

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้มีจุดมุ่งหมายเพื่อศึกษาผลของการนำเถ้าแกลบซึ่งมีซิลิกาออสฐานเป็นองค์ประกอบหลักมาใช้แทนควอทซ์ในส่วนผสมของเคลือบขาวทึบและเคลือบผลึกสำหรับผลิตภัณฑ์สโตนแวร์ เถ้าแกลบที่นำมาใช้ในงานวิจัยนี้ได้มาจาก 2 แหล่งคือเถ้าแกลบที่ใช้สำหรับเป็นเชื้อเพลิงในการเผาอิฐซึ่งเป็นเถ้าแกลบที่ผ่านการเผาไหม้แล้ว และเถ้าแกลบที่เตรียมขึ้นภายในห้องปฏิบัติการโดยเลือกสภาวะการเตรียมเพื่อให้ได้ซิลิกาออสฐานที่มีลักษณะเฉพาะ เช่น ปริมาณซิลิกาและขนาดอนุภาค ทั้งที่ใกล้เคียงและแตกต่างจากควอทซ์ จากการทดลองพบว่าที่เวลาในการเผาเป็น 4 ชั่วโมง เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผาเถ้าแกลบจาก 500 °C เป็น 700 °C ปริมาณซิลิกาออสฐานในเถ้าแกลบเพิ่มขึ้นจาก 82% เป็น 95% แต่เมื่ออุณหภูมิเพิ่มเป็น 800 °C ปริมาณซิลิกาออสฐานเพิ่มขึ้นเพียง 0.05% และที่เวลาในการเผา 8 ชั่วโมง ปริมาณซิลิกาออสฐานเพิ่มขึ้นจาก 93 เป็น 97 % เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผาจาก 500 °C เป็น 800 °C

ในงานวิจัยนี้เคลือบขาวทึบมีอัตราส่วนผสมดังนี้คือ หินฟันม้าชนิดโซดาเฟลด์สปาร์อยู่ระหว่างร้อยละ 30-45 หินปูนหรือแคลเซียมคาร์บอเนต ร้อยละ 30-40 และเถ้าแกลบหรือควอทซ์ ร้อยละ 15-50 ผลการศึกษาสมบัติการขยายตัวเชิงความร้อนของเคลือบและจุดหลอมเหลว พบว่าเคลือบที่ใช้เถ้าแกลบจากโรงงานเผาอิฐมีความแตกต่างของค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเชิงความร้อนระหว่างเคลือบและเนื้อดินสโตนแวร์สูงสุดคือ 6.947×10^{-6} cm/cm.K และเคลือบที่ได้มีลักษณะการร้าวตัวที่ละเอียดมากที่สุด เคลือบที่ใช้เถ้าแกลบที่เตรียมในห้องปฏิบัติการมีค่าความแตกต่างของค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเชิงความร้อน รองลงมาคือ 1.075×10^{-6} cm/cm.K และเคลือบที่ได้มีลักษณะการร้าวตัวที่ละเอียดน้อยกว่าเคลือบชนิดแรก ส่วนเคลือบที่ใช้ควอทซ์มีความแตกต่างของค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวน้อยที่สุด คือ 0.133×10^{-6} cm/cm.K และเคลือบมีการร้าวตัวห่างๆ ผลการศึกษาจุดหลอมตัวของเคลือบขาวทึบพบว่าเคลือบที่มีปริมาณควอทซ์หรือเถ้าแกลบน้อยกว่าร้อยละ 30 มีการหลอมตัวได้ดี ผิวเคลือบที่ได้มีลักษณะมันวาว ส่วนเคลือบที่มีปริมาณของควอทซ์หรือเถ้าแกลบสูงกว่าร้อยละ 50 ยังไม่เกิดการหลอมตัว ผิวเคลือบที่ได้มีลักษณะด้าน การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงเฟสของเคลือบขาวทึบพบว่าให้ผลคล้ายคลึงกันคือ

เมื่ออุณหภูมิการเผาเพิ่มขึ้นปริมาณของแร่ควอทซ์และแร่อัลไบต์ลดลง และมีผลึกของสารใหม่คือ แคลเซียมซิลิเกต (CaSiO_3) เกิดขึ้นที่อุณหภูมิประมาณ $900\text{ }^{\circ}\text{C}$

เมื่อนำแก้วแกลบมาทดลองใช้ในเคลือบผลึกเปรียบเทียบกับการใช้ควอทซ์ พบว่าลักษณะผลึกในเคลือบที่ใช้แก้วแกลบจากทั้งสองแหล่งจะคล้ายกันแต่จะต่างจากการใช้ควอทซ์ กล่าวคือขนาดของผลึกในเคลือบที่ใช้แก้วแกลบมีขนาดเล็กและกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอว่าเคลือบที่ใช้ควอทซ์ นอกจากนี้ถ้าเป็นเคลือบผลึกชนิดที่มีสี สีของเคลือบและสีของผลึกในเคลือบที่ใช้แก้วแกลบมีความเข้มมากกว่าสีของเคลือบและสีของผลึกในเคลือบที่ใช้ควอทซ์



กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ได้รับการสนับสนุนทุนวิจัยจากมหาวิทยาลัยแม่ฟ้าหลวง จ. เชียงราย คณะวิจัยขอขอบคุณเป็นอย่างสูง โดยเฉพาะอย่างยิ่งคณะกรรมการส่งเสริมและพัฒนาการวิจัยสำหรับการสนับสนุนทุนวิจัย ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่จากฝ่ายบริการงานวิจัยที่ช่วยอำนวยความสะดวกและประสานงานด้านทุนวิจัย และขอขอบคุณ คุณเกียรติพงษ์ ได้การ และนางสาวฉันทนีย์ ขวัญเย็น เจ้าหน้าที่ประจำศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่ฟ้าหลวง ในการอำนวยความสะดวกในการใช้เครื่องมือทางวิทยาศาสตร์ นอกจากนี้ยังขอขอบคุณนายพนนทพงษ์ พลพวง และนางสาวพัชรพรพรรณ ด้านไรสงค์ นักศึกษาระดับบัณฑิตศึกษาด้านเทคโนโลยีอุตสาหกรรมเซรามิก มหาวิทยาลัยแม่ฟ้าหลวง ในการช่วยดำเนินงานวิจัย

ดร. ดรุณี วัฒนศิริเวช

ดร. สุธี วัฒนศิริเวช

สารบัญ

บทคัดย่อ		i
กิตติกรรมประกาศ		iii
สารบัญ		iv
บทที่ 1	คำนำ	1
บทที่ 2	เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	3
บทที่ 3	วิธีการทดลอง	19
บทที่ 4	ผลการทดลอง	27
บทที่ 5	สรุปผลการวิจัย	60
บรรณานุกรม		62
ภาคผนวก	ตัวอย่างเคลือบผลึกบนผลิตภัณฑ์	66



บทที่ 1

คำนำ

แกลบข้าวจัดเป็นวัสดุเหลือใช้ที่มีคุณค่าอย่างสูง เนื่องจากแกลบข้าวประกอบไปด้วย สารอินทรีย์ที่มีชื่อว่า “ซิลิกา” ซึ่งเป็นสารที่สามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้อย่างกว้างขวาง เช่น ใช้เป็น ตัวกรอง เป็นฉนวนไฟฟ้าและความร้อน หรือวัสดุทนไฟ เส้นใยนำแสง หรือใช้ในอุตสาหกรรมอื่นๆ เช่น การผลิตยิปซัม ซีเมนต์ มอร์ตาร์ พลาสติกและเส้นใย แบตเตอรี่ หรือนาฬิกา เป็นต้น ทั้งนี้ เนื่องจากสารหรือซิลิกานี้มีคุณสมบัติด้านความทนทานต่อการกัดกร่อนของสารเคมี สามารถใช้ งานที่อุณหภูมิสูง มีความแข็งแรงเชิงกลสูง เป็นฉนวนไฟฟ้าที่ดี และมีค่าดัชนีหักเหสูง

ประเทศไทยเป็นประเทศหนึ่ง ที่ปลูกข้าวได้มากและส่งไปจำหน่ายยังต่างประเทศมากเป็น ลำดับต้นๆ ของบรรดาสินค้าที่ส่งออก จากรายงานพบว่าประเทศไทยสามารถส่งออกข้าวได้ใน ปริมาณ 5,855,860 ตันต่อปี ซึ่งคิดเป็นมูลค่าปีละไม่ต่ำกว่า 50,753 ล้านบาท (สรินทร์ ลิ้มปนาท และคณะ, 2543) ในการสีข้าวเปลือกเพื่อที่จะให้ได้ข้าวสารนั้นจะได้แกลบเป็นวัสดุเหลือทิ้งเป็น จำนวนมาก จะเห็นได้ว่าในปีหนึ่ง ๆ แกลบข้าวซึ่งถือเป็นผลพลอยได้จากการสีข้าวมี ประมาณ 1,463,965 ตัน ซึ่งส่วนหนึ่งจะมีการนำมาใช้เป็นอาหารสัตว์ ปุ๋ย และเชื้อเพลิง นอกจากนี้ ในเชิงอุตสาหกรรมยังมีการนำแกลบไปใช้ผลิตถ่านกำนันสำหรับดูดซับกลิ่น และเนื่องจาก แกลบข้าวประกอบด้วยซิลิกาเป็นจำนวนมาก จึงได้รับความสนใจจากนักวิจัยทั้งในและต่างประเทศ นำแกลบไปใช้ในการสังเคราะห์วัสดุที่มีมูลค่าสูง เช่นผลิตเป็นซิลิกอน ซิลิกาบริสุทธิ์ ซิลิกอน คาร์ไบด์ ซิลิกอนไนไตรด์ เป็นต้น แต่กระบวนการเหล่านี้ล้วนแล้วแต่มีวิธีการที่ซับซ้อนทั้งสิ้น

นอกจากประโยชน์ของสารกลุ่มซิลิกา ดังที่กล่าวมาแล้ว อุตสาหกรรมส่งออกที่สำคัญ อุตสาหกรรมหนึ่งของประเทศไทยได้มีการนำสารในกลุ่มนี้มาใช้ประโยชน์คือ อุตสาหกรรมเซรามิก แบบดั้งเดิม โดยมีการนำซิลิกาในรูปของควอทซ์มาใช้ทั้งในเนื้อดินและเคลือบเซรามิก ซึ่งควอทซ์นี้ จะเป็นองค์ประกอบที่ทำให้เกิดความแข็งแรงแก่เนื้อดิน และเป็นส่วนที่ทำให้เกิดเนื้อแก้วกับเคลือบ เพื่อความแข็งแรง ทนต่อการขีดขีด หรือทนต่อการกัดกร่อนของสารเคมีต่างๆ ป้องกันการซึมผ่าน ของของเหลว ทำให้สามารถทำความสะอาดง่าย อีกทั้งเพื่อให้เกิดความสวยงาม

ด้วยเหตุนี้ คณะผู้วิจัยจึงมีความสนใจที่จะนำซิลิกาที่เป็นองค์ประกอบของแกลบมาใช้แทนควอทซ์ในเคลือบเซรามิกชนิดสโตนแวร์เนื่องจากเป็นผลิตภัณฑ์ที่มีการผลิตมากที่สุด โดยมีความสนใจที่จะศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการเผาแกลบให้ได้แกลบที่มีองค์ประกอบหลักเป็นซิลิกา ศึกษาอิทธิพลของปริมาณและขนาดอนุภาคของแกลบต่อลักษณะและลักษณะเฉพาะของเคลือบที่ได้

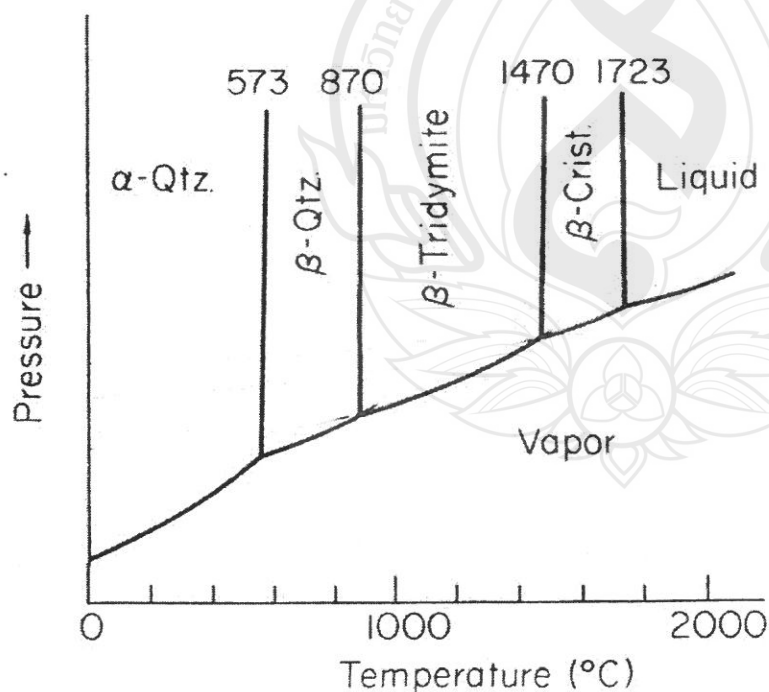


บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 ซิลิกา: โครงสร้างและการนำไปใช้งาน

ซิลิกาจัดเป็นวัสดุเซรามิกที่มีการนำไปอย่างกว้างขวางมากวัสดุหนึ่ง ทั้งการนำไปใช้โดยตรงวัสดุเดียวหรือนำไปทำใหม่เกิดเป็นสารประกอบอื่นแล้วจึงมีการนำไปใช้งานก็เป็นได้ จากแผนภาพวัฏภาคของระบบซิลิกาในรูป 2.1 พบว่าซิลิกามีการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างดังนี้ ที่อุณหภูมิห้องจนถึงอุณหภูมิ 573 °C. ซิลิกาจะอยู่ในรูปของผลึกอัลฟาควอตซ์ ระหว่าง 573-870 °C. อัลฟาควอตซ์จะเปลี่ยนโครงสร้างเป็นเบต้าควอตซ์ พร้อมทั้งมีการขยายตัวเกิดขึ้น ระหว่าง 870-1470 °C. เบต้าควอตซ์จะเกิดการเปลี่ยนโครงสร้างเป็นเบต้าทริไดไมต์ ซึ่งเป็นกระบวนการที่เกิดขึ้นอย่างช้าๆ จนกระทั่งบางครั้งการเปลี่ยนแปลงในขั้นตอนนี้อาจจะยังไม่เกิดจนเสร็จสิ้น ซิลิกาเกิดการเปลี่ยนโครงสร้างกลายเป็นเบต้าคริสโตบาไลต์เสียก่อน และเมื่อยังคงให้ความร้อนต่อไปจะเกิดการละลายที่อุณหภูมิ 1723 °C. กระบวนการทั้งหมดนี้สามารถเกิดย้อนกลับได้



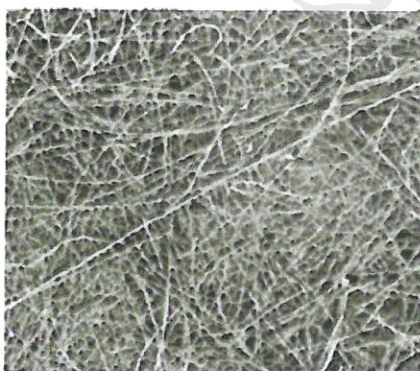
รูปที่ 2.1 แผนภาพวัฏภาคของซิลิกา

การนำซิลิกาไปใช้งานเป็นไปอย่างกว้างขวางทั้งในรูปของซิลิกาอสัณฐาน เช่นแก้ว และซิลิกาผลึก เช่นควอทซ์ หรือในรูปของแก้วเซรามิก ทั้งนี้เนื่องจากวัสดุกลุ่มซิลิกานี้มีคุณสมบัติด้านความทนทานต่อการกัดกร่อนของสารเคมี สามารถใช้งานที่อุณหภูมิสูง มีความแข็งแรงเชิงกลสูงเป็นฉนวนไฟฟ้าที่ดี และมีดัชนีหักเหสูง ตัวอย่างการนำไปใช้งานเช่น เป็นตัวกรอง เป็นฉนวนไฟฟ้าและความร้อน (ในรูปของ discontinuous fiber) เส้นใยนำแสง หรือใช้ในอุตสาหกรรมอื่นๆ การผลิตยิปซัม ซีเมนต์ มอร์ตาร์ พลาสติกและเส้นใย แบตเตอรี่ หรือนาฬิกา (ในรูปของ continuous fiber และ chopped fibers) เป็นต้น โดยเฉพาะอุตสาหกรรมไฟเบอร์กลาสในปัจจุบันมีการผลิตถึงปีละหลายล้านตัน [Wolf, 2002]

นอกจากสามารถนำไปใช้งานได้หลากหลายแล้ว ซิลิกายังสามารถนำมาใช้เป็นสารตั้งต้นในการผลิตเซรามิกอื่นๆ ในกลุ่มสารประกอบของซิลิกอน เช่น ซิลิกอน ซึ่งมีมีการนำไปใช้งานอย่างกว้างขวางในเชิงไฟฟ้า เช่น เป็นวัสดุ photovoltaic ตัวอย่างปฏิกิริยาการเตรียมซิลิกอนจากซิลิกา (กระบวนการ *Acheson*) เป็นดังนี้



นอกจากนี้ยังสามารถเตรียมซิลิกอนไนไตรด์และซิลิกอนคาร์ไบด์ได้จากซิลิกา ซึ่งสารทั้งสองนี้มีสมบัติโดดเด่นในด้านความแข็งแรงเชิงกลและความสามารถในการต้านทานการถูกออกซิไดซ์ที่อุณหภูมิสูง ตัวอย่างปฏิกิริยาการเตรียมซิลิกอนคาร์ไบด์จากซิลิกา (กระบวนการ *Acheson*) เป็นดังนี้



รูปที่ 2.1 แสดงภาพตัวอย่างของเส้นใยแก้ว (fiber glass) และผลิตภัณฑ์จากเส้นใยแก้ว

2.2 ซิลิกาจากแกลบข้าว

ซิลิกาเป็นสารที่พบเป็นองค์ประกอบที่สำคัญในพืชหลายชนิด เช่น ใบข้าวโพด ฝั่ ลำต้นของต้นทานตะวัน และข้าวชนิดต่างๆ เป็นต้น ดังแสดงในตารางที่ 2.1 แกลบข้าวเป็นแหล่งหนึ่งที่พบซิลิกาจำนวนมากเกาะติดบนผิว เรียงตัวกันเป็นอย่างระเบียบคล้ายกับเม็ดข้าวโพด ประมาณ 13 – 25 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก และเมื่อเผาแกลบข้าวที่อุณหภูมิสูงจนกลายเป็นเถ้าแกลบ พบว่าเถ้าแกลบจะมีซิลิกาอยู่ประมาณสูงถึง 95 เปอร์เซ็นต์ (ศรีเพ็ญ ท้าวตา และคณะ, 2531) จากการทบทวนเอกสารพบว่าพืชที่ให้ปริมาณของซิลิกาสูงสุด คือ ข้าว หรือแกลบข้าว มีซิลิกาประมาณ 93 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และพืชที่ให้ซิลิกา รองลงมาคือ ข้าวสาลี มีซิลิกาประมาณ 91 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ส่วนเถ้าทานตะวันจะมีซิลิกาน้อยที่สุด ประมาณ 25 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก (นิยม บุญณอม และคณะ, 2533)

ตารางที่ 2.1 แสดงปริมาณเถ้าและซิลิกาในพืชชนิดต่างๆ

ชนิดของพืช	ส่วน	ปริมาณเถ้า (ร้อยละ)	ปริมาณซิลิกา (ร้อยละ)
ข้าว	เปลือก	22	93
ข้าว	ฟาง	15	82
ข้าวสาลี	เปลือก	11	91
ข้าวโพด	ใบ	12	64
ไม้ฝั่	ลำต้น	2	57
ทานตะวัน	ใบและลำต้น	12	25

(นิยม บุญณอม และคณะ, 2533 อ้างอิงจาก Sacher and Sprechaal, 1988)

จากการทดลองของ Sacher and Sprechaal โดยการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของแกลบข้าว พบว่าประกอบด้วยสารอินทรีย์และความชื้น 73.87 เปอร์เซ็นต์ และซิลิกา 22.12 เปอร์เซ็นต์ นอกจากนั้นเป็นสารประกอบอื่นๆ เช่น อะลูมินา เหล็กออกไซด์ แคลเซียมออกไซด์ แมกนีเซียมออกไซด์ และแมงกานีสไดออกไซด์ อีกเล็กน้อย ซึ่งส่วนประกอบของแกลบข้าวนี้ จะแตกต่างกันออกไปบ้างตามสถานที่ปลูกข้าวหรือสิ่งแวดล้อม แต่โดยเฉลี่ยแล้วในเปลือกข้าวจะประกอบด้วยเถ้าแกลบ 13 – 29 เปอร์เซ็นต์ เซลลูโลส 33 – 44 เปอร์เซ็นต์ ลิกนิน 19 – 47

เปอร์เซ็นต์ และอื่นๆ 17 – 26 เปอร์เซ็นต์ (นิยม บุญถนอม และคณะ, 2533 อ้างอิงจาก Sacher and Sprechsaal, 1988)

2.3 การเตรียมซิลิกาจากแกลบข้าว

การเตรียมซิลิกาจากแกลบข้าวสามารถเตรียมได้หลายวิธีเช่น การนำแกลบข้าวไปเผา และเตรียมแกลบก่อนการเผา โดยการรีฟลักซ์แกลบด้วยกรดหรือเบสที่สภาวะต่าง ๆ เพื่อเพิ่มความสามารถให้กับแกลบซึ่งจากการทบทวนเอกสารพบว่า มีการเตรียมซิลิกาจากแกลบข้าวดังนี้

2.3.1 การเตรียมโดยใช้ความร้อน

ก้องเกียรติ ภูเกิด (2531) ได้ศึกษาการเตรียมซิลิกาที่มีความบริสุทธิ์สูงจากแกลบ ในช่วงอุณหภูมิ 700 – 1,000 °C. จากการทดลองพบว่า ซิลิกาที่ได้จากการเผาที่อุณหภูมิ 1,000 °C. จะมีความบริสุทธิ์ 99.4 เปอร์เซ็นต์ สอดคล้องกับ ศรีเพ็ญ ท้าวตา และคณะ (2531) ที่ได้นำแกลบข้าวไปเผาโดยปรับอุณหภูมิของเตาให้เพิ่มขึ้นจากอุณหภูมิห้องจนถึงอุณหภูมิสูงสุดที่ 800 °C. การเผาที่สมบูรณ์จะสังเกตได้จากลักษณะของควันที่ออกจากเตาเผา หลังจากนั้นนำแกลบไปเผาอีกครั้งที่อุณหภูมิ 1,100 °C. ประมาณ 1 ชม. ซึ่งจะทำให้ได้แกลบมีสีขาวขึ้น เมื่อวัดหาค่าปริมาณของซิลิกา พบว่า มีความบริสุทธิ์ถึง 99.4 เปอร์เซ็นต์

Nakata และคณะ (1989) ได้ศึกษาการเตรียมแกลบ และคุณสมบัติของซิลิกาที่ได้จากแกลบ โดยการเผาแกลบที่อุณหภูมิระหว่าง 400-1,500 °C. เมื่อตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ พบว่า ซิลิกาที่ได้จากแกลบที่เผาต่ำกว่าอุณหภูมิ 800 °C. มีโครงสร้างเป็นแบบอสัณฐาน และมีขนาดอนุภาคของแกลบมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางโดยเฉลี่ยประมาณ 20 ไมโครเมตร ส่วนแกลบที่เผาที่อุณหภูมิสูงกว่า 900 °C. ขึ้นไปลักษณะโครงสร้างหลักเป็น คริสทอลไลต์ และมี ไทดิไมท์ปะปนอยู่เล็กน้อย

Luan and Chou (1990) ศึกษาภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมซิลิกาจากแกลบ โดยการเผาแกลบด้วยเตาเผาแบบฟลูอิดไอเซชัน (Fluidization) อุณหภูมิในห้องเผาเป็น 500 °C. อัตราการป้อนแกลบเป็น 3 กิโลกรัมต่อชม. อัตราการไหลของอากาศเป็น 1.141 ตารางเมตรต่อวินาที อัตราการไหลของออกซิเจนเป็น 2.743 ลิตรต่อวินาที และอัตราการไหลของก๊าซปิโตรเลียมเหลว (LPG) เป็น 2.997 ลิตรต่อวินาที พบว่าเป็นสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมซิลิกาจากแกลบ โดยแกลบที่ได้จะมีซิลิกาเป็นองค์ประกอบในปริมาณ 88.89 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก

Della และคณะ (2002) ศึกษาการเตรียมซิลิกาจากแกลบข้าวโดยนำแกลบข้าวไปวิเคราะห์หาองค์ประกอบทางเคมีก่อนเผาด้วยเครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (XRF) พบว่ามีซิลิกาเป็น

องค์ประกอบประมาณ 72.10 เปอร์เซ็นต์ หลังจากนั้นได้นำแก้วขาวไปเผาที่อุณหภูมิ 700 °C เป็นเวลา 6 ชม. พบว่าในแก้วเคลือบมีซิลิกาเป็นองค์ประกอบประมาณ 94.95 เปอร์เซ็นต์และเมื่อนำแก้วเคลือบไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) พบว่าซิลิกาที่ได้มีโครงสร้างเป็นแบบออสตรูอัน ซึ่งผลวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของแก้วก่อนเผา และแก้วหลังเผาแสดงอยู่ในตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 องค์ประกอบทางเคมีของแก้วก่อนเผา และหลังเผาที่ 700 °C นาน 6 ชม.

