิลิกาที่ได้ประกอบไปด้วยอนุภาคขนาดประมาณ 20 ถึง 30 นาโนเมตร เกาะกลุ่มรวมกันเป็นก้อน (แถบเสกัลบาร์มีขนาด 50 นาโนเมตร) โดยการเกิดลักษณะทรงกลมที่สม่ำเสมอเป็นผลจากการควบคุมโดยการเติมเกลือซึ่งที่ความเข้มข้นของเกลือที่สูงจะทำให้สารละลายเกิดการอิมิตัวยวดยาวซึ่งทำให้มีอัตราการเกิดนิวเคลียสสูงขึ้น จึงทำให้เกิดการตกตะกอนอย่างรวดเร็ว ซึ่งสอดคล้องกับผลของการศึกษาผลของค่าความแรงไอออน (ionic strength, I) ต่ออัตราการเกิดโพลิเมอร์โซชันของซิลิกา โดยที่อัตราการเร็วเกิดโพลิเมอร์โซชันของซิลิกาจะเพิ่มขึ้นเมื่อมีความแรงไอออนเพิ่มขึ้น (Silica Precipitation in Acidic Solutions: Mechanism, pH Effect, and Salt Effect 2010, Kinetics of silica oligomerization and nanocolloid formation as a function of pH and ionic strength at 25°C 2005, Kinetics of reaction between silicic acid and amorphous silica surfaces in NaCl solutions 1986, Condensation of silica from supersaturated silicic acid solutions 1980) และให้ผลสอดคล้องกับทฤษฎีการเกาะกลุ่มของอนุภาคในตัวกลางน้ำ DLVO ซึ่งอธิบายผลในเทอมของแรงแวนเดอร์วาลส์ (van der Waals force) และเทอมของแรงผลักประจุของชั้นดับเบิลเลเยอร์ (repulsive electrical double layer fore) ซึ่งตามทฤษฎีนี้เมื่อความแรงไอออนในระบบเพิ่มขึ้นแล้วผลของแรงผลักของชั้นดับเบิลเลเยอร์จะลดลงทำให้อนุภาคสามารถเข้ามาเกาะรวมตัวกันได้ง่ายขึ้น ซึ่งอย่างไรก็ตามแรงที่ส่งผลต่อการเกาะรวมกลุ่มของอนุภาคซิลิกามากที่สุดในเทอมของทฤษฎีของ DLVO น่าจะเป็นแรงในเทอมของแรงแวนเดอร์วาลส์ เนื่องจากแรงจากดับเบิลเลเยอร์ที่เปลี่ยนไปจะเปลี่ยนเฉพาะใน

เหมอมของแรงที่มีผลจากการที่มีไอออนอีกที ซึ่งเหมอนี้มีผลน้อยมาก แรงที่มีผลกระทบต่อการเกาะตัวของอนุภาคมากที่สุดจึงน่าจะเป็นแรงในเหมอมของแรงแวนเดอร์วาลส์ อย่างไรก็ตาม ตามทฤษฎีนี้ยังไม่สามารถนำมาอธิบายกับอนุภาคของซิลิกาได้อย่างสมบูรณ์ เนื่องจากเป็นทฤษฎีที่ใช้ได้ดีสำหรับอธิบายเกี่ยวกับอนุภาคโปรตีนและโครงสร้างของผิวสัมผัสรอยต่อของอนุภาคกับตัวทำละลายตัวกลาง ซึ่งได้มีการปรับปรุงทฤษฎีสำหรับอธิบายอัตรากิริยาของอนุภาคในตัวกลาง Hamaker theory แต่เป็นการพิจารณาในผลรวมที่เกิดขึ้นและผลที่เกิดจากอนุภาคใกล้เคียงที่เกี่ยวข้องทั้งหมดโดยอาศัยทฤษฎี quantum perturbation theory (The London—van der Waals attraction between spherical particles 1937, Colloidal silica fundamentals and applications 2006, Silica Precipitation in Acidic Solutions: Mechanism, pH Effect, and Salt Effect 2010) และให้ผลที่สอดคล้องกับทฤษฎีแรงผลึกในเหมอมของ hydration force ซึ่งอธิบายในเหมอมของสภาพขั้วไฟฟ้าที่ผิวของชั้นอนุภาคกับชั้นของโมเลกุลน้ำที่ล้อมรอบอนุภาคอยู่ (Hydration forces between silica surfaces: Experimental data and predictions from different theories 2005) ซึ่งตามทฤษฎีนี้การเติมเกลือลงไปประจุของเกลือจะรบกวนชั้นโมเลกุลของน้ำที่ล้อมรอบอนุภาคอยู่ ซึ่งนอกจากนั้นแล้วยังสอดคล้องกับปรากฏการณ์ที่เรียกว่า Salting out ซึ่งอธิบายในเหมอมของไอออนของเกลือที่มีปริมาณมากและมีความสามารถละลายน้ำได้ดีกว่าได้ทำการแย่งจับกับโมเลกุลของน้ำ จึงทำให้สารที่มีความสามารถละลายน้ำได้น้อยกว่าจับกัน แล้วทำให้เกิดการตกตะกอนออกมา และพบว่าได้มีงานที่ได้อธิบายปรากฏการณ์นี้กับการสังเคราะห์ซิลิกาจากสารประกอบประเภทอแกโนซิลิกา และใช้สารแม่แบบ (Role of inorganic salts in the formation of ordered periodic mesoporous organosilicas (PMOs) without extra acids 2008) ซึ่งยังไม่พบว่ามีการศึกษาเกี่ยวกับปรากฏการณ์ Salting out กับการเตรียมซิลิกาจากสารละลายโซเดียมซิลิเกตด้วยวิธีการตกตะกอนแต่อย่างใด และจากการที่มีความเข้มข้นของไอออนของเกลือที่สูงซึ่งทำให้เกิดเป็นชั้น double layer รอบอนุภาค จึงน่าจะเป็นผลให้เกิดการควบคุมการโตของอนุภาคให้มีลักษณะเป็นทรงกลม

3. การสังเคราะห์อนุภาคซิลิกาด้วยเทคนิคการไหลเปรียบเทียบผลของอัตราการไหลต่ออนุภาคซิลิกาที่ได้

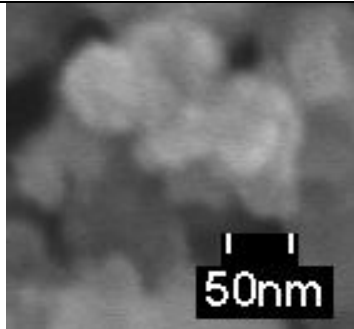
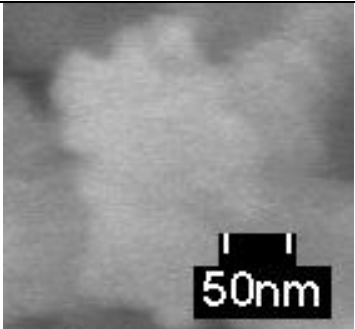
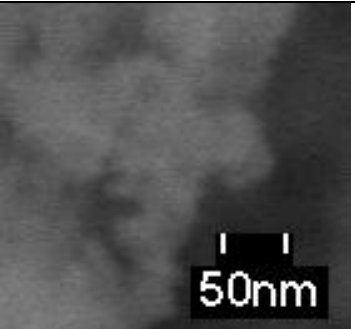
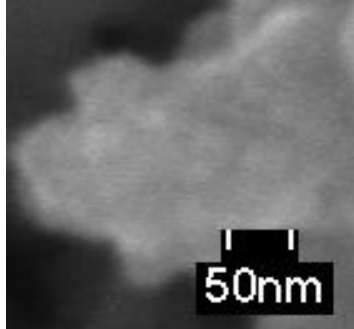
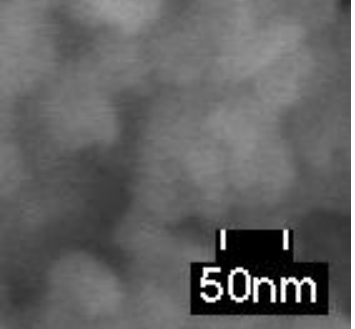
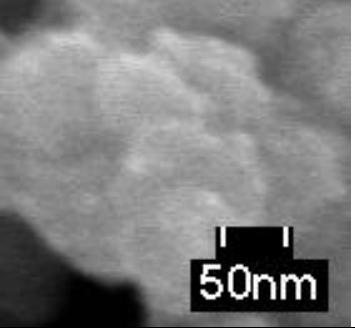
ตารางที่ 5.3 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิล์มมิชชันเปรียบเทียบผลของอัตราการไหลต่ออนุภาคซิลิกาที่สังเคราะห์ได้

2M Na ₂ SiO ₃ 5% NaCl 2M HCl		
0.10 ml/min	0.50 ml/min	1.00 ml/min
		
		

จากตารางแสดงลักษณะและขนาดของอนุภาคที่ได้โดยแถบแสดงอนุภาคหลักที่ได้ แถวล่างแสดงอนุภาคที่เกิดขึ้นเจือปนมาในปริมาณน้อย

ผลของอัตราการไหลในการสังเคราะห์ที่ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมซิลิเกตเท่ากับ 2 โมลาร์ เกลือโซเดียมคลอไรด์ 5 เปอร์เซ็นต์ ทำปฏิกิริยากับกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 2 โมลาร์ โดยทำการศึกษาเปรียบเทียบที่อัตราการไหล 0.10, 0.50, 1.00, และ 2.00 มิลลิลิตรต่อนาที ซึ่งนำผลที่ได้มาวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิล์มมิชชัน ซึ่งได้ยกเว้นที่ผลการสังเคราะห์จากสภาวะอัตราการไหล 2.00 มิลลิลิตรต่อนาที เนื่องจากได้ผลิตภัณฑ์น้อยมาก ผลที่ได้พบว่าอนุภาคที่สังเคราะห์ได้มีขนาดและรูปร่างใกล้เคียงกันทั้งหมดทั้งสามอัตราการไหล ซึ่งจะมีความแตกต่างที่ความสม่ำเสมอของผลิตภัณฑ์ที่ได้ โดยพบว่าที่สภาวะอัตราการไหล 0.50 มิลลิลิตรต่อนาที อนุภาคที่ได้มีความสม่ำเสมอสูง ซึ่งได้อนุภาคที่มีขนาดเล็กกว่า 20 นาโนเมตร เกิดขึ้นเพียงลักษณะเดียว ส่วนที่อัตราการไหลอื่น มีอนุภาคที่มีลักษณะเกาะกลุ่มกัน และมีโครงสร้างขนาดประมาณ 50 นาโนเมตร ปะปนมา โดยแสดงภาพของอนุภาคที่เกิดขึ้นหลักด้านบนและอนุภาคที่เกิดขึ้นในปริมาณน้อยปะปนมาในด้านล่างลงมาตามลำดับ

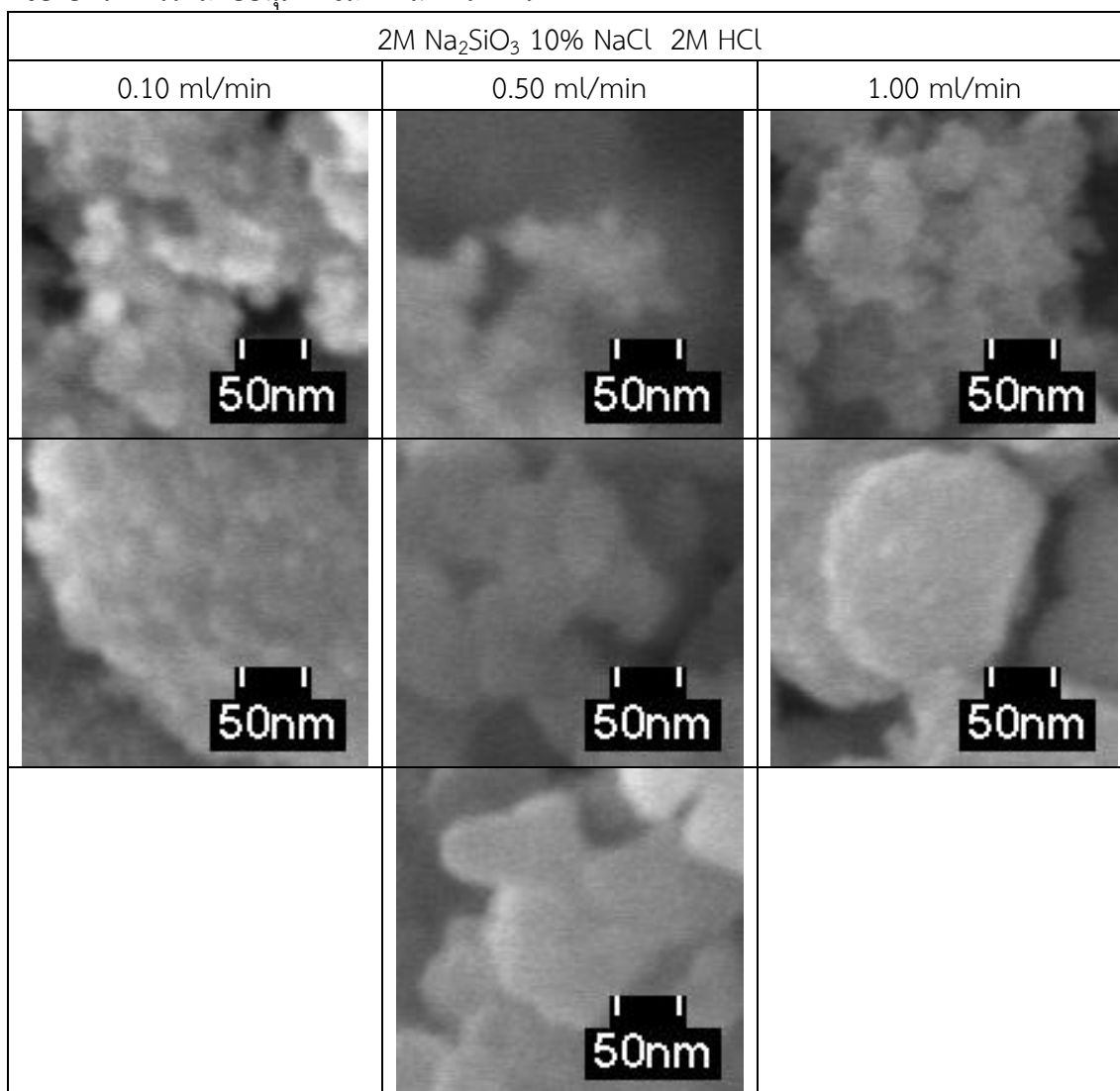
ตารางที่ 5.4 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิล์มมิชชันเปรียบเทียบผลของอัตราการไหลต่ออนุภาคซิลิกาที่สังเคราะห์ได้

