

การทดลอง

2.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

1. Atomic absorption/Flame emission spectrophotometer, Shimadzu, AA-670, Japan
2. Digital flame analyser, Gallenkamp FGA-350, England
3. Spectronic 21, Bausch & Lomb Inc.
4. Muffle furnace, Gallenkamp FSE-620 size 1, 1100°C, England
5. Fisher burner
6. Energy dispersive X-ray fluorescence spectrometer, EDXRF XR-200
7. Cutting mechane, Covington No.124-6811, U.S.A.
8. Thin section grinder, Ingram Laboratories, Inc., U.S.A.
9. Polarizing microscope, Nikon Labophot-Pol, Japan

2.2 สารเคมีและตัวอย่างผลิตภัณฑ์

สารเคมีที่ใช้ผลิตโดยบริษัท BDH Chemicals Ltd., Poole, England
ทุกสารเป็น Lab grade ได้แก่

1. Sodium chloride standard solution BDH Laboratory reagents for atomic absorption spectroscopy 1 ml = 1.00 mg Na
2. Calcium chloride standard solution BDH Laboratory reagents for atomic absorption spectroscopy 1 ml = 1.00 mg Ca

3. Magnesium nitrate standard solution BDH Laboratory reagents for atomic absorption spectroscopy 1 ml = 1.00 mg Mg.
4. Potassium nitrate standard solution BDH Laboratory reagents for atomic absorption spectroscopy 1 ml = 1.00 mg K
5. Ammonia solution, 25 %
6. Potassium carbonate, K_2CO_3 (AR grade)
7. Bromocresol purple, pH 5.2-6.8

สารเคมีที่ใช้ผลิตโดยบริษัท Fluka AG, Buchs, Switzerland ทุกสาร เป็น Lab grade ได้แก่

1. Phosphoric acid, H_3PO_4 , 84-85 %
2. Sodium oxalate, $Na_2C_2O_4$ (AR grade)
3. Titanium dioxide, TiO_2 , 99 %
4. Potassium hydrogen sulphate, $KHSO_4$, 99 %
5. Hydrogen peroxide solution, H_2O_2 , 35 %

สารเคมีที่ใช้และผลิตโดยบริษัท E. Merck, Darmstadt, W. Germany ทุก

สารเป็น AR grade ได้แก่

1. Hydrofluoric acid, HF, 48 %
2. Hydrochloric acid, HCl, 37 %
3. Sulphuric acid, H_2SO_4 , 95-97 %

4. Nitric acid, HNO_3 , 65 %
5. Perchloric acid, HClO_4 , 70-72 %
6. Lanthanum nitrate, $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 99 %
7. Potassium permanganate, KMnO_4 , 100.5 %
8. Sodium carbonate, Na_2CO_3 , 99.5 %
9. Lanthanum chloride, $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

สารเคมีที่ใช้ผลิตโดยบริษัท Aldrich Chemical Company Inc.,

U.S.A., AR grade

Zinc 20 mesh for Jones' reductor

Potassium pyrosulphate, $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$

2.3 ตัวอย่างผลิตภัณฑ์ที่ใช้ในการศึกษา

แหล่งของผลิตภัณฑ์

ได้มีการค้นพบเตาเซรามิกส์โบราณชิ้น ซึ่งมีทั้งผลิตภัณฑ์ที่สมบูรณ์และแตกหัก

โดยบางส่วนได้รับการเก็บรักษาไว้ที่ภาควิชาประวัติศาสตร์ คณะมนุษยศาสตร์ และตึก
ซิลิเกตเทคโนโลยี ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ซึ่งในงานวิจัย

ครั้งนี้ได้ใช้ชิ้นส่วนของผลิตภัณฑ์ที่แตกหักจากแหล่งทั้งสอง

ชนิดของผลิตภัณฑ์ที่นำมาวิเคราะห์

1. ชนิดเคลือบไม่เขียนลาย เวียงกาหลง
2. KC_2 สันมะเค็ด กาหลง
3. KK_8 วังเหนือ ลำปาง
4. KC_1 สันมะเค็ด กาหลง