องค์ประกอบทางเคมีในแก้ว	แก้วก่อนเผา (ปริมาณร้อยละ)	แก้วหลังเผา (ปริมาณร้อยละ)
ซิลิกา (SiO ₂)	72.10	94.95
อะลูมินา (Al ₂ O ₃)	0.30	0.39
เหล็กออกไซด์ (Fe ₂ O ₃)	0.15	0.26
แคลเซียมออกไซด์ (CaO)	0.43	0.54
โซเดียมออกไซด์ (Na ₂ O)	0.50	0.25
โพแทสเซียมออกไซด์ (K ₂ O)	0.72	0.94
แมงกานีสออกไซด์ (MnO)	0.15	0.16
ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO ₂)	0.05	0.02
แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO)	0.70	0.90
ฟอสฟอรัส (P ₂ O ₅)	0.06	0.74
น้ำหนักสูญหายหลังการเผา	24.30	0.85

(Della และ คณะ, 2002)

Huang และคณะ (2001) ศึกษาองค์ประกอบและโครงสร้างของซิลิกาที่ได้จากการเผาแก้วในเตาระบบฟลูอิดไคเซน โดยมีอัตราเร็วของอากาศเป็น 0.180-0.316 m/s และอุณหภูมิในห้องเผาเป็น 973-1073 K ตามลำดับ แก้วเคลือบที่ได้มีลักษณะเป็นแก้วเคลือบสีขาว มีซิลิกาเป็นองค์ประกอบอยู่ประมาณ 97-99 เปอร์เซ็นต์ และวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์พบว่า ซิลิกาที่ได้มีโครงสร้างเป็นแบบออสตรูอัน

2.3.1 การเตรียมโดยใช้สารเคมี

นอกจากวิธีการเตรียมซิลิกาโดยใช้ความร้อนแล้ว นักวิจัยทั้งในประเทศและต่างประเทศ ได้ศึกษาการเตรียมซิลิกาจากแกลบให้บริสุทธิ์ โดยการรีฟลักซ์ด้วยกรด และเบสที่สภาวะต่าง ๆ ดังนี้

อุไรวรรณ ลีลาอดิศร (2535) ได้ศึกษาความเป็นไปได้ และข้อจำกัดของการใช้แกลบ เป็นวัตถุดิบสำหรับการเตรียมซิลิกาที่มีโครงสร้างแบบนาโน (Nanostucture) โดยนำแกลบมา ผ่านกระบวนการด้วยสารเคมีโดยใช้เอนไซม์เซลลูลาลัส และกรดอินทรีย์ชนิดต่างๆ จากนั้นนำ แกลบที่ผ่านกระบวนการรีฟลักซ์แล้วมาเผาที่อุณหภูมิ 600 ซ. เป็นเวลา 6 ชม. ในบรรยากาศของ การเผาไหม้ปกติ นำผลิตภัณฑ์ที่ได้มาศึกษาคุณลักษณะต่างๆ ได้แก่ ปริมาณซิลิกา การกระจาย ตัวขนาดอนุภาคที่ระดับต่างๆ กันของการเกาะรวมเป็นกลุ่มอนุภาค และพื้นที่ผิวจำเพาะโดยการ ดูดซับของแก๊สไนโตรเจนที่ผิว พบว่าแกลบที่ผ่านกระบวนการรีฟลักซ์ด้วยกรดไฮโดรคลอริก ที่ ความเข้มข้น 1 ต่อ 4 และกรดซัลฟูริก ที่ความเข้มข้น 1 ต่อ 4 จะได้ผลิตภัณฑ์ที่มีสมบัติระหว่าง ฟุ้งซิลิกา (Fumed Silica) และซีโรเจล (Xerogel) การกระจายของขนาดอนุภาคที่ระดับพหุติภูมิ เป็นแบบ log-normal โดยมีขนาดอนุภาคที่มีปริมาณร้อยละ 50 เป็น 26 นาโนเมตร และอัตราส่วน ระหว่างขนาดอนุภาคที่มีปริมาณร้อยละ 84 ต่อ ขนาดอนุภาคที่มีปริมาณร้อยละ 16 เท่ากับ 2 ช่วง ของขนาดกลุ่มอนุภาคที่ระดับพหุติภูมิอยู่ในช่วงตั้งแต่ 0.3 ถึง 30 ไมครอน พื้นที่ผิวจำเพาะของ ขนาดอนุภาคที่ระดับพหุติภูมิมีค่าสูงถึง 250 ตารางเมตรต่อกรัม และความบริสุทธิ์ของซิลิการ้อย ละ 99.4

กนกอร หัสโรค์ (2543) ได้ศึกษาปัจจัยของกรด อุณหภูมิ และเวลาที่มีต่อกระบวนการ ผลิตซิลิกาขาวจากแกลบ พบว่าปริมาณซิลิกาสูงถึง 98.35 เปอร์เซ็นต์ ได้จากแกลบที่ผลิตโดยแช่ ในสารละลายกรดไฮโดรโบรมิก ความเข้มข้น 5 โมลาร์ ที่อุณหภูมิ 25 ซ. เป็นเวลา 1 ชม. ซึ่ง การศึกษาโครงสร้างผลึกของแกลบที่ผ่านกระบวนการทางเคมี และให้ความร้อนแล้วพบว่าซิลิกาที่ ได้อยู่ในรูปอสัณฐาน สำหรับการศึกษาโครงสร้างผิวนอกของทั้งแกลบสดและแกลบที่ผ่าน กระบวนการทางเคมี พบว่า แกลบสดไม่ปรากฏลักษณะรอยแตกที่ผิวนอกแต่แกลบที่ผ่าน กระบวนการทางเคมีปรากฏรอยแตกกว้างที่ผิวนอก ซึ่งรอยแตกกว้างนี้จะเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิการเผา เพิ่มขึ้นในขณะที่การศึกษาหาพื้นที่ผิว พบว่าซิลิกามีพื้นที่ผิวสูงสุด 371.4 ตารางเมตรต่อกรัม ได้ จากแกลบที่ผ่านกระบวนการแช่ด้วยสารละลายไฮโดรโบรมิก และผ่านการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 490 ซ. จึงเป็นวิธีที่เหมาะสมที่สุดเนื่องจากพบซิลิกามีพื้นที่ผิวสูงที่สุด

ชีวารัตน์ มาสิงบุญ (2546) ได้ทำการศึกษาภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมซิลิกา บริสุทธิ์จากแกลบ โดยการรีฟลักซ์แกลบด้วยกรดไฮโดรคลอริก ที่ภาวะต่างๆ และเผาแกลบที่ผ่าน

2.3.1 การเตรียมโดยใช้สารเคมี

นอกจากวิธีการเตรียมซิลิกาโดยใช้ความร้อนแล้ว นักวิจัยทั้งในประเทศและต่างประเทศ ได้ศึกษาการเตรียมซิลิกาจากแคลบให้บริสุทธิ์ โดยการรีฟลักซ์ด้วยกรด และเบสที่สภาวะต่าง ๆ ดังนี้

อุไรวรรณ ลีลาอดิศร (2535) ได้ศึกษาความเป็นไปได้ และข้อจำกัดของการใช้แคลบ เป็นวัตถุดิบสำหรับการเตรียมซิลิกาที่มีโครงสร้างแบบนาโน (Nanostucture) โดยนำแคลบมา ผ่านกระบวนการด้วยสารเคมีโดยใช้เอนไซม์เซลลูลาลัส และกรดอินทรีย์ชนิดต่างๆ จากนั้นนำ แคลบที่ผ่านกระบวนการรีฟลักซ์แล้วมาเผาที่อุณหภูมิ 600 ซ. เป็นเวลา 6 ชม. ในบรรยากาศของ การเผาไหม้ปกติ นำผลิตภัณฑ์ที่ได้มาศึกษาคุณลักษณะต่างๆ ได้แก่ ปริมาณซิลิกา การกระจาย ตัวขนาดอนุภาคที่ระดับต่างๆ กันของการเกาะรวมเป็นกลุ่มอนุภาค และพื้นที่ผิวจำเพาะโดยการ ดูดซับของแก๊สไนโตรเจนที่ผิว พบว่าแคลบที่ผ่านกระบวนการรีฟลักซ์ด้วยกรดไฮโดรคลอริก ที่ ความเข้มข้น 1 ต่อ 4 และกรดซัลฟูริก ที่ความเข้มข้น 1 ต่อ 4 จะได้ผลิตภัณฑ์ที่มีสมบัติระหว่าง ฟูมซิลิกา (Fumed Silica) และซีโรเจล (Xerogel) การกระจายของขนาดอนุภาคที่ระดับพหุติภูมิ เป็นแบบ log-normal โดยมีขนาดอนุภาคที่มีปริมาณร้อยละ 50 เป็น 26 นาโนเมตร และอัตราส่วน ระหว่างขนาดอนุภาคที่มีปริมาณร้อยละ 84 ต่อ ขนาดอนุภาคที่มีปริมาณร้อยละ 16 เท่ากับ 2 ช่วง ของขนาดกลุ่มอนุภาคที่ระดับพหุติภูมิอยู่ในช่วงตั้งแต่ 0.3 ถึง 30 ไมครอน พื้นที่ผิวจำเพาะของ ขนาดอนุภาคที่ระดับพหุติภูมิมีค่าสูงถึง 250 ตารางเมตรต่อกรัม และความบริสุทธิ์ของซิลิการ้อย ละ 99.4

กนกอร หัสโรค์ (2543) ได้ศึกษาปัจจัยของกรด อุณหภูมิ และเวลาที่มีต่อกระบวนการ ผลิตซิลิกาขาวจากแคลบ พบว่าปริมาณซิลิกาสูงถึง 98.35 เปอร์เซ็นต์ ได้จากแคลบที่ผลิตโดยแช่ ในสารละลายกรดไฮโดรโบรมิก ความเข้มข้น 5 โมลาร์ ที่อุณหภูมิ 25 ซ. เป็นเวลา 1 ชม. ซึ่ง การศึกษาโครงสร้างผลึกของแคลบที่ผ่านกระบวนการทางเคมี และให้ความร้อนแล้วพบว่าซิลิกาที่ ได้อยู่ในรูปอสัณฐาน สำหรับการศึกษาโครงสร้างผิวของทั้งแคลบสดและแคลบที่ผ่าน กระบวนการทางเคมี พบว่า แคลบสดไม่ปรากฏลักษณะรอยแตกที่ผิวนอกแต่แคลบที่ผ่าน กระบวนการทางเคมีปรากฏรอยแตกกว้างที่ผิวนอก ซึ่งรอยแตกกว้างนี้จะเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิการเผา เพิ่มขึ้นในขณะที่การศึกษาหาพื้นที่ผิว พบว่าซิลิกามีพื้นที่ผิวสูงสุด 371.4 ตารางเมตรต่อกรัม ได้ จากแคลบที่ผ่านกระบวนการแช่ด้วยสารละลายไฮโดรโบรมิก และผ่านการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 490 ซ. จึงเป็นวิธีที่เหมาะสมที่สุดเนื่องจากพบซิลิกามีพื้นที่ผิวสูงที่สุด

ชีวลรัตน์ มาสิงบุญ (2546) ได้ทำการศึกษาภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมซิลิกา บริสุทธิ์จากแคลบ โดยการรีฟลักซ์แคลบด้วยกรดไฮโดรคลอริก ที่ภาวะต่างๆ และเผาแคลบที่ผ่าน

การรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ ตั้งแต่ 400 - 800 °C. และในแต่ละอุณหภูมิใช้ระยะเวลาในการเผาตั้งแต่ 1,3 และ 5 ชม. พบว่า แกลบที่ผ่านการรีฟลักซ์ด้วยกรดไฮโดรคลอริก เป็นเวลา 15 นาที เมื่อนำมาเผาที่อุณหภูมิ 600 - 800 °C. เป็นเวลา 5 ชม. เป็นช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับการสกัดซิลิกา โดยแกลบที่เตรียมได้สีขาวและแกลบเผาที่ 800 °C. เป็นเวลา 5 ชม. มีซิลิกาเป็นองค์ประกอบ 99.33 เปอร์เซ็นต์ หลังจากนั้นได้ศึกษาการเปลี่ยนโครงสร้างผลึกของซิลิกาโดยนำแกลบที่ผ่านการเผาที่ 800 °C. เป็นเวลา 5 ชม. มาเผาต่อที่อุณหภูมิต่างๆ แล้ววิเคราะห์โครงสร้างผลึกซิลิกาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ และรามานสเปกโตรสโกปี(Raman Spectroscopy) พบว่าเมื่อเผาที่อุณหภูมิ 800 °C. เป็นเวลา 10 ชม. ซิลิกาอสัณฐานจะเกิดการเปลี่ยนแปลงจากอัลฟา-ควอตซ์ เป็น อัลฟา-ไทโรติไมท์ และเมื่อเผาต่อที่อุณหภูมิ 1,100 °C. เป็นเวลา 10 ชม. พบว่าจะเกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจาก อัลฟา-ไทโรติไมท์ เป็น อัลฟา-คริสโทโบไลต์ และเมื่อเผาต่ออีกครั้งที่อุณหภูมิ 1,200 °C. เป็นเวลา 10 ชม. พบว่า จะมีโครงสร้างผลึกเป็น อัลฟา-ไทโรติไมท์ ผลการศึกษา ลักษณะสัณฐานวิทยาพื้นผิวของซิลิกาได้จากการเผาแกลบที่อุณหภูมิต่างๆ ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (SEM) พบว่า เมื่ออุณหภูมิที่ใช้ในการเผาสูงขึ้น อนุภาคของซิลิกาจะเกิดการเกาะตัวกัน และมีขนาดอนุภาคเล็กลง

Andreoli และคณะ (2000) ศึกษาเปรียบเทียบซิลิกาที่สกัดจากแกลบที่ล้างด้วยน้ำกลั่น และแกลบที่ผ่านการรีฟลักซ์ ด้วยกรดไฮโดรคลอริก (HCl) ความเข้มข้น 1 นอร์มอล ที่อุณหภูมิ 60 °C. เป็นเวลา 6 ชม. และนำแกลบที่เตรียมได้จากทั้ง 2 วิธีมาผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 300 500 และ 900 °C. เป็นเวลา 2 ชม. ภายใต้บรรยากาศของแก๊สอาร์กอน (Ar) ทำการวิเคราะห์ปริมาณซิลิกาด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนส์ พบว่าแกลบที่ได้จากการเผาด้วยการล้างด้วยน้ำกลั่นมีปริมาณ ซิลิกา 96 เปอร์เซ็นต์ ส่วนซิลิกาที่ได้จากการรีฟลักซ์ด้วยกรดไฮโดรคลอริก ความเข้มข้น 1 นอร์มอล พบว่ามีซิลิกาเป็นองค์ประกอบในปริมาณ 99 เปอร์เซ็นต์ ของน้ำหนักตามลำดับ และวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ พบว่าแกลบที่ได้จากการเผาแกลบที่เตรียมโดยการล้างด้วยน้ำกลั่นเผาที่ 500 °C. เป็นเวลา 2 ชม. ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน จะมีโครงสร้างเป็นแบบอสัณฐาน ส่วนแกลบที่เตรียมได้จากการรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 500 °C. เป็นเวลา 2 ชม. ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน จะมีโครงสร้างเป็นแบบอสัณฐานเพียงอย่างเดียว

Yalcin และคณะ (2001) ศึกษาซิลิกาที่สกัดจากแกลบที่เตรียมด้วยวิธีทางเคมีที่สภาวะต่างๆ ได้แก่ การรีฟลักซ์แกลบด้วยกรดไฮโดรคลอริก 3 เปอร์เซ็นต์ เป็นเวลา 2 ชม. การรีฟลักซ์แกลบด้วยกรดซัลฟูริก (H_2SO_4) 10 เปอร์เซ็นต์ เป็นเวลา 2 ชม. และแช่แกลบทิ้งไว้ในโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ความเข้มข้น 3 เปอร์เซ็นต์ เป็นเวลา 24 ชม. นำแกลบทั้ง 3 สภาวะไปเผาที่อุณหภูมิ 600 °C. ภายใต้บรรยากาศต่างๆ คือบรรยากาศคงที่ (Static Air) บรรยากาศของแก๊ส

อาร์กอนและบรรยากาศของแก๊สออกซิเจน (O_2) จากนั้นวิเคราะห์ความบริสุทธิ์ของซิลิกาที่เตรียมได้จากการเผาภายใต้บรรยากาศต่างๆ ดังกล่าวด้วยวิธีการวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อนพบว่าเถ้าแกลบที่ได้จากการเผาเถ้าแกลบที่อุณหภูมิ 600 °C. ภายใต้บรรยากาศของแก๊สอาร์กอน เป็นเวลา 3 ชม. แล้วเผาต่อที่อุณหภูมิเดียวกันภายใต้บรรยากาศของแก๊สออกซิเจน เป็นเวลา 1 ชม. มีปริมาณซิลิกาสูงถึง 99.66 เปอร์เซ็นต์ จากการวิเคราะห์โครงสร้างของผลึกซิลิกาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ พบว่าซิลิกาที่ได้มีโครงสร้างเป็นแบบออสตรอน และจากผลการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคของซิลิกาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราดและกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องผ่าน (Transmission Electron Microscopy ,TEM) พบว่าซิลิกามีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 0.03 – 100 ไมครอน

Real และคณะ (1997) ได้ศึกษาการเตรียมซิลิกาจากเถ้า โดยนำเถ้าไปรีฟลักซ์ด้วยกรดไฮโดรคลอริก ก่อนนำไปเผาต่อ จากนั้นนำเถ้าไปเผาที่อุณหภูมิ 600 °C. พบว่า เถ้าเถ้าที่ได้มีซิลิกาเป็นองค์ประกอบในปริมาณ 99.5 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก และมีพื้นที่ผิวจำเพาะ $260 \text{ m}^2/\text{g}$

Souza และคณะ (2000) ศึกษากระบวนการที่เหมาะสมในการเตรียมซิลิกาจากเถ้า โดยนำเถ้าไปต้มในกรดไฮโดรคลอริก 20 เปอร์เซ็นต์ ในกรดซัลฟูริก 20 เปอร์เซ็นต์ เป็นเวลา 24 ชม. แล้วนำไปล้างด้วยน้ำกลั่น จากนั้นนำเถ้าไปเผาที่อุณหภูมิ 550 °C. เป็นเวลา 2 ชั่วโมง วิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ พบว่าซิลิกาที่ได้มีโครงสร้างเป็นแบบออสตรอน เมื่อวิเคราะห์ปริมาณของซิลิกาที่ได้ พบว่าเถ้าเถ้าที่ได้มีซิลิกาเป็นองค์ประกอบในปริมาณ 99.69 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก และมีโลหะเจือปน เช่น เหล็กออกไซด์ อลูมินาออกไซด์ ไททาเนียมไดออกไซด์ แมงกานีสไดออกไซด์ แมกนีเซียมออกไซด์ โซเดียมออกไซด์ แคลเซียมออกไซด์ และ โพแทสเซียมออกไซด์ เป็นต้น และเมื่อนำเถ้าเถ้ามาวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวจำเพาะ พบว่า ซิลิกาที่ได้มีขนาดพื้นที่ผิวเป็น $480 \text{ m}^2/\text{g}$

Krishnarao และคณะ (2001) ศึกษาภาวะต่างๆ ต่อการก่อตัวของอนุภาคคาร์บอนในซิลิกาที่เตรียมได้จากการเผาเถ้า โดยการเผาเถ้าและเถ้าที่ผ่านการรีฟลักซ์ด้วยกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 3.0 และ 5.6 นอร์มอล เป็นเวลา 1 ชม. และเผาที่อุณหภูมิ 400-700 °C. เป็นเวลา 4 ชม. อัตราการเพิ่มอุณหภูมิในระหว่างการเผาแบบช้า (อุณหภูมิจะเพิ่มขึ้นโดยมีอัตราเร็ว 5 °C. ต่อ นาที) และแบบเร็ว พบว่า ซิลิกาที่เตรียมได้จากการเผาเถ้าที่ไม่ผ่านการรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิสูงและใช้อัตราการเพิ่มของอุณหภูมิในระหว่างการเผาเป็นแบบเร็วมีแนวโน้มการก่อตัวของคาร์บอนสูงกว่าในซิลิกาที่เตรียมได้จากการเผาเถ้าที่ผ่านการรีฟลักซ์ในการเผาเถ้าที่ผ่านการรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิเดียวกันอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิในระหว่างการเผาไม่มีผลต่อการก่อตัวของ

คาร์บอนในซิลิกาที่เตรียมได้ดังกล่าว และอัตราการเผาไหม้ของคาร์บอนในระหว่างการเผาแคลบที่อุณหภูมิ 400 °C. มีอัตราสูงกว่าการเผาแคลบที่ผ่านการรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิเดียวกัน เมื่อวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ พบว่าผลึกของซิลิกาที่เตรียมได้ทั้งจากการเผาแคลบและแคลบที่ผ่านการรีฟลักซ์ด้วยอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิในระหว่างการเผาทั้งแบบช้าและแบบเร็วมีโครงสร้างเป็นแบบออสณฐาน และวิเคราะห์ปริมาณโลหะเจือปนพบว่าซิลิกาที่เตรียมได้จากการเผาแคลบที่ไม่ผ่านการรีฟลักซ์ มีปริมาณของโลหะเจือปนมากกว่าซิลิกาที่เตรียมได้จากการเผาแคลบที่ผ่านการรีฟลักซ์ โดยโลหะเจือปนที่มีปริมาณมากที่สุดคือ โพแทสเซียม (Potassium, K)

Kalapathy และคณะ (2002) ได้ศึกษาและปรับปรุงวิธีการในการสกัดซิลิกาซีโรเจลจากแคลบโดยการละลายแก้วแคลบที่มีซิลิกาและคาร์บอน เป็นองค์ประกอบอยู่ในปริมาณ 61 และ 36 เปอร์เซ็นต์ ด้วยไฮเดียมไฮดรอกไซด์ ที่มีความเข้มข้น 1 นอร์มอล และปรับค่าความเป็นกรดของสารละลายให้มีค่าเป็น 4.0 ด้วยกรดไฮโดรคลอริก กรดซิตริก หรือกรดออกซาลิก (Oxalic Acid) ที่ทำให้ตกตะกอนจนตะกอนเกาะตัวกันเป็นซิลิกาซีโรเจล แล้วจึงล้างด้วยน้ำกลั่น จากนั้นอบให้แห้ง วิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ พบว่าซิลิกาซีโรเจลที่เตรียมได้จากการตกตะกอนในสารละลายทั้ง 3 ชนิด มีโครงสร้างเป็นซิลิกาแบบออสณฐาน และวิเคราะห์ปริมาณซิลิกาและโซเดียม ด้วยเทคนิค X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS) พบว่าซิลิกาซีโรเจล ที่เตรียมได้จากการตกตะกอนทั้ง 3 ชนิด มีปริมาณซิลิกาเป็นองค์ประกอบอยู่ประมาณ 89-91 เปอร์เซ็นต์ และซิลิกาซีโรเจลที่เตรียมได้จากการตกตะกอนในสารละลายกรดซิตริก และสารละลายกรดออกซาลิก มีโซเดียม (Na) เป็นองค์ประกอบในปริมาณ 0.52 และ 0.22 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งปริมาณของโซเดียมที่พบในการศึกษาด้วยวิธีนี้มีปริมาณน้อยกว่าวิธีการอื่นๆ

จากวิธีการเตรียมซิลิกาจากแคลบขาวที่ได้กล่าวมาข้างต้นสามารถเปรียบเทียบข้อแตกต่างจากทั้งสองวิธีเป็นดังนี้

1. การเตรียมซิลิกาจากแคลบขาวโดยการรีฟลักซ์ด้วยสารละลายชนิดต่างๆ เช่น กรดไฮโดรคลอริก กรดซัลฟูริก และไฮเดียมไฮดรอกไซด์ นั้น สามารถที่จะชะล้างโลหะที่เจือปนมากับแคลบขาวได้ดี และทำให้ได้ซิลิกาที่มีความบริสุทธิ์ค่อนข้างสูง แต่การเตรียมด้วยวิธีนี้ค่อนข้างจะยุ่งยาก เนื่องจากจะต้องมีการเตรียมสารละลายให้ถูกต้อง และต้องมีความเข้าใจกับสารละลายแต่ละชนิดก่อนที่จะนำไปใช้งาน

2. การเตรียมซิลิกาบริสุทธิ์ทำโดยนำแคลบไปเผาที่อุณหภูมิตั้งแต่ 500 – 800 °C. เป็นเวลา 1 – 6 ชม. จะได้แคลบซึ่งมีโครงสร้างเป็นแบบออสณฐานและซิลิกาที่ได้จะมีความบริสุทธิ์สูงอยู่ระหว่าง 95 – 99 เปอร์เซ็นต์ แต่การเตรียมด้วยวิธีนี้ จะทำให้ได้ซิลิกาที่มีโลหะเจือปนค่อนข้างมากกว่าวิธีที่เตรียมโดยการรีฟลักซ์แคลบขาวด้วยสารละลายทั้งชนิดที่เป็นกรดและเบส

2.4 การนำซิลิกาจากแกลบข้าวไปใช้งาน

จากวิธีการเตรียมซิลิกาจากแกลบข้าวด้วยวิธีการเตรียมที่กล่าวมาข้างต้นแล้วยังได้นักวิจัยทั้งใน และต่างประเทศนำซิลิกาที่ได้จากแกลบข้าวไปประยุกต์ใช้กับงานด้านต่าง ๆ เพื่อเพิ่มหรือปรับปรุงคุณสมบัติให้กับวัสดุผสมหลากหลายประเภทดังนี้

Della and Hotza (2001) ได้ศึกษาลักษณะเฉพาะของเถ้าแกลบสำหรับใช้เป็นวัตถุดิบที่สำคัญในการผลิตซิลิซัสเซรามิก (Siliceous Ceramics) เช่น วัสดุที่ทนต่อความร้อน และทนต่อการกัดกร่อนของสารละลายจากการศึกษาพบว่า องค์ประกอบหลักของเถ้าแกลบคือ ซิลิกาซึ่งอยู่ในรูปอสัณฐาน และมีสารพวกแอลคาไลน์เป็นองค์ประกอบอยู่ประมาณ 1 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก จากลักษณะดังกล่าวเถ้าแกลบจึงเหมาะที่จะเป็นวัตถุดิบสำหรับการใช้ผลิตสารเซรามิกได้

บุรฉัตร ฉัตรวีระ และพิชัย นิमितยงสกุล (2537) ได้ศึกษาเกี่ยวกับสมบัติกำลังของคอนกรีตผสมซีเมนต์แกลบเมื่อถูกกระทบกับความร้อนทันที หลังจากทำการหล่อคอนกรีตเสร็จแล้ว กำลังอัดคอนกรีตผสมซีเมนต์แกลบ และคอนกรีตธรรมดา บ่มในสภาพเดียวกัน นำมาทดสอบเมื่ออายุครบ 12 ชม. 3 วัน 10 วัน และ 28 วัน การบ่มคอนกรีตจะบ่มด้วยวิธีบ่มอากาศทั่วไปกับบ่มที่อุณหภูมิ 5 ช. ผลการทดสอบเมื่อเปรียบเทียบกับคอนกรีตธรรมดาที่ใช้บ่มอากาศทั่วไป บ่งชี้ว่าอุณหภูมิในการบ่มมีผลกระทบต่อการพัฒนา กำลังของคอนกรีตผสมซีเมนต์แกลบในช่วงระยะเริ่มต้นการให้คอนกรีตกระทบความร้อนทันทีมีผลทำให้กำลังเริ่มต้นมีค่าสูงขึ้น แต่ผลต่อกำลังในระยะยาวตรงกันข้าม นอกจากนี้ การบ่มคอนกรีตที่อุณหภูมิต่ำ จะเป็นการหน่วงการพัฒนา กำลังของคอนกรีตผสมซีเมนต์แกลบ

บุรฉัตร ฉัตรวีระ และณรงค์ศักดิ์ มาลากุล (2547) ได้ศึกษาผลของอุณหภูมิในการบ่มที่มีต่อคุณสมบัติเชิงกลของเพลสต์ที่ใช้ซีเมนต์ผสมเถ้าแกลบขาวเป็นวัสดุผงที่ได้จากโรงงานเผาอิฐมอญ โดยสมบัติที่ศึกษาได้แก่ ความชื้นเหลวปกติ ระยะเวลาการก่อตัว กำลังรับแรงอัดและแรงดึงแบบผ่าซีก ตัวแปรที่ใช้ คือ อัตราส่วนน้ำต่อวัสดุผง (ปูนซีเมนต์ หรือปูนซีเมนต์ผสมเถ้าแกลบขาว) เท่ากับ 0.45 และ 0.50 การแทนที่ของเถ้าแกลบขาวในปูนซีเมนต์โดยน้ำหนักที่ร้อยละ 20 และ 40 และอุณหภูมิของน้ำที่ใช้สำหรับทำการบ่มที่ 25 , 50 และ 75 ช. ตามลำดับ จากผลการทดสอบพบว่า กำลังรับแรงอัดและแรงดึงแบบผ่าซีกของเพลสต์จากซีเมนต์ผสมเถ้าแกลบขาวขึ้นอยู่กับอัตราส่วนการแทนที่ของเถ้าแกลบขาว โดยกำลังรับแรงของเพลสต์ซึ่งทำการแทนที่เถ้าแกลบขาวในปูนซีเมนต์ร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก มีกำลังรับแรงอัดสูงกว่าการแทนที่เถ้าแกลบขาวที่ร้อยละ 40 ที่ทุกอายุของการบ่ม และพัฒนากำลังรับแรงอัดของซีเมนต์ในช่วงแรกมีค่าสูงขึ้นเมื่ออุณหภูมิที่ใช้ทำ

การบ่มเพิ่มขึ้นจาก 25 เป็น 50 และ 75 ช. ตามลำดับ ในขณะที่การบ่มในช่วงหลังกำลังรับแรงอัดของเพสต์บ่มที่ 75 ช. ต่ำกว่ากำลังรับแรงอัดของเพสต์บ่มที่ 25 ช.