2M Na ₂ SiO ₃ 5% NaCl 4M HCl		
0.10 ml/min	0.50 ml/min	1.00 ml/min
		
		
		

ผลของอัตราการไหลในการสังเคราะห์ต่ออนุภาคซิลิกาที่ได้ ที่ความเข้มข้นของโซเดียมซิลิเกตเท่ากับ 2 โมลาร์ เกลือโซเดียมคลอไรด์ 5 เปอร์เซ็นต์ ทำปฏิกิริยากับกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 4 โมลาร์ โดยทำการศึกษาเปรียบเทียบที่อัตราการไหล 0.10, 0.50, 1.00, และ 2.00 มิลลิลิตรต่อนาที ซึ่งนำผลที่ได้มาวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิล์มมิชชัน ยกเว้นที่ผลการสังเคราะห์สภาวะอัตราการไหล 2.00 มิลลิลิตรต่อนาที เนื่องจากได้ผลิตภัณฑ์น้อยมาก ผลที่ได้พบว่าอนุภาคที่สังเคราะห์ได้มีขนาดและรูปร่างใกล้เคียงกันทั้งหมดทั้งสามอัตราการไหล ซึ่งจะมีความแตกต่างที่ความสม่ำเสมอของผลิตภัณฑ์ที่ได้ โดยพบว่าที่สภาวะอัตราการไหล 0.50 มิลลิลิตรต่อนาที อนุภาคที่ได้มีความสม่ำเสมอสูง ซึ่งได้อนุภาคที่มีขนาดเล็กกว่า 20 นาโนเมตร เกิดขึ้นเพียงลักษณะเดียว ส่วนที่อัตราการไหลอื่น(0.10, และ 1.00 มิลลิลิตรต่อนาที) มีอนุภาคที่มีลักษณะเกาะกลุ่มและมี

โครงสร้างขนาดไม่แน่นอนตั้งแต่ 50 ถึงมากกว่า 200 นาโนเมตร ปะปนมา โดยแสดงภาพของอนุภาคที่เกิดขึ้นหลักด้านบนและอนุภาคที่เกิดขึ้นในปริมาณน้อยปะปนมาในด้านล่างลงมาตามลำดับ

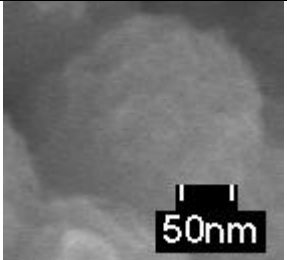
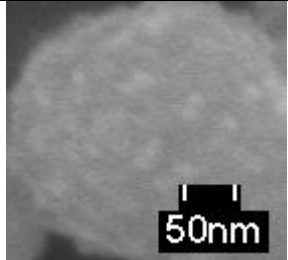
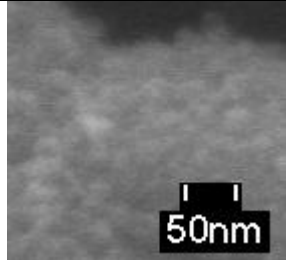
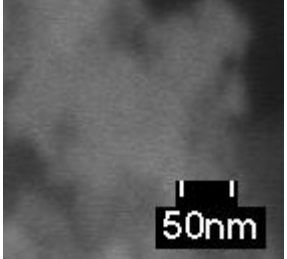
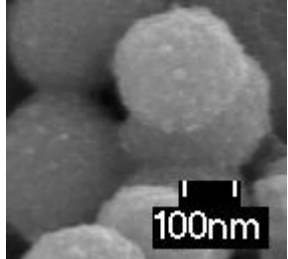
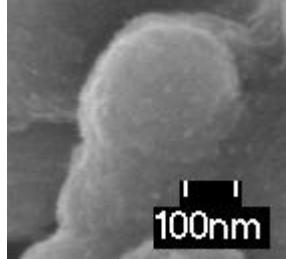
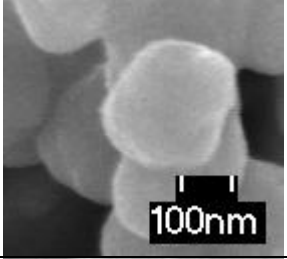
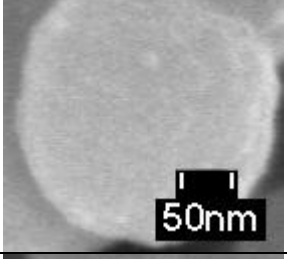
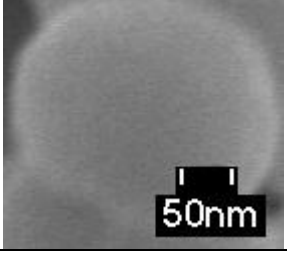
ตารางที่ 5.5 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิล์มมิชชันเปรียบเทียบผลของอัตราการไหลต่ออนุภาคซิลิกาที่สังเคราะห์ได้



นำผลมาเปรียบเทียบผลของอัตราการไหลในการสังเคราะห์ต่ออนุภาคของซิลิกาที่ได้ ที่ความเข้มข้นของเกลือโซเดียมคลอไรด์สูงขึ้นที่ 10 เปอร์เซ็นต์ นั้น ในขณะที่ความเข้มข้นของโซเดียมซิลิเกตเท่ากับ 2 โมลาร์ ทำปฏิกิริยากับกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 5 โมลาร์ เท่าเดิม โดยทำการศึกษาเปรียบเทียบที่อัตราการไหล 0.10, 0.50, 1.00, และ 2.00 มิลลิลิตรต่อนาที ซึ่งนำผลที่ได้มาวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิล์มมิชชัน และยกเว้นที่ผลการสังเคราะห์สภาวะอัตราการไหล 2.00 มิลลิลิตรต่อนาที เนื่องจากได้ผลิตภัณฑ์น้อยมาก พบว่าผลที่ได้พบว่าอนุภาคที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะขนาดและรูปร่างใกล้เคียงกันทั้งหมดทั้งสามอัตราการไหล ซึ่งในสภาวะนี้พบว่า

มีอนุภาคลักษณะโครงสร้างที่โตขึ้นหลายขนาดปะปนมา ซึ่งเมื่อมองด้วยภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดจะพบว่า มีลักษณะพื้นผิวอนุภาคที่คล้ายการเกาะกลุ่มกันของอนุภาคขนาดเล็กจนกลายเป็นโครงสร้างขนาดใหญ่ขึ้น และนอกจากนั้นผลการสังเคราะห์ด้วยอัตราการใช้ 0.50 มิลลิลิตรต่อนาที่ พบว่ามีอนุภาคขนาดประมาณ 50 นาโนเมตร เกิดขึ้น โดยได้แสดงภาพของอนุภาคที่เกิดขึ้นหลักด้านบนและอนุภาคที่เกิดขึ้นในปริมาณน้อยปะปนมาในด้านล่างลงมาตามลำดับ

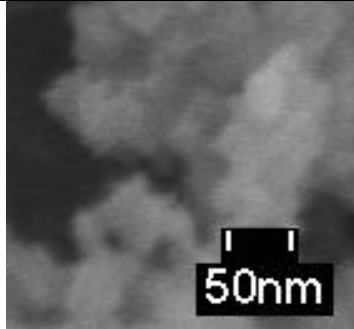
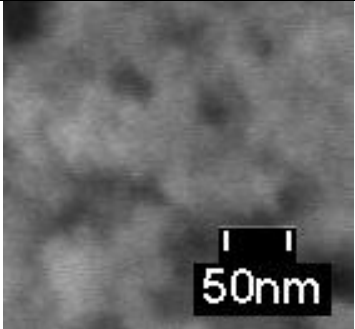
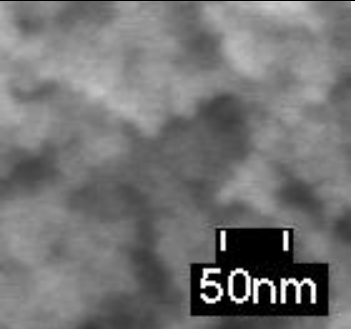
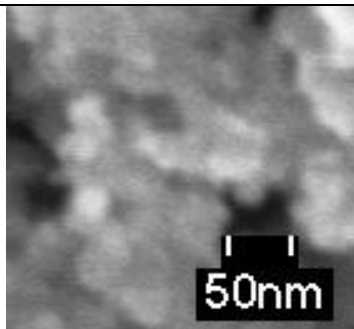
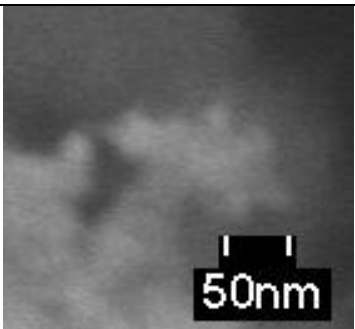
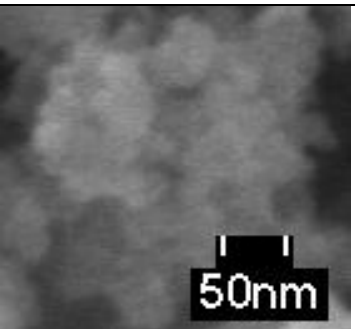
ตารางที่ 5.6 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิล์มมิชชันเปรียบเทียบผลของอัตราการใช้ต่ออนุภาคซิลิกาที่สังเคราะห์ได้

	2M Na ₂ SiO ₃ 10% NaCl 4M HCl		
0.10 ml/min			
0.25 ml/min			
0.50 ml/min			
1.00 ml/min			
2.00 ml/min			

นำผลมาเปรียบเทียบผลของอัตราการไหลในการสังเคราะห์ต่ออนุภาคซิลิกา ที่ความเข้มข้นของเกลือ โซเดียมคลอไรด์ที่ 10 เปอร์เซ็นต์ ความเข้มข้นของโซเดียมซิลิเกตเท่ากับ 2 โมลาร์ และทำปฏิกิริยากับกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้นสูงขึ้นไป 4 โมลาร์ เท่าเดิม โดยทำการศึกษาเปรียบเทียบที่อัตราการไหล 0.10, 0.25, 0.50, 1.00, และ 2.00 มิลลิลิตรต่อนาที ซึ่งนำผลที่ได้มาวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิล์มมิชชัน ผลที่ได้พบว่าเมื่อใช้ความเข้มข้นของเกลือและกรดสูงขึ้นไปอนุภาคที่สังเคราะห์ได้มีขนาดและรูปร่างที่โตขึ้น มีขนาดโครงสร้างอยู่ในช่วงประมาณ 200 นาโนเมตร และมีโครงสร้างขนาดใหญ่กว่าไปจนถึง 500 นาโนเมตร ในปริมาณน้อย ซึ่งในตัวอย่างที่นำไปวิเคราะห์ที่มีการนำไฟฟ้าดีจะพบว่า มีลักษณะพื้นผิวที่คล้ายเกิดจากการเกาะกลุ่มกันของอนุภาคเล็กจนกลายเป็นโครงสร้างที่ใหญ่ขึ้น โดยที่ทุกอัตราการไหลมีลักษณะโครงสร้างและขนาดของอนุภาคซิลิกาที่ได้ใกล้เคียงกันทั้งหมด จากตารางได้ทำการแสดงลักษณะและขนาดของอนุภาคที่ได้ โดยที่แถวซ้ายแสดงอนุภาคหลักที่ได้ในปริมาณมาก และได้แสดงอนุภาคที่เกิดขึ้นเจือปนมาในปริมาณน้อยลงในแถวถัดมาด้านขวามาตามลำดับ

4 เปรียบเทียบผลของความเข้มข้นเกลือ ที่อัตราการไหลต่างๆ ต่อด้านอนุภาคซิลิกาที่สังเคราะห์ได้

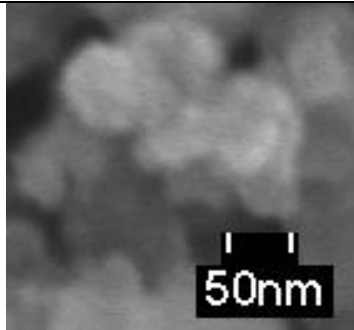
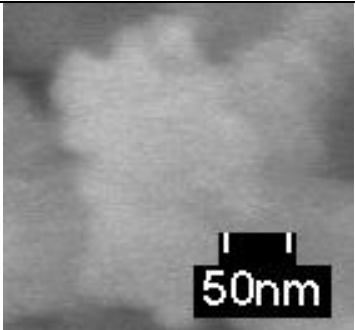
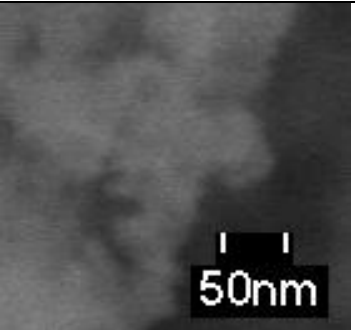
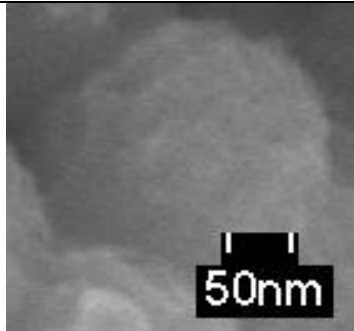
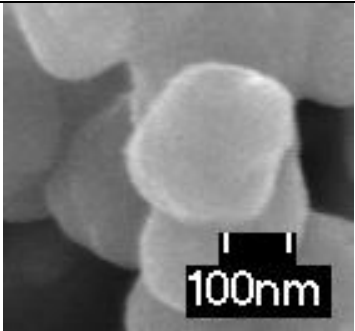
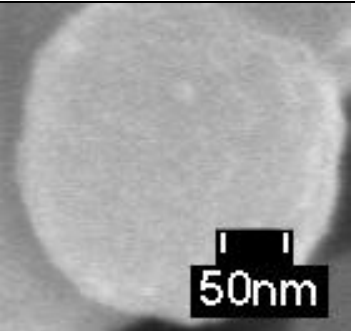
ตารางที่ 5.7 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิล์มมิชชันเปรียบเทียบผลของความเข้มข้นเกลือ ที่อัตราการไหลต่างๆ