5. Kg₂ ป่าหยม
6. C₁ สังก้าแพง
7. C₂ สังก้าแพง
8. C₇ สังก้าแพง
9. ชนิดเคลือบเขียนลาย สังก้าแพง
10. เซรามิกสีปัจจุบันชนิด stoneware

ลำดับที่ 1-8 นำมาจากภาควิชาประวัติศาสตร์ ลำดับที่ 9-10 นำมาจากตึก
ชิลีเกตเทคโนโลยี โดยลำดับที่ 1-4 และ 7-9 ใช้วิเคราะห์ทางเคมี ส่วนลำดับที่ 3-7
และ 9-10 ใช้ศึกษาโครงสร้างขนาดเล็ก

2.3.1 การเตรียมตัวอย่างผลิตภัณฑ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์ทางเคมี

พยายามเลือกผลิตภัณฑ์ในส่วนที่เป็นภาชนะ เพราะจะได้เคลือบที่หนา
จากนั้นทำการแยกเคลือบและเนื้อดินปั้นออกจากกัน

การเตรียมเนื้อดินปั้น

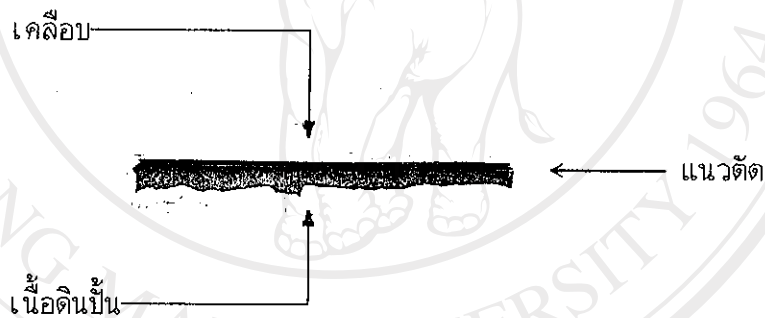
นำตัวอย่างผลิตภัณฑ์มาเจียรเคลือบออกให้หมดด้วยเครื่องเจียรเหล็ก ล้าง
น้ำแล้วอบให้แห้ง จากนั้นนำมาบดด้วยเครื่อง Disc grinder siebtechnik ให้
ละเอียด

การเตรียมเคลือบ

ถ้าเป็นเคลือบที่หนาใช้ไซควงค่อย ๆ แคะออกจากเนื้อดินปั้น ถ้าเคลือบบาง
ใช้แคะจากรอยหักเข้าไป และใช้วิธีทุบผลิตภัณฑ์ให้แตกละเอียดแล้วใช้คีมคีบส่วนที่มีลักษณะ
คล้ายแก้ว นำไปบดให้ละเอียดด้วยครกหินอ่อน

2.3.2 การเตรียม thin section เพื่อศึกษาโครงสร้างขนาดเล็ก

การศึกษาโครงสร้างขนาดเล็กครั้งนี้ได้แยกการเตรียม thin section ระหว่างเคลือบและเนื้อดินปั้น โดยทั่วไปการตัดต้องตัดในแนวตั้งฉากกับผิวผลิตภัณฑ์ แต่เนื่องจากตัวอย่างผลิตภัณฑ์บางมากเมื่อตัดแล้ว นำมาขัดส่วนที่เป็นเคลือบหลุดไปหมด ดังนั้น การศึกษาครั้งนี้จึงตัดในแนวขนานกับเคลือบและเนื้อดินปั้น ดังรูป 2.1 จากนั้นนำไปศึกษาโครงสร้างโดยกล้องจุลทรรศน์แบบ polarizing



รูป 2.1 แนวการตัดตัวอย่าง

ซึ่งมีขั้นตอนการเตรียม thin section ดังนี้

1. นำตัวอย่างมาตัดเป็นรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้า ขนาดเล็กกว่ากระจกสไลด์เล็กน้อย โดยใช้เครื่องตัดหิน
2. ขัดด้านหนึ่งให้เรียบจนเป็นขัดที่โรยด้วยผงซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) ขนาด 200 mesh
3. นำด้านที่เรียบติดบนกระจกสไลด์ โดยใช้กาว Latex side # 70°C
4. ทำเป็นแผ่นหนาประมาณ 3 มม. โดยเครื่องเจียนแผ่นหิน จากนั้นนำไปขัดด้วยเครื่องขัดหิน จะได้แผ่นตัวอย่างหนาประมาณ 0.1 มม.