สรินทร ลิ้มปนาท (2543) ได้ศึกษากระบวนการเตรียมแผ่นกรองซิลิกาจากซีเถ้าแอลบพบว่า สามารถเตรียมแผ่นกรองซิลิกา ด้วยกระบวนการ Gel Casting จากซิลิกาซึ่งสกัดจากซีเถ้าแอลบที่มีความบริสุทธิ์สูง 99.8 เปอร์เซ็นต์ โดยแผ่นกรองดังกล่าว สามารถกรองยีสต์ซึ่งมีขนาดเฉลี่ยน้อยกว่า 10 ไมครอน ในอัตราเร็วเฉลี่ย 0.3 ml/min ความต้านทานการกรอง $1.32 \times 10^6 \text{ cm}^2$

Prasad และคณะ (2003) ได้ศึกษาพบว่าส่วนผสมของไวท์แวร์ (White Ware) ซึ่งใช้ซิลิกาจากเถ้าแอลบและซิลิกาแบบฝุ่นละเอียด (Silica Fume) ในปริมาณ 5 – 15 เปอร์เซ็นต์ มาแทนที่ในควอทซ์ซึ่งจะทำให้อุณหภูมิการสุกตัว (Vitrification) ลดลงจากอุณหภูมิ 1,250 ช. เป็น 1,200 ช. และพบว่าการเพิ่มขึ้นของปริมาณเถ้าแอลบและซิลิกาแบบฝุ่นละเอียด ไม่มีผลต่อการเพิ่มขึ้นของผลึกมัลไลต์ (Mullite) แต่จะมีผลต่อการเปลี่ยนแปลงของขนาดผลึกมัลไลต์ และเมื่อผสมเถ้าแอลบ (Rice Husk Ash) และ ซิลิกาแบบฝุ่นละเอียด (Silica Fume) เป็น 20 – 25 เปอร์เซ็นต์ สามารถลดจุดสุกตัวได้ถึง 100 ช. แต่การหดตัวหลังการเผาจะเพิ่มขึ้น ซึ่งน่าจะเกิดจากการเกิดเฟสแก้ว (Glassy Phase) มากขึ้นในตัวอย่างงาน นอกจากนี้ยังพบว่าปริมาณการดูดซึมน้ำต่ำมากและมีความแข็งแรงเพิ่มขึ้น จากการทดลองทั้งหมด พบว่า การเพิ่มเถ้าแอลบ และซิลิกาแบบฝุ่นละเอียด ประมาณ 10 เปอร์เซ็นต์ ทำให้คุณสมบัติของเนื้อดินปั้นไวท์แวร์ดีขึ้น ช่วยลดจุดสุกตัวทำให้ประหยัดพลังงานในการเผาผลิตภัณฑ์ไวท์แวร์ได้

2.5 เคลือบและคุณสมบัติของเคลือบ

เคลือบ คือ ชั้นบาง ๆ ของแก้วที่ฉาบอยู่บนผิวผลิตภัณฑ์เซรามิกอย่างต่อเนื่อง โดยทั่วไปแล้วเตรียมได้จากการหลอมของส่วนผสมของสารประกอบซิลิเกต เคลือบมีสมบัติทางฟิสิกส์ และเคมีคล้ายแก้วคือ มีความแข็งแรง ไม่ละลาย หรือละลายได้น้อยมากในสารละลายเคมี นอกจากกรดกัดแก้ว (HF) และด่างแก่ (Strong Basic) และไม่ยอมให้ของเหลวและก๊าซซึมผ่านได้ แต่เคลือบจะมีส่วนประกอบทางเคมีที่ซับซ้อนกว่าแก้ว วัตถุประสงค์ที่สำคัญของการเคลือบ คือ เพื่อความสวยงาม นอกจากนั้นแล้วยังช่วยทำให้ผลิตภัณฑ์ง่ายต่อการทำความสะอาด ช่วยป้องกันของเหลว และก๊าซซึมผ่าน เพิ่มความแข็งแรง ทนต่อการกัดกร่อน และช่วยปิดบังความไม่เรียบของผิวผลิตภัณฑ์ (วรรณ ต. แสงจันทร์, 2546)

องค์ประกอบของเคลือบ แบ่งออกเป็น 3 กลุ่มใหญ่ๆ คือ (Nelson, 2002)

กลุ่มวัตถุดิบที่เป็นด่าง (Base Group) ใช้สัญลักษณ์ RO และ R_2O มีคุณสมบัติเป็นตัวช่วยลดจุดหลอมละลาย หรือเรียกว่า ฟลักซ์ (Flux) วัตถุดิบกลุ่มนี้จะมีอยู่ 2 ประเภท คือ อัลคาไลน์ (Alkaline) มีคุณสมบัติเป็นฟลักซ์ที่ดี เพิ่มการไหลตัวของเคลือบ และเพิ่มความมันแวววาวในเคลือบ ซึ่งสารในกลุ่มนี้ ได้แก่ โซเดียมออกไซด์ (Na_2O) โพแทสเซียมออกไซด์ (K_2O) ลิเทียมออกไซด์ (Li_2O) เป็นต้น นอกจากนี้ยังมีสารประกอบที่อยู่ในรูปของวัตถุดิบ เช่น โซดาเฟลด์สปาร์ ($Na_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$) โพแทสเซิลด์สปาร์ ($K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$) และวัตถุดิบในกลุ่ม อัลคาไลน์ เอิร์ธ (Alkaline Earths) ได้แก่ แคลเซียมออกไซด์ (CaO) แบเรียมออกไซด์ (BaO) แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) เป็นต้น

กลุ่มวัตถุดิบที่เป็นกลาง (Amphoterics หรือ Neutrals Group) ใช้สัญลักษณ์ R_2O_3 ทำหน้าที่ควบคุมความหนืด ให้เคลือบยึดเกาะกับชิ้นงานขณะหลอมตัว เพิ่มจุดสุกตัวของเคลือบ เพิ่มความแข็งแรงให้แก่เคลือบ และลดสัมประสิทธิ์การขยายตัวของเคลือบ วัตถุดิบในกลุ่มนี้ได้แก่ อลูมินา (Al_2O_3) ดินขาว ($Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$) นอกจากนี้ยังมีวัตถุดิบที่ให้อลูมินา เช่น โซดาเฟลด์สปาร์ ($Na_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$) โพแทสเซิลด์สปาร์ ($K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$) เป็นต้น

กลุ่มวัตถุดิบที่เป็นกรด (Acids Group) ใช้สัญลักษณ์ RO_2 ทำหน้าที่เป็นตัวทำให้เกิดแก้ว (Glass Forming) เพิ่มความแข็งแรงให้กับเคลือบ ลดการไหลตัวของเคลือบที่จุดหลอมละลาย และลดสัมประสิทธิ์การขยายตัวเมื่อได้รับความร้อน วัตถุดิบในกลุ่มนี้ได้แก่ ควอทซ์ (SiO_2) หรือ ซิลิกาทราย ฟลินต์ และนอกจากนี้ยังมีวัตถุดิบตัวอื่นที่ให้ซิลิกา เช่น ดินขาว ($Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$) โซดาเฟลด์สปาร์ ($Na_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$) โพแทสเซิลด์สปาร์ ($K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$) เป็นต้น

โดยปกติองค์ประกอบของเคลือบทั้งสามชนิดที่กล่าวมาเมื่อนำมาเผาที่อุณหภูมิที่พอเหมาะจะทำให้เคลือบหลอมรวมตัวกันมีลักษณะใส ซึ่งเราสามารถหาอัตราส่วนผสมที่พอเหมาะขององค์ประกอบของเคลือบทั้งสามชนิดได้ด้วยการกำหนดสัดส่วนของวัตถุดิบทั้งสามชนิดนี้ได้จาก แผนภาพการคำนวณเคลือบแบบตารางสามเหลี่ยมด้านเท่า (Triaxial Diagram) ซึ่งจะมีวัตถุดิบหลักอยู่สามชนิดที่กล่าวมาจากข้างต้น หรืออาจจะมีวัตถุดิบชนิดอื่นๆ นอกเหนือจากวัตถุดิบหลักทั้งสามชนิดที่ได้กล่าวมาแล้ว ซึ่งอาจมีการเพิ่มเติมวัตถุดิบตัวอื่นนอกตารางก็ได้ ขึ้นอยู่กับการกำหนดสัดส่วนของวัตถุดิบในการทำเคลือบครั้งแรกอย่างไร แต่หลังจากนั้นผลที่ได้จากการเผาเคลือบเป็นอย่างไรแล้ว จึงค่อยปรับสูตรเคลือบหลังจากการเผาแล้วก็ได้ว่าจะปรับลดวัตถุดิบตัวไหน หรือเพิ่มวัตถุดิบตัวใดเข้าไปในสูตรเคลือบ ซึ่งการเกิดเคลือบนั้น ขึ้นอยู่กับเงื่อนไขหลายอย่าง ไม่ว่าจะเป็น วัตถุดิบ การบด การชั่งเคลือบ ความหนาของเคลือบ การเผา เวลาในการเผา บรรยากาศในการเผา สิ่งต่างๆ เหล่านี้ล้วนมีผลต่อลักษณะของการเกิดเคลือบได้

2.6 การจำแนกชนิดของเคลือบ

การจำแนกชนิดของน้ำเคลือบที่ใช้เคลือบผลิตภัณฑ์มีหลายชนิดด้วยกัน ซึ่งขึ้นอยู่กับอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาเคลือบ เช่น เคลือบไฟสูง เคลือบไฟปานกลาง และเคลือบไฟต่ำ โดยการเผาเคลือบนั้นบางครั้งก็ได้เรียกชื่อตามที่ได้มีการนำวัตถุดิบนั้นๆ มาใช้เป็นส่วนผสม เช่น เคลือบหินฟันม้า เคลือบแมงนิเซียม เคลือบหินปูน หรือเคลือบแบเรียม เป็นต้น ซึ่งหลังการเผาเคลือบก็จะมี การเรียกชื่อตามลักษณะที่ปรากฏบนผิวเคลือบ คือ เคลือบใส เคลือบสี เคลือบราน เคลือบทึบ เคลือบผลึก เคลือบด้าน และนอกจากนี้ยังได้มีการเรียกชื่อเคลือบตามประเภทของเนื้อดินปั้นที่นำมาใช้เป็นผลิตภัณฑ์สำหรับเคลือบ เช่น เคลือบเอิร์ทเทินแวร์ เคลือบสโตนแวร์ และเคลือบปอร์ซเลน เป็นต้น

เคลือบซีเถ้าฟิช (Ash Glazes)

เคลือบชนิดนี้จัดว่าเป็นเคลือบที่มีราคาถูก คือ นำสิ่งที่ไม่ใช่ประโยชน์แล้วนำมาใช้ให้เกิดประโยชน์ขึ้นมาซีเถ้าฟิชที่ใช้ได้แก่ ซีเถ้าเกลบจากโรงสี ฟางข้าว หญ้าคา เศษใบไม้ หรือผักตบชวา เป็นต้น ซีเถ้าของฟิชเหล่านี้ ล้วนแล้วแต่นำมาใช้ผสมทำน้ำเคลือบได้ทั้งนั้น (สุรศักดิ์ โกสียพันธ์, 2534) ซีเถ้าจากฟิชทุกชนิดมีส่วนประกอบของไฮโดรเจนและคาร์บอน เมื่อถูกเผาไหม้หมดไปจะเหลือซีเถ้าปริมาณเพียงเล็กน้อยเท่านั้น ซึ่งเป็นส่วนที่ทนไฟ สารเหล่านี้จะคงเหลือในกองซีเถ้าฟิชซึ่งประกอบด้วยธาตุอย่างน้อย 6 ตัวหลัก หรืออาจจะมีธาตุอื่น ๆ ที่ปะปนมากับเถ้าในปริมาณเล็กน้อย ซึ่งได้แสดงองค์ประกอบทางเคมีของตัวอย่างซีเถ้าฟิชชนิดต่างๆ ตามตารางที่ 2.3 เป็นดังนี้

ตารางที่ 2.3 แสดงผลวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของซีเถ้าชนิดต่าง ๆ (สุรศักดิ์ โกสียพันธ์, 2534 อ้างอิงจาก Herbert H. Sanders, 1980)

ชนิดของซีเถ้า	องค์ประกอบทางเคมีของซีเถ้าชนิดต่าง ๆ (ร้อยละ)									
	CaO	SiO ₂	P ₂ O ₅	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	MnO	TiO ₂
ซีเถ้าทานตะวัน	47.71	34.60	3.93	4.38	0.49	5.99	2.51	0.06	0.33	-
ซีเถ้าต้นสน	39.79	24.39	2.78	9.71	3.41	4.45	8.98	3.77	2.74	-
ซีเถ้าเกลบ	0.48	96.00	0.02	1.00	0.04	0.22	0.90	0.26	0.19	0.16
ซีเถ้าฟางข้าว	3.07	40.00	2.51	1.13	0.26	1.38	3.57	0.77	0.30	-

ปริมาณของสารเหล่านี้จะมีมาก หรือน้อยแตกต่างกันไปตามชนิดของฟิช ซึ่งความแตกต่างจากซีเถ้าฟิชในแต่ละชนิดเหล่านี้จะมีผลทำให้สี และลักษณะผิวของเคลือบ แตกต่างกันด้วย นอกจากนี้เสริมศักดิ์ นาคบัว (2536) ได้กล่าวไว้ว่า ลักษณะเด่นของเคลือบซีเถ้าฟิชนั้น เป็น

ความงามที่ให้ความรู้สึก สุขุม เจียบ ลึกซึ้ง ชล้ง ไม่ฉูดฉาดเหมือนเคลือบชนิดอื่น เป็นความงามที่เป็นเอกลักษณ์พิเศษซึ่งทำไม่ได้ด้วยเคลือบชนิดอื่น จึงทำให้เคลือบซีเถ้าเป็นที่สนใจกันมากทั้งในและต่างประเทศ ซึ่งจากการทบทวนเอกสารก็ได้มีการศึกษาทดลองนำซีเถ้าพืชมมาทดลองทำน้ำเคลือบ เช่น

พิมพ์วัลค์ วัฒนภาส (ม.ป.ป.) ได้ทดลองทำเคลือบจากซีเถ้าแกลบ วัตถุดิบที่ใช้ในการทดลองได้แก่ หินฟันม้า หินปูน ซีเถ้าแกลบใช้บรรยากาศในการเผา 2 แบบคือ บรรยากาศออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 1,230 °C. และบรรยากาศแบบรีดักชันที่อุณหภูมิ 1,250 °C. พบว่า เคลือบที่มีปริมาณแกลบสูงกว่าร้อยละ 40 ขึ้นไปเป็นฟองฟูบริเวณที่มีซีเถ้าแกลบร้อยละ 0 – 30 จะเป็นเคลือบใสและแตกราน เมื่อนำไปเผาแบบรีดักชันที่อุณหภูมิ 1,250 °C. จะได้เคลือบแบบเซลาดอน (Celadon) บริเวณที่ดีที่สุดที่เหมาะสมจะนำมาทำเคลือบคือส่วนผสมที่มีหินฟันม้าร้อยละ 40 – 60 หินปูนร้อยละ 30 – 60 และ ซีเถ้าแกลบร้อยละ 0 – 30

พิมพ์วัลค์ วัฒนภาส (ม.ป.ป.) ได้ทดลองทำเคลือบจากซีเถ้าไม้แดง วัตถุดิบที่ใช้ในการทดลองได้แก่ หินฟันม้า หินปูน และซีเถ้าไม้แดง ใช้บรรยากาศในการเผา 2 แบบคือ บรรยากาศออกซิเดชัน และบรรยากาศแบบรีดักชัน เผาเคลือบที่อุณหภูมิ 1,200 °C. การคำนวณหาส่วนผสมได้จากแผนภาพตารางสามเหลี่ยมด้านเท่าหลังจากการเผาเคลือบพบว่า เคลือบที่เผาในบรรยากาศแบบออกซิเดชัน ลักษณะกึ่งมันกึ่งด้าน สีเคลือบออกโทนน้ำตาล ส่วนเคลือบที่เผาในบรรยากาศแบบรีดักชัน เคลือบที่ได้มีผิวกึ่งมันกึ่งด้านเช่นกัน สีเคลือบมีสีเขียวอมเทา โดยมีอัตราส่วนผสมของเคลือบคือ หินฟันม้าปริมาณร้อยละ 30-60 หินปูนปริมาณร้อยละ 0-30 และซีเถ้าไม้แดงปริมาณร้อยละ 10-40

พิมพ์วัลค์ วัฒนภาส (ม.ป.ป.) ได้ทดลองทำเคลือบจากซีเถ้าไม้เต็ง วัตถุดิบที่ใช้ในการทดลองได้แก่ หินฟันม้า หินปูน ซีเถ้าไม้เต็ง เผาเคลือบที่อุณหภูมิ 1,200 °C. ในบรรยากาศออกซิเดชัน และบรรยากาศแบบรีดักชัน ซึ่งคำนวณหาส่วนผสมได้จากแผนภาพตารางสามเหลี่ยมด้านเท่า จากการทดลองพบว่า เคลือบส่วนใหญ่เป็นเคลือบด้าน บริเวณที่ให้ผลดีคือ หินฟันม้าปริมาณร้อยละ 30-60 หินปูนปริมาณร้อยละ 0-30 ส่วนซีเถ้าไม้เต็งปริมาณร้อยละ 40-60 เผาเคลือบในบรรยากาศออกซิเดชัน เคลือบที่ได้กึ่งด้านสีเนื้อ ส่วนเคลือบที่เผาบรรยากาศรีดักชันได้เคลือบด้านสีเทาฟ้าสวยงาม

สุจินดา โชติพานิช (ม.ป.ป.) ได้ทำการทดลองเคลือบสีจากเหล็กออกไซด์ในน้ำยาเคลือบซีเถ้า วัตถุดิบที่ใช้ ได้แก่ หินฟันม้า ซีเถ้าไม้เนื้ออ่อน ซีเถ้าฟางข้าว โดยผสมเหล็กออกไซด์ร้อยละ 8 ในส่วนผสมของน้ำยาเคลือบทุกส่วนผสม การคำนวณหาส่วนผสมได้จากแผนภาพตารางสามเหลี่ยมด้านเท่า และเผาที่อุณหภูมิ 1,200 องศาเซลเซียส พบว่า เคลือบส่วนใหญ่เป็น

เคลือบเงามันใส แต่เคลือบที่มีส่วนผสมของซีเถ้าไม้เนื้ออ่อนร้อยละ 40-70 เคลือบที่ได้จะมันใสมีผลึกด้านอยู่ตามขอบ สำหรับสีที่ได้ปรากฏว่า ในส่วนผสมที่มีปริมาณหินฟันม้าร้อยละ 50-80 เคลือบจะมีสีน้ำตาลเข้มถึงดำ และดำเป็นดวงแบบหยดน้ำมัน ในส่วนผสมที่มีหินฟันม้าร้อยละ 40 ซีเถ้าไม้เนื้ออ่อนร้อยละ 10-30 และซีเถ้าฟางข้าวร้อยละ 20-30 ได้สีของเคลือบเป็นสีน้ำตาลอมฟ้า เป็นเงามันแต่ทึบ ซึ่งเป็นสีที่ใกล้เคียงกับเซราดอน

ไพจิตร อิงศิริวัฒน์ (2537) ได้อ้างอิงการศึกษาทดลองเคลือบคอปเปอร์เรด (Copper Red Glaze) จากภาควิชาวิทยาศาสตร์ซิลิเกต และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ โดยใช้เนื้อดินขาวปอร์ซเลน เเผที่อุณหภูมิ 1,280 °C. ในบรรยากาศรีดักชัน มีวัตถุดิบที่ใช้เป็นส่วนผสมในเคลือบคือ เฟลด์สปาร์ชนิดโพแทส ($K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$) ร้อยละ 38.8 แบเรียมคาร์บอเนต ($BaCO_3$) ร้อยละ 9.18 หินปูน ($CaCO_3$) ร้อยละ 11.6 ซิงค์ออกไซด์ (ZnO) ร้อยละ 15.13 ทังคัม ($3MgO \cdot 4SiO_2 \cdot H_2O$) ร้อยละ 5.88 ดินขาว ($Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$) ร้อยละ 3.60 ควอทซ์ (SiO_2) ร้อยละ 16.95 แก้วกระดุก หรือโบนแอช ($3CaO \cdot P_2O_5$) ร้อยละ 2 คอปเปอร์ออกไซด์ (CuO) ร้อยละ 1 ดีบุกออกไซด์ (SnO_2) ร้อยละ 3 และซีเถ้าแกลบ (Rice Husk Ash) ร้อยละ 10 พบว่าหลังการเผาเคลือบนั้นปรากฏว่าเคลือบหลอมละลายดี และได้สีของเคลือบเป็นสีแดงสด

สุรศักดิ์ โกสิยพันธ์ (2534) ได้ทำการทดลองทำเคลือบซีเถ้าจากผักตบชวา โดยหาอัตราส่วนผสมเคลือบจากการคำนวณเคลือบ จากแผนภูมิตารางสามเหลี่ยมด้านเท่า มีส่วนผสมดังนี้ ซีเถ้าผักตบชวา ร้อยละ 40 ดินขาวนาวิวาส ร้อยละ 10 หินฟันม้าชนิด โพแทสเฟลด์สปาร์ ร้อยละ 50 ทดลองเผาเคลือบที่อุณหภูมิ 1,240 °C. หลังการเผาพบว่า เคลือบที่ได้มีสีน้ำตาลดำ มีจุดสีเขียวหม่นแทรก เคลือบหลอมละลายดี

ลดดา พันธุ์สุขุมธนา และ ชลัย ศรีสุข (2546) ได้ทำการทดลองเคลือบซีเถ้าไม้ยางพารา ผสมกับดินเลน หินปูนและ ซิงค์ออกไซด์ เเผที่อุณหภูมิ 1,150-1,200 °C. พบว่าลักษณะของเคลือบที่ได้หลังการเผา คือ เคลือบมีความมันวาว เป็นที่น่าสังเกตว่าจากการตรวจสอบผลวิเคราะห์ทางเคมีของวัตถุดิบที่เป็นส่วนผสมในเคลือบก็พบว่า ดินเลน มีเปอร์เซ็นต์ ซิลิกาสูงถึง 70.2 เปอร์เซ็นต์ และมีอะลูมินา 12.5 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งอัตราส่วนผสมของเคลือบที่เหมาะสม คือ ซีเถ้าไม้ยางพาราร้อยละ 21.7 ดินเลนร้อยละ 65.2 หินปูนร้อยละ 6.5 ซิงค์ออกไซด์ร้อยละ 6.5 ทั้งนี้สาเหตุที่เคลือบหลอมละลายดีนั้นก็มาจากการส่วนผสมของเคลือบที่มีตัวช่วยหลอมละลายในสูตรเคลือบคือ หินปูนและซิงค์ออกไซด์

เสริมศักดิ์ นาคบัว (2536) ได้ทำการทดลองเคลือบโดยใช้วัตถุดิบ คือ หินฟันม้า ซีเถ้าแกลบ ซีเถ้าต้นมะขาม ดินคำสุราษฎร์ธานี และดินปากเกล็ด เเผที่อุณหภูมิ 1,250 1,280 และ 1,300 °C. ในบรรยากาศแบบออกซิเดชันและรีดักชัน พบว่า ที่อุณหภูมิ 1,250 °C. เคลือบเริ่มหลอม

มีผิวขรุขระ มีสีเทาอมเขียว ที่อุณหภูมิ 1,280 ซ. เคลือบหลอมเกือบสมบูรณ์ ผิวมันเกือบเรียบ มีสีเทาอมเขียว รานเป็นเส้นเล็กๆ ส่วนเคลือบที่เผาอุณหภูมิ 1,300 ซ. เคลือบหลอมสมบูรณ์ ผิวมัน มีสีเขียวมะกอกอมเทา รานเป็นเส้นเล็กๆ อัตราส่วนที่เหมาะสมที่สุดคือ หินฟันม้า ร้อยละ 34 ซีเมนต์ 34 ซีเมนต์ 18 ซีเมนต์ 18 ซีเมนต์ 18 ซีเมนต์ 15 ดินดำสุราษฎร์ธานีและดินปากเกล็ด ร้อยละ 33

เสริมศักดิ์ นาคบัว (2536) ได้ทดลองทำเคลือบซีเมนต์โดยใช้วัตถุดิบคือ หินฟันม้าชนิดโพแทสเซิลด์สปาร์ ซีเมนต์จากฟางข้าว ซีเมนต์ไม่มะขาม และดินแดงปากเกล็ด เเผาเคลือบที่อุณหภูมิ 1,250 ซ. ในบรรยากาศแบบรีดักชัน ผลจากการเผาเคลือบพบว่า เคลือบหลอมตัวสมบูรณ์ดี ผิวมัน มีฟองอากาศเล็ก ๆ ทั่วผิว สีที่ได้สีเขียวมะกอก เคลือบรานตัว ซึ่งอัตราส่วนที่เหมาะสมที่สุดคือ หินฟันม้าปริมาณร้อยละ 34 ซีเมนต์จากฟางข้าวปริมาณร้อยละ 18 ซีเมนต์ไม่มะขามปริมาณร้อยละ 15 และดินแดงปากเกล็ดปริมาณร้อยละ 33

จากงานวิจัยเคลือบซีเมนต์ที่ได้อ่านมาพบว่า การศึกษาเรื่องเคลือบซีเมนต์ในเชิงวิทยาศาสตร์อย่างเป็นระบบในประเทศไทยนั้นยังไม่แพร่หลายเท่าที่ควร ส่วนมากแล้วจะเป็นการศึกษานำซีเมนต์มาใช้ประโยชน์สำหรับทำนํ้ายาเคลือบเท่านั้น โดยที่การศึกษาในเบื้องต้นของการนำซีเมนต์มาใช้ประโยชน์ที่พบโดยทั่วไปจะมีเพียงการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของซีเมนต์พบว่าประกอบไปด้วยอะไรบ้าง และผลที่ได้จากการวิเคราะห์ลักษณะของเคลือบที่เกิดขึ้นหลังการเผาเคลือบที่อุณหภูมิต่างๆ ซึ่งถ้าหากมีการศึกษาเคลือบซีเมนต์ในเชิงวิทยาศาสตร์ที่ยังขาดการศึกษายู่ก็อาจจะช่วยให้ค้นหาคำตอบหลายๆ อย่างได้ที่เกี่ยวข้องกับลักษณะของเคลือบซีเมนต์ เช่น สีของเคลือบที่เกิดจากเคลือบซีเมนต์เกิดขึ้นจากองค์ประกอบตัวไหน ลักษณะผิวเคลือบที่ปรากฏจากเคลือบซีเมนต์เช่น เคลือบมัน เคลือบกึ่งมันกึ่งด้าน และเคลือบด้านนั้นมีสาเหตุมาจากอะไร ซึ่ง การศึกษาถึงลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคของเคลือบ หรือตำหนิที่เกิดจากเคลือบซีเมนต์ที่เป็นเอกลักษณ์เฉพาะตัว การรานตัวของเคลือบ หรือตำหนิแบบอื่นๆ ของเคลือบที่เกิดขึ้น ซึ่งน่าจะเป็นประโยชน์อย่างมากต่ออุตสาหกรรมเซรามิกที่ต้องการใช้เคลือบจากวัสดุเหลือใช้อย่างซีเมนต์ เป็นต้น

บทที่ 3

วิธีการทดลอง

3.1 การศึกษาลักษณะเบื้องต้นของแกลบและเถ้าแกลบ

3.1.1) การเตรียมวัตถุดิบ

ตัวอย่างของแกลบข้าวได้จากโรงสีข้าวที่ อ.แม่จัน จ.เชียงราย ในการเลือกตัวอย่างแกลบข้าว ซึ่งเป็นชนิดผสมของแกลบข้าวหลายชนิด นำตัวอย่างของแกลบข้าวที่ได้มาทำความสะอาดโดยการนำไปล้างน้ำในถังพลาสติกขนาด 10 ลิตร ทั้งหมด 4 ครั้ง แล้วตักออกไว้บนภาชนะที่เป็นถาดสำหรับรองเพื่อรอให้น้ำหยดออก จากนั้นนำแกลบข้าวที่ผ่านการล้างไปอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

เมื่ออบแกลบข้าวแห้งสนิทแล้วแบ่งออกมา 100 กรัม เพื่อนำไปบดแห้งด้วยหม้อบดเล็ก (Pot-mill) ขนาด 500 กรัม ใช้เวลาในการบด 3 ชั่วโมง จากนั้นคัดเอาเฉพาะผงของแกลบข้าวที่ได้จากการบดไปวิเคราะห์การสลายตัวเชิงความร้อนด้วยเทคนิค TGA (Mettler Toledo รุ่น TGA/SDTA 851^o) โดยให้ความร้อนจากอุณหภูมิห้องจนถึงอุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราความร้อน 20 องศาเซลเซียสต่อนาที ในอากาศสังเคราะห์

แบ่งแกลบข้าวออกเป็นส่วนๆ ละ 300 กรัม แล้วนำไปเผาในเตาเผาเซรามิกแบบไฟเบอร์ชนิดใช้แก๊สเป็นเชื้อเพลิง เผาที่อุณหภูมิ 500, 600, 700 และ 800 องศาเซลเซียส โดยแช่ที่แต่ละอุณหภูมิเป็นเวลา 4 และ 8 ชั่วโมง จากนั้นนำเถ้าแกลบที่ได้จากการเผาไปชั่งน้ำหนัก เพื่อหาปริมาณของเถ้าแกลบที่เหลืออยู่ นำเถ้าแกลบที่ได้หลังการเผาไปบดในหม้อบดขนาด 500 กรัม เป็นเวลา 1-5 ชั่วโมง

นอกจากนี้ยังมีการนำเถ้าแกลบซึ่งได้จากการนำแกลบข้าวไปใช้เป็นเชื้อเพลิงของโรงงานเผาอิฐ เพื่อเปรียบเทียบกับการใช้เถ้าแกลบที่เตรียมขึ้นในห้องปฏิบัติการ เถ้าแกลบนี้ร้อนผ่านตะแกรงขนาด 36 เมช เพื่อคัดข้าวเปลือกขนาดใหญ่ที่ไม่ได้ผ่านการเผาไหม้ออก และนำมาใช้ทันที โดยไม่ต้องทำการล้างหรือเตรียมการอื่นใด ส่วนควอทซ์ที่ใช้ในการทดลองนี้อยู่ในรูปผงควอทซ์ ผล็กสีขาว จัดจำหน่ายโดย บ. น้ำยงแสง จ. ลำปาง วัตถุดิบอื่นๆ ที่ใช้ในการทดลองนี้ เช่น แคลเซียมคาร์บอเนต (สูตร

เคมี CaCO_3) ไซตาเฟลด์สปาร์ (สูตรเคมี $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$) และสารอื่นๆ ที่เป็นตัวเติมให้สีในเคลือบหรือเพื่อทำให้เกิดผลึก เช่น คอปเปอร์ออกไซด์ (CuO) ซิงค์ออกไซด์ แมงกานีสออกไซด์ (MnO) โคบอลต์ออกไซด์ ล้วนแล้วแต่จัดจำหน่ายโดย บ. น้ำยงเฮง จ. ลำปาง ซึ่งในส่วนของสารกลุ่มที่ทำให้เกิดสีหรือเกิดผลึกนี้ ไม่ได้มีการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะ มีแต่นำมาใช้งานเท่านั้น

3.1.2) การศึกษาลักษณะเฉพาะของวัตถุดิบ

นำเข้าแถบที่ได้จากการเผาไปวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเครื่อง X-ray fluorescence (XRF Horiba รุ่น Mesa-500w, Japan) วิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction Bruker รุ่น D8 Advance, USA) และวิเคราะห์หากระจายตัวของขนาดอนุภาคของแถบด้วยเครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาค (Partisizer Malvern รุ่น Mastersizer 2000+Hydro 2000 MU, UK) ร่วมกับการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์ชนิดส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, LEO รุ่น 1460) และกล้องจุลทรรศน์เชิงแสง (Seizz รุ่น Stemi 2000-C, Germany)

3.2 การเตรียมน้ำเคลือบ การเคลือบ และการเผาเคลือบสูตรเคลือบขาวทึบ

เพื่อศึกษาการผลการใช้แถบแทนควอทซ์ จึงนำแถบไปใช้กับเคลือบขาวทึบสำหรับผลิตภัณฑ์สโตนแวร์ ซึ่งเป็นเคลือบที่มีการนำไปใช้มากที่สุดชนิดหนึ่ง โดยกำหนดอัตราส่วนผสมของเคลือบเป็นดังนี้

ตาราง 3.1: แสดงอัตราส่วนของส่วนผสมต่างๆในสูตรเคลือบขาวทึบ

วัตถุดิบ	อัตราส่วนผสม					
	สูตรที่ 1	สูตรที่ 2	สูตรที่ 3	สูตรที่ 4	สูตรที่ 5	สูตรที่ 6
หินฟันม้าชนิดไซตาเฟลด์สปาร์	30	40	35	40	45	30
หินปูน หรือแคลเซียมคาร์บอเนต	40	30	40	40	40	40
ควอทซ์หรือแถบแก้ว	30	30	25	20	15	50

3.2.1 การเตรียมน้ำเคลือบ

3.2.1.1 ชั่งส่วนผสมเคลือบ ด้วยเครื่องชั่ง 2 ตำแหน่ง (ผู้ผลิต Metler Telodo รุ่น PB3002-S) อัตราส่วนผสมน้ำต่อวัตถุดิบคือ 1 ต่อ 1 โดยมวล ส่วนผสมละ 50 กรัม จากนั้นนำเคลือบที่ชั่งเรียบร้อยแล้วไปบดด้วยเครื่องบดเร็ว (Speed Mill) อัตราส่วนผสมละ 5 นาที

3.2.1.2 เตรียมขึ้นทดสอบสำหรับชุบเคลือบโดยใช้เนื้อดินปั้นชนิดสโตนแวร์ (Stone Ware) ผสมสำเร็จของบริษัทคอมพาวด์เคลย์ โดยการกดอัดขึ้นรูปด้วยแบบพิมพ์ปูนปลาสเตอร์ ที่มีลายบนขึ้นทดสอบเพื่อดูความแตกต่างของการหลอมตัวของเคลือบ เผาขึ้นทดสอบ (Biscuit Firing) ที่อุณหภูมิ 850 °C.