2M Na ₂ SiO ₃ 5% NaCl 2M HCl		
0.10 ml/min	0.50 ml/min	1.00 ml/min
		
2M Na ₂ SiO ₃ 10% NaCl 2M HCl		
0.10 ml/min	0.50 ml/min	1.00 ml/min
		

ที่สภาวะความเข้มข้น $2\text{M Na}_2\text{SiO}_3$ และ 2M HCl เมื่อเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของเกลือที่ 5 (แถวบน) และ 10 เปอร์เซ็นต์(แถวล่าง) พบว่าอนุภาคหลักหรืออนุภาคส่วนใหญ่ที่ได้ทุกอัตราการไหล จะมีขนาดและลักษณะใกล้เคียงกัน

5 เปรียบเทียบผลของความเข้มข้นเกลือ ที่อัตราการไหลต่างๆ

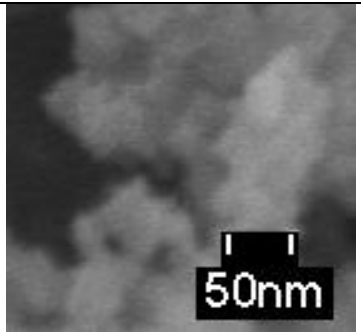
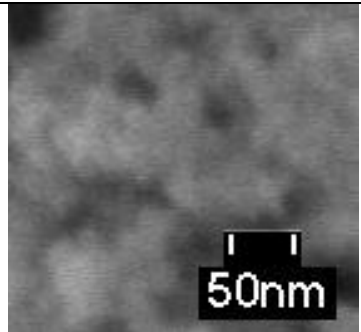
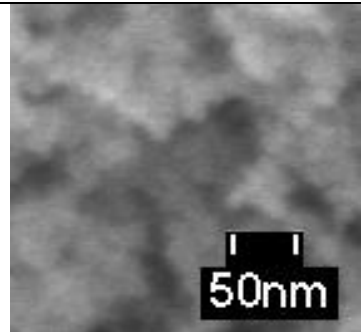
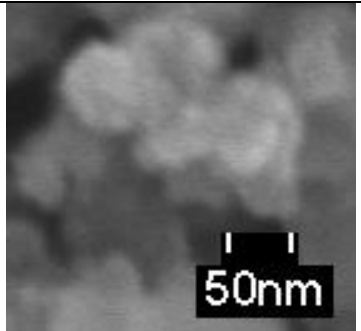
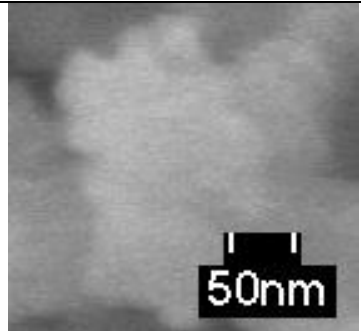
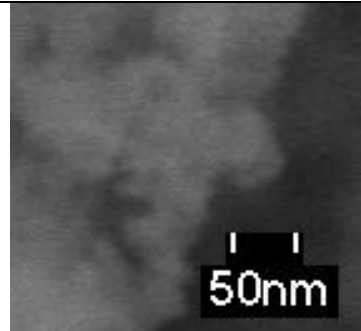
ตารางที่ 5.8 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิล์มมิชชันเปรียบเทียบผลของความเข้มข้นเกลือ ที่อัตราการไหลต่างๆ

2M Na_2SiO_3 5% NaCl 4M HCl		
0.10 ml/min	0.50 ml/min	1.00 ml/min
		
2M Na_2SiO_3 10% NaCl 4M HCl		
0.10 ml/min	0.50 ml/min	1.00 ml/min
		

ที่สภาวะความเข้มข้น 2 โมลาร์ Na_2SiO_3 และ 4 โมลาร์ HCl เมื่อเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของเกลือที่ 5 (แถวบน) และ 10 เปอร์เซ็นต์ (แถวล่าง) พบว่า ความเข้มข้นของเกลือนั้นมีผลต่อขนาดอนุภาคเมื่อใช้ความเข้มข้นของกรด 4 โมลาร์ โดยที่ความเข้มข้นของกรด 4 โมลาร์ HCl เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของเกลือที่ 10 เปอร์เซ็นต์ อนุภาคจะมีลักษณะคล้ายการเกาะกลุ่มกันเป็นทรงกลมขนาดใหญ่ขึ้นประมาณ 200 นาโนเมตร ขึ้นไป ทุกอัตราการไหล

6 เปรียบเทียบผลของความเข้มข้นกรด

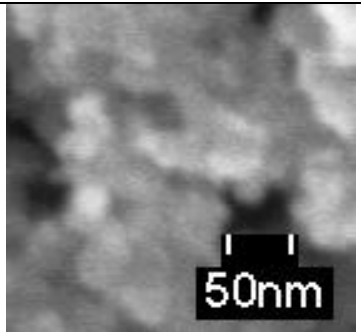
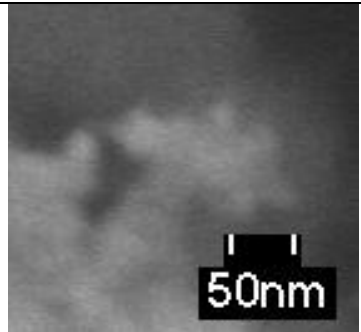
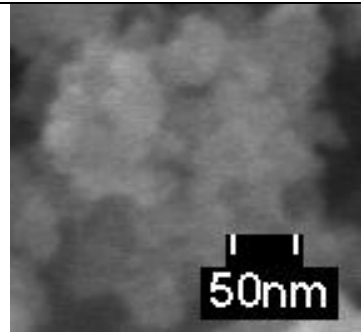
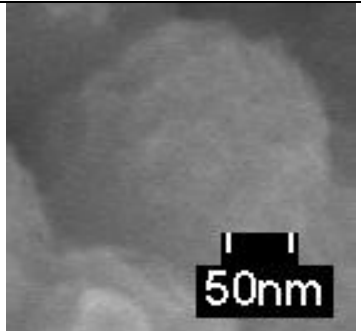
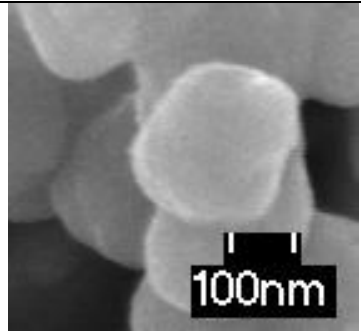
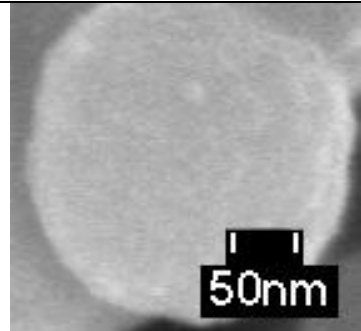
ตารางที่ 5.9 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิล์มมิชชันเปรียบเทียบผลของความเข้มข้นกรดที่อัตราการไหลต่างๆ

2M Na ₂ SiO ₃ 5% NaCl 2M HCl		
0.10 ml/min	0.50 ml/min	1.00 ml/min
		
2M Na ₂ SiO ₃ 5% NaCl 4M HCl		
0.10 ml/min	0.50 ml/min	1.00 ml/min
		

เมื่อเปรียบเทียบผลของความเข้มข้นของกรดที่ใช้ทำปฏิกิริยาโดยใช้ความเข้มข้นของเกลือเดียวกัน ที่ 5 เปอร์เซ็นต์ และที่อัตราการไหลต่างๆ พบว่า ลักษณะและขนาดอนุภาคที่ได้คล้ายกันทุกอัตราการไหล

7 เปรียบเทียบผลของความเข้มข้นกรดที่อัตราการไหลต่างๆ

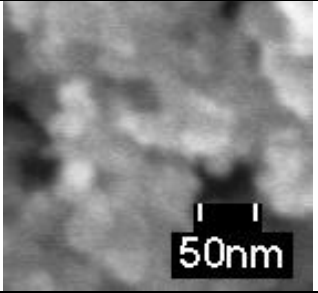
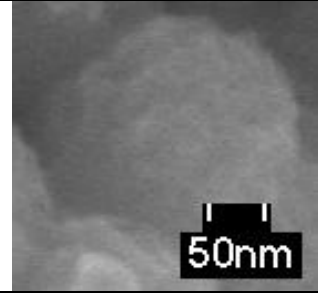
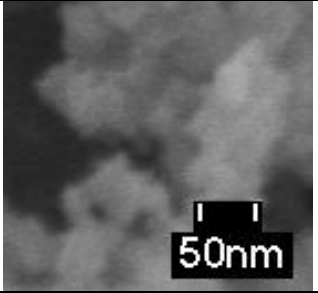
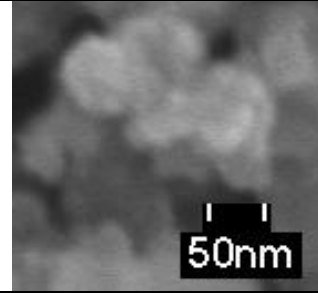
ตารางที่ 5.10 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิล์มมิชชันเปรียบเทียบผลของความเข้มข้นกรดที่อัตราการไหลต่างๆ

2M Na ₂ SiO ₃ 10% NaCl 2M HCl		
0.10 ml/min	0.50 ml/min	1.00 ml/min
		
2M Na ₂ SiO ₃ 10% NaCl 4M HCl		
0.10 ml/min	0.50 ml/min	1.00 ml/min
		

เมื่อเปรียบเทียบผลของความเข้มข้นของกรดที่ความเข้มข้นของเกลือเดียวกัน ที่ความเข้มข้น 10 เปอร์เซ็นต์ พบว่า ความเข้มข้นของกรดจะมีผลต่อขนาดอนุภาคเมื่อความเข้มข้นของเกลือเพิ่มขึ้น โดยเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของกรดเป็น 4 โมลาร์ อนุภาคที่ได้มีลักษณะคล้ายการเกาะกลุ่มกันเป็นทรงกลมขนาดใหญ่ขึ้นมากกว่า 200 นาโนเมตร และที่อัตราการไหลต่างๆพบว่าลักษณะและขนาดอนุภาคที่ได้คล้ายกัน โดยเมื่อนำมาเปรียบเทียบผลของความเข้มข้นของเกลือและผลความเข้มข้นของกรดที่อัตราการไหลเดียวกันจะได้ดังนี้

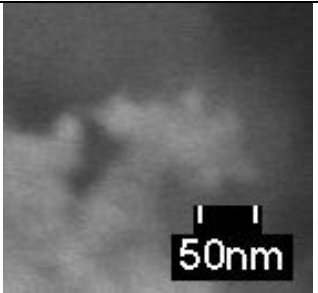
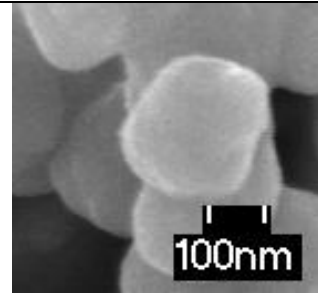
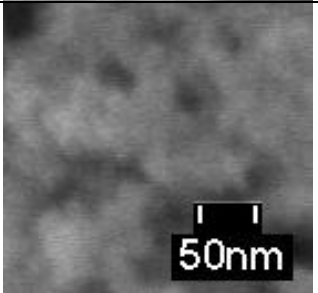
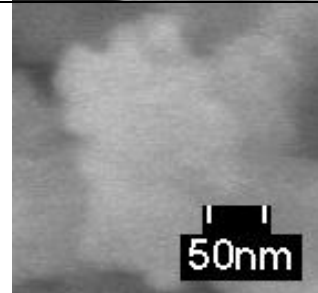
ที่อัตราการใช้ 0.10 มิลลิลิตรต่อนาที

ตารางที่ 5.11 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสองกราดชนิดฟิลด์มิชชันเปรียบเทียบผลของความเข้มข้นกรดและเกลือที่อัตราการใช้ 0.10 มิลลิลิตรต่อนาที