5. หัดแผ่นตัวอย่างด้วยมือบนกระจกเรียบที่โรยด้วยผง SiC ขนาด 600 และ 1000 mesh ตามลำดับ จนได้แผ่นตัวอย่างหนาประมาณ 0.03 มม.
6. ปิดด้วย cover glass โดยใช้กาว epoxy resin ผสม hardener ในการเตรียม thin section ของเคลือบ ใช้ผิวเคลือบติดบนกระจกสไลด์เลย ดังนั้นเมื่อทำเป็นแผ่นหินบางแล้วไปส่องกล้องจุลทรรศน์แบบ polarizing พบว่ามีแต่เฉพาะส่วนของผิวเคลือบอย่างเดียว ไม่มีเนื้อเคลือบเลย งานวิจัยครั้งนี้จึงไม่สามารถศึกษาโครงสร้างของเคลือบได้

2.4 วิธีการศึกษาชิ้นส่วนของผลิตภัณฑ์

2.4.1 การวิเคราะห์หาองค์ประกอบทางเคมี ดังต่อไปนี้

1. ความชื้น (Moisture)
2. น้ำหนักของสารที่หายไปหลังจากการเผา (Loss on ignition)
3. ซิลิกา (Silica, SiO_2)
4. ออกไซด์ผสม (Mixed Oxide, R_2O_3)
 - 4.1 เหล็กออกไซด์ (Iron oxide, Fe_2O_3)
 - 4.2 ไทเทเนียมออกไซด์ (Titanium oxide, TiO_2)
 - 4.3 อะลูมินา (Alumina, Al_2O_3)
5. โลหะออกไซด์
 - 5.1 อัสคาไลน์เอิร์ทออกไซด์ (Alkaline earth oxide ; CaO, MgO)
 - 5.2 อัสคาโลออกไซด์ (Alkaline oxide, ; Na_2O , K_2O)

เนื้อดินปั้นทำทุกขั้นตอน ส่วนเคลือบไม่ได้หาความชื้นและน้ำหนักของสารที่หายไป เนื่องจากมีจำนวนน้อย ในการวิเคราะห์ตามหัวข้อเหล่านี้ได้วิเคราะห์อย่างน้อย 2 ครั้ง

2.4.2 การศึกษาโครงสร้างขนาดเล็ก

การส่องดูด้วย polarizing microscope

2.4.1.1 การหาความชื้นของเนื้อดินปั้น (15)

ซึ่งเนื้อดินปั้นหนักประมาณ 1 กรัม ใส่ในเบ้าทองคำขาว (platinum crucible) ที่ทราบน้ำหนักแน่นอน นำเบ้าทองคำขาวอบในเตาอบ (oven) อุณหภูมิ 110 °ซ ประมาณ 3 ชั่วโมง จากนั้นนำมาทิ้งให้เย็นใน เดซิกเคเตอร์ (desiccator) ซึ่งน้ำหนัก นำเบ้าทองคำขาวที่มีเนื้อดินปั้น ไปอบ ต่ออีก 1 ชั่วโมง และทิ้งให้เย็นในเดซิกเคเตอร์ ซึ่งน้ำหนักอีกครั้งหนึ่ง ถ้าน้ำหนักยังไม่คงที่ต้องนำไปอบต่อแล้วนำไปชั่งน้ำหนักใหม่ ทำซ้ำแบบเดิม ไปเรื่อย ๆ จนได้น้ำหนักที่คงที่ น้ำหนักที่หายไปของเนื้อดินปั้นตัวอย่างเป็น น้ำหนักของความชื้น โดยเปอร์เซ็นต์ความชื้นสามารถหาได้จากสูตร

$$\text{เปอร์เซ็นต์ความชื้น} = \frac{\text{น้ำหนักของเนื้อดินปั้นตัวอย่างที่หายไปหลังอบ} \times 100}{\text{น้ำหนักของเนื้อดินปั้นตัวอย่างก่อนอบ}}$$