3.2.1.3 นำขึ้นทดสอบที่เตรียมเรียบร้อยแล้วมาชุบเคลือบด้วยวิธีการจุ่ม โดยใน 1 อัตราส่วนผสม เตรียมขึ้นทดสอบจำนวน 3 ชิ้น จากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิ 1,250 °C เป็นเวลา 8 ชม. แะไฟที่อุณหภูมิสูงสุดเป็นเวลา 30 นาที โดยใช้เตาไฟฟ้าอุณหภูมิสูง (Lenton Thermal Designs, LTD) เผาในบรรยากาศแบบออกซิเดชัน (Oxidation)

3.2.1.4 หลังเผาขึ้นทดสอบเรียบร้อยแล้วก็ทำการวิเคราะห์ผลการเผาเคลือบหลังการเผาโดยดูจากลักษณะของเคลือบ คือ การหลอมตัวของเคลือบและความสมบูรณ์ของเคลือบวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวและสีของเคลือบด้วยกล้องจุลทรรศน์เชิงแสง

3.2.3 สัมประสิทธิ์การขยายตัวของเคลือบ

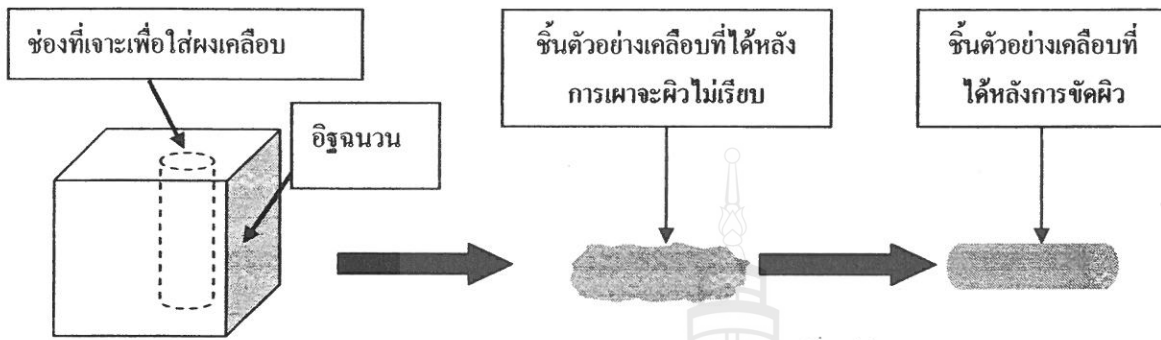
3.2.3.1 นำผงเคลือบซึ่งได้เตรียมไว้แล้วไปอัดลงในอิฐฉนวนซึ่งได้เจาะรูที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของรูปประมาณ 8 มิลลิเมตร ลึก 30 มิลลิเมตร จะได้ขึ้นทดสอบเป็นแท่งดังรูปที่ 3.1

3.2.3.2 นำตัวอย่างของผงเคลือบที่ได้อัดขึ้นรูปเอาไว้แล้วไปเผาด้วยเตาไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 1,250 °C ในบรรยากาศแบบออกซิเดชัน เป็นเวลา 8 ชม. แะไฟที่อุณหภูมิสูงสุดเป็นเวลา 30 นาที

3.2.3.3 จากนั้นนำชิ้นตัวอย่างของเคลือบที่เผาเสร็จเรียบร้อยแล้วนำมาขัดด้วยเครื่องขัดตัวอย่าง (Mecapol รุ่น P 230) เพื่อให้ผิวเรียบ และให้ด้านหน้าตัดของขึ้นทดสอบขนานกัน

3.2.3.4 นำชิ้นตัวอย่างของเคลือบไปทดสอบหาค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัว (Thermal Expansion Coefficients) ด้วยเครื่องทดสอบการขยายตัวเชิงความร้อน Dilatometer (ผู้ผลิต Netzsch ประเทศเยอรมัน รุ่น DIL 402 C) โดยใช้อุณหภูมิสำหรับการทดสอบการขยายตัวของเคลือบจากอุณหภูมิ 37 ถึง 1,250 °C โดยให้อัตราความร้อน 5 °C/นาที

3.2.3.5 เลือกตัวแทนของเคลือบสูตรที่เหมาะสมจากทั้ง 6 สูตร เพื่อศึกษาสัมประสิทธิ์การขยายตัวของเคลือบ



รูปที่ 3.1 แสดงขั้นตอนการเตรียมชิ้นทดสอบเคลือบสำหรับนำไปใช้ในการวัดค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อน

3.2.3.6 เตรียมชิ้นทดสอบของเนื้อดินปั้นสำเร็จรูปชนิดสโตนแวร์ (จำหน่ายโดย บริษัทคอมพิวเตอร์เคลย์) โดยการรีดเป็นเส้นด้วยเครื่องรีดดินแบบใช้มือกดที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5 มิลลิเมตร ยาว 25 มิลลิเมตร แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 850 °C. จากนั้นขัดผิวให้เรียบ และขัดด้านหน้าตัดของชิ้นทดสอบทั้งสองด้านให้ขนานกัน เพื่อทดสอบหาค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวของเนื้อดินปั้น ในการคำนวณค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวของเนื้อดินและเคลือบจะพิจารณาที่อุณหภูมิค่าเฉลี่ยระหว่างอุณหภูมิ Softening point T_s และอุณหภูมิ Glass Transformation T_g โดยเรียกอุณหภูมิ ณ จุดนี้ว่า Contact Temperature T_c

$$T_c = \frac{T_s + T_g}{2}$$

T_s หาจากค่าสูงสุดของกราฟความสัมพันธ์ dL/L_0 และอุณหภูมิ

T_g หาได้จากค่า Onset ของจุดที่มีการเปลี่ยนแปลง dL/L_0 สูงสุด

เมื่อได้ค่า Contact Temperature แล้ว จึงทำการคำนวณหาค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวของทั้งเนื้อดินและเคลือบโดยใช้ Software ของเครื่อง Dilatometer

3.2.4 การศึกษาจุลหอยของเคลือบ

การศึกษาจุลหอยของเคลือบเลือกเฉพาะเคลือบสูตรที่ 2 แล้วอัดผงเคลือบให้เป็นเม็ดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5 มิลลิเมตร แล้วนำเม็ดเคลือบไปทดสอบหาจุลหอยของเคลือบด้วยเครื่องทดสอบการขยายตัวเชิงความร้อน (ผู้ผลิต Netzsch ประเทศเยอรมัน รุ่น DIL 402 C) โดยใช้อุณหภูมิสำหรับการทดสอบจุลหอยของเคลือบจากอุณหภูมิ 37 ถึง 1,250 °C. ให้อัตราความร้อน 5 °C. ต่อ นาที

3.2.5 ศึกษาการเปลี่ยนแปลงเฟส ของเคลือบ

การเปลี่ยนแปลงเฟสของเคลือบทำการศึกษาด้วย เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction, XRD รุ่น X -Pert pro MPD/Panalytical) โดยมีการเตรียมตัวอย่างดังนี้

3.2.6.1 นำตัวอย่างของเคลือบมาบดผสมแบบแห้ง แล้วนำไปเผาโดยใส่เคลือบผงไว้ในถ้วยครุซีเบิล (Crucible) แบบมีฝาปิด ที่อุณหภูมิ 900 - 1,150 °C. ด้วยเตาไฟฟ้าอุณหภูมิสูง โดยเผาจากอุณหภูมิห้องถึงอุณหภูมิสูงสุด เป็นเวลา 8 ชม. แสงไฟที่อุณหภูมิสูงสุด 30 นาที

3.2.6.2 นำเคลือบที่เผาในแต่ละอุณหภูมิไปบดด้วยโกร่งบดมือเป็นเวลา 30 นาที แล้วกรองผ่านตะแกรงร่อนเบอร์ 120 เมช แล้วนำไปวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงเฟสของเคลือบด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ XRD

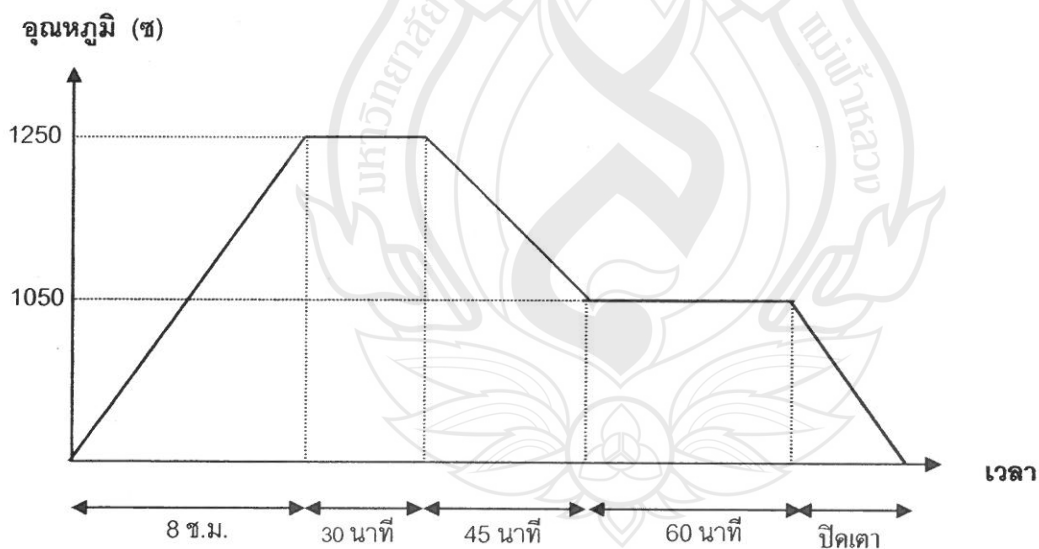
3.3 การเตรียมน้ำเคลือบ การเคลือบ และการเผาเคลือบสูตรเคลือบสีที่ต่างกัน

นอกจากเคลือบสูตรมาตรฐานแล้ว ยังมีการนำแก้วจากทั้งสองแหล่งไปใช้แทนควอทซ์ในเคลือบที่มีสีที่ต่างกัน เพื่อทดสอบความสามารถในการนำมาใช้งาน โดยเคลือบที่เลือกเป็นเคลือบที่สารประกอบออกไซด์ของธาตุทรานซิชันเป็นตัวทำให้เกิดสี นอกจากนี้ในบางสูตรเคลือบยังมีการเติมดินจากแหล่งมหาวิทยาลัยแม่ฟ้าหลวง ซึ่งเป็นดินที่มีสีน้ำตาลแดงเนื่องจากมีแร่ออกไซด์ของเหล็กอยู่เป็นปริมาณมาก การเตรียมดินแดงแม่ฟ้าหลวง ทำโดยนำดินจากแหล่งมาบดย่อยแล้วกรองผ่านตะแกรงขนาด 35 เมช และ 60 เมช ตามลำดับ และนำดินที่ได้บดที่อุณหภูมิ 110°C เพื่อไล่ความชื้นเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ก่อนนำมาใช้งาน จากนั้นนำดินที่ได้มาผสมกับน้ำและอัดลงในแบบพิมพ์ปูนพลาสติก ผึ่งให้แห้ง ตกแต่ง แล้วนำเข้าเผาด้วยเตาไฟฟ้า (Carbolite /CWF 13/13/2416, UK) เผาที่อุณหภูมิ 800°C จากอุณหภูมิห้องถึงอุณหภูมิที่กำหนดเป็นเวลา 8 ชั่วโมง ยืนไฟไว้ที่อุณหภูมิ 800°C เป็นเวลา 30 นาที การเตรียมเคลือบสูตรต่างๆ ทำโดยนำวัตถุดิบของแต่ละอัตราส่วนผสมมาชั่ง

ตัวอย่างละ 100 กรัม บดผสมให้เป็นเนื้อเดียวกันโดยการบดเปียกใช้น้ำประมาณร้อยละ 70 ด้วยหม้อบด Speed Mill เป็นเวลา 5 นาที แล้วจึงกรองผ่านตะแกรงขนาด 120 เมช วัดความถ่วงจำเพาะให้อยู่ระหว่าง 1.3-1.4 จากนั้นนำขึ้นทอดลองที่เตรียมไว้มาทำความสะอาดและเขียนรหัส เสร็จแล้วก็นำมาจุ่มลงในน้ำเคลือบที่เตรียมไว้ ตัวอย่างละ 5 วินาที การเผาเคลือบ ในการทอดลองครั้งนี้ใช้เตาเผา ระบบไฟฟ้า (Lenton / UAF16/10, UK) เผาที่อุณหภูมิ 1230°C จากอุณหภูมิห้องถึงอุณหภูมิที่กำหนดเป็นเวลา 8 ชั่วโมง ยืนไฟไว้ที่อุณหภูมิ 1230°C เป็นเวลา 30 นาที อัตราส่วนผสมโดยร้อยละ ขององค์ประกอบของเคลือบสูตรต่างๆที่เลือกใช้ได้แสดงอยู่ในตารางที่ 3.2

3.4 การเตรียมน้ำเคลือบ การเคลือบ และการเผาเคลือบสูตรเคลือบผลึก

จากการทบทวนเอกสารพบว่าซิลิกาที่อยู่ในแก้วกลบนั้น มักจะเป็นซิลิกาอสัณฐาน ในขณะที่ควอทซ์ที่นำมาใช้งานอยู่ในรูปของผลึกซิลิกา ผู้วิจัยจึงคิดว่าการนำมาใช้งานในสูตรของเคลือบผลึก อาจจะทำให้เกิดลักษณะผลึกหรือปริมาณของผลึกที่แตกต่างกันออกไป ดังนั้นจึงได้ทดลองนำแก้วกลบจากทั้งสองแหล่งมาใช้ในการผลิตเคลือบผลึก ซึ่งมีองค์ประกอบและรหัสตัวอย่างแสดงในตาราง 3.3 และมีขั้นตอนในการเผาเคลือบที่แตกต่างออกไปดังแสดงเป็นไดอะแกรมในรูป 3.2



รูปที่ 3.2. แสดงการให้ความร้อนในการเผาเคลือบผลึก

ตาราง 3.2 แสดงองค์ประกอบของเคลือบที่ใช้ในสูตรเคลือบสี

รหัสตัวอย่าง	โซดาเฟลด์สปาร์	แคลเซียมคาร์บอเนต	ซิลิกา*	คอปเปอร์ออกไซด์	โคบอลต์ออกไซด์	โครมิกออกไซด์	แมงกานีสไดออกไซด์	เพอร์ริกออกไซด์	ดินแม่ฟ้าหลวง
N21	40	30	30	-	-	-	-	-	-
11	40	30	30	1	-	-	-	-	-
12	40	30	30	-	0.1	-	-	-	-
13	40	30	30	1	-	0.3	-	-	-
14	40	30	30	2	-	-	-	-	-
15	40	30	30	2	2	-	2	10	-
N22	40	30	30	-	-	-	-	-	1
21	40	30	30	1	-	-	-	-	1
22	40	30	30	-	0.1	-	-	-	1
23	40	30	30	1	-	0.3	-	-	1
24	40	30	30	2	-	-	-	-	1
25	40	30	30	2	2	-	2	10	1
N23	40	30	30	-	-	-	-	-	3
31	40	30	30	1	-	-	-	-	3
32	40	30	30	-	0.1	-	-	-	3
33	40	30	30	1	-	0.3	-	-	3
34	40	30	30	2	-	-	-	-	3
35	40	30	30	2	2	-	2	10	3

*หมายเหตุ แหล่งของซิลิกาที่ใช้ถ้ามาจากควอตซ์จะใช้อักษร Q นำหน้ารหัสตัวอย่าง เช่น Q1-1 ถ้าหากว่ามาจากแก้ว
 แกลบที่เตรียมเองและแก้วแกลบจากโรงงานเผาอิฐจะใช้รหัส R และ F นำหน้ารหัสตัวอย่าง ตามลำดับ
 ส่วนรหัสที่มีอักษร N อยู่ข้างหน้า หมายถึงการไม่มีการใส่สารออกไซด์ที่ให้สีลงไป

ตาราง 3.3 แสดงองค์ประกอบของเคลือบที่ใช้ในสูตรเคลือบผลิตภัณฑ์

รหัสตัวอย่าง	โซดาเฟลด์สปาร์	แคลเซียมคาร์บอเนต	ซิลิกา*	คอปเปอร์ออกไซด์	โคบอลต์ออกไซด์	โครเมียมออกไซด์	แมงกานีสไดออกไซด์	เฟอร์ริกออกไซด์	ดินแม่ฟ้าหลวง
11	40	30	30	-	-	-	-	-	-
12	40	30	30	1	-	-	-	-	-
13	40	30	30	-	0.1	-	-	-	-
14	40	30	30	1	-	0.3	-	-	-
15	40	30	30	2	-	-	-	-	-
16	40	30	30	2	2	-	2	10	-
21	40	30	30	-	-	-	-	-	1
22	40	30	30	1	-	-	-	-	1
23	40	30	30	-	0.1	-	-	-	1
24	40	30	30	1	-	0.3	-	-	1
25	40	30	30	2	-	-	-	-	1
26	40	30	30	2	2	-	2	10	1
31	40	30	30	-	-	-	-	-	3
32	40	30	30	1	-	-	-	-	3
33	40	30	30	-	0.1	-	-	-	3
34	40	30	30	1	-	0.3	-	-	3
35	40	30	30	2	-	-	-	-	3
36	40	30	30	2	2	-	2	10	3

* หมายเหตุ แหล่งของซิลิกาที่ใช้ได้มาจากควอตซ์จะใช้อักษร CQ นำหน้ารหัสตัวอย่าง เช่น CQ1-1 ถ้าหากว่ามาจาก
 ถ้ำกลบที่เตรียมเองและถ้ำกลบจากโรงงานเผาอิฐจะใช้รหัส CR และ CF นำหน้ารหัสตัวอย่าง
 ตามลำดับ

บทที่ 4

ผลการทดลอง

4.1 ลักษณะของแกลบและเถ้าแกลบ

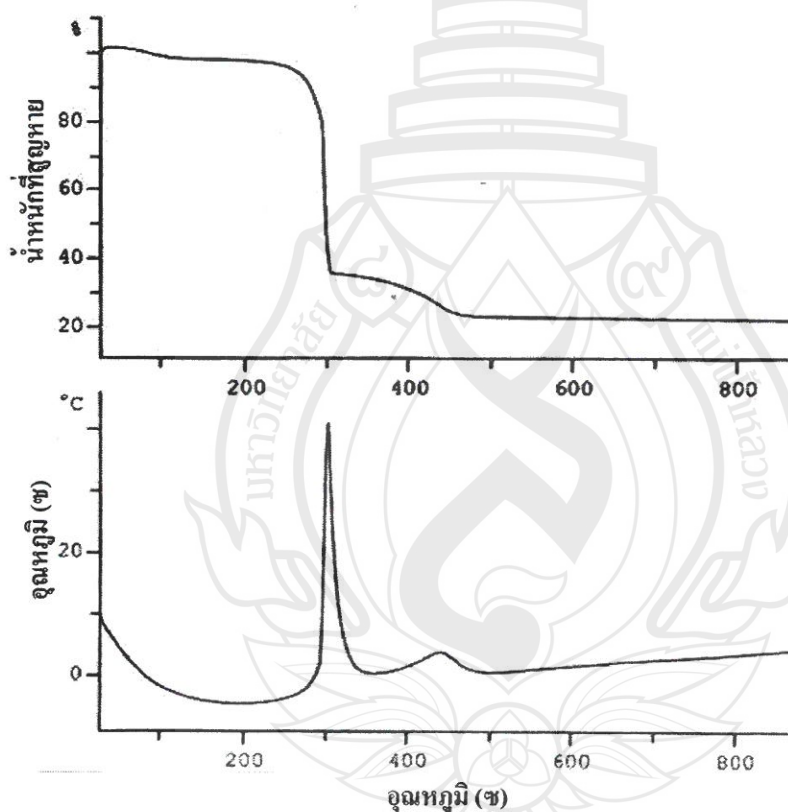
ผลการวิเคราะห์ลักษณะของแกลบและเถ้าแกลบ พบว่าลักษณะของแกลบและเถ้าแกลบมีลักษณะเป็นร่องมีปุม และมีเส้นใยคล้ายขนยื่นออกมาจากบริเวณผิวชั้นนอก โดยบริเวณพื้นผิวที่เป็นปุมดังกล่าวเป็นบริเวณที่พบองค์ประกอบของซิลิกาในปริมาณมาก ภาพลักษณะสัณฐานวิทยาของแกลบและเถ้าแกลบหลังการเผาที่ 500 องศาเซลเซียสแสดงดังภาพที่ 4.1 (ก) และ (ข) ส่วนเถ้าแกลบที่ได้จากโรงงานเผาอิฐ ยังมีลักษณะของการเผาไหม้ไม่สมบูรณ์ กล่าวคือมีส่วนที่เป็นสีดำและแกลบข้าวปะปนอยู่เป็นจำนวนมาก ภาพที่ 4.1 (ค)



ภาพที่ 4.1 แสดงลักษณะของ (ก) แกลบ (ข) เถ้าแกลบหลังการเผาที่ 500 องศาเซลเซียส และ (ค) เถ้าแกลบจากโรงงานเผาอิฐ

4.2 ผลการวิเคราะห์ทางความร้อนของแกลบ

จากการสลายตัวเชิงความร้อนของแกลบด้วยเทคนิค TGA/DTA ในช่วงอุณหภูมิห้องจนถึงอุณหภูมิ 1,000 องศาเซลเซียส แสดงในภาพที่ 4.2 จากกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างมวลของแกลบกับอุณหภูมิ พบว่ามีการสูญเสียมวล ประมาณ 80% แกลบมีช่วงของการเปลี่ยนแปลงอยู่ 3 ระยะคือ ช่วงแรกที่อุณหภูมิที่ไม่เกิน 150 องศาเซลเซียส เป็นการสูญเสียมวลเนื่องมาจากการระเหยของความชื้น และในช่วงที่สองที่อุณหภูมิประมาณ 250 องศาเซลเซียส และช่วงสุดท้ายในช่วงอุณหภูมิระหว่าง 300-500 องศาเซลเซียส ซึ่งทั้งสองช่วงนี้น่าจะเกิดจากการสลายตัวของสารอินทรีย์ในแกลบ ได้แก่ เซลลูโลส (cellulose) เฮมิเซลลูโลส (hemicellulose) และลิกนิน (lignin) ซึ่งสารอินทรีย์เหล่านี้จะเกิดการสลายตัวในช่วงอุณหภูมิระหว่าง 150-500 องศาเซลเซียส [Kim 2004]



ภาพที่ 4.2 กราฟแสดงผลการสลายตัวเชิงความร้อนของแกลบข้าว

4.3 การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการเผาแกลบ

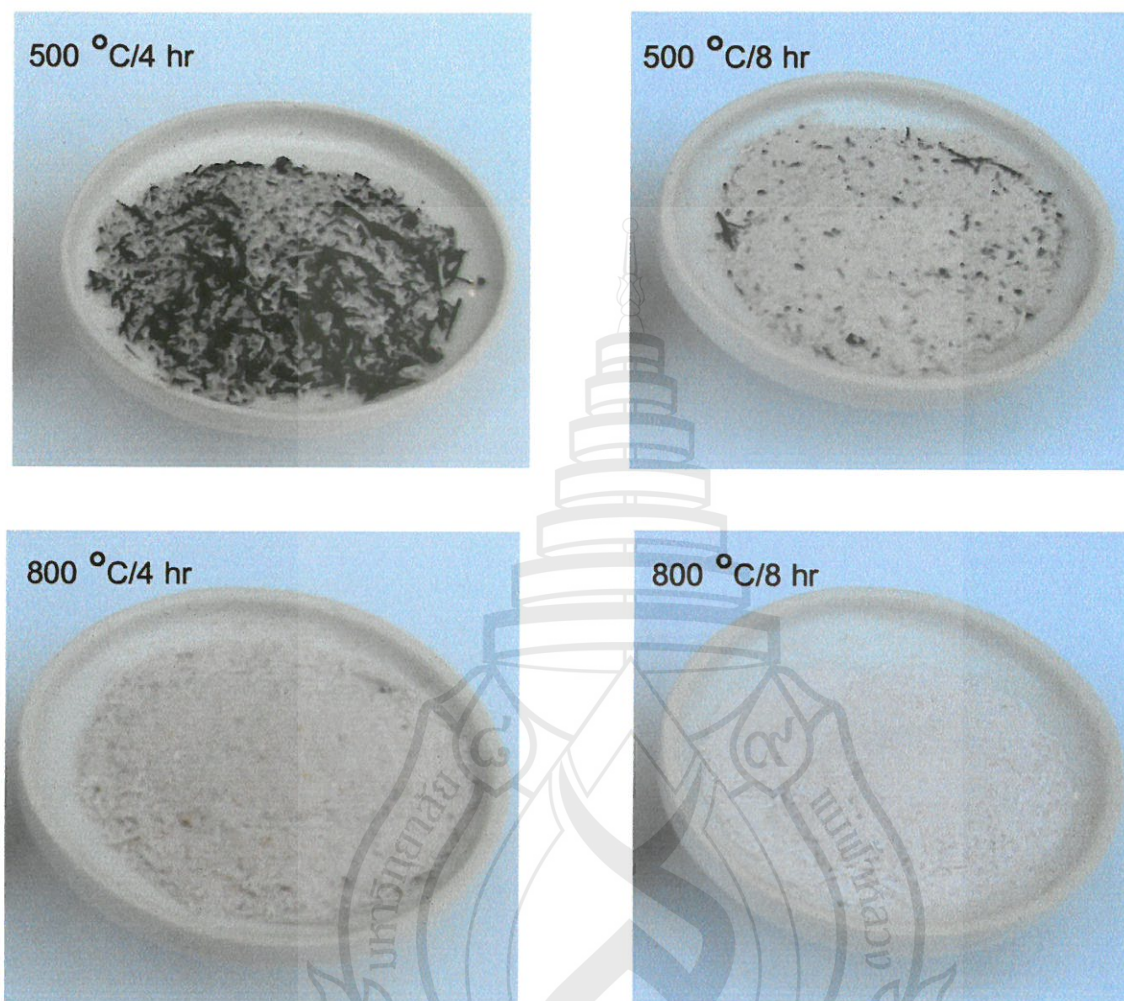
ผลการหาสภาวะที่เหมาะสมในการเผาแกลบแสดงอยู่ในตารางที่ 4.1 และผลการทดลองแสดงอยู่ในภาพที่ 4.3

ตารางที่ 4.1: ลักษณะของเถ้าแกลบหลังการเผา

สภาวะในการเผาแกลบ		ลักษณะของเถ้าแกลบ
500 °C	4 ชั่วโมง	แกลบยังเผาไหม้ไม่สมบูรณ์ แกลบมีเถ้าสีดำปนขาว
	8 ชั่วโมง	การเผาไหม้ดีขึ้นแต่ยังมีเถ้าสีดำอยู่บ้าง
600 °C	4 ชั่วโมง	การเผาไหม้ดีขึ้นแต่ยังมีเถ้าสีดำอยู่บ้าง
	8 ชั่วโมง	การเผาไหม้เกือบสมบูรณ์ มีเถ้าสีดำอยู่เล็กน้อย
700 °C	4 ชั่วโมง	การเผาไหม้เกือบสมบูรณ์เถ้าแกลบมีสีขาวปนเทาอมเหลืองเมื่อนำมาบดเป็นผง สีของผงเถ้าแกลบมีสีขาวปนเทาเล็กน้อย
	8 ชั่วโมง	เถ้าแกลบสีขาว
800 °C	4 ชั่วโมง	เถ้าแกลบสีขาว
	8 ชั่วโมง	เถ้าแกลบสีขาว