NaCl	10%		
	5%		
		2M	4M
		HCl	

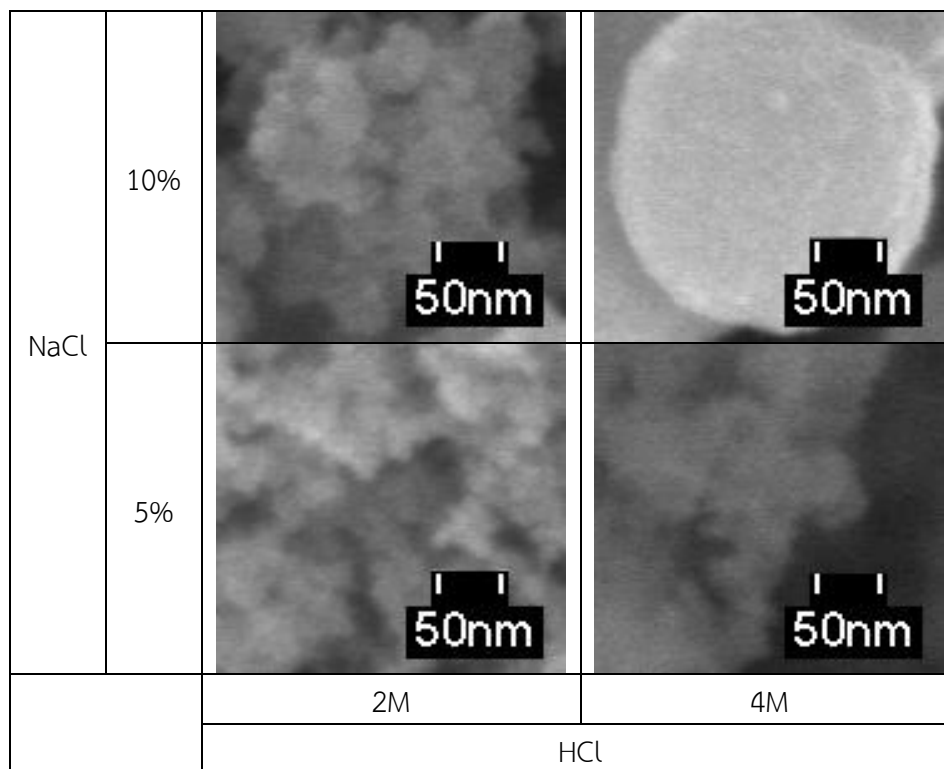
ที่อัตราการใช้ 0.50 มิลลิลิตรต่อนาที

ตารางที่ 5.12 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสองกราดชนิดฟิลด์มิชชันเปรียบเทียบผลของความเข้มข้นกรดและเกลือที่อัตราการใช้ 0.50 มิลลิลิตรต่อนาที

NaCl	10%		
	5%		
		2M	4M
		HCl	

ที่อัตราการไหล 1.00 มิลลิลิตรต่อนาที

ตารางที่ 5.13 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิลด์อิมิชชันเปรียบเทียบผลของความเข้มข้นกรดและเกลือที่อัตราการไหล 1.00 มิลลิลิตรต่อนาที

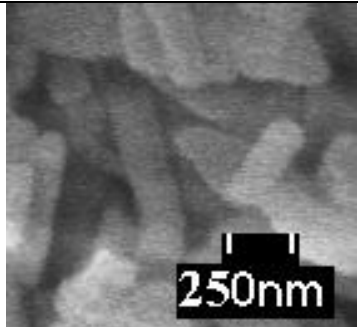
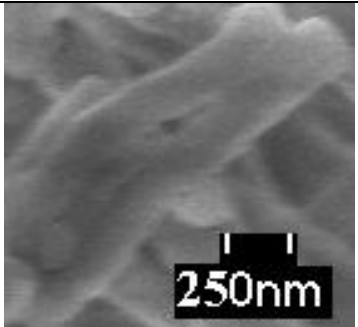
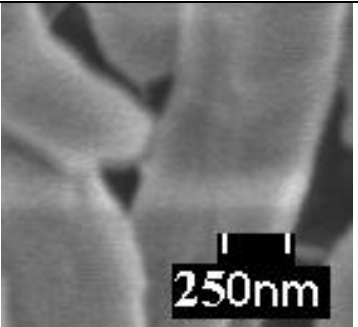
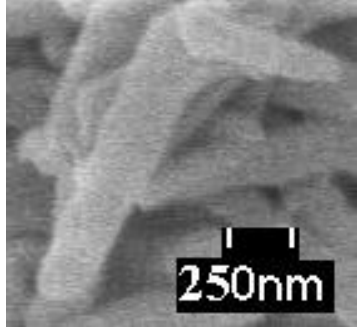
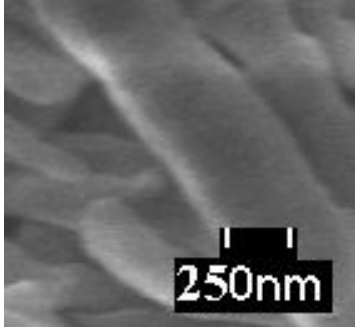
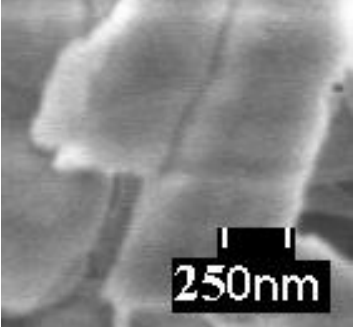


จากผลการสังเคราะห์ด้วยเทคนิคการไหลนี้พบว่า เมื่อใช้เทคนิคการไหลสามารถเกิดปฏิกิริยาได้ทันทีที่ความเข้มข้นของเกลือที่ต่ำกว่าแบบแบท เนื่องจากในการเกิดปฏิกิริยานี้เป็นกลไกที่ขึ้นอยู่กับอุณหภูมิศาสตร์เมื่อสารละลายตั้งต้นไหลเข้าทำปฏิกิริยาในรีแอกเตอร์ที่มีขนาดเล็กจึงทำให้เกิดการผสมกันอย่างทั่วถึงด้วยความรวดเร็ว สารตั้งต้นจึงสามารถทำปฏิกิริยาได้อย่างทั่วถึงทันที ซึ่งเป็นสาเหตุทำให้ปฏิกิริยาเกิดขึ้นได้อย่างรวดเร็ว (Hydrothermal micro continuous-flow synthesis of spherical, cylinder-, star- and flower-like ZnO microparticles 2011, Continuous micro flow synthesis of ZnO nanorods with UV emissions 2007) ซึ่งการเกิดปฏิกิริยาได้ง่ายและเร็วขึ้นสอดคล้องกับงานวิจัยของ Xinqing Chen และคณะ (Flow-synthesis of mesoporous silicas and their use in the preparation of magnetic catalysts for Knoevenagel condensation 2013) ซึ่งทำการสังเคราะห์มีโซพอร์ซิลิกาด้วยเทคนิคการไหลแบบต่อเนื่อง ซึ่งปฏิกิริยาสามารถเกิดได้ภายในเวลาเพียง 10 นาที อย่างไรก็ตาม สารตั้งต้นที่ใช้สังเคราะห์ซิลิกาในงานนั้นเป็นสารประกอบประเภทอแกโนซิลิกา และใช้รีแอกเตอร์ระบบการไหลที่มีขนาดเล็กอยู่ในระดับไมโครเมตร ซึ่งการสังเคราะห์ที่มีลักษณะเช่นในงานวิจัยนี้นั้น ยังไม่พบรายงานการศึกษามาก่อนเป็นการใช้รีแอกเตอร์ที่มีขนาดในระดับมิลลิเมตรซึ่งทำให้สามารถขยายอัตราการผลิตในปริมาณมากได้ง่าย และใช้สารตั้งต้นที่มีราคาถูกและหาได้ง่าย อีกทั้งปฏิกิริยาเกิดขึ้นทันที

สำหรับผลของลักษณะอนุภาคที่ได้สามารถสันนิษฐานได้สองอย่างดังนี้ คือ 1. ลักษณะของอนุภาคเกิดจากการเกิดปฏิกิริยาที่รวดเร็ว ซึ่งเป็นผลจากการสังเคราะห์ด้วยระบบการไหล และการเติมเกลือ และเกิดการหยุดของปฏิกิริยาอย่างรวดเร็ว จึงทำให้อนุภาคนาโนซิลิกาที่ได้มีขนาดเล็กกว่าการสังเคราะห์แบบแบต 2. ในระยะแรกของปฏิกิริยา ที่อนุภาคซิลิกาเริ่มโตในสถานะที่ความเข้มข้นของเกลือมีผลต่ออัตราเร็วการเกิดอนุภาคแต่ยังไม่มีผลต่อการควบคุมลักษณะของอนุภาค จึงทำให้ได้อนุภาคขนาดเล็ก และเมื่อความเข้มข้นของเกลือและของกรดเพิ่มขึ้นจนมีผลต่อการเกิดดับเบิลเลเยอร์ที่เพียงพอต่อการควบคุมลักษณะการโตของอนุภาค ที่ความเข้มข้นของกรดและเกลือสูงอนุภาคที่ได้จึงมีแนวโน้มที่จะมีลักษณะเป็นกลุ่มของอนุภาคไพรมารีขนาดเล็กเกาะกันเป็นทรงกลมขนาดใหญ่ขึ้น

8 เปรียบเทียบผลของความเข้มข้นกรดไฮโดรคลอริกต่ออนุภาคซิลิกาที่ได้ที่อัตราการไหล 300 มิลลิลิตรต่อนาที

ตารางที่ 5.14 เปรียบเทียบผลของความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริกต่ออนุภาคซิลิกาที่ได้ในการสังเคราะห์ที่อัตราการไหล 300 มิลลิลิตรต่อนาที

1M Na ₂ SiO ₃ 25% NaCl		
1.00M HCl	0.50M HCl	0.25M HCl
		
		

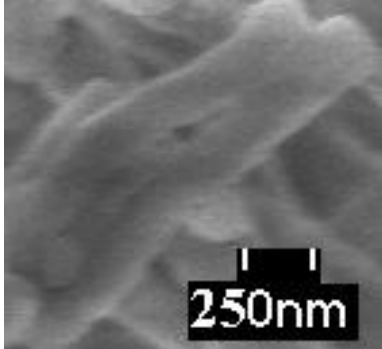
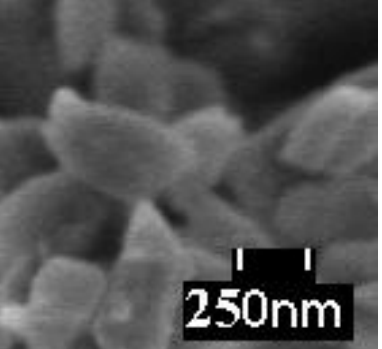
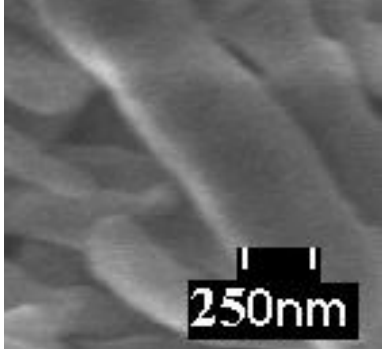
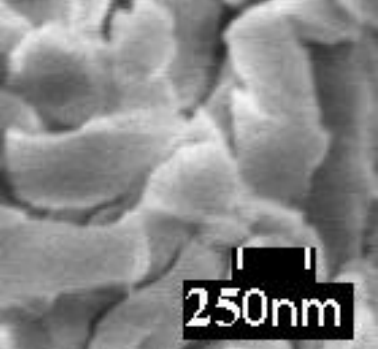
ทำการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาที่อัตราการไหล 300 มิลลิลิตรต่อนาที โดยใช้สารละลายโซเดียมซิลิเกตความเข้มข้น 1 โมลาร์ เป็นสารตั้งต้น ซึ่งที่อัตราการไหลต่ำไม่สามารถทำการสังเคราะห์ที่สภาวะความเข้มข้นของเกลือที่ 20 เปอร์เซ็นต์ ขึ้นไปซึ่งเป็นความเข้มข้นที่เริ่มเกิดปฏิกิริยาทันทีที่ได้จากการทดลองแบบแบตได้ เนื่องจากปฏิกิริยาเกิดขึ้นเร็วมากจนอุดตันระบบจึงต้องทำการปรับปรุง

ระบบ และทำการสังเคราะห์ที่อัตราการไหลสูงขึ้น และลดความเข้มข้นของสารตั้งต้นลงเป็น 1 โมลาร์ ซึ่งปฏิกิริยาสามารถเกิดได้รวดเร็วและมีการไหลได้พอดีในช่วงความเข้มข้นนี้

เปรียบเทียบผลของความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริกต่ออนุภาคซิลิกาที่ได้ในการสังเคราะห์ที่อัตราการไหลสูง ที่อัตรา 300 มิลลิลิตรต่อนาที ที่จำนวนสามความเข้มข้นคือ 1.00, 0.50, และ 0.25 โมลาร์ โดยที่กำหนดความเข้มข้นของสารละลายตั้งต้นโซเดียมซิลิเกต และกำหนดให้ความเข้มข้นของเกลือโซเดียมคลอไรด์เท่ากัน พบว่าอนุภาคที่ได้มีลักษณะเป็นแท่งเส้น โดยเมื่อใช้ความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริคลดลง ขนาดอนุภาคส่วนใหญ่ที่ได้มีแนวโน้มเพิ่มขึ้น ทั้งมิติความหนาและความยาว ซึ่งสามารถอธิบายผลของความเข้มข้นของกรดได้คือ เมื่อมีความเข้มข้นของกรดที่สูงทำให้อนุภาคเริ่มต้นสามารถเกิดขึ้นได้อย่างทั่วถึงในปริมาณมากซึ่งทำให้สารตั้งต้นของปฏิกิริยาหมดอย่างรวดเร็วจึงทำให้การโตของอนุภาคมีขนาดเล็กกว่า ในสภาวะที่ความเข้มข้นของกรดต่ำลงนั้นจะส่งผลทำให้การเกิดอนุภาคเริ่มต้นในจำนวนที่ต่ำกว่า และมีผลทำให้เหลือปริมาณของโซเดียมซิลิเกตตั้งต้นที่มากกว่า จึงทำให้อนุภาคสามารถโตขึ้นได้มากกว่าตามลำดับ

9 เปรียบเทียบผลของความเข้มข้นของเกลือต่ออนุภาคซิลิกาที่ได้ในการสังเคราะห์ที่อัตราการไหล 300 มิลลิลิตรต่อนาที

ตารางที่ 5.15 เปรียบเทียบผลของความเข้มข้นของเกลือต่ออนุภาคซิลิกาที่ได้ในการสังเคราะห์ที่อัตราการไหล 300 มิลลิลิตรต่อนาที