ผลการทดลองดังตาราง 3.1

2.4.1.2 การหาปริมาณของสารที่หายไปหลังจากการเผา (15)

นำเบ้าทองคำขาวที่มีเนื้อดินปั้น (ทราบน้ำหนักเบ้าและเนื้อดินปั้นที่แน่นอน) หลังจากหาปริมาณความชื้นแล้ว อบใน muffle furnace ที่ อุณหภูมิ 1050 °ซ ประมาณ 1 ชั่วโมง นำเบ้าทองคำขาวออกทิ้งให้เย็นใน เดซิกเคเตอร์ นำไปชั่งน้ำหนักแน่นอน น้ำหนักเนื้อดินปั้นตัวอย่างที่หายไปจะเป็นปริมาณของสารที่หายไปหลังจากการเผา เปอร์เซ็นต์ของปริมาณสารที่หายไปจากการเผา หาได้จากสูตร

$$\begin{aligned} & \text{เปอร์เซ็นต์ของปริมาณสารที่หายไปหลังการเผา} \\ & = \frac{\text{น้ำหนักของสารที่หายไปหลังเผา} \times 100}{\text{น้ำหนักเนื้อดินปั่นตัวอย่างก่อนเผา}} \end{aligned}$$

ผลการทดลองดังตาราง 3.2

2.4.1.3 การหาปริมาณซิลิกา (15, 16)

ซึ่งตัวอย่างของเนื้อดินปั่นหนักประมาณ 1.0 กรัม (เคลือบหนักประมาณ 0.5 กรัม) โดยเครื่องซึ่งละเอียดลงในเข้าทองคำขาว เดิมฟลักซ์ (Na_2CO_3 : KHCO_3 , 3:1) ประมาณ 10 เท่าของเนื้อดินปั่น แบ่งโรยกันเข้าประมาณ 1 ส่วน ผสมให้เข้ากับเนื้อดินปั่น 5 ส่วน และโรยกลบหน้าอีก 4 ส่วน ปิดฝาเข้าทองคำขาว นำไปหลอมบน Fisher burner จนหลอมเป็นของเหลวใส (ใช้เวลาประมาณ 20-30 นาที) ปิดไฟตั้งทิ้งไว้จนเบาเย็น นำแก้วใส่ในบีกเกอร์ขนาด 250 มล. เติมน้ำกลั่นลงประมาณ 50 มล. เติมกรดเกลือเข้มข้นลงไป 30 มล. โดยเติมกรดลงไปทีละน้อยจนหมด ปิดปากบีกเกอร์ด้วยกระดาษฟิวส์ ตั้งทิ้งไว้จนเกลือละลายออกจากเข้าทองคำขาวจนหมด ใช้น้ำกลั่นล้างกระดาษฟิวส์และเข้าทองคำขาว นำบีกเกอร์ตั้งบน hot plate จนสารละลายแห้งสนิทเหลือแต่ตะกอน แล้วเติมกรดเกลือเข้มข้นอีก 20 มล. นำไประเหยต่อจนแห้งสนิท เติมกรดเกลือเข้มข้นลงไปอีก 10 มล. และน้ำกลั่น 50 มล. นำไปอุ่นบน hot plate ประมาณ 10 นาที นำสารละลายที่ได้มารอง โดยกรองลงในบีกเกอร์ขนาด 500 มล. ด้วยกระดาษกรอง Whatman No.40 ล้างตะกอนด้วยน้ำร้อนประมาณ 4-5 ครั้ง เอาตะกอนออกจากบีกเกอร์จนหมดสารละลายที่ได้นำไปตกตะกอนหาออกไซด์ผสมต่อไป