4.3 การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของเถ้าแกลบ

ผลจากวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค XRF และน้ำหนักสูญหายด้วยเทคนิค TGA ของเถ้าแกลบหลังการเผาที่อุณหภูมิต่างๆ เทียบกับเถ้าแกลบจากโรงงานเผาอิฐ แสดงอยู่ในตารางที่ 4.2



ภาพที่ 4.3: ถังกลบหลังการเผาที่ อุณหภูมิและเวลาต่างๆ

ตารางที่ 4.2 แสดงผลวิเคราะห์ทางเคมีของเถ้าแกลบ และน้ำหนักสูญหายของเถ้าแกลบหลังการเผา ซึ่งวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TGA

อุณหภูมิการเผา (องศาเซลเซียส)	เวลา (ชม.)	ผลวิเคราะห์ทางเคมีของเถ้าแกลบที่เผาที่อุณหภูมิต่างๆ และแสดงปริมาณของน้ำหนักสูญหายของเถ้าแกลบ						
		SiO ₂	Fe ₂ O ₃	CaO	MnO ₂	K ₂ O	SO ₃	LOI.
500	4	98.02	0.06	0.46	0.15	0.9	0.34	19.0
	8	97.10	0.07	0.37	0.15	1.94	0.36	4.00
600	4	97.03	0.07	0.37	0.11	2.09	0.27	8.00
	8	96.84	0.14	0.40	0.17	2.10	0.35	3.01
700	4	96.00	0.25	0.95	0.19	1.54	0.51	1.00
	8	97.0	0.19	0.84	0.19	1.42	0.29	1.00
800	4	96.01	1.58	0.48	0.27	0.81	0.25	1.00
	8	97.97	0.08	0.52	0.15	0.98	0.29	1.00
เถ้าแกลบโรงงานเผาอิฐ	-	71.41	0.09	0.72	0.16	0.94	0.59	25.40

4.4 การศึกษาขนาดอนุภาคของเถ้าแกลบและควอทซ์

ผลการศึกษาขนาดอนุภาคของเถ้าแกลบหลังการเผาที่อุณหภูมิ 500 – 800 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 และ 8 ชั่วโมง นั้น พบว่าขนาดอนุภาคของเถ้าแกลบมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยตั้งแต่ 59 – 104 ไมโครเมตร ซึ่งได้แสดงผลของการหาขนาดอนุภาคไว้ในตาราง ที่ 4.3

ตารางที่ 4.3: แสดงขนาดอนุภาคเฉลี่ยของเถ้าแกลบหลังการเผาที่อุณหภูมิและเวลาต่างๆ

อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ขนาดอนุภาคของเถ้าแกลบ (ไมโครเมตร)	
	เผาที่ 4 ชั่วโมง	เผาที่ 8 ชั่วโมง
500	104.20 ±0.30	103.0 ±0.29
600	78.20 ±0.32	76.50 ±0.30
700	70.80 ±0.30	68.96 ±0.28
800	63.45 ±0.29	59.0 ±0.27

จากตารางที่ 4.3 แสดงให้เห็นว่าอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการเผาเกลบนั้นมีผลต่อขนาดอนุภาค โดยที่อุณหภูมิที่ 500 และ 600 องศาเซลเซียส พบว่าขนาดอนุภาคของเถ้าเกลบยังมีขนาดใหญ่ทั้งนี้สังเกตได้จากลักษณะของเถ้าเกลบที่ได้นั้นยังมีสีดำและเถ้ายังมีเมล็ดข้าวอยู่ และเมื่อมีการเพิ่มอุณหภูมิและเวลาในการเผาเพิ่มขึ้นพบว่า ที่อุณหภูมิ 700 และ 800 องศาเซลเซียส ขนาดอนุภาคของเถ้าเกลบนั้นเริ่มมีแนวโน้มที่เล็กลง ทั้งนี้เป็นเพราะว่า การเผาไหม้ของเกลบเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์

เพื่อศึกษาผลของเวลาในการบดต่อขนาดอนุภาคของผงเกลบ ทำการวัดขนาดอนุภาคตั้งต้นของควอท์ ถ้ำเกลบจากโรงอิฐ เพื่อใช้เป็นตัวเปรียบเทียบ เทียบกับผลของเวลาในการบดต่อขนาดอนุภาคของเถ้าเกลบ และแสดงผลใน ตารางที่ 4.4 ดังนี้

ตารางที่ 4.4 ขนาดอนุภาคของเถ้าเกลบหลังการบดที่เวลาต่างๆ เทียบกับควอท์และเถ้าจากโรงงาน

สภาวะที่เผา	ขนาดอนุภาค (ไมโครเมตร)				
	บด 1 hr	บด 2 hr	บด 3 hr	บด 4 hr	บด 5 hr
500 °C/4hr	42.76±0.27	35.70±0.25	30.097±0.24	18.49±0.22	17.35±0.20
500 °C/8hr	35.06±0.25	25.27±0.23	17.93±0.20	19.02±0.22	18.31±0.22
600 °C/4hr	41.20±0.25	34.43±0.25	27.97±0.23	18.06±0.21	16.04±0.19
600 °C/8hr	33.53±0.24	24.07±0.24	17.53±0.20	17.42±0.20	15.49±0.18
700 °C/4hr	38.26±0.26	30.98±0.23	20.62±0.21	15.83±0.18	13.87±0.17
700 °C/8hr	37.41±0.25	24.07±0.24	17.22±0.20	16.06±0.19	14.18±0.18
800 °C/4hr	35.98±0.25	27.82±0.23	20.35±0.24	13.99±0.17	13.15±0.17
800 °C/8hr	30.48±0.23	23.40±0.23	17.15±0.20	15.64±0.18	11.31±0.15
เกลบโรงงานเผาอิฐ (ไม่บด)	36.55				
ควอท์ (ไม่บด)	15.00				

จากตารางที่ 4.4 ผลจากการบดเถ้าเกลบที่เวลาต่างๆ พบว่าขนาดอนุภาคของเถ้าเกลบที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง หลังบดที่ 5 ชั่วโมงมีขนาดอนุภาคเฉลี่ย

เล็กที่สุดคือ 11.307 ไมโครเมตร จากการวิเคราะห์ข้างต้นก็ทำให้ทราบว่าเมื่อมีการเพิ่มเวลาที่ใช้ในการบดนานขึ้นก็จะทำให้ขนาดอนุภาคของเถ้าแกลบที่ได้มีแนวโน้มที่จะมีขนาดเล็กลงเรื่อยๆ

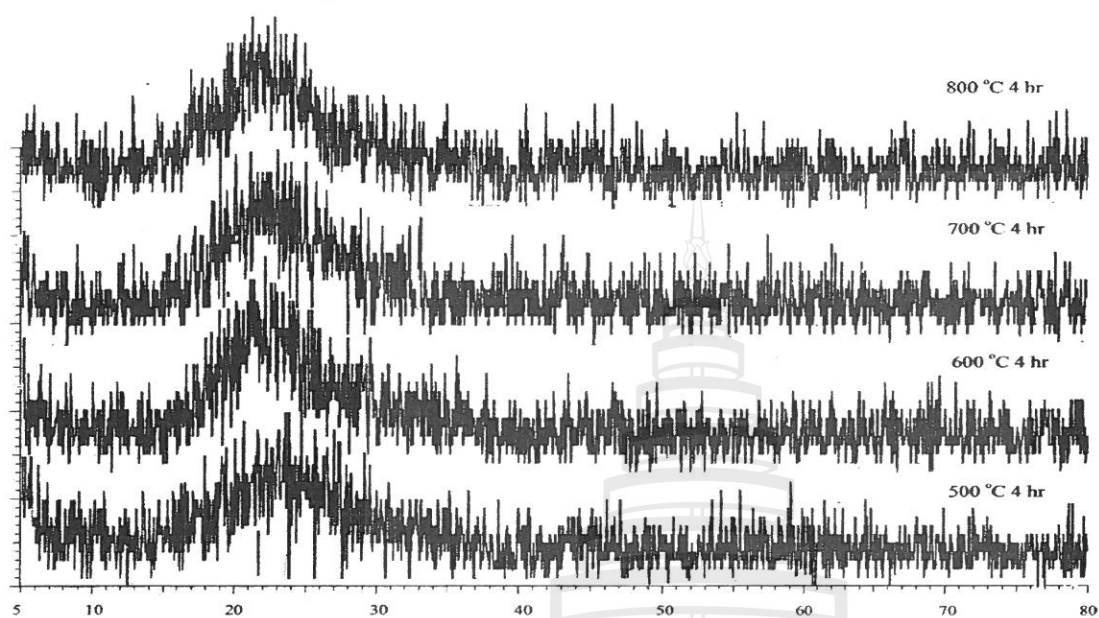
4.5 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของเถ้าแกลบและวัตถุคิบ

ผลการศึกษาผลึกวิทยาของเถ้าแกลบที่เผาอุณหภูมิและเวลาต่างๆ กันเมื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (แสดงในรูปที่ 4.4) พบว่าเถ้าแกลบทั้งหมดมีโครงสร้างซิลิกาเป็นออสฐาน เนื่องการตอบสนองต่อการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ที่เกิดขึ้นมีลักษณะฐานกว้างตั้งแต่ 15-30 2 θ และไม่มีพีคอื่นใดเกิดขึ้นเลย ผลการวิเคราะห์โครงสร้างทางผลึกของแร่อัลไบต์หรือโซดาเฟลด์สปาร์ที่ใช้ในงานวิจัยนี้ แสดงในรูปที่ 4.5 จากผลการทดลองจะพบว่าแร่โซดาเฟลด์สปาร์ที่นำมาใช้นี้มีแร่ควอทซ์ปะปนอยู่เป็นจำนวนมาก รูปที่ 4.6 แสดงผลการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของเถ้าแกลบจากโรงงานเผาอิฐ พบว่าโครงสร้างหลักเป็นซิลิกาเป็นออสฐานและมีการปะปนของควอทซ์อยู่บ้าง จากผลการศึกษาโครงสร้างผลึกของแคลเซียมคาร์บอเนตในรูปที่ 4.7 พบว่านอกจากแคลเซียมคาร์บอเนตแล้วยังมีแคลเซียมออกไซด์และแคลเซียมไฮดรอกไซด์ปะปนมาอีกด้วย แต่จากการวิเคราะห์แร่ควอทซ์ที่นำมาใช้นี้พบว่าไม่มีแร่อื่นปะปนอยู่เลย (รูปที่ 4.7)

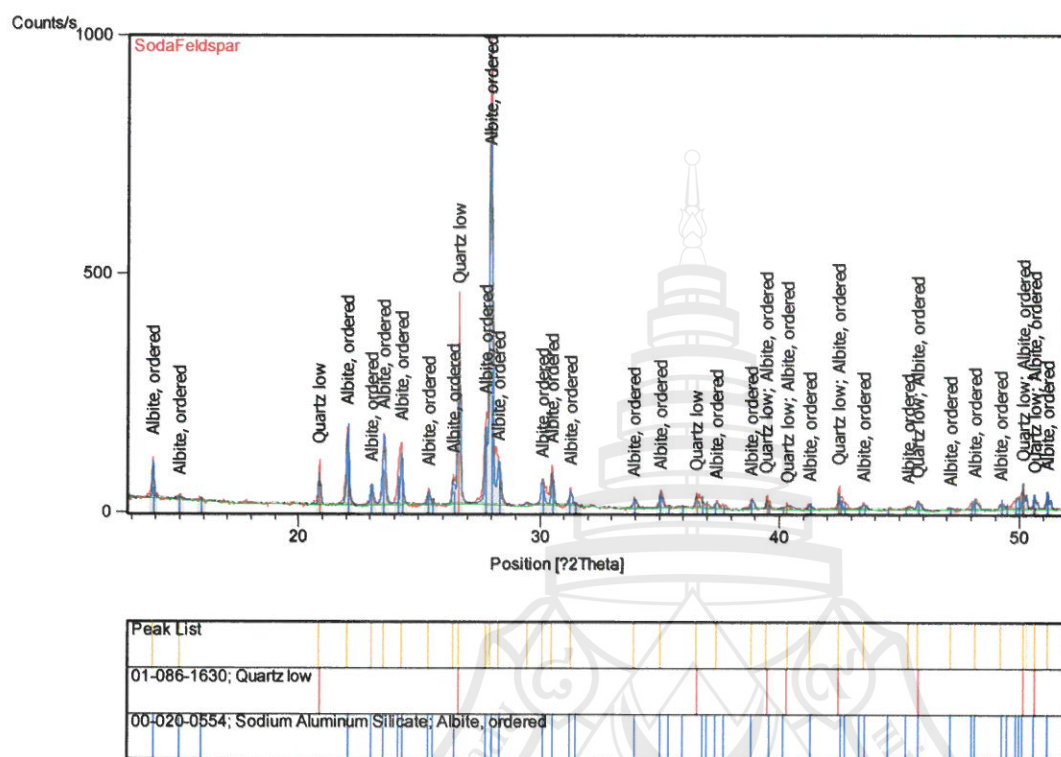
4.6 ผลการนำเถ้าแกลบไปใช้ในเคลือบขาวทึบ

4.6.1 ลักษณะทั่วไป

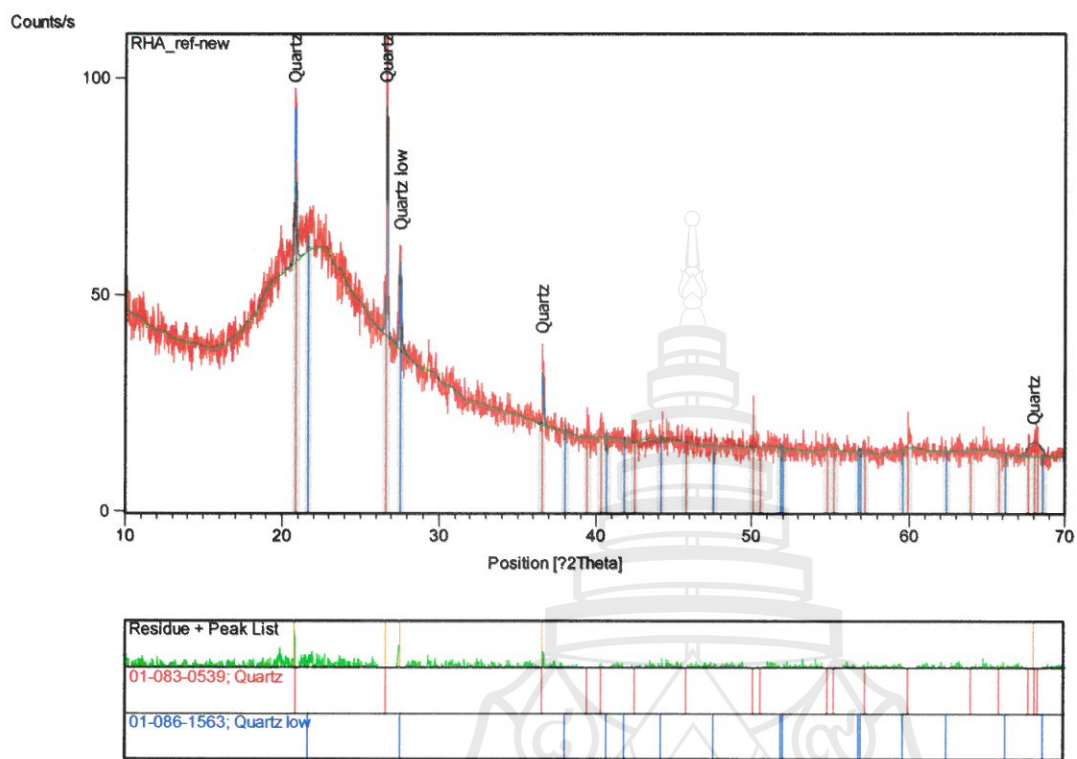
ผลจากการนำ ควอทซ์ เถ้าแกลบจากโรงเผาอิฐ และเถ้าแกลบที่เตรียมขึ้นเอง มาเป็นส่วนผสมในเคลือบ เพื่อศึกษาลักษณะการหลอมตัวของเคลือบที่อัตราส่วนแตกต่างกันไป และเผาที่อุณหภูมิ 1,250 °C. ซึ่งผลทดลองแสดงในภาพที่ 4.9 - 4.12 ดังนี้



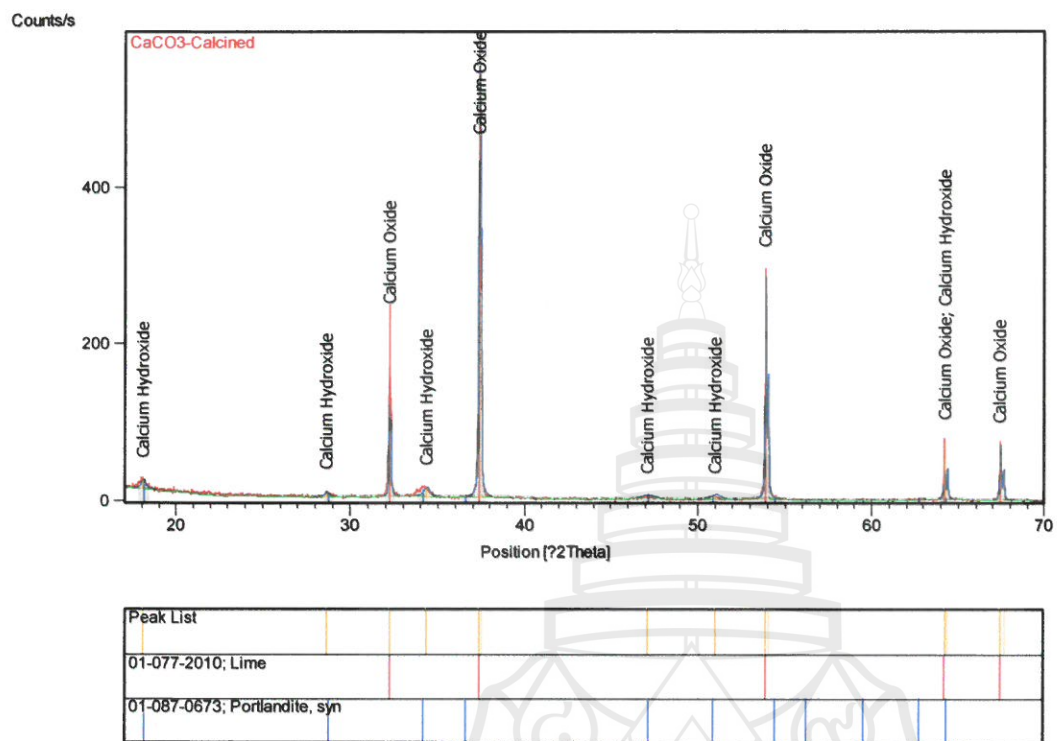
รูปที่ 4.4: แสดงผลการศึกษาโครงสร้างทางผลึกของแก้วเคลือบที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิต่างๆ



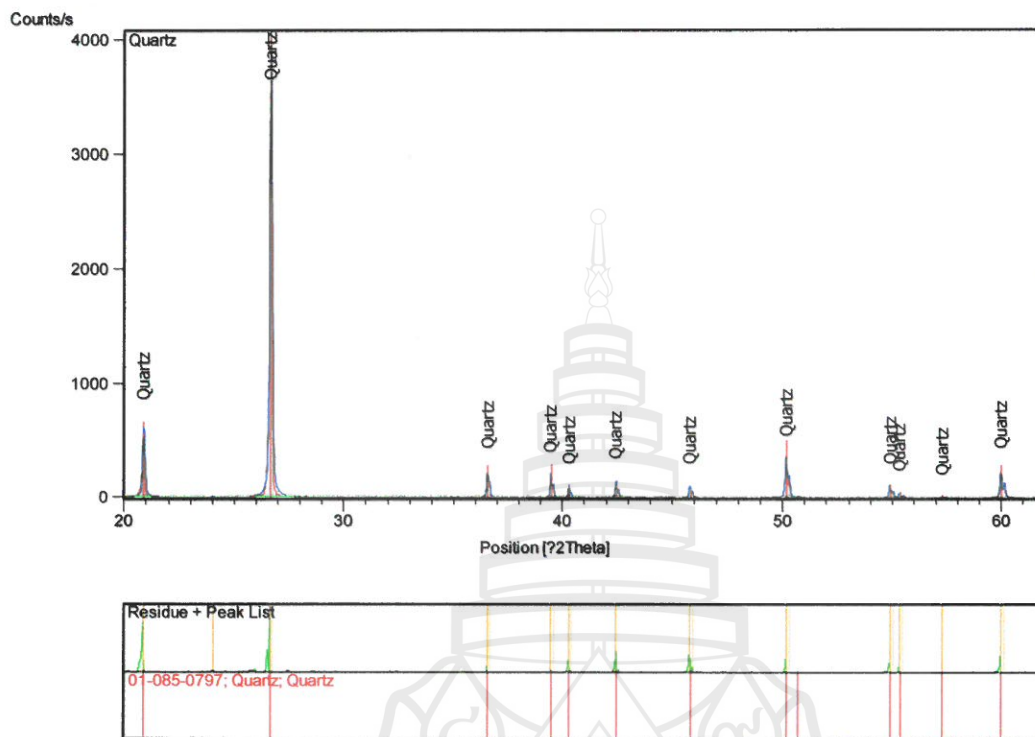
รูปที่ 4.5 แสดงผลการศึกษาโครงสร้างทางผลึกของแร่โซดาเฟลด์สปาร์ที่นำมาใช้



รูปที่ 4.6 แสดงผลการศึกษาโครงสร้างทางผลึกของของแก้วเคลือบจากโรงงานเผาอิฐที่นำมาใช้

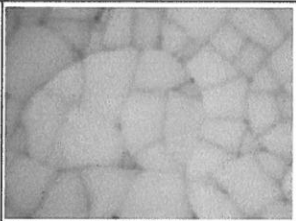
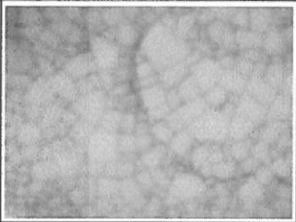
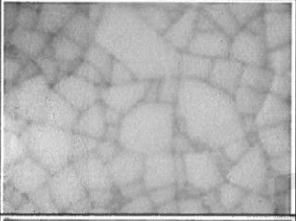
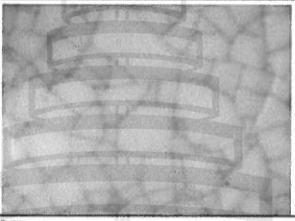
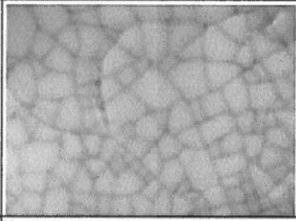
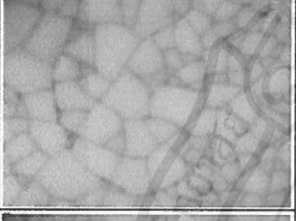
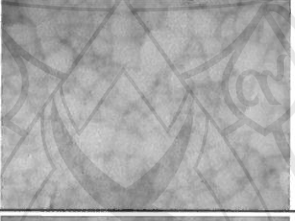
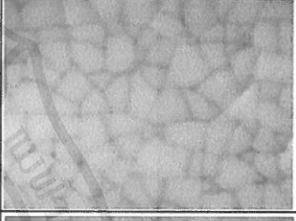
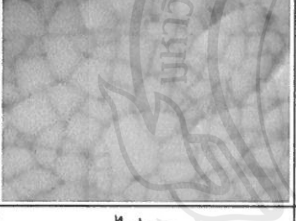
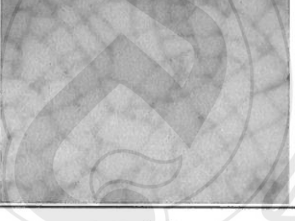
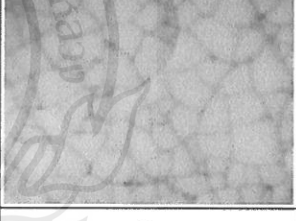


รูปที่ 4.7 แสดงผลการศึกษาโครงสร้างทางผลึกของของแคลเซียมคาร์บอเนตที่นำมาใช้



รูปที่ 4.8 แสดงผลการศึกษาโครงสร้างทางผลึกของของควอตซ์ที่นำมาใช้

สูตรที่ 1

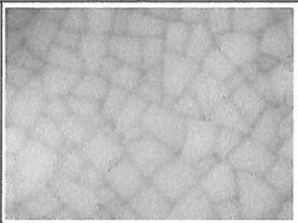
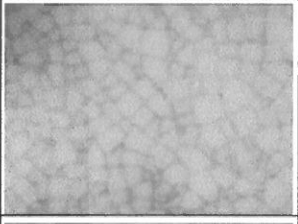
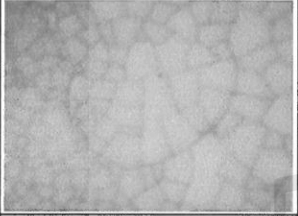
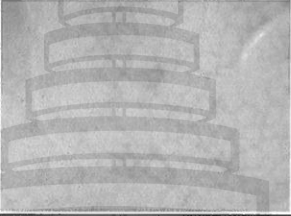
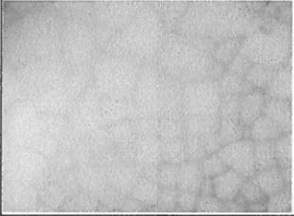
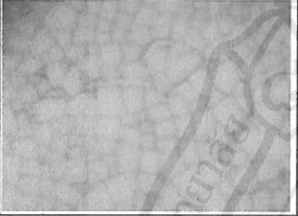
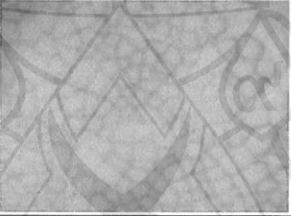
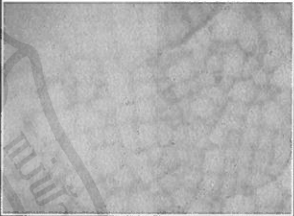
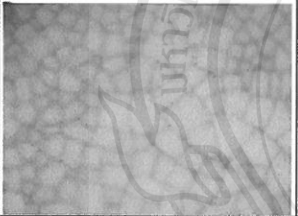
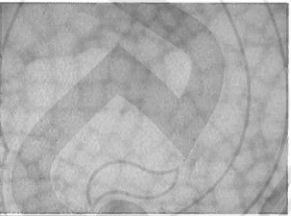
ควอทซ์		วัตถุดิบ	อัตราส่วนผสม
		หินพื้นม้าชนิดโซดา เฟลด์สปาร์	30
เถ้าแกลบจากโรงงาน เผาอิฐ		หินปูนหรือแคลเซียม คาร์บอเนต	40
		ควอทซ์หรือเถ้าแกลบ	30
เถ้าแกลบเผาอุณหภูมิ 500 ซ. 4 ซม.			
เถ้าแกลบเผาอุณหภูมิ 600 ซ. 4 ซม.			
เถ้าแกลบเผาอุณหภูมิ 700 ซ. 4 ซม.			
	ไม่บด	บด 4 ซม.	บด 5 ซม.

5 mm



ภาพที่ 4.9 แสดงลักษณะเคลือบสูตรที่ 1 หลังการเผาที่อุณหภูมิ 1,250 ซ. ถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์
เชิงแสง

สูตรที่ 2

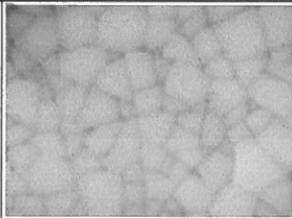
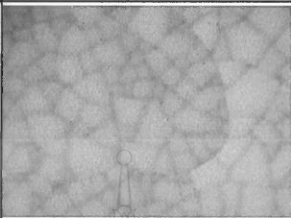
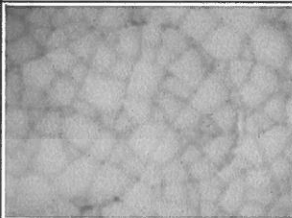
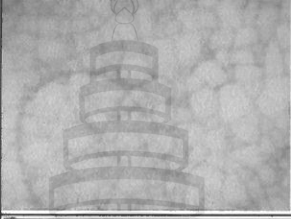
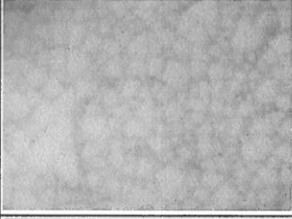
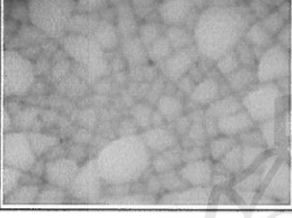
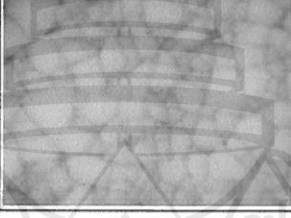
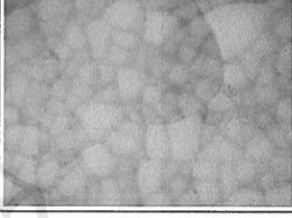
ควอทซ์		วัตถุดิบ	อัตราส่วนผสม
		หินพื้นม้าชนิดโซดา เฟลด์สปาร์	40
เถ้าแกลบจากโรงงาน เผาอิฐ		หินปูนหรือแคลเซียม คาร์บอเนต	30
		ควอทซ์หรือเถ้าแกลบ	30
เถ้าแกลบอุณหภูมิต่ำ 500 °C. 4 ชม.			
เถ้าแกลบเผาอุณหภูมิ 600 °C. 4 ชม.			
เถ้าแกลบเผาอุณหภูมิ 700 °C. 4 ชม.			
	ไม่บด	บด 4 ชม.	บด 5 ชม.