1M Na ₂ SiO ₃ 0.50M HCl 25% NaCl		1M Na ₂ SiO ₃ 0.50M HCl 20% NaCl	
			
			

เมื่อได้ทำการลดปริมาณความเข้มข้นของเกลือจาก 25 ลงมาเป็น 20 เปอร์เซ็นต์ เมื่อนำผลมาเปรียบเทียบพบว่าอนุภาคที่ได้มีลักษณะสั้นลงแต่และมีรูปร่างไม่แน่นอน อนุภาคที่มีลักษณะคล้ายเป็นแท่งเช่นเดิมแต่สั้นลงแต่ยังมีขนาดโครงสร้างอนุภาคใกล้เคียงกันคือมีความหนาของแท่งอยู่ในช่วงประมาณ 250 นาโนเมตร

โดยสามารถอธิบายผลของความเข้มข้นของเกลือที่สูงคือ ที่สภาวะนี้สารละลายมีความอึดตัวยิ่งยวด โดยอ้างอิงจากผลจากผลการทดลองแบบแบท ซึ่งเมื่อนำมาทำการสังเคราะห์ด้วยระบบการไหลแบบต่อเนื่องจึงทำให้อนุภาคเกิดการโตอย่างรวดเร็วซึ่งเมื่อประกอบกับผลของการควบคุมการโตของชั้นของเกลือคาดว่าอนุภาคจะโตในลักษณะตามยาวต่อจากทรงกลม ทำให้อนุภาคที่ได้มีลักษณะคล้ายแท่งทรงกลม โดยเมื่อพิจารณาที่ความเข้มข้นของเกลือต่ำลงทำให้การควบคุมลักษณะทรงกลมของเกลือมีประสิทธิภาพต่ำลงเมื่อมีการก่อตัวจากการอึดตัวแบบยิ่งยวดจึงทำให้อนุภาคที่ได้มีลักษณะเบี่ยงเบนจากทรงกระบอกกลมไปในลักษณะที่ไม่แน่นอนมากขึ้น ซึ่งอย่างไรก็ตามยังไม่มีรายงานวิจัยที่สังเคราะห์อนุภาคซิลิกาที่มีลักษณะคล้ายแท่งด้วยระบบการไหลมาก่อน โดยพบว่ามีรายงานการใช้สารตั้งต้นที่เป็นโซเดียมซิลิเกตและใช้ triblock copolymer Pluronic P123 เข้าช่วย (Key role of sodium silicate modulus in synthesis of mesoporous silica SBA-15 rods with controllable lengths and diameters 2012) และพบเพียงรายงานการวิจัยที่ใช้การสังเคราะห์จากสารตั้งต้นประเภทออร์แกนอซิลิเกต และใช้สารลดแรงตึงผิวเข้าช่วย (A convenient route to synthesize SBA-15 rods with tunable pore length for lysozyme adsorption 2013, Synthesis of length controllable mesoporous SBA-15 rods 2009.) ซึ่งมีความเป็นไปได้ที่จะเกิดการควบคุมลักษณะการโตของอนุภาคในกลไกลักษณะเดียวกันนี้ได้ โดยที่จะสามารถอธิบายผลได้ชัดเจนยิ่งขึ้นเมื่อทำการทดลองเพิ่มเติมอย่างละเอียดและทำการศึกษาผลที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคอื่นๆ เพิ่มเติมมากขึ้น

ข้อเสนอแนะ

1. ควรทำการศึกษาปรับปรุงรีแอกเตอร์เพิ่มเติมโดยละเอียดเพื่อแก้ไขปัญหาการเกิดปัญหาปริมาตรตาย
2. เนื่องจากกลไกของการเกิดปฏิกิริยานั้นเกิดจากปัจจัยทางอุณหพลศาสตร์ และจากผลการทดลองสามารถเกิดอนุภาคในระดับนาโนเมตรขนาดต่างๆ ได้แล้ว จึงควรทำการศึกษาถึงปัจจัยอื่นๆ ให้ละเอียดครบถ้วนต่อไป เช่น การศึกษาผลของอุณหภูมิ เป็นต้น
3. จากผลการวิจัยพบว่า มีปัจจัยที่สามารถจะควบคุมลักษณะของอนุภาคซิลิกาที่สังเคราะห์ได้หลายปัจจัย จึงควรที่จะทำการศึกษาอย่างละเอียดในแต่ละปัจจัยเพิ่มเติม เช่น โดยทำการเพิ่มความถี่ในแต่ละปัจจัยที่ศึกษาให้ละเอียดขึ้น เป็นต้น
4. เนื่องจากผลิตภัณฑ์ที่ได้มีขนาดที่เล็กมาก และอยู่ในช่วงที่ต่ำกว่า 50 นาโนเมตร และมีสภาพการนำไฟฟ้าที่น้อยมากจนถึงไม่นำไฟฟ้า และมีการเปลี่ยนแปลงลักษณะอนุภาคที่เกิดขึ้นอยู่ในระดับเล็กกว่า 50 นาโนเมตร ดังนั้นจึงควรทำการศึกษาอนุภาคที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิคที่หลากหลาย และมีความละเอียดที่สูงขึ้น เพิ่มเติม เช่น เทคนิค High-resolution transmission electron microscopy เทคนิคการวิเคราะห์ธาตุเชิงปริมาณ เชิงคุณภาพด้วย EDS หรือ EDX เป็นต้น

5. ควรศึกษาคุณสมบัติที่เกี่ยวข้องกับการนำไปใช้ประโยชน์เพิ่มเติม เช่น ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะ จะทำให้สามารถเลือกนำไปประยุกต์ใช้ประโยชน์ได้ง่ายขึ้น

6. ควรที่จะนำอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีลักษณะต่างๆและขนาดต่างๆที่สังเคราะห์ได้นั้นไป ทำการศึกษาเกี่ยวกับการประยุกต์ใช้ประโยชน์เพิ่มเติมต่อ เนื่องจากเป็นวัสดุที่สามารถประยุกต์ใช้เพิ่ม มูลค่าได้หลากหลายด้าน และมีแนวโน้มจากงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง ที่ได้ทำการศึกษาถึงการใช้อย่าง คุ้มค่าด้านต่างๆที่มีมูลค่าสูง เพื่อให้เกิดการนำมาใช้ประโยชน์เพิ่มเติม

บรรณานุกรม

บรรณานุกรมภาษาไทย

- ศรีเพ็ญ ท้าวตา, นิยม บุญถนอม และบรรจบ ยศสมบัติ (1988) รายงานการวิจัยเรื่องการเตรียมซิลิกอนไดออกไซด์จากแกลบ. ทุนอุดหนุนจากคณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ประจำปี 2531.
- ศูนย์สารสนเทศการเกษตร สำนักงานเศรษฐกิจการเกษตร สำนักนโยบายและแผนพัฒนาการเกษตร กระทรวงเกษตรและสหกรณ์ เอกสารสถิติการเกษตรเลขที่ 414. (2552). *ข้อมูลพื้นฐานเศรษฐกิจการเกษตร*.
- สันติ รัตนวีรนนท์ (2004) เงื่อนไขที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมซิลิกาจากขี้เถ้าแกลบ. สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ (วช.) : ฐานข้อมูล (2555). [http://www.energy-based.nrct.go.th/Article/Ts-3 preparation of magnesium silicide from rice hull ash.pdf](http://www.energy-based.nrct.go.th/Article/Ts-3%20preparation%20of%20magnesium%20silicide%20from%20rice%20hull%20ash.pdf)
- สำนักงานพัฒนาผลิตภัณฑ์ข้าว. <http://www.riceproduct.org>.
- สำนักงานเศรษฐกิจการเกษตร กระทรวงเกษตรและสหกรณ์. (2555). http://www.oae.go.th/download/download_journal/fundamaton-2552.pdf.

บรรณานุกรมภาษาต่างประเทศ

- A. Vankateswara Rao, A. Parvathy Rao, M. M. Kulkarni. (2004). Influence of gel aging and $\text{Na}_2\text{SiO}_3/\text{H}_2\text{O}$ molar ratio on monolithicity and physical properties of water-glass-based aerogels dried at atmospheric pressure, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 350, 224-229.
- Alkis C Makrides, Maryjane Turner, John Slaughter. (1980). Condensation of silica from supersaturated silicic acid solutions, *Journal of Colloid and Interface Science*, 73(2, February), 345-367.
- Bruce Allan Fleming. (1986). Kinetics of reaction between silicic acid and amorphous silica surfaces in NaCl solutions, , *Journal of Colloid and Interface Science*, 110(1, March), 40-64.
- Chemat Group total lab solution. (2009). *TOTAL SOL-GEL SOLUTION*. 2009. <http://www.chemat.com/>
- D.N. Subbukrishna, K.C. Suresh, P.J. Paul, S. Dasappa, N.K.S. Rajan. (2007). Precipitated Silica from Rice Husk Ash by IPSIT process, , 15th European Biomass Conference & Exhibition, 7-11 May 2007, Berlin, Germany.

- D.SIVA PRASAD, A. RAMA KRISHNA. (2010). Fabrication and Characterization of A356.2- Rice Husk Ash Composite using Stir casting technique, *International Journal of Engineering Science and Technology*, Vol. 2(12), 7603-7608.
- Dang Viet Quang, Pradip B. Sarawade, Askwar Hilonga, Sung Dae Park, Jong-Kil Kim, Hee Taik Kim. (2011). Facile route for preparation of silver nanoparticle-coated precipitated silica, *Applied Surface Science*, 257, 4250–4256.
- Dawei Li, Xifeng Zhu. (2011). Short-period synthesis of high specific surface area silica from rice husk char, *Materials Letters*, 65(11, 15 June), 1528-1530.
- Elizabeth A. Gorrepati, Pattanapong Wongthahan, Sasanka Raha, H. Scott Fogler. (2010). Silica Precipitation in Acidic Solutions: Mechanism, pH Effect, and Salt Effect, , *Langmuir* 26(13), 10467.
- European Chemical News*, 14 Jun 2004, 80 (2104), 16.
- Gary A. Icopini, Susan L. Brantley, Peter J. Heaney. (2005). Kinetics of silica oligomerization and nanocolloid formation as a function of pH and ionic strength at 25°C, *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 69(Issue 2, 15 January), 293-303.
- H.C. Hamaker. (1937). The London—van der Waals attraction between spherical particles, *Physica*, Volume 4(10, October), 1058-1072.
- Horacio E. Bergna, William O. Roberts. (2006). *Colloidal silica fundamentals and applications*, CRC Press Taylor & Francis Group.
- Juthamas Jitcharoen, Arunya Pimmongkon, and Prachak Chantree. (2006). Production of Pure and High Specific Surface Area Silica from Black Glutinous Rice Husks with Hydrochloric Acid Pre-treatment.
- Jyoti L. Gurav, A. Venkateswara Rao, A. Parvathy Rao, D.Y. Nadargi, S.D. Bhagat. (2009). Physical properties of sodium silicate based silica aerogels prepared by single step sol-gel process dried at ambient pressure, *Journal of Alloys and Compounds*, 476, 397-402.
- Ki Do Kim, Kwan Young Choi, Ji Won Yang. (2005). Formation of spherical hollow silica particles from sodium silicate solution by ultrasonic spray pyrolysis method, *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects* 254, 193–198.
- Koichi Kajihara. (2013). Recent advances in sol–gel synthesis of monolithic silica and silica-based glasses, , *Journal of Asian Ceramic Societies*, 1(Issue 2, June), 121-133.
- Lara Bertarelli. (2005). *BIOMASS FOR ELECTRICITY GENERATION IN ASEAN. Biomass Theme – ICRA Background Paper. Innovation Energie Développement – IED. Final Version 7.0, 2009, <http://www.ied-asean.com/upload/WO250.pdf>*

- Laura Gutierrez, Leyre Gomez, Silvia Irusta, Manuel Arruebo, Jesus Santamaria. (2011). Comparative study of the synthesis of silica nanoparticles in micromixer–microreactor and batch reactor systems, , *Chemical Engineering Journal*, 171, 674– 683.
- Liang-Yi Lin and Hsunling Bai. (2010). Continuous generation of mesoporous silica particles via the use of sodium metasilicate precursor and their potential for CO₂ capture, *Microporous and Mesoporous Materials*, 136(1-3), 25-32.
- Nicholas Leventis, Matthias M. Koebel, (2011). *Aerogels Handbook. Advances in Sol-Gel Derived Materials and Technologies*. New York Dordrecht Heidelberg London: Springer Science+Business Media, LLC.
- Nittaya Thuadaij and Apinon Nuntiya. (2008). Preparation of Nanosilica Powder from Rice Husk Ash by Precipitation Method, , *Chiang Mai J. Sci*, 35(1), 206-211.
- Pornmanee Khamloet and Amarawan Intasiri. (2004). Synthesis and characterization of salen-doped mesoporous silica through sol-gel method and its application to Cu(II) extraction.
- Pradip B. Sarawade, Jong-Kil Kim, Askwar Hilonga, Hee Taik Kim. (2010). Production of low-density sodium silicate-based hydrophobic silica aerogel beads by a novel fast gelation process and ambient pressure drying process, *Solid State Sciences*, 12, 911–918.
- Qi Tang and Tao Wang, J. (2005). Preparation of silica aerogel from rice hull ash by supercritical carbon dioxide drying,. *of Supercritical Fluids*,. 35, 91–94.
- S. Li, G.A. Gross, P.M. Günther, J.M. Köhler. (2011). Hydrothermal micro continuous-flow synthesis of spherical, cylinder-, star- and flower-like ZnO microparticles, *Chemical Engineering Journal*, 167(2–3), 681-687.
- S. Marzouk, F. Rachdi, M. Fourati, J. Bouaziz. (2004). Synthesis and grafting of silica aerogels, , *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, 234, 109–116.
- S.S. Panda, D.P. Mishra, A. Upadhyaya. (2009). Effect of varying gas- flow conditions on the characteristics of the diffusion flame and silica powders prepared using flame combustion synthesis, , *Powder Technology* 191, 164–169.
- Sang-Wook Ui, Seung-Jae Lim, Sang-Hoon Lee and Sung-Churl Choi. (2009). Control of size and morphology of nano-size silica particles using a sodium silicate solution, , *Journal of Ceramic Processing Research*. 10(4), 553-558.
- Seunghun Lee, Young Chul Cha, Hae Jin Hwang, Ji-Woong Moon, In Sub Han. (2007). The effect of pH on the physicochemical properties of silica aerogels prepared by an ambient pressure drying method, , *Materials Letters*, 61, 3130–3133.