นำตะกอนที่ได้ใส่ในเบ้าทองคำขาว เผาด้วยเปลวไฟจนกระดาษกรองหมดไป (ไม่มีซีเถ้าสีดำเหลืออยู่) นำเบ้าทองคำขาวไปอบใน muffle furnace อุณหภูมิ 1050 °ซ เป็นเวลา 30 นาที ทิ้งให้เย็นใน เดซิกเคเตอร์ ชั่งน้ำหนักไว้เป็น W_1 เติมน้ำกลั่นเล็กน้อยเพื่อให้ตะกอนชื้น เติมกรดกัดแก้ว (Hydrofluoric acid) ลงไปประมาณครึ่งหนึ่งของเบ้า นำไประเหยบน hot plate จนแห้งสนิท เติมกรดกัดแก้วอีกประมาณ 5 มล. ระเหยจนแห้งสนิท นำเบ้าไปอบใน muffle furnace ที่อุณหภูมิ 1050 °ซ ประมาณ 15 นาที ทิ้งให้เย็นในเดซิกเคเตอร์ ชั่งน้ำหนักเป็น W_2 น้ำหนักที่หายไปเป็นปริมาณของซิลิกา หาปริมาณของซิลิกาได้จากสูตร

$$\text{เปอร์เซ็นต์ซิลิกา} = \frac{W_1 \text{ (กรัม)} - W_2 \text{ (กรัม)}}{\text{น.น. สารตัวอย่าง (กรัม)}} \times 100$$

ผลการทดลองดังตาราง 3.3 และ 3.4

2.4.1.4 การหาปริมาณออกไซด์ผสมของเคลือบและเนื้อดินปืน (13)

เอาสารละลายที่กรองได้หลังจากกรองเอาซิลิกาออกแล้วมาระเหย ให้เหลือปริมาตรประมาณ 200 มล. หยดโบรโมครีซอลเพอเฟลอินดิเคเตอร์ (bromocresol purple indicator) เข้มข้น 0.05 % ลงไป 2-3 หยด หยดสารละลายแอมโมเนีย 1:1 ลงไปจนสารละลายเปลี่ยนจากสีเหลือง เป็นสีม่วงอ่อนบน hot plate ประมาณ 1 ชั่วโมง ยกลงตั้งทิ้งไว้ค้างคืน เพื่อให้ R_2O_3 ตกตะกอนอย่างสมบูรณ์

นำเอาสารละลายไปกรองด้วยกระดาษกรอง Whatman No.41 ล้างตะกอนด้วยน้ำร้อนที่ไม่เป็นกรด (ลองหยดโบรโมครีซอลเพอเฟลอินดิเคเตอร์จะเป็นสีม่วง ถ้าไม่ใช่ต้องหยดสารละลายแอมโมเนีย 1:1 ลงไปเล็กน้อย)

น้อย) ประมาณ 7-8 ครั้ง เอาตะกอนออกจากบีกเกอร์จนหมด นำตะกอน
 ที่ได้ใส่ในเบ้าทองคำขาวที่ทราบน้ำหนักแน่นอน แล้วไปเผาด้วยเปลวไฟอ่อน ๆ
 จนกระดาษกรองไหม้หมด นำเข้าไปอบใน muffle furnace ที่อุณหภูมิ
 1050 °C เป็นเวลา 30 นาที นำเข้าออกทิ้งให้เย็นในเดซิเคเตอร์ ซึ่ง
 น้ำหนักที่ได้จะเป็นปริมาณออกไซด์ผสม (R_2O_3) ผลการทดลองดังตาราง
 3.5 และ 3.6

2.4.1.4.1 การหาปริมาณเหล็กออกไซด์ของเนื้อดินปั้นและ

เคลือบ (13, 15)

นำเอาออกไซด์ผสมที่อยู่ในเบ้าทองคำขาวเติมโพแทสเซียมไพโรซัลเฟต (potassium pyrosulphate) ประมาณ 5.0 กรัม ค่อย ๆ คนให้เข้ากัน นำไปหลอมบน Fisher burner โดยใช้เปลวไฟอ่อน ๆ ประมาณ 5 นาที แล้วค่อย ๆ เร่งเปลวไฟให้แรงหลอมต่อ 30 นาที ปิดไฟตั้งทิ้งไว้จนเข้าเย็น นำเข้าใส่ในบีกเกอร์ขนาด 250 มล. ซึ่งมีกรดซัลฟูริก 1:9 อยู่ 50 มล. นำไปวางบน hot plate จนตะกอนละลายออกจากเบ้าหมด กรองตะกอนด้วยกระดาษกรอง Whatman No.40 ลงในขวดปริมาตร 100 มล. แล้วเติมน้ำกลั่นจนครบปริมาตร บีบอัดสารละลายมา 25 มล. นำมาผ่าน Jones's reductor ที่ล้างด้วยสารละลายกรดซัลฟูริก 5 % แล้วปล่อยให้สารละลายค่อย ๆ ออกจากคอลัมน์ (column) ที่สะอาด ล้างคอลัมน์ด้วยน้ำกลั่น 4-5 ครั้ง นำไปไทเทรตกับสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมเปอร์มันганเนตที่ standardization ด้วย