5 mm



ภาพที่ 4.10 แสดงลักษณะเคลือบสูตรที่ 2 หลังการเผาอุณหภูมิ 1,250 °C. ถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์
เชิงแสง

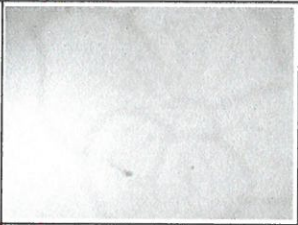
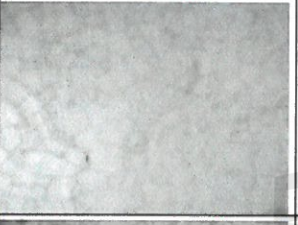
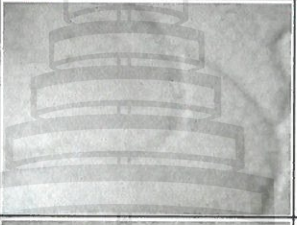
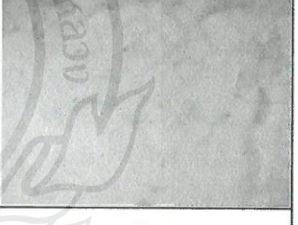
สูตรที่ 3, 4 และ 5

	สูตรที่ 3	สูตรที่ 4	สูตรที่ 5
ควอท์			
เถ้าแกลบจากโรงเผา อิฐ			
เถ้าแกลบเผาอุณหภูมิ 500 ซ. 4 ชม. ไม่บด			

5 mm


ภาพที่ 4.11 แสดงลักษณะเคลือบสูตรที่ 3,4 และ 5 หลังจากการเผาอุณหภูมิ 1,250 ซ. ถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์เชิงแสง

สูตรที่ 6

ควอทซ์		วัตถุดิบ	อัตราส่วนผสม
		หินพื้นม้าชนิดโซดา เฟลด์สปาร์	30
เถ้าแกลบจากโรงงาน เผาอิฐ		หินปูนหรือแคลเซียม คาร์บอเนต	40
		ควอทซ์หรือเถ้าแกลบ	50
เถ้าแกลบเผาอุณหภูมิ 500 ซ. 4 ซม.			
เถ้าแกลบเผาอุณหภูมิ 600 ซ. 4 ซม.			
เถ้าแกลบเผาอุณหภูมิ 700 ซ. 4 ซม.			
	ไม่บด	บด 4 ซม.	บด 5 ซม.

5 mm



ภาพที่ 4.12 แสดงลักษณะเคลือบสูตรที่ 6 หลังการเผาอุณหภูมิ 1,250 ซ. ถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์
เชิงแสง

จากผลการศึกษาลักษณะของเคลือบข้างต้น พบว่า เคลือบที่ได้ลักษณะโดยรวมที่เหมือนกัน คือ มีสีขาวขุ่น และทึบแสงในตัวเอง แต่อย่างไรก็ตาม ลักษณะผิวเคลือบที่ได้มีปลักย่อยที่แตกต่างกัน 3 ลักษณะ คือ เคลือบที่มีผิวมัน เคลือบที่มีผิวกึ่งมันกึ่งด้าน และเคลือบที่ไม่หลอมละลาย สามารถอธิบายผลได้ดังนี้

1. ผลของอัตราส่วนผสมของวัตถุดิบ

เคลือบที่มีผิวมันแสดงถึงการหลอมของเคลือบตัวเกือบสมบูรณ์ เช่นในเคลือบสูตรที่ 2 ทั้งนี้สาเหตุน่าจะมาจากการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนผสมของเคลือบ โดยในสูตรที่ 2 นั้นได้เพิ่มสัดส่วนของหินฟันม้า จากเดิม 30 เปอร์เซ็นต์ ในสูตรที่ 1 เป็น 40 เปอร์เซ็นต์ ในสูตรที่ 2 และได้ลดสัดส่วนของหินปูนหรือแคลเซียมคาร์บอเนต จากเดิม 40 เปอร์เซ็นต์ ในสูตรที่ 1 เหลือ 30 เปอร์เซ็นต์ ในสูตรที่ 2 แต่สัดส่วนของควอทซ์หรือแก้วกลบยังคงเท่าเดิม หลังการเผาเคลือบจึงทำให้เคลือบมีแนวโน้มของการหลอมตัวที่ดี เพราะการเพิ่มปริมาณของตัวหลอมละลายพวกหินฟันม้า หรือเฟลด์สปาร์นั้นจะช่วยทำให้เคลือบหลอมตัวดีขึ้น เนื่องจากหินฟันม้าที่ใช้ในสูตรเคลือบ คือ เฟลด์สปาร์ชนิดโซดา ซึ่งเฟลด์สปาร์ชนิดนี้มีจุดหลอมตัวค่อนข้างต่ำประมาณ 1,100 °C. (Frank and Janet, 1975)

เคลือบสูตรที่ 3-5 มีลักษณะเคลือบกึ่งมันกึ่งด้าน กล่าวคือ มีความวาวเล็กน้อย แต่ไม่ถึงกับมันวาว โดยที่เคลือบในสูตรที่ 3-5 นั้นได้มีการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนผสม ซึ่งได้กำหนดให้ปริมาณ หินปูนหรือแคลเซียมคาร์บอเนต คงที่ไว้ที่ 40 เปอร์เซ็นต์ เพื่อดูการหลอมตัวของเคลือบเปรียบเทียบกับเคลือบสูตรที่ 1 และ 2 แต่อย่างไรก็ตาม ถึงแม้ว่าเคลือบสูตรที่ 3-5 ได้มีการเพิ่มปริมาณของหินฟันม้า และลดปริมาณของควอทซ์หรือแก้วกลบลง (ตามตารางที่ 4.4) ลักษณะของเคลือบหลังการเผามีผิวกึ่งมันกึ่งด้าน คล้ายกันทั้งสูตรที่ 3, 4 และ 5 ทั้งนี้สาเหตุที่ผิวเคลือบมีลักษณะกึ่งมันกึ่งด้านน่าจะเป็นเพราะว่าในอัตราส่วนผสมของเคลือบนั้นมีปริมาณของ หินปูน หรือแคลเซียมคาร์บอเนตค่อนข้างสูง ซึ่งเคลือบไฟสูง โดยทั่วไปจะใช้หินปูนหรือแคลเซียมคาร์บอเนตเป็นส่วนผสมในเคลือบประมาณ 15-25 เปอร์เซ็นต์ โดยประมาณ ซึ่งถ้าหากมีมากเกินไปก็จะทำให้เคลือบค่อนข้างทนไฟสูง (ไพจิตร อังศิริวัฒน์, 2541) ซึ่งลักษณะของเคลือบจะคล้ายกับเคลือบสูตรที่ 1 โดยปกติแล้ว หินปูน หรือแคลเซียมคาร์บอเนตจะมีจุดหลอมตัวประมาณ 2,570 °C. (Harry Fraser, 1998)

เคลือบสูตรที่ 6 นั้น เมื่อใช้ควอทซ์เป็นส่วนผสมประมาณ 50 เปอร์เซ็นต์ แล้วเผาที่อุณหภูมิ 1,250 °C. ปรากฏว่าเคลือบยังไม่หลอมละลาย ทั้งนี้น่าจะเป็นเพราะว่าในอัตราส่วนผสมของเคลือบมีปริมาณของควอทซ์ในเคลือบมากเกินไป เนื่องจากควอทซ์มีความทนไฟสูงถึง 1,723 °C. (Norton, 1973) จึงทำให้เคลือบมีจุดหลอมละลายค่อนข้างสูง เมื่อเปรียบเทียบกับสูตรเดียวกันแล้ว เคลือบที่ใช้

ถั่วแกลบจากโรงงานเผาอิฐ และถั่วแกลบที่เตรียมขึ้นเอง เคลือบที่ใช้มีแนวโน้มในการหลอมตัวดีกว่า ซึ่งอาจจะเป็นไปได้ว่ายังมีปัจจัยอีกหลายอย่างที่ทำให้เคลือบที่ใช้ถั่วแกลบเป็นส่วนผสมมีแนวโน้มของการหลอมตัวที่ดี เช่น องค์ประกอบทางเคมีของถั่วแกลบ หรืออาจเป็นผลมาจากพื้นที่ผิวของถั่วแกลบมีมากจึงทำให้เกิดปฏิกิริยาได้ดีกว่า

2. ผลของแหล่งซิลิกาที่นำมาใช้เป็นส่วนผสมในเคลือบ

เมื่อเปรียบเทียบการนำควอทซ์มาใช้เป็นส่วนผสมในเคลือบ พบว่าลักษณะของเคลือบที่ใช้ควอทซ์เป็นส่วนผสมโดยทั่วไปการหลอมตัวของเคลือบยังน้อยกว่า แต่เมื่อใช้ถั่วแกลบจากโรงงานเผาอิฐ และถั่วแกลบที่ได้จากการเตรียมเอง เมื่อนำมาใช้เป็นส่วนผสมในเคลือบ พบว่า เคลือบมีการหลอมตัวดี ทั้งนี้ น่าจะเป็นเพราะถั่วแกลบที่นำมาใช้ถึงแม้จะมีซิลิกาเป็นองค์ประกอบหลัก แต่ในองค์ประกอบทางเคมีของถั่วแกลบยังมีองค์ประกอบที่มีคุณสมบัติเป็นตัวช่วยหลอมละลายอยู่ เช่น โพแทสเซียมออกไซด์ (K_2O) แคลเซียมออกไซด์ (CaO) เหล็กออกไซด์ (Fe_2O_3) และแมงกานีสไดออกไซด์ (MnO_2) ซึ่งในควอทซ์ก็มีออกไซด์ของโลหะปะปนอยู่เช่นกันแต่ปริมาณของตัวช่วยหลอมละลายบางตัวน้อยกว่าถั่วแกลบ (ผลวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของควอทซ์แสดงไว้ในภาคผนวก.) แต่อาจมีปัจจัยอย่างอื่นที่ทำให้เคลือบที่ใช้ถั่วแกลบหลอมตัวดีกว่าอาจเนื่องมาจากถั่วแกลบมีโครงสร้างเป็นแบบอสัณฐานหรือถั่วแกลบมีพื้นที่ผิวมากจึงทำให้ออกฤทธิ์ได้ดีกว่า (กุลจิรา สุจิโรจน์ และ ปาจริย ถาวรนิต. 2542) จึงทำให้เคลือบที่ใช้ถั่วแกลบเป็นส่วนผสมในเคลือบมีการหลอมตัวค่อนข้างดีกว่า ซึ่งปัจจัยเหล่านี้อาจมีผลต่อการหลอมตัวก็เป็นได้

3 ผลของปริมาณของซิลิกาต่อลักษณะเคลือบ

ผลจากการทดลองเรื่องผลของ การเผาถั่วแกลบที่อุณหภูมิตั้งแต่ 500-700 °C. เป็นเวลา 4 ชม. นั้น พบว่า ถั่วแกลบที่เผาที่อุณหภูมิ 500-700 °C. เป็นเวลา 4 ชม. มีปริมาณซิลิกาที่แตกต่างกัน โดยถั่วแกลบที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 500 °C. มีปริมาณของซิลิกาประมาณ 82 เปอร์เซ็นต์ ส่วนถั่วแกลบที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 600 °C. มีปริมาณของซิลิกาประมาณ 89 เปอร์เซ็นต์ และถั่วแกลบที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 700 °C. มีปริมาณของซิลิกาประมาณ 95 เปอร์เซ็นต์ และเมื่อนำมาใช้เป็นส่วนผสมในเคลือบ หลังการเผา พบว่า ลักษณะของเคลือบที่ได้หลังการเผา มีลักษณะการหลอมตัวของเคลือบใกล้เคียงกันนั้น แสดงให้เห็นว่าปริมาณซิลิกาที่พบในถั่วแกลบ อาจจะไม่มีความมากนัก แต่ทั้งนี้การที่เคลือบหลอมตัวได้ก็ต้องมีปัจจัยอย่างอื่น ๆ ที่มีผลต่อการหลอมตัวของเคลือบ ซึ่งก็ได้กล่าวมาแล้วในข้างต้น

4. ผลของขนาดอนุภาคของซิลิกาที่มีต่อการหลอมตัวของเคลือบ

การศึกษาผลของขนาดอนุภาคของเถ้าแกลบต่อลักษณะการหลอมตัวของเคลือบ โดยใช้เถ้าแกลบที่มีขนาดอนุภาคเฉลี่ย 3 ช่วงคืออยู่ระหว่าง 85 ไมโครเมตร 18.06 ไมโครเมตร และ 14.50 ไมโครเมตร มาใช้เป็นส่วนผสมในเคลือบพบว่า เคลือบมีการหลอมตัวที่ใกล้เคียงกันจะนั้นผลของขนาดอนุภาคไม่มีผลต่อการหลอมละลายของเคลือบ

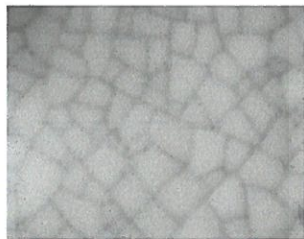
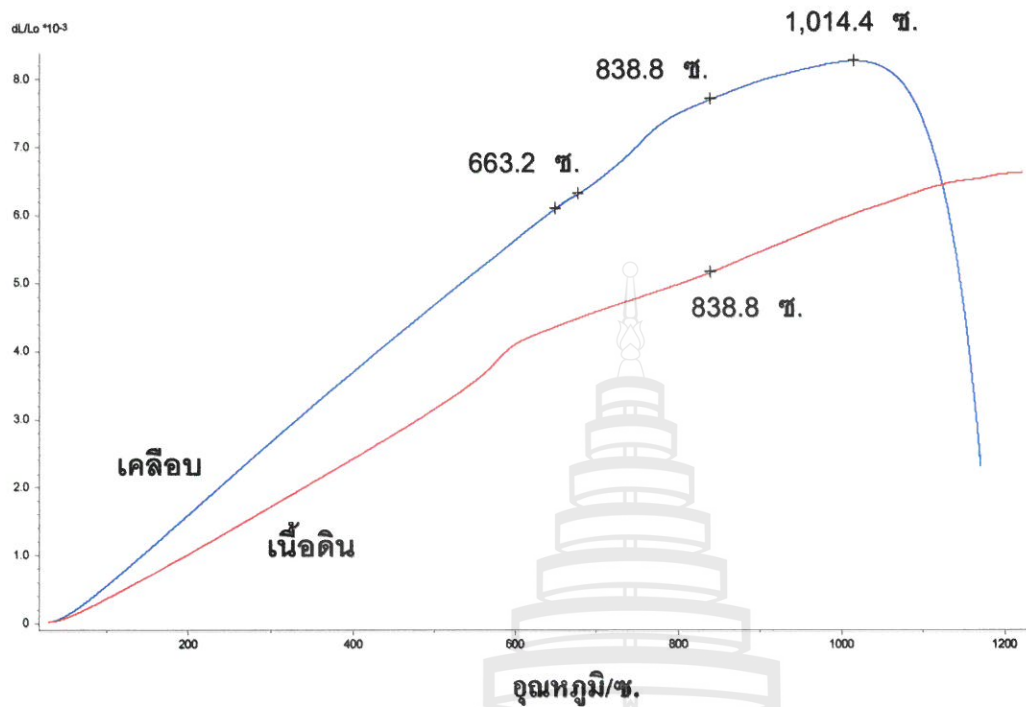
5 ปัจจัยที่มีผลต่อลักษณะของเคลือบ

จากการทดลองพบว่า เคลือบทั้งหมดมีลักษณะขุ่นและทึบแสง ซึ่งการทบทวนเอกสารพบว่าการที่เคลือบมีลักษณะทึบแสงอาจเกิดได้จากหลายสาเหตุ เช่น การตกผลึกของ แคลเซียมซิงค์ ซิลิเกต หรือแคลเซียมบอเรต (สุธี วัฒนศิริเวช และคณะ, 2543) หรืออาจเกิดจากพวกฟองก๊าซ (Gas Bubbles) ที่อยู่ในเนื้อเคลือบ และอาจเกิดจากวัตถุดิบที่ใช้เติมลงในเคลือบก็เป็นได้ (Harry Fraser, 1998) สาเหตุที่แท้จริงเคลือบนี้มีลักษณะ ขุ่น และทึบแสง จะมีการวิเคราะห์เพิ่มเติมในส่วนของการศึกษาการเปลี่ยนแปลงเฟสของเคลือบ ในหัวข้อต่อไป

4.6.2 การศึกษาค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเชิงความร้อน

ผลการหาค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเชิงความร้อนของเคลือบและเนื้อดินปั้น ได้เลือกสูตรเคลือบที่เป็นตัวแทนคือสูตรที่ 2 ลักษณะของผิวเคลือบมันวาวและใส การหลอมตัวของเคลือบดี ผู้วิจัยจึงได้เลือกเคลือบสูตรนี้มาเป็นตัวแทน ในการทดสอบหาค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเชิงความร้อนของเคลือบเปรียบเทียบกับเนื้อดินปั้นชนิดสโตนแวร์ของเคลือบสูตรที่ 2 ได้ผลการทดลองดังแสดงในรูปที่ 4.13-4.15

จากการทดลองพบว่าเคลือบที่ใช้ควอทซ์เป็นส่วนผสมมีค่าการขยายตัวเชิงความร้อนแตกต่างจากเนื้อดินปั้นประมาณ $0.133 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$. เคลือบ มีลักษณะการร้าวเป็นเส้นห่างๆ ซึ่งเคลือบที่มีการร้าวแบบนี้ เคลือบจะตกอยู่ภายใต้แรงเค้นที่ต่ำ (Low Stress) รอยร้าวที่พบบนผิวเคลือบจึงเป็นรอยร้าวแบบห่างๆ (Lawrence, 1916) ส่วนเคลือบที่ใช้เถ้าแกลบจากโรงงานเผาอิฐ มีค่าการขยายตัวเชิงความร้อนแตกต่างจากเนื้อดินปั้นประมาณ $6.947 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$. เคลือบมีการร้าวละเอียดมากที่สุด และเคลือบที่ใช้เถ้าแกลบที่ได้จากการเตรียมขึ้นเอง มีค่าการขยายตัวเชิงความร้อนแตกต่างจากเนื้อดินปั้นประมาณ $1.075 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$. เคลือบมีการร้าวละเอียดเช่นกัน และผลจากการหาค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเชิงความร้อน แสดงไว้ในตารางที่ 4.5 ดังนี้



อุณหภูมิที่เปรียบเทียบค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเชิงความร้อนของเคลือบที่

อุณหภูมิ 838.8 ซ. = 4.795×10^{-6} / ซ.

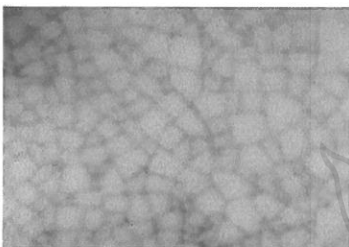
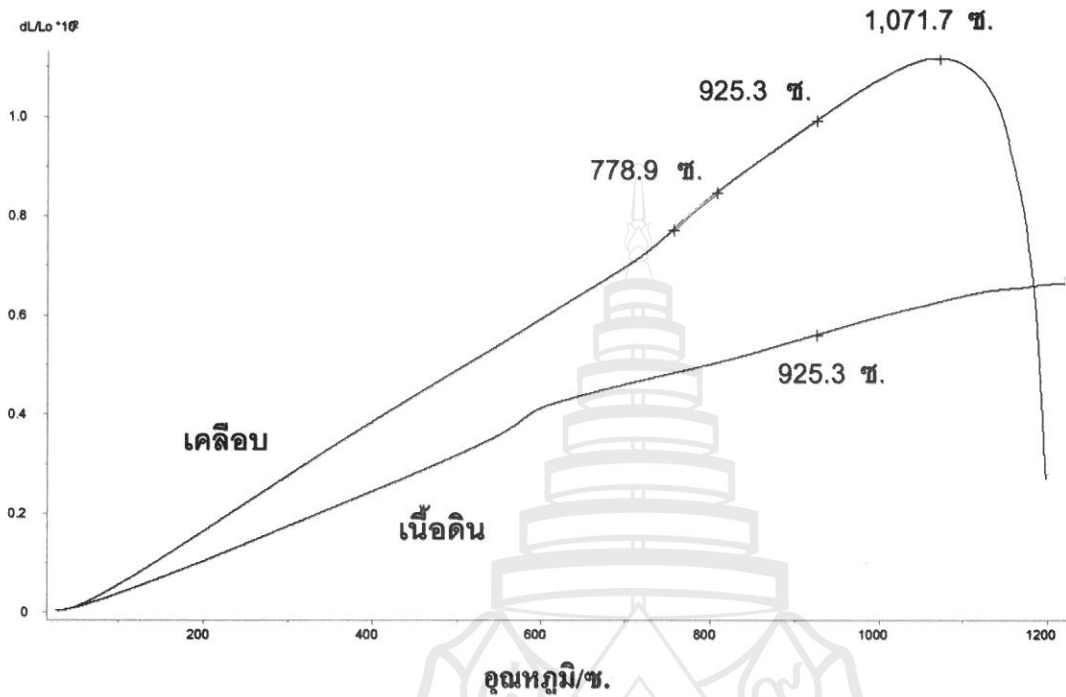
อุณหภูมิที่เปรียบเทียบค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเชิงความร้อนของเนื้อดินปั้นที่

อุณหภูมิ 838.8 ซ. = 4.662×10^{-6} / ซ.

ความแตกต่างค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวระหว่างเคลือบและเนื้อดินปั้น

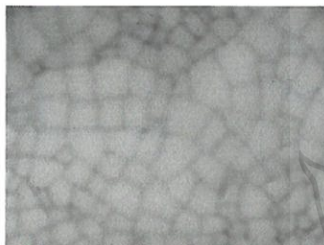
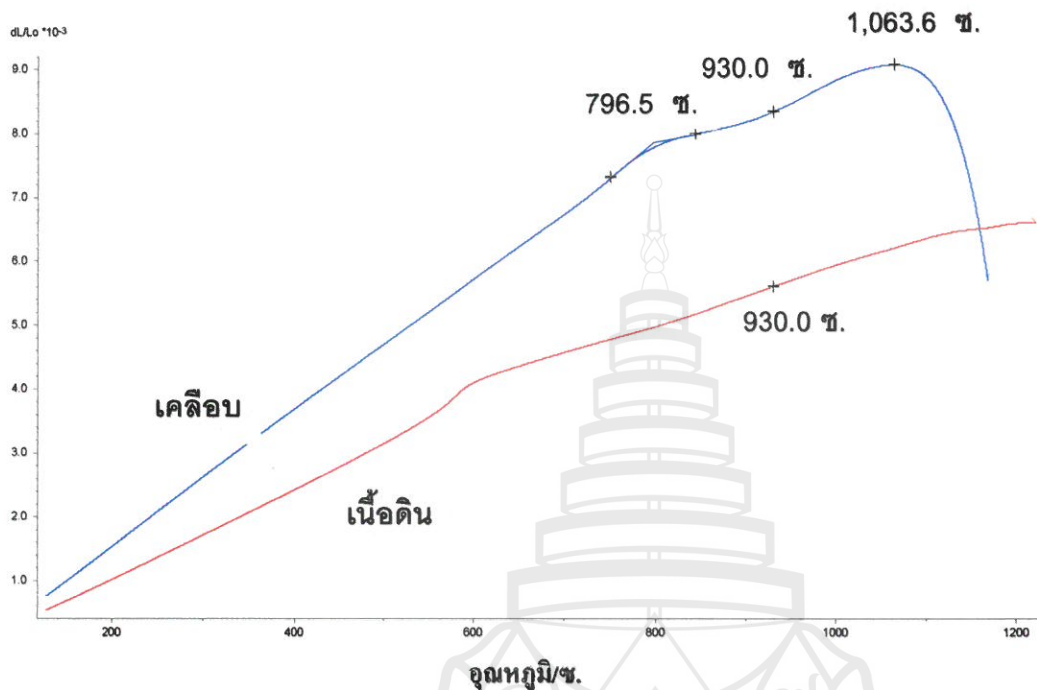
= 0.133×10^{-6} / ซ.

ภาพที่ 4.13 แสดงค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเชิงความร้อนของเคลือบสูตรที่ 2 ซึ่งใช้ควอทซ์เป็นส่วนผสม เทียบกับของเนื้อดินปั้นชนิดสโตนแวร์



จุดทงุุมิที่เปรียบเทียบค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเชิงความร้อนของเคลือบที่
 จุดทงุุมิ 925.3 น. = $11.849 \times 10^{-6} / \text{น.}$
 จุดทงุุมิที่เปรียบเทียบค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเชิงความร้อนของเนื้อดินบ้านที่
 จุดทงุุมิ 925.3 น. = $4.902 \times 10^{-6} / \text{น.}$
 ความแตกต่างค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวระหว่างเคลือบและเนื้อดินบ้าน =
 $6.947 \times 10^{-6} / \text{น.}$

ภาพที่ 4.14 แสดงค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเชิงความร้อนของเคลือบสูตรที่ 2 ซึ่งใช้เ้า์กลับจาก
 โรงงานเผาอิฐเป็นส่วนผสมเทียบกับของเนื้อดินบ้านชนิดสโตนแวร์



อุณหภูมิที่เปรียบเทียบค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเชิงความร้อนของเคลือบที่
 อุณหภูมิ 930.0 ซ. = $5.991 \times 10^{-6} / \text{ซ.}$
 อุณหภูมิที่เปรียบเทียบค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเชิงความร้อนของเนื้อดินนั้นที่
 อุณหภูมิ 930.0 ซ. = $4.915 \times 10^{-6} / \text{ซ.}$
 ความแตกต่างค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวระหว่างเคลือบและเนื้อดินนั้น =
 $1.075 \times 10^{-6} / \text{ซ.}$

ภาพที่ 4.11 แสดงค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเชิงความร้อนของเคลือบสูตรที่ 2 ซึ่งใช้เถ้าแกลบที่เตรียมเองเป็นส่วนผสมในเคลือบเทียบกับของเนื้อดินบ้านชนิดสโตนแวร์

ตารางที่ 4.5 แสดงค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวของเคลือบสูตรที่ 2 เปรียบเทียบกับเนื้อดิน

แหล่งขีลิกา	อุณหภูมิ เปรียบเทียบ ค่า COE	ค่า COE ของ เคลือบ	ค่า C.O.E. ของ เนื้อดินปั้น	Δ C.O.E.
ควอทซ์	838.8 ซ.	4.795×10^{-6}	4.662×10^{-6}	0.133×10^{-6}
เถ้าจากโรงงานเผาอิฐ	925.3 ซ.	11.849×10^{-6}	4.902×10^{-6}	6.947×10^{-6}
เถ้าแกลบที่เตรียมเอง	930.0 ซ.	5.991×10^{-6}	4.915×10^{-6}	1.075×10^{-6}

4.6.3 ผลการศึกษาจุดหลอมเหลวของเคลือบ

ผลการศึกษาจุดหลอมเหลวได้เลือกสูตรเคลือบ สูตรที่ 2 โดยใช้เครื่องวัดค่าการขยายตัวเชิงความร้อนในช่วงอุณหภูมิเริ่มต้นตั้งแต่ 37-1,200 ซ. ที่อัตราความร้อน 5 ซ. ต่อนาที ผลจากการศึกษาจุดหลอมเหลวของเคลือบในสูตรที่ 2 แสดงไว้ในตารางที่ 4.6

ตารางที่ 4.6 แสดงจุดหลอมเหลวของเคลือบสูตรที่ 2

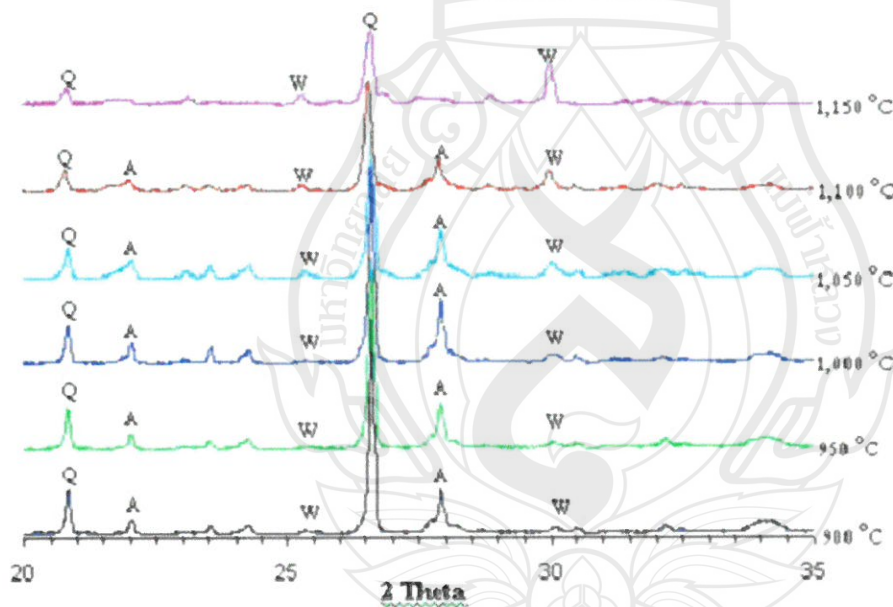
แหล่งขีลิกา	จุดหลอมเหลวของเคลือบ
ควอทซ์	1,115.9 ซ.
เถ้าจากโรงงานเผาอิฐ	1,116.7 ซ.
เถ้าแกลบที่เตรียมเอง	1,112.6 ซ.