- Shang-Ru Zhai, Sung Soo Park, Mina Park, M. Habib Ullah, Chang-Sik Ha. (2008). Role of inorganic salts in the formation of ordered periodic mesoporous organosilicas (PMOs) without extra acids, , *Microporous and Mesoporous Materials*, 113(1–3), 47-55.
- Sharad D Bhagat, Kyung-Tae Park, Yong-Ha Kim, Jong-Soon Kim, Jong-Hun Han. (2008). A continuous production process for silica aerogel powders based on sodium silicate by fluidized bed drying of wet-gel slurry, , *Solid State Sciences*, 10, 1113 – 1116.
- Shengtai He, Yulan Liu, Masato Uehara, Hideaki Maeda. (2007). Continuous micro flow synthesis of ZnO nanorods with UV emissions, *Materials Science and Engineering: B*, 137(1–3), 295-298.
- Suchada Issaraporn and Metta Chareonpanich. (2006). Modification of Pore Size of SBA-15 Mesoporous Silica Produced from Rice Husk Ash.
- Tzong-Hong Liou. (2004). Preparation and characterization of nano-structured silica from rice husk, , *Materials Science and Engineering*, A364, 313-323.
- Valle-Delgado JJ, Molina-Bolívar JA, Galisteo-González F, Gálvez-Ruiz MJ, Feiler A, Rutland MW. (2005). Hydration forces between silica surfaces: experimental data and predictions from different theories, *J Chem Phys*. 15(3), 123.
- X. Cai, R.Y. Hong, L.S.Wang, X.Y.Wang, H.Z. Li, Y. Zheng, D.G.Wei. (2009). Synthesis of silica powders by pressured carbonation, , *Chemical Engineering Journal*, 151, 380–386.
- Xinqing Chen, Manuel Arruebo, King Lun Yeung. (2013). Flow-synthesis of mesoporous silicas and their use in the preparation of magnetic catalysts for Knoevenagel condensation reactions, *Catalysis Today*, 204, 140-147.
- Yangang Wang, Fengyuan Zhang, Yanqin Wang, Jiawen Ren, Changlin Li, Xiaohui Liu, Yun, Guo, Yanglong Guo, Guangzhong Lu. (2009). Synthesis of length controllable mesoporous SBA-15 rods, , *Materials Chemistry and Physics*, 115(2–3), 649-655.
- Yi Ding, Guangfu Yin, Xiaoming Liao, Zhongbin Huang, Xianchun Chen, Yadong Yao. (2012). Key role of sodium silicate modulus in synthesis of mesoporous silica SBA-15 rods with controllable lengths and diameters, , *Materials Letters*, 75, 45-47.
- Yi Ding, Guangfu Yin, Xiaoming Liao, Zhongbing Huang, Xianchun Chen, Yadong Yao, Jun Li. (2013). A convenient route to synthesize SBA-15 rods with tunable pore length for lysozyme adsorption, , *Microporous and Mesoporous Materials*, 170, 45-51.

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก.

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิลด์อิมิสชัน

ภาคผนวก ก

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิลด์อิมิสซัน (Field Emission Scanning Electron Microscope : FESEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิลด์อิมิสซันเป็นการวิเคราะห์โครงสร้างระดับจุลภาคของวัสดุของแข็งระดับนาโนเมตร ที่มีความสามารถแยกแยะรายละเอียด (Resolution) สูงถึง 1.5 นาโนเมตร ทั้งนี้ ขึ้นอยู่กับสภาพการนำไฟฟ้า และสมบัติทางกายภาพของชิ้นงานตัวอย่างด้วย กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดเป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่มีกำลังขยายไม่สูงเท่ากับเครื่อง TEM การเตรียมตัวอย่างเพื่อที่จะดูด้วยเครื่อง SEM นี้ไม่จำเป็นที่ตัวอย่างจะต้องมีขนาดบางเท่ากับเมื่อดูด้วยเครื่อง TEM เนื่องจากไม่ได้ทำการตรวจวัดอิเล็กตรอนที่มาจากการที่อิเล็กตรอนเคลื่อนที่ทะลุผ่านตัวอย่าง ซึ่งภาพที่ได้นั้นได้จากการตรวจวัดอิเล็กตรอนที่สะท้อนจากพื้นผิวหน้าของตัวอย่างที่ทำการวิเคราะห์ ซึ่งภาพที่ได้จากเครื่อง SEM นี้จะเป็นภาพลักษณะของ 3 มิติ ดังนั้นเครื่อง SEM จึงถูกนำมาใช้ในการศึกษาสัณฐานและรายละเอียดของลักษณะพื้นผิวของตัวอย่าง เช่น ลักษณะพื้นผิวด้านนอกของเนื้อเยื่อและเซลล์ หน้าตัดของโลหะและวัสดุ เป็นต้น ซึ่งเป็นข้อดีของเครื่อง SEM เมื่อเปรียบเทียบกับเครื่อง TEM ในขณะที่ภาพจากเครื่อง TEM จะให้ภาพลักษณะ 2 มิติ อีกทั้งวิธีการใช้งานเครื่อง SEM จะมีความรวดเร็วและใช้งานง่ายกว่าเครื่อง TEM มาก

หลักการทำงานโดยทั่วไปของเครื่อง SEM ส่วนหลักจะประกอบด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนซึ่งทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอนเพื่อป้อนให้กับระบบ โดยที่กลุ่มอิเล็กตรอนที่ได้จากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้า จากนั้นกลุ่มอิเล็กตรอนจะผ่านเลนส์รวบรวมรังสี (condenser lens) เพื่อทำให้กลุ่มอิเล็กตรอนกลายเป็นลำอิเล็กตรอน ซึ่งจะสามารถปรับให้ขนาดของลำอิเล็กตรอนใหญ่หรือเล็กได้ตามต้องการ โดยหากต้องการภาพที่มีความคมชัดขึ้นจะปรับให้ลำอิเล็กตรอนมีขนาดเล็ก หลังจากนั้นลำอิเล็กตรอนจะถูกปรับระยะโฟกัสโดยเลนส์ใกล้วัตถุ (objective lens) ลงไปบนผิวชิ้นงานที่ต้องการศึกษา หลังจากลำอิเล็กตรอนถูกกราดลงบนชิ้นงานแล้วจะทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (secondary electron) ขึ้น ซึ่งสัญญาณจากอิเล็กตรอนทุติยภูมินี้จะถูกบันทึก และแปลงไปเป็นสัญญาณทางอิเล็กทรอนิกส์

ระบบเลนส์ของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน ใช้เลนส์เป็นแม่เหล็กไฟฟ้าแทนเลนส์แก้วในกล้องจุลทรรศน์ธรรมดาทั่วไป เลนส์แม่เหล็กไฟฟ้านั้นจะประกอบด้วยขดลวดพันรอบแท่งเหล็ก ซึ่งเมื่อผ่านกระแสไฟฟ้าเข้าไปจะทำให้เกิดสนามแม่เหล็กขึ้น ซึ่งจะช่วยให้ลำแสงอิเล็กตรอนเข้มข้นขึ้นเพื่อไปตกอยู่ที่วัตถุที่ต้องการศึกษา เลนส์ของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนนั้นประกอบด้วย เลนส์รวมแสง และเลนส์โปรเจกเตอร์ โดยโปรเจกเตอร์เลนส์นั้นมีหน้าที่ฉายภาพ จากตัวอย่างที่ต้องการศึกษาลงดีเทคเตอร์ และแปลงเป็นสัญญาณอิเล็กทรอนิกส์

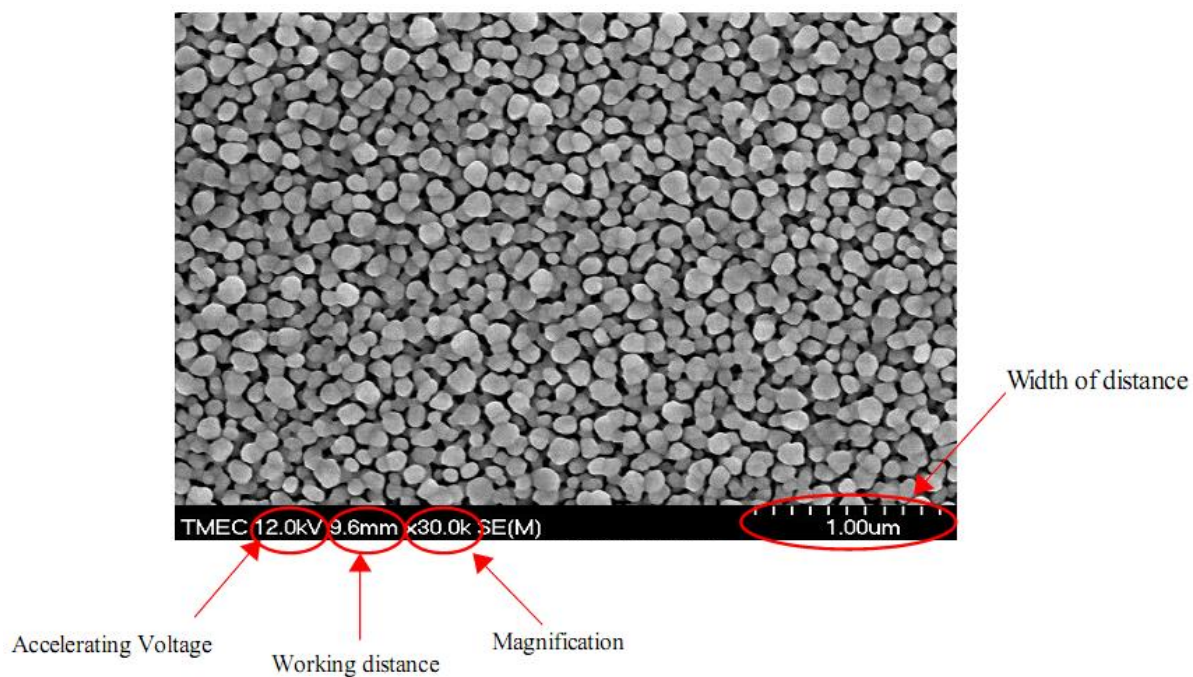
แหล่งกำเนิดลำแสงอิเล็กตรอน แหล่งกำเนิดลำแสงอิเล็กตรอนที่ใช้คือ ปืนยิงอิเล็กตรอน ซึ่งมีลักษณะเป็นขดลวดตัวทำจากทั้งสเตน อิเล็กตรอนจะถูกปล่อยออกมาหลังจากผ่านกระแสไฟฟ้าเข้าไปในขดลวด เนื่องจากอิเล็กตรอนมีขนาดเล็กมากและมีประจุ จึงจะต้องมีการดูดอากาศออกจากตัวกล้องให้เป็นสุญญากาศ เพื่อป้องกันการรบกวนของลำแสงอิเล็กตรอน และเพื่อป้องกันการเกิดการหักเห เนื่องมาจากการชนกันของมวลอากาศกับลำแสงอิเล็กตรอน



รูปที่ ก-1 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิลด์อิมิสชันรุ่น FE-SEM MODEL: HITACHI – S4700 ที่ใช้ในงานวิจัยนี้

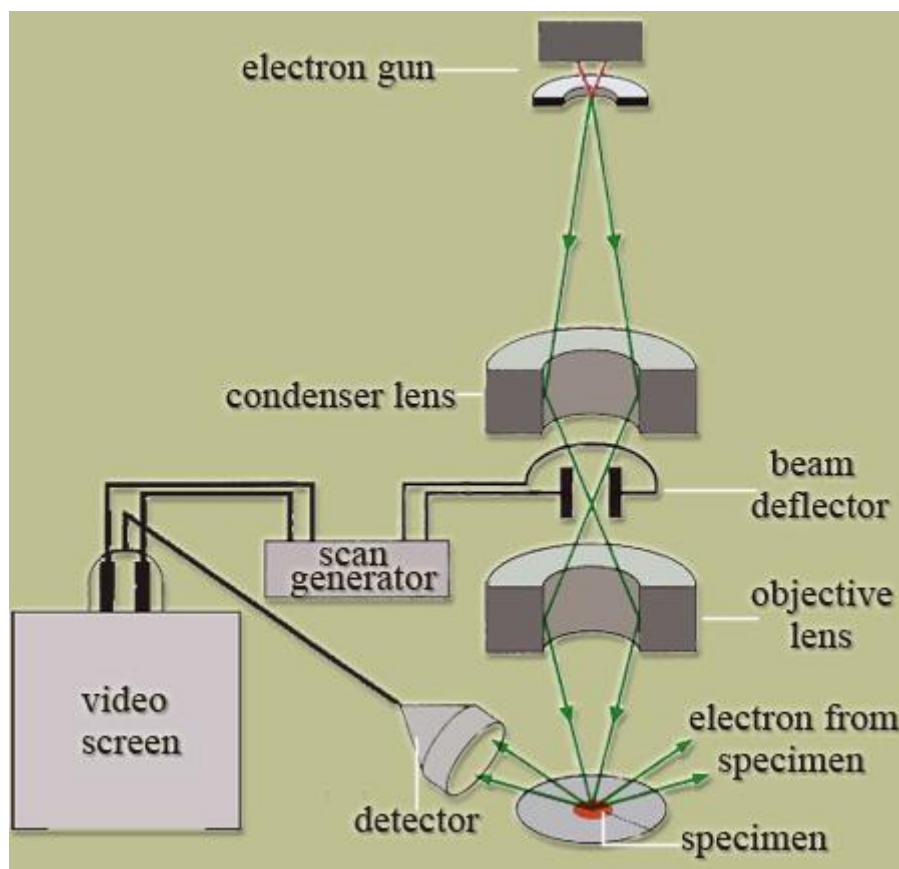
คุณสมบัติของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิลด์อิมิสชันรุ่น FE-SEM MODEL: HITACHI – S4700 ที่ใช้ในงานวิจัยนี้

- Magnification 30x – 500,000x
- 2.1 nm. resolution at 1 kV.
- 1.5 nm. resolution at 15 kV.
- Sample size up to 6 inches diameter with a thickness <1cm.
- 2 secondary electron detectors at different positions for optimum surface image
- Measure the size of the structure by using CD measurement mode
- Storage image with digital file or thermal printing.