จากตารางที่ 4.6 เป็นการแสดงให้เห็นถึงจุดหลอมเหลวของเคลือบที่ใช้ควอทซ์หรือเถ้าแกลบเป็นส่วนผสมในเคลือบพบว่า อุณหภูมิที่เคลือบเริ่มหลอมเหลวของเคลือบสูตรที่ 2 นั้นอยู่ในช่วงที่ใกล้เคียงกัน

4.6.4 การศึกษาการเปลี่ยนแปลงเฟสของเคลือบ

ผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงเฟสของของผงเคลือบสูตรที่ 2 ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิตั้งแต่ 900-1,150 °C. ด้วยเทคนิค XRD เป็นดังนี้

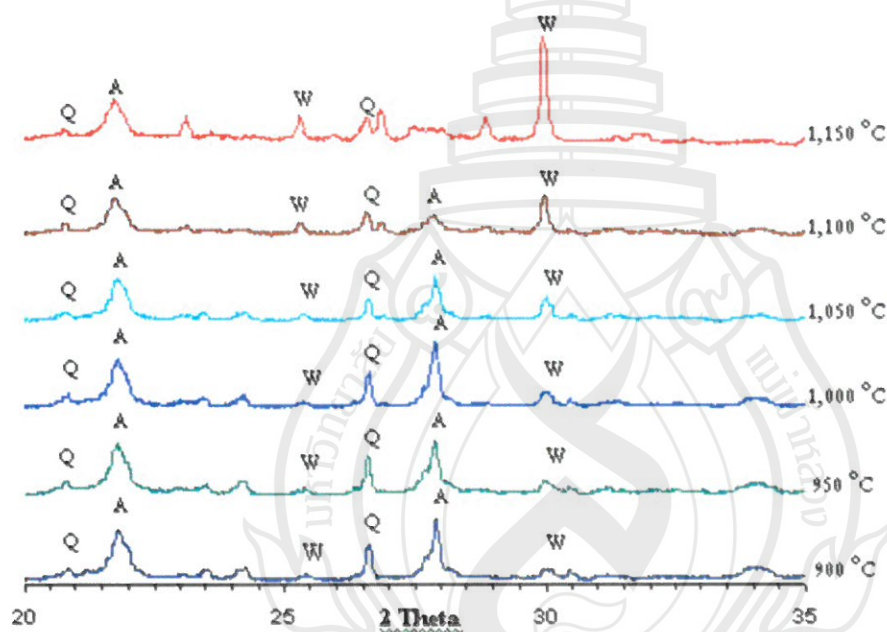
ที่อุณหภูมิ 900 °C. พบแร่ควอทซ์ (SiO_2) โซดาเฟลด์สปาร์ ($\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$) และแคลเซียมซิลิเกต (CaSiO_3) ซึ่งเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น จะสังเกตเห็นความสูงของพีคของแร่ควอทซ์ และแร่โซดาเฟลด์สปาร์ลดลงน่าจะเนื่องจากที่อุณหภูมิประมาณ 1,100 °C. แร่โซดาเฟลด์สปาร์จะเริ่มหลอมตัวและเกิดปฏิกิริยากับควอทซ์กลายเป็นโครงสร้างของแก้ว (Lawrence, 1916) ซึ่งเมื่อโครงสร้างดังกล่าวเกิดปฏิกิริยากับแคลเซียมออกไซด์ (CaO) จะทำให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อนในรูปของแคลเซียมซิลิเกต และเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นปริมาณของแคลเซียมซิลิเกตจะสูงมากขึ้นด้วย ผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงเฟสของเคลือบที่ใช้ควอทซ์แสดงไว้ตามภาพที่ 4.16



Q = แร่ควอทซ์ , A = แร่โซดาเฟลด์สปาร์ , C = แคลเซียมซิลิเกต

ภาพที่ 4.16 แสดงผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงเฟสของเคลือบที่ใช้ควอทซ์ เป็นส่วนผสมในเคลือบ

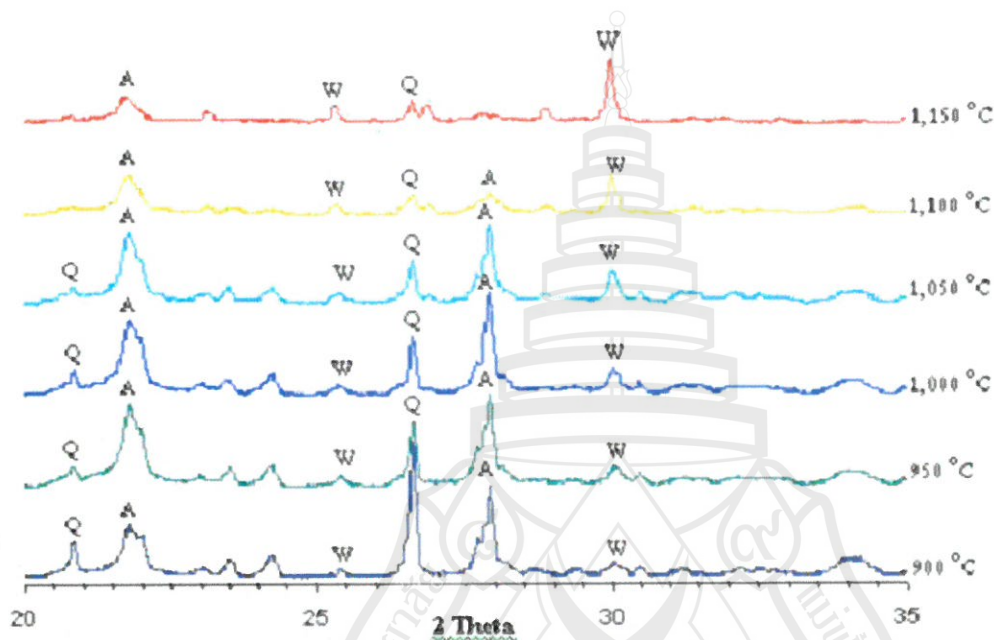
จากการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงเฟสของเคลือบที่ใช้เถ้าแกลบจากโรงงานเผาอิฐเป็นส่วนผสมพบว่า ให้ผลคล้ายคลึงกับการเปลี่ยนแปลงเฟสของเคลือบที่ใช้ควอทซ์เป็นส่วนผสมโดยที่อุณหภูมิตั้งแต่ 900 °C. จะพบแคลเซียมซิลิเกต แต่อย่างไรก็ตามจากภาพดังกล่าวก็ยังพบแร่ควอทซ์อยู่ เมื่อพิจารณาจากผลวิเคราะห์แร่โซดาเฟลด์สปาร์ด้วย XRD จะพบว่าแร่ควอทซ์ด้วยเช่นกัน ฉะนั้นควอทซ์ที่พบในเคลือบจึงเกิดจากควอทซ์ที่ปะปนมากับแร่โซดาเฟลด์สปาร์ ซึ่งผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงเฟสของเคลือบที่ใช้เถ้าแกลบจากโรงงานเผาอิฐเป็นส่วนผสมได้แสดงไว้ตามภาพที่ 4.17



Q = แร่ควอทซ์ , A = แร่โซดาเฟลด์สปาร์ , C = แคลเซียมซิลิเกต

ภาพที่ 4.17 แสดงผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงเฟสของเคลือบที่ใช้เถ้าแกลบที่ได้จากโรงงานเผาอิฐเป็นส่วนผสมในเคลือบ

ผลจากการศึกษาการเปลี่ยนแปลงเฟสของเคลือบที่ใช้แก้วแอลบที่ได้จากการเตรียมเองเป็นส่วนผสมพบว่า ให้ผลคล้ายคลึงกับเคลือบที่ใช้แก้วแอลบจากโรงงานเผาอิฐ และควอทซ์ ซึ่งผลจากการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงเฟสของเคลือบที่ใช้แก้วแอลบเตรียมเองได้แสดงไว้ตามภาพที่ 4.18

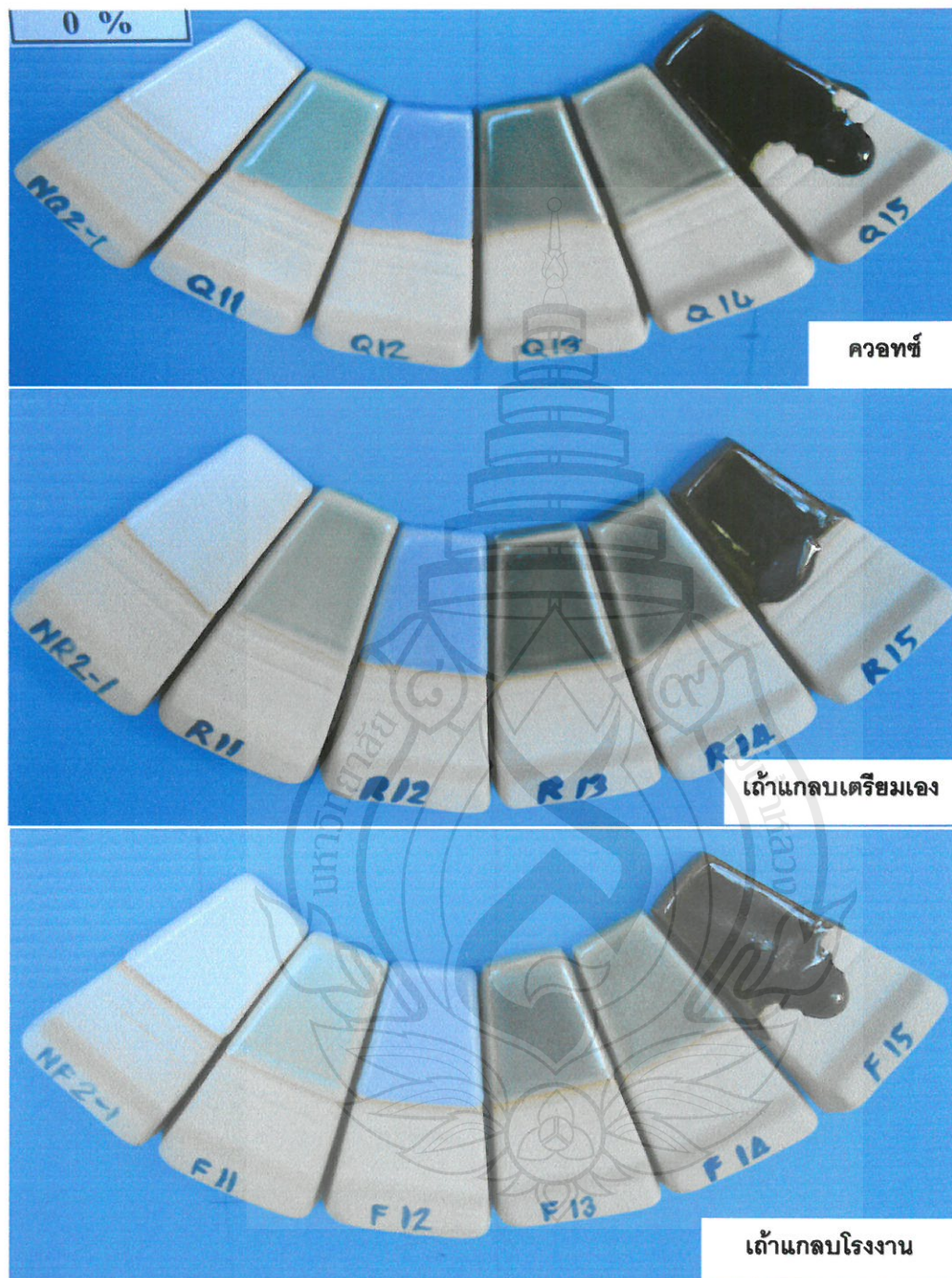


Q = แร่ควอทซ์ , A = แร่โซดาเฟลด์สปาร์ , C = แคลเซียมซิลิเกต

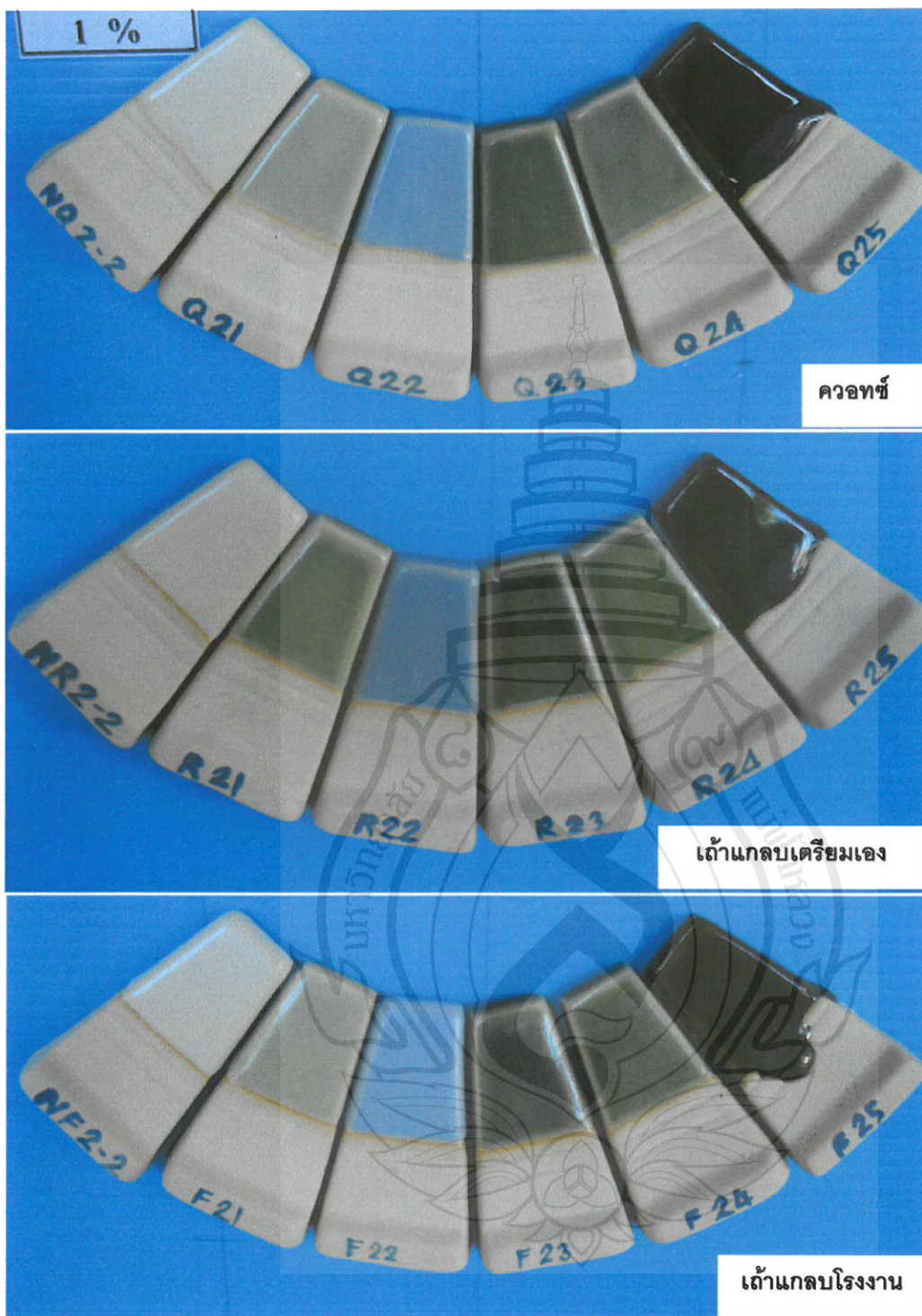
ภาพที่ 4.18 แสดงผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงเฟสของเคลือบที่ใช้แก้วแอลบที่ได้จากการเตรียมขึ้นเอง เเผที่อุณหภูมิ 700 ซ. เป็นเวลา 4 ชม. บด 4 ชม. ใช้เป็นส่วนผสมในเคลือบ

จากผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงเฟสของเคลือบด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์พบว่าเคลือบทั้ง 3 แบบจะมี แร่โซดาเฟลด์สปาร์ แร่ควอทซ์ และแคลเซียมซิลิเกต โดยที่แร่ควอทซ์และแร่โซดาเฟลด์สปาร์จะมีปริมาณลดลงเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น แต่แร่แคลเซียมซิลิเกตกลับมีปริมาณเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิ

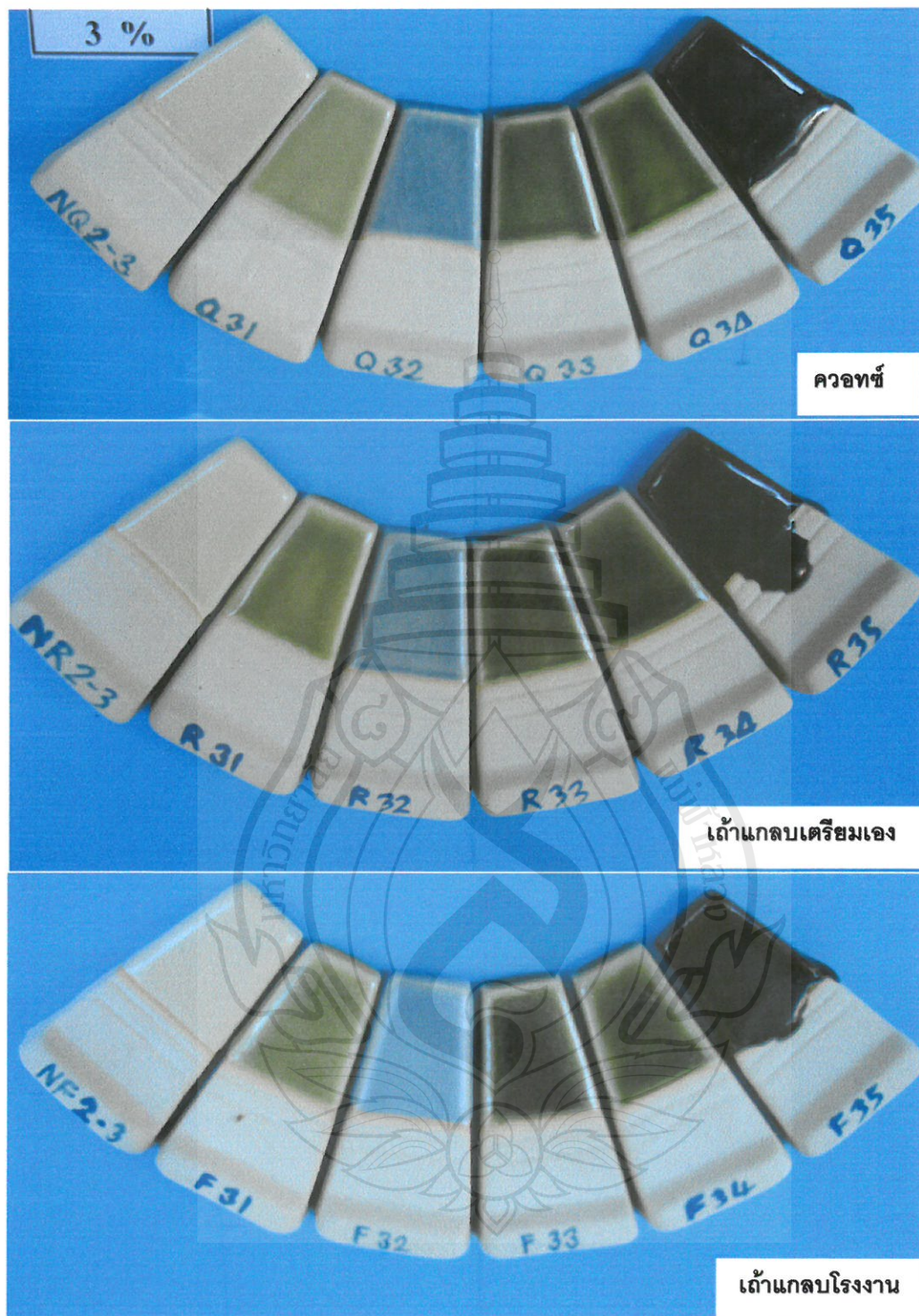
4.7 ผลการนำเถ้ากลับไปใช้ในเคลือบสี



ภาพที่ 4.19 แสดงผลเปรียบเทียบการใช้เถ้ากลับและควอทซ์ในเคลือบสีที่บัพต่างๆ โดยไม่เติมดินจากม. แม่ฟ้าหลวง

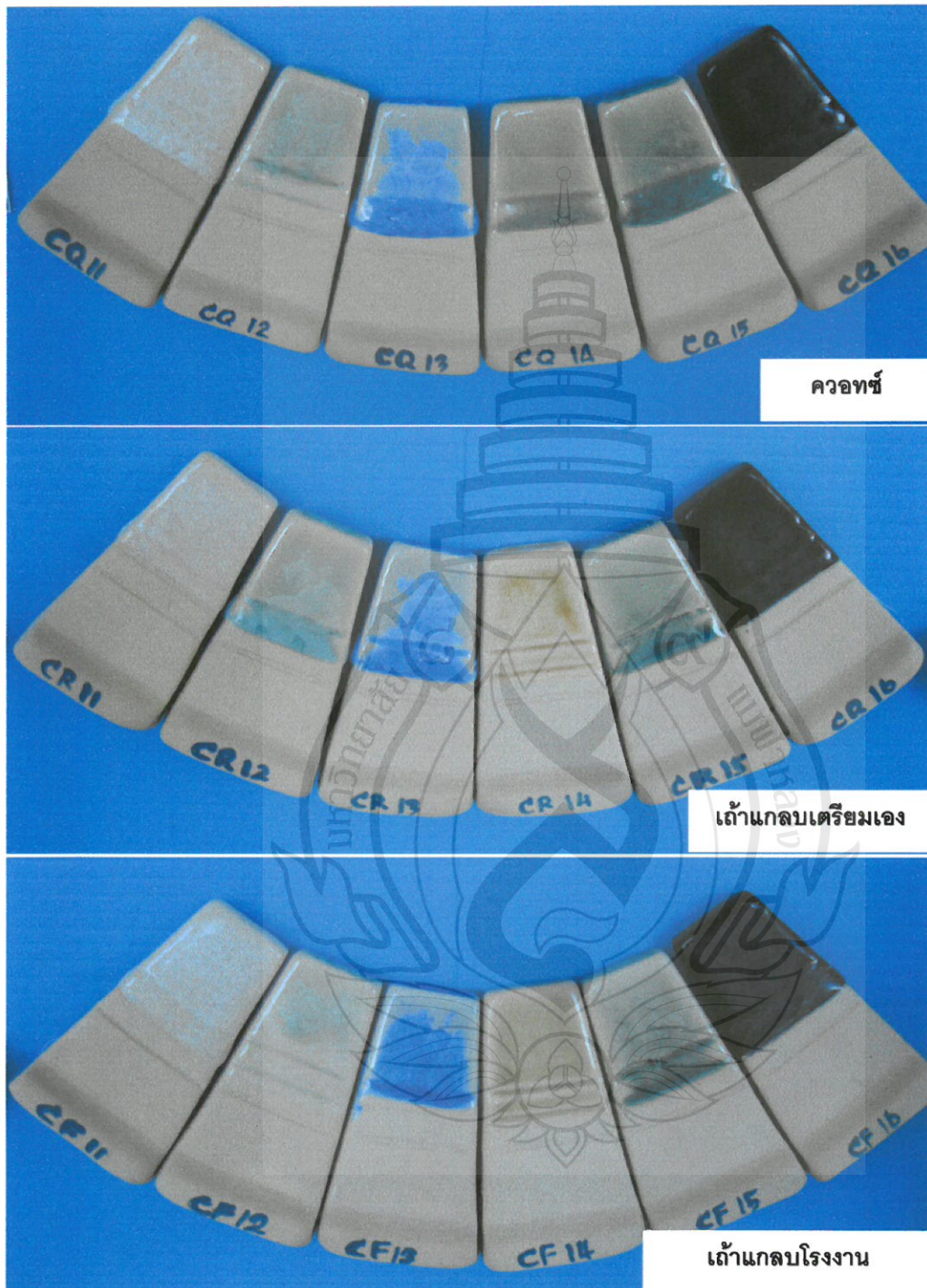


ภาพที่ 4.20 แสดงผลเปรียบเทียบการใช้ถ้ำกลบและควอทซ์ในเคลือบสีที่บดต่างๆ โดยเติมดินจาก
ม. แม่ฟ้าหลวงลงไป 1%

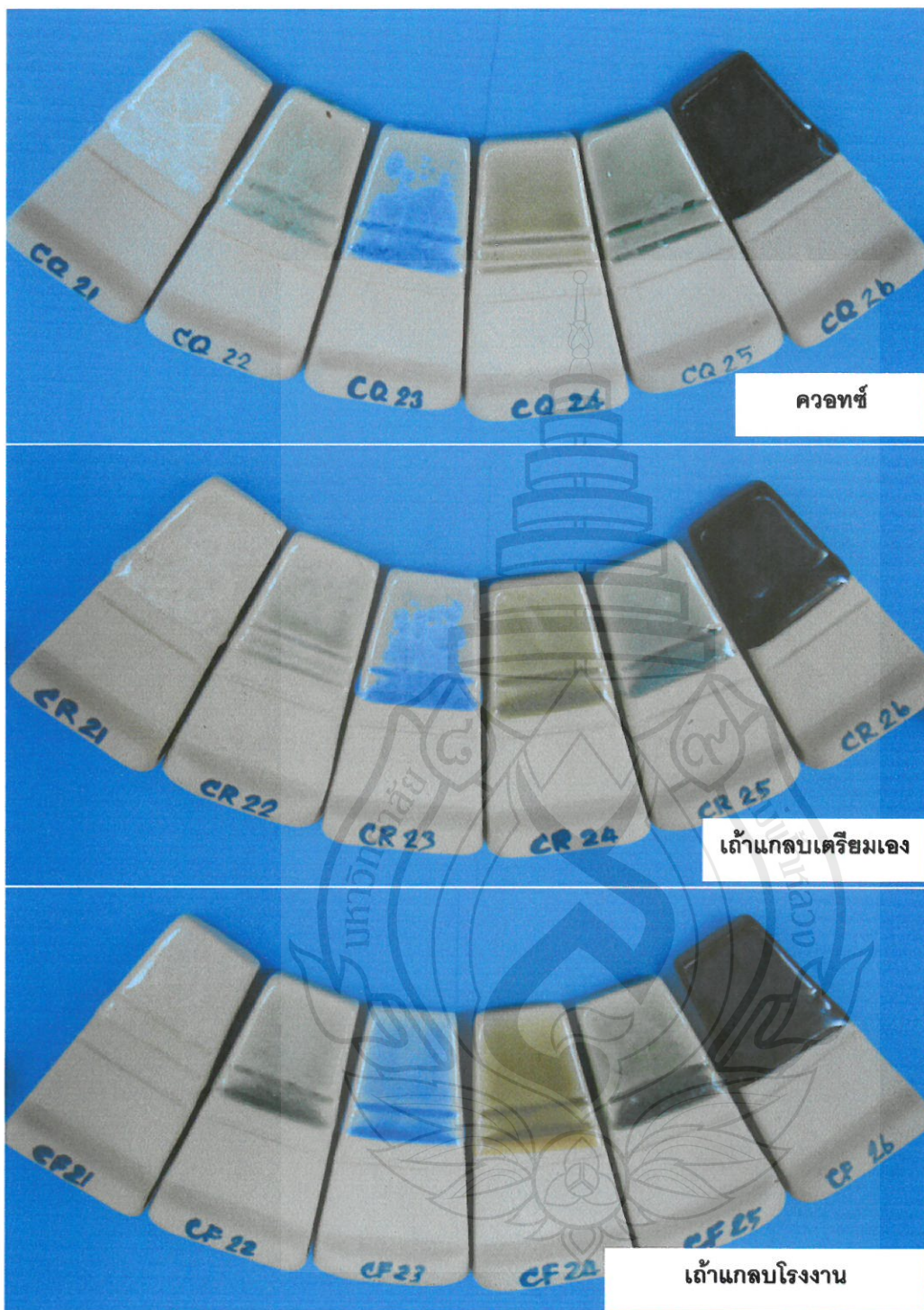


ภาพที่ 4.21 แสดงผลเปรียบเทียบการใช้เก้าอี้เหล็กและควอทซ์ในเคลือบสีที่บดต่างๆ โดยเติมดินจาก
ม. แม่ฟ้าหลวงลงไป 3%