รูปที่ ก-2 แสดงลักษณะภาพถ่ายที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิลด์อิมิสชัน รุ่น FE-SEM MODEL: HITACHI – S4700 ที่ใช้ในงานวิจัยนี้

การตรวจดูค่าสภาวะที่ใช้ในการวิเคราะห์แต่ละตัวอย่างจะสามารถตรวจดูค่าที่มีความสำคัญ ได้ได้รูปโดยตัวเลขต่างๆได้รูปภาพแสดงถึงค่าดังลูกศรในภาพ ซึ่งค่าขนาดในสเกลบาร์ด้านล่างขวาคือ ค่าของระยะทั้งหมด 10 ช่อง โดยตามตัวอย่างหมายถึงความกว้างทั้งหมด 10 ช่อง มีค่าเท่ากับ 1.00 ไมโครเมตร ในแต่ละช่องย่อยจึงมีความกว้างเท่ากับ 0.10 ไมโครเมตร หรือ 100 นาโนเมตร เป็นต้น



รูปที่ ก-3 ส่วนประกอบและการทำงานโดยทั่วไปของเครื่อง SEM

FESEM ยังสามารถเชื่อมต่อกับอุปกรณ์วิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน (Energy Dispersive X-Ray Spectrometer ; EDS) ซึ่งช่วยในการศึกษา ชนิด ปริมาณ และการกระจายขององค์ประกอบธาตุของวัสดุที่ศึกษาได้

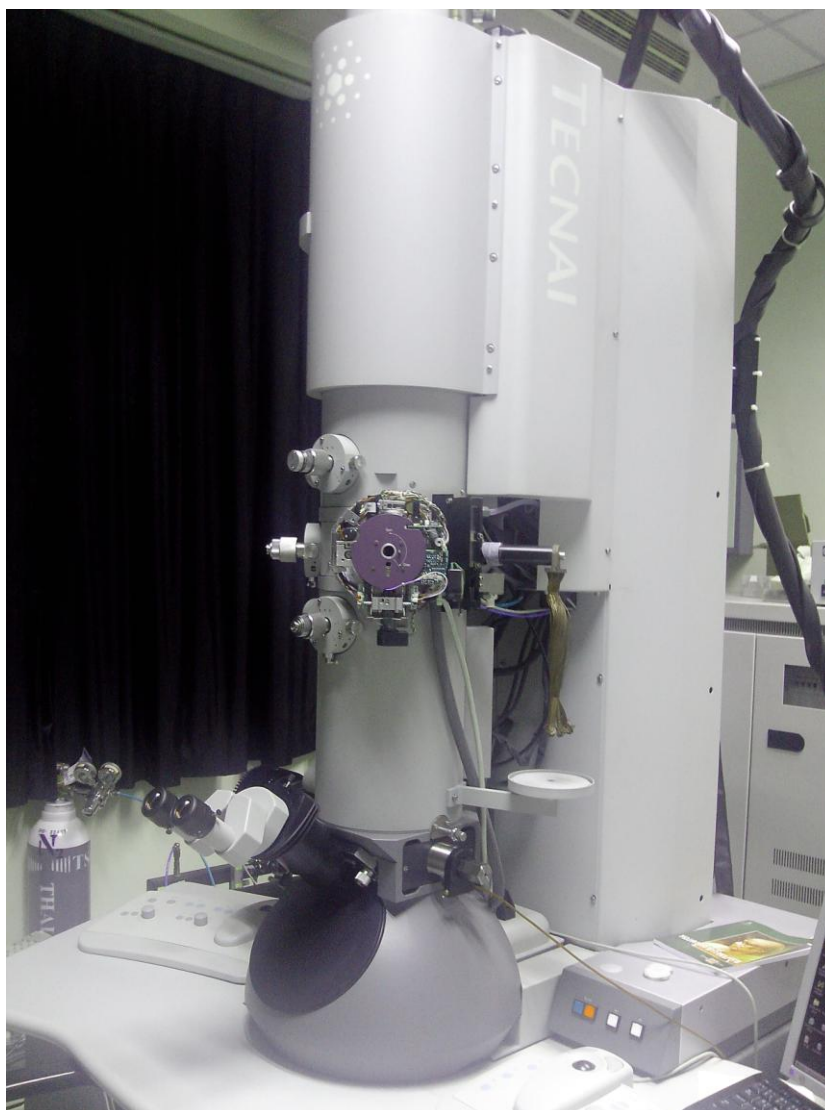
Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS) เป็นเทคนิคการวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุ ตั้งแต่ โบรอนไปจนถึงยูเรเนียม ของวัสดุของแข็งในพื้นที่ระดับต่ำกว่าไมโครเมตร และยังสามารถวิเคราะห์การกระจายตัวของธาตุที่ประกอบอยู่ในชิ้นงานตัวอย่างได้ด้วย โดยสามารถแสดงเป็นแผนที่ได้ (Mapping) ความสามารถในการตรวจวัดปริมาณธาตุสามารถตรวจวัดได้ต่ำสุดถึง 0.1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก (wt.%) โดยเครื่องรุ่น S-4700 ที่ใช้ในงานวิจัยนี้ได้ทำการติดตั้ง EDS ยี่ห้อ Bruker AXS รุ่น Quantax 4010 เป็นการทำการตรวจวัดรังสี X-rays ที่ออกมาจากตัวอย่างซึ่งปล่อยออกมาจากตัวอย่างเนื่องจากการถูกกระตุ้นด้วยลำอิเล็กตรอน ซึ่งจะมีค่าเฉพาะของแต่ละธาตุ จึงสามารถทำให้นำมาวิเคราะห์หาธาตุที่เป็นองค์ประกอบได้

ภาคผนวก ข.

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

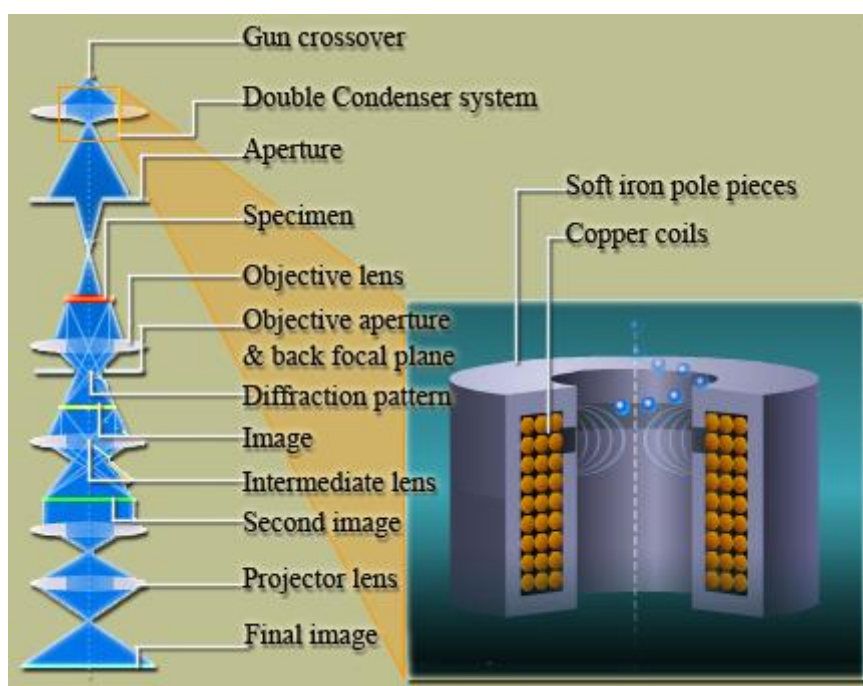
ภาคผนวก ข

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน transmission electron microscope (TEM) เป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่ใช้ศึกษาตัวอย่างชนิดบาง ซึ่งเตรียมขึ้นโดยวิธีพิเศษเพื่อให้ลำอนุภาคอิเล็กตรอนผ่านทะลุได้ การสร้างภาพจากกล้องประเภทนี้จะทำได้โดยการตรวจวัดอิเล็กตรอนที่ทะลุผ่านตัวอย่าง เครื่อง TEM เหมาะสำหรับศึกษารายละเอียดขององค์ประกอบภายในของตัวอย่าง เช่น องค์ประกอบภายในเซลล์ ลักษณะของเยื่อหุ้มเซลล์ ผนังเซลล์ รวมทั้งทำให้สามารถมองเห็นโครงสร้างภายในของอนุภาคได้ เป็นต้น ซึ่งจะให้รายละเอียดสูงกว่ากล้องจุลทรรศน์ชนิดอื่นๆ เนื่องจากมีกำลังขยายและประสิทธิภาพในการแจกแจงรายละเอียดสูงมาก (โดยที่กำลังขยายสูงสุดประมาณ 0.1 นาโนเมตร)



รูปที่ ข-1 เครื่อง TEM (Transmission Electron Microscope) ยี่ห้อ FEI รุ่น TECNAI T20 G² ที่ใช้ในงานวิจัยนี้

หลักการทำงานโดยทั่วไปของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน ส่วนประกอบหลักจะประกอบด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนซึ่งทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอนเพื่อป้อนให้กับระบบ โดยที่กลุ่มอิเล็กตรอนที่ได้จากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้า จากนั้นกลุ่มอิเล็กตรอนจะเคลื่อนที่ผ่านเลนส์รวบรวมรังสี (condenser lens) เพื่อที่จะทำให้กลุ่มอิเล็กตรอนกลายเป็นลำอิเล็กตรอน ซึ่งสามารถปรับให้ขนาดของลำอิเล็กตรอนใหญ่หรือเล็กได้ตามต้องการ จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะเคลื่อนที่ผ่านตัวอย่างที่จะศึกษา (specimen) ไป ซึ่งตัวอย่างที่จะศึกษาจะต้องมีลักษณะที่แบน และบางมาก (มักอยู่ในช่วงระหว่าง 1 - 100 นาโนเมตร) จากนั้นจะเกิดการกระเจิงอนุภาคขึ้นเมื่ออิเล็กตรอนทะลุผ่านตัวอย่างไป และจากนั้นอิเล็กตรอนที่ทะลุผ่านตัวอย่างไปนี้ก็จะถูกปรับโฟกัสของภาพโดยเลนส์ใกล้วัตถุ (objectivir lens) ซึ่งเป็นเลนส์ที่ทำหน้าที่ขยายภาพให้ได้รายละเอียดมากที่สุด จากนั้นจะได้รับการขยายด้วยเลนส์ไปสู่จอร์บ (projector lens) และปรับโฟกัสของลำอนุภาคอิเล็กตรอนให้ยาวพอดีที่จะปรากฏบนฉากเรืองแสง สุดท้ายจะเกิดการสร้างภาพขึ้นมาได้



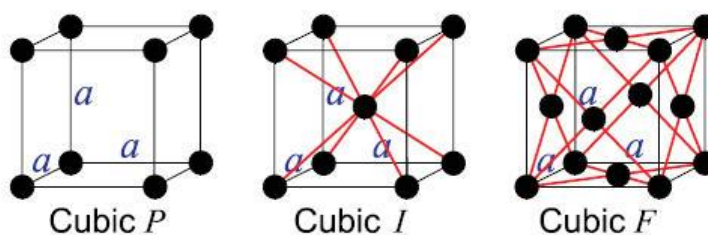
รูปที่ ข-2 ส่วนประกอบและการทำงานโดยทั่วไปของเครื่อง TEM

ภาคผนวก ค.

เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์

ภาคผนวก ค

เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ หรือ X-ray Diffractometer (XRD) เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์สมบัติของวัสดุ โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบหน้าผลึก ของสารตัวอย่างที่มุมต่างๆกัน ผลการวิเคราะห์ที่ได้จะถูกนำไปเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐาน เพื่อระบุวิธภาคองค์และประกอบของสารตัวอย่าง เป็นการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ที่ไม่ทำลายสารตัวอย่าง (Non-destructive method) โดยสามารถทำการวิเคราะห์ได้ทั้งสารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง และนำมาใช้ศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างผลึกของสารตัวอย่างได้อีกด้วย ในผลึกของตัวอย่างแต่ละชนิด จะมีขนาดของ Unit Cell ที่ไม่เท่ากัน ทำให้ Pattern ของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ที่ออกมาไม่เท่ากัน ทำให้เราสามารถหาความสัมพันธ์ของสารประกอบต่างๆ กับ Pattern การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ได้ ซึ่งจะช่วยให้เราทราบว่า ในตัวอย่างนั้นๆ มีสารประกอบอะไรอยู่บ้าง



รูปที่ ค-1 ตัวอย่างการจัดโครงสร้างของผลึกแบบต่างๆ

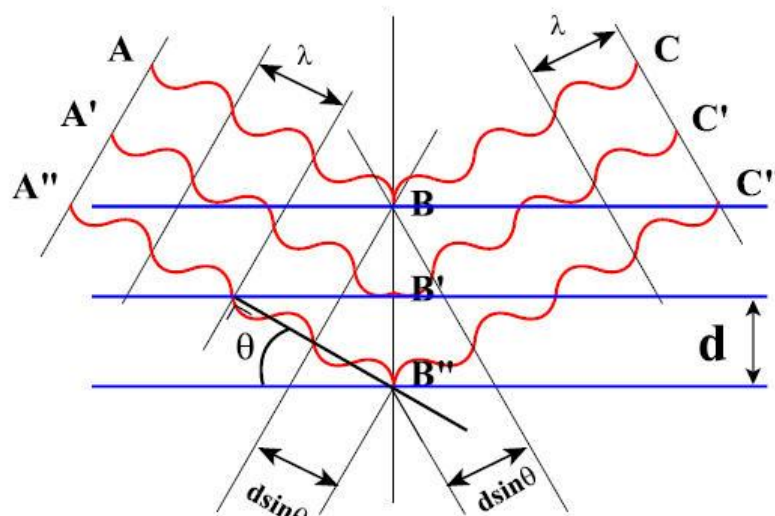
นอกจากนี้ ผลการวิเคราะห์ของ XRD จะสามารถหาค่าประกอบของตัวอย่างได้แล้วนั้น ยังสามารถคำนวณหาปริมาณขององค์ประกอบต่างๆที่อยู่ในตัวอย่าง คำนวณหาขนาดอนุภาคของแต่ละ Unit cell ความเครียดของตัวอย่าง ค่าความเป็นผลึกของตัวอย่างได้อีกด้วย นอกจากนี้ ยังสามารถทำการวิเคราะห์ องค์ประกอบของฟิล์มบาง และคำนวณค่าความหนาของชั้นฟิล์มบาง ได้อีกด้วย

หลักการและวิธีการวิเคราะห์

จากวัสดุที่เป็นผลึกคือวัสดุที่มีการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในโครงสร้างอย่างเป็นระเบียบ ซึ่งการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในผลึกจะมีลักษณะเป็นระนาบเส้นตรงขนานกัน ซึ่งแต่ละระนาบจะอยู่ห่างกันเป็นระยะ d ดังแสดงในรูปที่ ค.2 ซึ่งค่าระยะห่าง d จะมีค่าแตกต่างกันไปขึ้นกับธรรมชาติของผลึก การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้อาศัยหลักการของ Bragg's law หรือ $2d \sin \Theta = n\lambda$ ในการคำนวณค่าการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ที่ยังผ่านชั้นผลึกที่อยู่ในตัวอย่างที่เกิดจากการเลี้ยวเบนในการให้รังสีแก่ตัวอย่างที่มุมต่างๆ

$$\sin \theta = \frac{n\lambda}{2d}$$

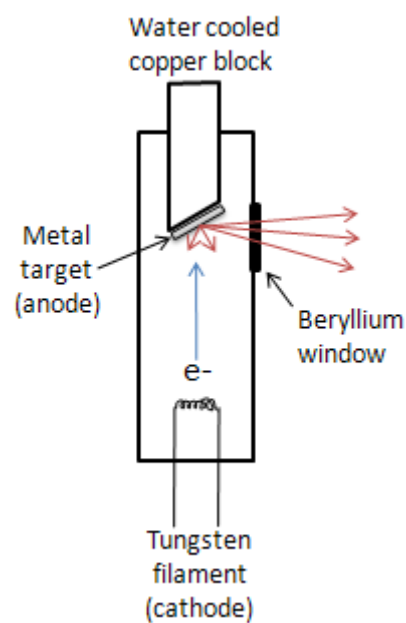
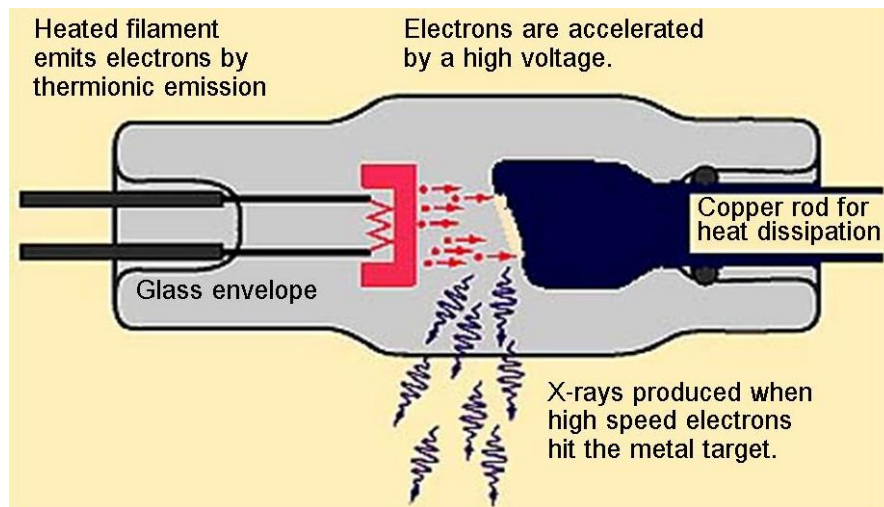
สมการ " Bragg 's Law "



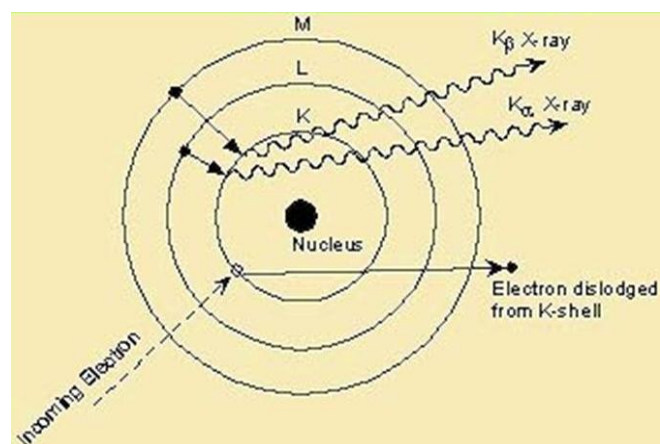
รูปที่ ค-2 Bragg 's Law

จากที่รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของวัสดุที่เป็นผลึกจะมีลักษณะแตกต่างกันขึ้นกับการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในผลึก ดังนั้นรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ จึงสามารถใช้เป็นตัวชี้บ่งได้ว่าสารตัวอย่างนั้น ประกอบด้วยวัสดุที่เป็นผลึกชนิดใดบ้าง และความเข้มของฟลักของการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์จะเป็นค่าที่แปรผันตาม ปริมาณของวัสดุที่เป็นผลึกภายในสารตัวอย่าง ดังนั้นจึงสามารถใช้ค่าความเข้มของฟลักคำนวณหาปริมาณขององค์ประกอบต่างๆในสารตัวอย่างได้ ส่วนความกว้างของฟลักของการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์เป็นผลเนื่องมาจากเครื่องมือและลักษณะทางกายภาพของสารตัวอย่าง ได้แก่ ความเครียดจุลภาค ข้อบกพร่องของโครงสร้างผลึก และขนาดของตัวอย่าง ดังนั้นจึงสามารถคำนวณหา ขนาดผลึกและความเครียดจุลภาคจากความกว้างของฟลักการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ได้

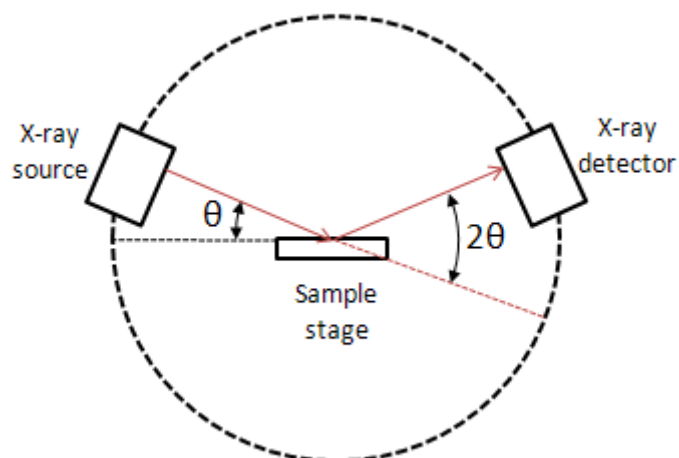
ภายในเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ รังสีเอ็กซ์จะถูกสร้างขึ้นภายในหลอดปิดซึ่งอยู่ภายใต้สภาวะสุญญากาศ โดยให้กระแสไฟฟ้าแก่เส้นลวดฟิลาเมนต์ (Filament) ที่อยู่ภายในหลอดกำเนิดรังสีเอ็กซ์ซึ่งจะทำให้เส้นลวดร้อนขึ้นและก่อให้เกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนออกจากเส้นลวด อิเล็กตรอนเหล่านี้จะถูกเร่งด้วยความต่างศักย์สูง ทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่เส้นลวดฟิลาเมนต์ที่เป็นขั้วแคโทดด้วยความเร็วสูงเข้าชนขั้วแอโนด ซึ่งโดยทั่วไปทำจากโลหะทองแดง อิเล็กตรอนที่พุ่งเข้าชนจะทำให้วงในสุด(K-shell) ของอะตอมทองแดงหลุดออกไปจึงเกิดเป็นช่องว่างขึ้น เป็นผลให้อิเล็กตรอนวงนอกที่อยู่ถัดมา (L- และ M-shell) เกิดการเปลี่ยนระดับพลังงานลงมาแทนที่ช่องว่างนั้น โดยการคายรังสีเอ็กซ์ออกมาดังแสดงในรูปที่ 3 รังสีเอ็กซ์ที่คายออกมาจะผ่านออกจากหลอดกำเนิดรังสีเอ็กซ์ไปยังสารตัวอย่าง และรังสีเอ็กซ์ที่เลี้ยวเบนออกจากสารตัวอย่างจะถูกตรวจจับด้วย อุปกรณ์ตรวจจับรังสีเอ็กซ์ (detector)



รูปที่ ค-3 ส่วนประกอบโดยทั่วไปของหลอดรังสีเอ็กซ์



รูปที่ ค-4 แสดงการเกิดรังสีเอ็กซ์ที่โลหะเป้าหมายเมื่อยิงด้วยอิเล็กตรอน



รูปที่ ค-5 แสดงไออะแกรมของเครื่อง XRD โดยจะมีแกนหมุนสำหรับยิงรังสีไปที่ตัวอย่างที่อยู่ตรงกลางและดีเทคเตอร์อยู่ด้านตรงกันข้ามสำหรับตรวจวัดสัญญาณที่ได้จากตัวอย่างที่ทำมุมต่อกัน



รูปที่ ค-6 แสดงส่วนประกอบภายในของเครื่อง XRD ที่ใช้ในการทดลองนี้

ลักษณะตัวอย่างที่เหมาะสมในการส่งเพื่อทดสอบ

เครื่อง XRD สามารถทำการวิเคราะห์ตัวอย่างได้ทั้งในรูปแบบของแข็ง หรือตัวอย่างที่เป็น powder ได้ ในกรณีที่ตัวอย่างเป็นของแข็งด้านที่ต้องการทดสอบจะต้องมีผิวเรียบ และส่วนในกรณีตัวอย่างที่เป็นผง จะต้องมีความละเอียดน้อยกว่า 325 mesh หรือ ประมาณ 40 micron (ผงละเอียดคล้ายผงแป้ง) จึงจะให้ผลการทดสอบที่ดี โดยปริมาณที่ต้องใช้ในการทดสอบต่อครั้งจะใช้ประมาณ 1 ถึง 2 กรัม

ในกรณีที่ตัวอย่างเป็นก้อน ต้องมีขนาดมิติกว้างยาว ไม่เกิน 10 เซนติเมตร ทั้งนี้ เนื่องจากพื้นที่ที่จะทำการวิเคราะห์จะเป็นเพียงบริเวณเล็กๆ ประมาณ 10 เซนติเมตร เท่านั้น ในกรณีที่ต้องการทดสอบ ThinFilm เพื่อหาความหนาของชั้นฟิล์ม ความหนาของฟิล์มที่เตรียมต้องอยู่ระหว่าง

10 nm – 100 nm ถ้าต่ำกว่า 10 nm ผลการทดสอบจะมีความคลาดเคลื่อนมาก และหากหนาเกิน 100 nm จะไม่สามารถคำนวณความหนาได้



รูปที่ ค-7 แสดงเครื่อง XRD ที่ใช้ในการทดลองนี้

ประวัติผู้วิจัย

นายวีรชน ภูหินกอง เกิดวันที่ 9 พฤศจิกายน 2521 ที่จังหวัดร้อยเอ็ด ตำแหน่งปัจจุบัน
นักวิจัย ประจำคณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี

E-mail: p_veerachon@hotmail.com

ประวัติการศึกษา

ศษ.บ. สาขาวิทยาศาสตร์ (เคมี) มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

วท.ม. เคมี สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

สาขาวิชาการที่มีความชำนาญพิเศษ (แตกต่างจากวุฒิการศึกษา)

Electronics, Nanomaterials, Analytical chemistry, Electrochemistry, Biosensors

ผลงานทางวิชาการที่ตีพิมพ์เผยแพร่/งานวิจัยที่นำเสนอในที่ประชุมวิชาการระดับนานาชาติ

2010 Screen-printed electrode modified with nano-ZnO dispersed in polyaniline nanowires for hydrogen peroxide biosensor, Pure and Applied Chemistry International Conference (PACCON2010), January 20-23, 2010, Ubonratchathani University, Ubonratchathani, Thailand

Weerachon Phoochinkong, Thitinat Sukonket , Udomsak Kitthawee, A facile synthesis of ZnS nanostructures via liquid solid reaction, Advanced Materials Research (AMR), June 2014.

Weerachon Phoochinkong, Thitinat Sukonket, A simple method for large – scale synthesis of nano-sized zinc sulfide by simple liquid-liquid reaction, Advanced Materials Research (AMR), June 2014.

Weerachon Phoochinkong, Udomsak Kitthawee ,Low – cost and fast production of nano-silica from rice husk ash, Advanced Materials Research (AMR), June 2014.