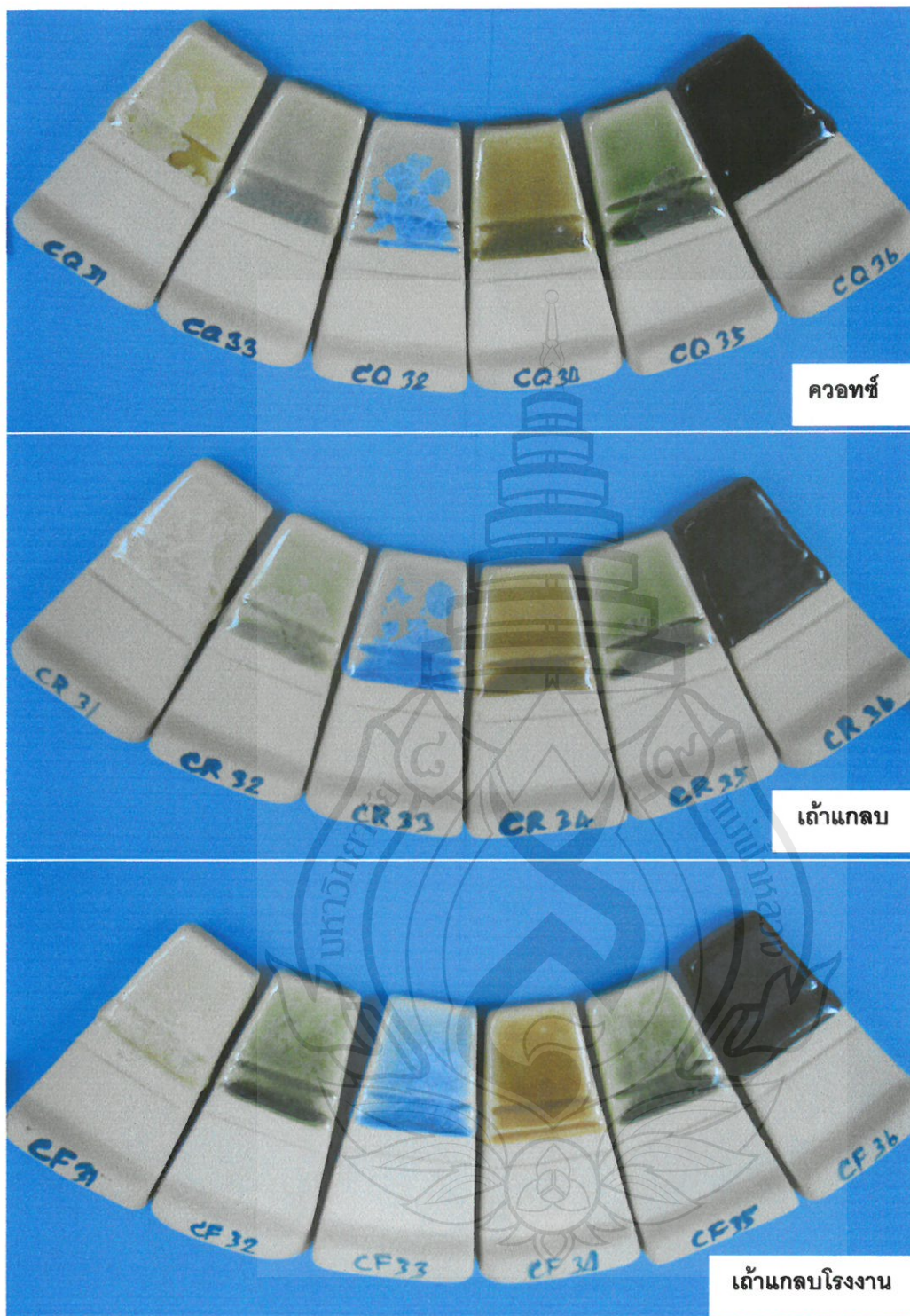
4.8 ผลการนำถ้ำกลับไปใช้ในเคลือบผลึก



ภาพที่ 4.22 แสดงผลเปรียบเทียบการใช้ถ้ำกลับและควอทซ์ในเคลือบผลึกสีต่างๆ โดยไม่เติมดินจากม. แม่ฟ้าหลวง



ภาพที่ 4.23 แสดงผลเปรียบเทียบการใช้ถ้ำกลบและควอทซ์ในเคลือบผลิตภัณฑ์ต่างๆ โดยเติมดินจาก
ม. แม่ฟ้าหลวงลงไป 1%



ภาพที่ 4.24 แสดงผลเปรียบเทียบการใช้ถ้ำกลบและควอทซ์ในเคลือบผลิตภัณฑ์ต่างๆ โดยเติมดินจาก
ม. แม่ฟ้าหลวงลงไป 3%

การนำถ้ำกลบทั้งจากโรงงานเผาอิฐและถ้ำกลบที่เตรียมเองไปใช้แทนควอทซ์ในสูตรเคลือบสีทึบทั้ง 6 สูตร พบว่า มีความแตกต่างกันเล็กน้อย คือในเคลือบบางสูตร เช่น สูตร 21 และ 31 ที่เตรียมโดยใช้ถ้ำกลบทั้งจากโรงงานเผาอิฐและถ้ำกลบที่เตรียมเอง (R21, R31, F21 และ F31) จะมีการแตกราน ในขณะที่เมื่อใช้ควอทซ์จะไม่มีการแตกราน หรือเกิดขึ้นน้อยกว่า ทั้งนี้จะมีสาเหตุมาจากการที่ถ้ำกลบมีปริมาณแร่อัลคาไลน์และอัลคาไลน์เอิร์ธสูงกว่าควอทซ์ จึงเข้าไปแทรกในโครงสร้างของซิลิเกตและทำให้มีการขยายตัวมากกว่าเดิม โดยทั่วไปเคลือบที่มีใช้ถ้ำกลบจะไหลตัวได้ดีกว่าเคลือบที่ใช้ควอทซ์ ส่วนการเติมดิน ม. แม่ฟ้าหลวงซึ่งมีเหล็กอยู่ในปริมาณสูงลงไปนี้ ทำให้สีของเคลือบเป็นสีโทนเขียวหรือเหลืองเข้มมากขึ้น เช่นในกรณีเคลือบสูตร Q11 เทียบกับ Q21 และ Q31 เป็นต้น

การใช้ถ้ำกลบแทนควอทซ์ในเคลือบผลิตภัณฑ์พบว่าให้ผลคล้ายคลึงกันกับในเคลือบสีทึบ เพียงแต่ปริมาณและขนาดของผลึกในเคลือบสีนี้จะมีมากกว่าและมักให้ผลึกที่มีขนาดเล็กกว่าการใช้เคลือบควอทซ์



บทที่ 5

สรุปผลการวิจัย

การวิจัยครั้งนี้เป็นการศึกษาผลของการนำเก้าอี้กลับไปใช้เป็นส่วนผสมในเคลือบสำหรับผลิตภัณฑ์สโตนแวร์ โดยเปรียบเทียบกับการใช้แร่วทซ์จากการทดลอง สามารถสรุปผลได้ดังนี้

6.1 การเตรียมเก้าอี้กลับและการศึกษาลักษณะเฉพาะ

1. ผลการวิเคราะห์ทางความร้อนของเคลือบพบว่า เคลือบมีช่วงของการเปลี่ยนแปลงอยู่ 2 ระยะ คือ ช่วงแรกที่อุณหภูมิที่ไม่เกิน 150 °C. และในช่วงที่สองเริ่มตั้งแต่อุณหภูมิประมาณ 250 °C. จนถึงอุณหภูมิ 500 °C. หลังการเผาหน้าหนักของเคลือบลดไปประมาณ 83 เปอร์เซ็นต์
2. ผลการศึกษาภาวะที่เหมาะสมในการเผาเคลือบพบว่า เก้าอี้กลับที่เผาอุณหภูมิ 500 °C. เป็นเวลา 4 ชม. มีปริมาณของซิลิกาต่ำสุด คือ 82 เปอร์เซ็นต์ และเมื่ออุณหภูมิและเวลาในการเผาเป็น 800 °C. เป็นเวลา 8 ชม. จะมีปริมาณซิลิกามากที่สุดประมาณ 97 เปอร์เซ็นต์ นอกจากนั้นเป็นพวกอินทรีย์สารและออกไซด์ของโลหะที่เจือปนมากับเก้าอี้กลับ และจากการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของเก้าอี้กลับพบว่า มีโครงสร้างเป็นแบบออสณฐานทั้งหมด
3. การศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อขนาดอนุภาคของเก้าอี้กลับพบว่า เมื่อเพิ่มอุณหภูมิหรือเวลาในการเผาเคลือบ ขนาดของเก้าอี้กลับกลับลงเนื่องจากการเผาไหม้ที่สมบูรณ์ เมื่อนำไปบดเป็นเวลาต่างๆ กันพบว่าขนาดอนุภาคของอนุภาคเฉลี่ยของเก้าอี้กลับเมื่อเวลาในการบดเพิ่มขึ้น

6.2 ผลการนำถ้ำกลบมาใช้เป็นส่วนผสมในเคลือบ

ผลจากการศึกษาพบว่าเคลือบที่ได้มีความแตกต่างกัน เป็นผลมาจากปัจจัยดังต่อไปนี้

1. แหล่งของซิลิกาที่นำมาใช้เป็นส่วนผสมในเคลือบ โดยเมื่อใช้ควอทซ์เป็นส่วนผสมในเคลือบ ลักษณะเคลือบที่ได้มีการหลอมตัวของเคลือบน้อยกว่าเคลือบที่ใช้ถ้ำกลบเป็นส่วนผสม แต่ถ้าเป็นเคลือบผลึก ผลึกในเคลือบที่ใช้ถ้ำกลบเป็นองค์ประกอบมักมีขนาดเล็กกว่าผลึกในเคลือบที่ใช้ควอทซ์เป็นองค์ประกอบ

2. ปริมาณซิลิกาในถ้ำกลบและขนาดอนุภาคของถ้ำกลบพบว่า ไม่มีผลมากนักต่อลักษณะของเคลือบหลังการเผา ดังนั้นการนำถ้ำกลบมาใช้งาน สามารถใช้ถ้ำกลบที่เผาไหม้ไม่สมบูรณ์ได้

3. เคลือบสูตรมาตรฐานที่ใช้ถ้ำกลบจากโรงงานเผาอิฐเป็นส่วนผสม มีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเชิงความร้อนของเคลือบสูงสุด รองลงมา คือเคลือบที่ใช้ถ้ำกลบที่ได้จากการเตรียมเอง และเคลือบที่มีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวน้อยที่สุดคือเคลือบที่ใช้ควอทซ์ ส่วนการศึกษาจุดหลอมเหลวของเคลือบ พบว่า เคลือบทั้งสามแบบเริ่มมีการอ่อนตัวของเคลือบที่อุณหภูมิใกล้เคียงกันคือ ประมาณ 1,115 °C.

4. จากการศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาคของเคลือบสูตรมาตรฐาน พบฟองอากาศกระจายตัวอยู่ในชั้นของเคลือบทั้ง 3 แบบ ส่วนการศึกษาการเปลี่ยนแปลงเฟสของเคลือบพบผลึกซึ่งมีผลึกเป็นรูปเข็มทั้งในชั้นของเคลือบ และบริเวณพื้นผิวของเคลือบทั้ง 3 แบบ

บรรณานุกรม

- กนกอร หัสโรค์. (2543). **ปัจจัยของกรด อุณหภูมิและเวลาต่อกระบวนการผลิตซิลิกาขาวจาก แกลบ**. วิทยานิพนธ์ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต, มหาวิทยาลัยขอนแก่น.
- กฤตยาวัลย์ พินิจด้านกลาง. (2542). **การทดลองทำสีได้เคลือบที่ใช้กับเคลือบใสอุณหภูมิ 1,230 องศาเซลเซียส บรรยากาสอบออกซิเดชันและรีดักชัน**. ปริญญาการศึกษา มหาบัณฑิต, มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ.
- กุลจิรา สุจิโรจน์ และ ปาจริย ถาวรนิต. (2542). **การศึกษาความเป็นไปได้ในการผลิตซิลิกอนคาร์ไบด์จากแกลบ**. ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ. กรุงเทพฯ.
- ก้องเกียรติ ภูเกิด. (2531). **การเตรียมซิลิกอนไดออกไซด์จากแกลบข้าว**. การค้นคว้าแบบอิสระ เชิงวิทยานิพนธ์, มหาวิทยาลัยเชียงใหม่.
- โกมล รักษ์วงศ์. (2531). **เอกสารประกอบการสอนงานสีสำเร็จรูป**. วิทยาลัยครูพระนคร, กรุงเทพฯ.
- โกมล รักษ์วงศ์. (2538). **งานวิจัยเตาเผาและเครื่องปั้นดินเผาเตาเผาแม่น้ำน้อยเพื่อสืบสาน และอนุรักษ์ศิลปวัตถุโบราณของจังหวัดสิงห์บุรี**. คณะเทคโนโลยีอุตสาหกรรม, สถาบัน ราชภัฏพระนคร.
- ชีวลรัตน์ มาสิงบุญ. (2546). **การตกผลึกของซิลิกาที่เตรียมจากการเผาแกลบ**. วิทยานิพนธ์ ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต, มหาวิทยาลัยขอนแก่น.
- ทวี พรหมพุกฤษ. (2523). **เครื่องเคลือบดินเผาเบื้องต้น**. กรุงเทพฯ.
- ปรีดา พิมพ์ขาวขำ. (2539). **เซรามิกส์**. จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, กรุงเทพฯ.
- ปรีดา พิมพ์ขาวขำ. (2530). **เคลือบเซรามิกส์**. จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, กรุงเทพฯ.
- นิยม บุญถนอม และคณะ. (2533). **ศึกษาการนำไฟฟ้าของซิลิกอนไดออกไซด์ที่เตรียมจาก แกลบได้ปด้วยสารลิเทียมออกไซด์**. (รายงานการวิจัย)คณะวิทยาศาสตร์, มหาวิทยาลัยเชียงใหม่.

- บุรฉัตร ฉัตรวีระ และณรงค์ศักดิ์ มาลากุล. (2547). ผลของอุณหภูมิในการบ่มที่มีต่อคุณสมบัติเชิงกลของพอสต์ที่ใช้ซีเมนต์ผสมเถ้าแกลบ. วารสารวิจัยและพัฒนา มจร. ปีที่ 27 ฉบับที่ 1 มกราคม-มีนาคม.
- บุรฉัตร ฉัตรวีระ และพิชัย นิमितยงสกุล. (2537). ปอร์ตแลนด์ซีเมนต์ผสมเถ้าแกลบ เถ้าลอยและสารลดน้ำ. วารสารเทคโนโลยีสุรนารี.
- ปณณรัตน์ พิษณุไพบูลย์. (2538). เครื่องเคลือบดินเผาเทคนิคและวิธีการสร้างสรรค์. จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, กรุงเทพฯ.
- พิมพ์วัลย์ วัฒนภาส. รายงานการวิจัยเรื่องน้ำยาเคลือบซีเมนต์จากวัสดุเหลือใช้. ศูนย์วิจัยและพัฒนาอุตสาหกรรมเครื่องปั้นดินเผา กรมวิทยาศาสตร์บริการ, กรุงเทพฯ. ม.ป.ป.
- ไพจิตร อังศิริวัฒน์. (2537). รวมสูตรเคลือบเซรามิกส์, กรุงเทพฯ.
- ลดดา พันธุ์สุขุมธนา และชลัย ศรัสุข. การพัฒนาเคลือบซีเมนต์ไม้ยางพารา, วารสารเซรามิกส์. กันยายน-ธันวาคม 2546.
- ศรีเพ็ญ ท้าวตา และคณะ. (2531). การเตรียมซิลิกอนไดออกไซด์จากแกลบข้าว (รายงานการวิจัย). คณะวิทยาศาสตร์, มหาวิทยาลัยเชียงใหม่.
- ศูนย์พัฒนาอุตสาหกรรมเครื่องเคลือบดินเผา ภาคเหนือ จังหวัดลำปาง. (2537). เคลือบเซรามิกเบื้องต้น.
- สุจินดาโชติพานิช. รายงานการวิจัยเคลือบสีจากเหล็กออกไซด์ในน้ำยาเคลือบซีเมนต์. ศูนย์วิจัยและพัฒนาอุตสาหกรรมเครื่องปั้นดินเผา กรมวิทยาศาสตร์บริการ, กรุงเทพฯ. ม.ป.ป.
- สมาคมเซรามิกส์. (2531). แกลบวัสดุเหลือใช้ทางเกษตร, เซรามิกส์ไทย.
- สรินทร ลิ้มปนาท และคณะ. (2543). การเตรียมแผ่นกรองซิลิกาจากซีเมนต์แกลบ. จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, กรุงเทพฯ.
- สุรศักดิ์ โกสียพันธ์. (2534). น้ำเคลือบเครื่องปั้นดินเผา. วิทยาลัยครูพระนคร, กรุงเทพฯ.
- สุทธิ วัฒนศิริเวช และคณะ. (2543). รายงานการวิจัยการสำรวจด้านการจัดการและดำเนินในผลิตภัณฑ์ของโรงงานเซรามิกในจังหวัดลำปางและเชียงใหม่. มหาวิทยาลัยแม่ฟ้าหลวง.
- เสริมศักดิ์ นาคบัว. (2536). เคลือบซีเมนต์ฟิช. กรุงเทพมหานคร.
- อุไรวรรณ สีสาดิศร. (2535). การเตรียมและศึกษาคุณลักษณะของซิลิกาคุณภาพสูงจากแกลบ. วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต, จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.

**อัมรินทร์ เซรามิกคอร์ปอเรชัน จำกัด,บริษัท. เอกสารข้อมูลทางเทคนิคผลวิเคราะห์และ
คุณสมบัติต่างๆ ของหินพื้นม้าชนิดโซดาเฟลด์สปาร์ แคลเซียมคาร์บอเนต และ
ควอทซ์**

อายุวัฒน์ สว่างผล. วัตถุดิบที่ใช้แพร่หลายในงานเซรามิกส์. กรุงเทพฯ, 2543.

Bartha P, Huppertz EA. (1974). Structure and crystallization of silica in rice husk.

Bergeron and Risbud. (1984). Introduction to Phase Equilibria in Ceramics.

Andreoli M, Luca GT, Miyamaru ES. (2000). Characteristics of rice husk for chlorination reaction. Materials Letters.

Huang S, Jing S, Wang J, Jin Y. (2001). Silica white obtained from rice husk in a fluidized bed. Powder Technology.

Kim H-S, Yang H-S, Kim H-J, and Park H-J. (2003). Thermogravimetric analysis of rice husk flour filled thermoplastic polymer composites.

Kirsnarao RV, Subrahmanyam J, Kumar TJ. (2001). Studies on the formation of black particles in rice husk silica ash. Journal of the European Ceramic Society.

Kalapathy U, Proctor A, Shultz J. (2002). Improved method for products of silica from rice hull ash. Bioresource Technology.

Yalcin N, Sevinc V. (2001). Studies on silica obtained from rice husk. Ceramics International.

Della VP, Kuhn I, Hotza D. (2002). Rice husk ash as an alternate source for active silica production. Materials Letters.

Prasad CS, Maiti KN, Venugopal R. (2003). Effect of substitution of quartz by rice husk ash and silica fume on the properties of whiteware composition. Ceramics International.

Pamelee Cullen W. (1975). Ceramic glazes. 3rd ed. Boston Massachusetts : CBI publishing company Inc.

Fraser, H. (1998). Glazes For The Craft Potter, A&C Black.

Fraser, H. (1986). Ceramic Faults and Their Remedies, A&C Black.

Kaiserbrger E, Blumm J. Dilatometer Evaluation for the Characterization of Ceramic Body and Glaze Combination.

Lawrence, W.G. (1916). **Ceramic science for the potter.**

Norton, F.H. (1974). **Element of Ceramic 2nd Edition Addison-Wesley.** California : Publishing Company.

Hamer. Frank and Janet. (1975). **The Potter' s Dictionary of Materials and Techniques.** London : Pitman Publishing.

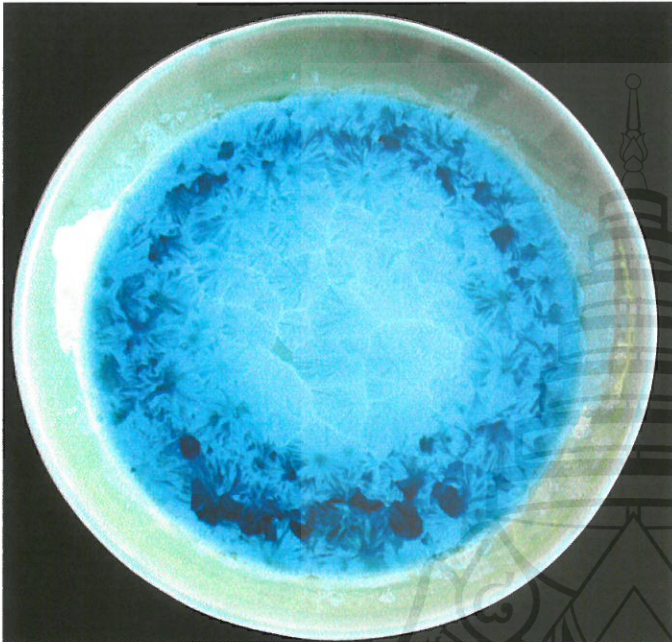
Richarc A. Eppler and Douglas R. Eppler. (2000). **Glazes and Glass Coating.** The American Ceramic Society, Westerville, Ohio.

Ceramics Monthly. **A Selection of smashing glazes.** by Susan Peterson 2002.

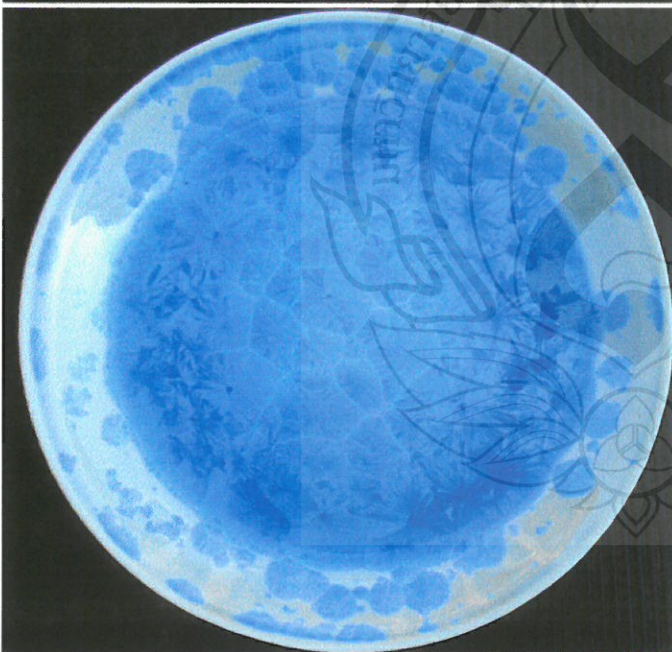


ภาคผนวก

ภาพแสดงตัวอย่างเคลือบผลิตภัณฑ์ใช้ถ้ำเกลบจากโรงงานเผาอิฐบนผลิตภัณฑ์

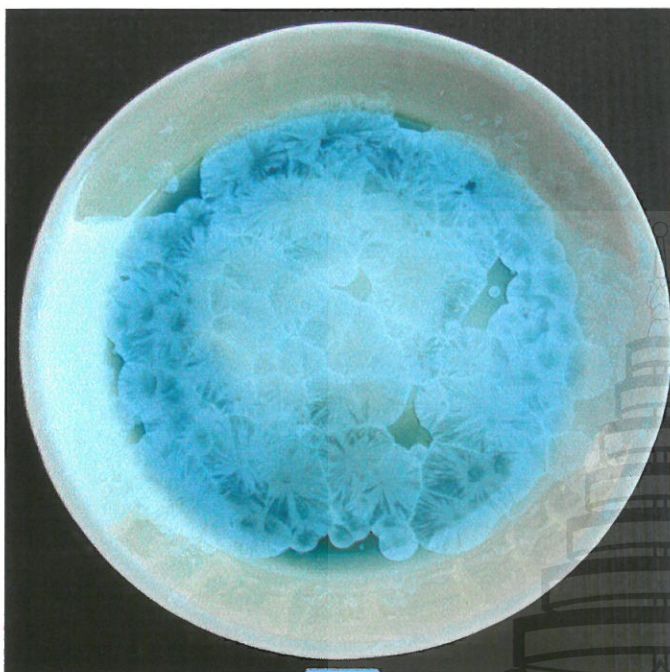


เคลือบสูตร 12

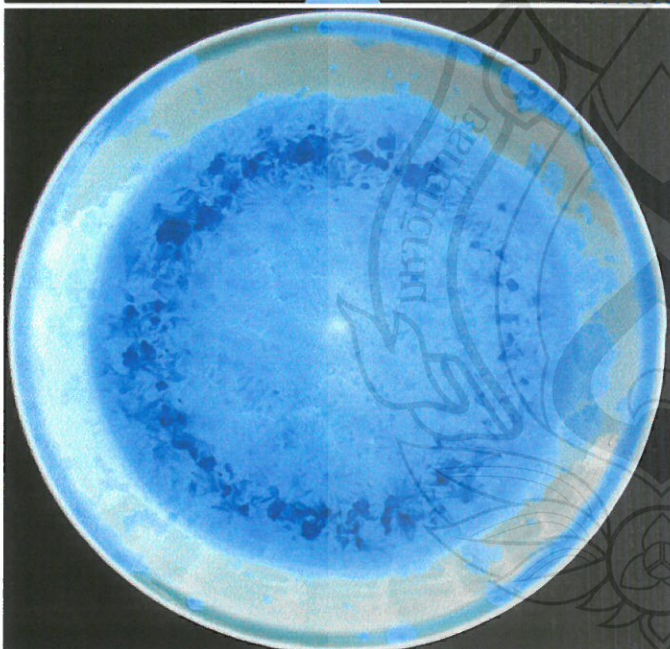


เคลือบสูตร 13

ภาพแสดงตัวอย่างเคลือบผลิตภัณฑ์ใช้เก้าอี้ที่เตรียมในห้องปฏิบัติการบนผลิตภัณฑ์

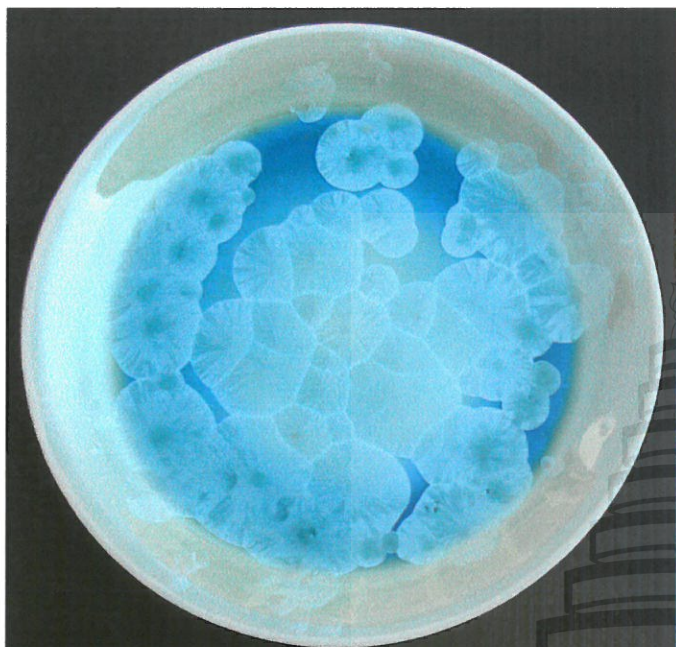


เคลือบสูตร 12

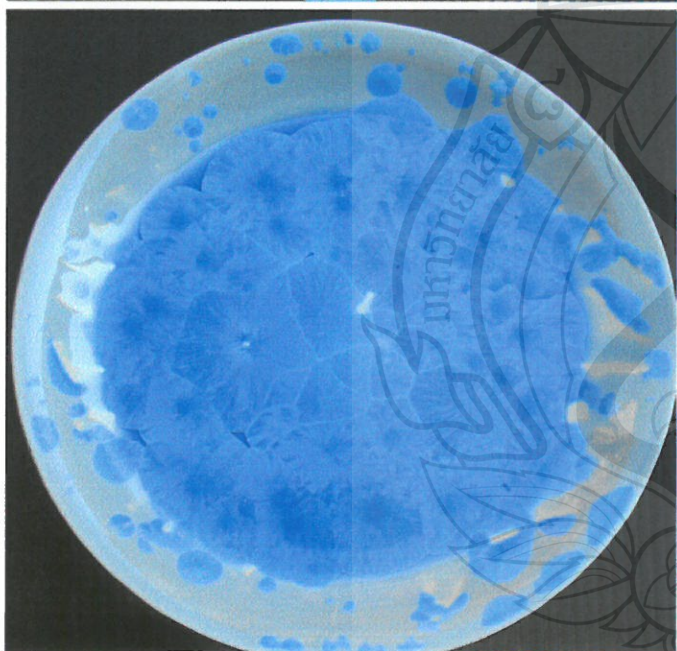


เคลือบสูตร 13

ภาพแสดงตัวอย่างเคลือบผลิตภัณฑ์ใช้ควอทซ์บนผลิตภัณฑ์



เคลือบสูตร 12



เคลือบสูตร 13