โซเดียมออกซาเลต (sodium oxalate) แล้ว คำนวณหา
ปริมาณของเหล็กออกไซด์ที่ได้จาก

$$\% \text{ Fe} = \frac{5.584 \times \text{Normality} \times \text{ปริมาตร (KMnO}_4\text{) ที่ใช้} \times 4}{\text{น้ำหนักตัวอย่าง}}$$

$$\% \text{ Fe}_2\text{O}_3 = \% \text{ Fe} \times 1.43$$

ผลการทดลองแสดงดังตาราง 3.7 และ 3.8

2.4.1.4.2 การหาปริมาณไทเทเนียมออกไซด์ของเนื้อดินปั้นและ เคลือบ (13, 17)

ใช้วิธีเทียบสี (colorimetry) ซึ่งมีขั้นตอนดังนี้คือ

- (1) การเตรียมสารละลายมาตรฐานไทเทเนียมออกไซด์

ซึ่งไทเทเนียมออกไซด์โดยเครื่องซึ่งละเอียดหนัก

0.1000 กรัม ลงในน้ำทองคำขาว เติมฟลักซ์ (โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์) ประมาณ 5 กรัม ค่อย ๆ คนให้เข้ากันนำไปหลอมบน Fisher burner โดยใช้เปลวไฟอ่อน ๆ จนหลอมเป็นของเหลวใส (ใช้เวลาประมาณ 20-30 นาที) ปิดไฟตั้งทิ้งไว้จนเบาเย็น นำเบาไปใส่ในบีกเกอร์ขนาด 250 มล. ซึ่งมีสารละลายกรดซัลฟูริก 1:9 อยู่ 50 มล. นำบีกเกอร์วางบน hot plate จนเกลือละลายออกจากเบาหมด เเทลงในขวดปริมาตร 500 มล. เติมน้ำกลั่นจนครบปริมาตร

(2) การเตรียมสารละลายมาตรฐานของไทเทเนียมออกไซด์เพื่อใช้ทำ calibration graph

เตรียมสารละลายเข้มข้น 2.0×10^{-3} , 4.0×10^{-3} , 8.0×10^{-3} , 12.0×10^{-3} , 16.0×10^{-3} , $20.0 \times 10^{-3} \text{ mg.ml}^{-1}$ โดยปิเปตสารละลายมาตรฐานไทเทเนียมออกไซด์ 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 และ 5.0 มล. ใส่ลงในขวดปริมาตรขนาด 50 มล. เติมกรดซัลฟูริกเข้มข้น 1.0 มล. กรดฟอสฟอริกเข้มข้น 0.5 มล. และสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เข้มข้น 35 % V/V 1 มล. เติมน้ำกลั่นจนครบปริมาตร เขย่าสารละลายผสมให้เข้ากัน ตั้งทิ้งไว้ประมาณ 15 นาที นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 420 nm เปรียบเทียบกับ reagent blank จะได้กราฟมาตรฐาน (calibration graph) ตามรูป 3.1

(3) การเตรียมสารละลายตัวอย่าง

ปิเปตสารละลายในข้อ 2.4.1.4.1 แทนสารละลายมาตรฐานดีเตเนียมออกไซด์และเตรียมซ้ำในข้อ (2) นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงเทียบกับ reagent blank นำค่าการดูดกลืนแสงที่วัดได้ไปอ่านเทียบกับ calibration graph ในรูป 3.1 ผลการทดลองแสดงดังตาราง 3.9 และ 3.10

2.4.1.4.3 การหาปริมาณอะลูมินา (15)

นำเอาปริมาณเหล็กออกไซด์และไทเทเนียมออกไซด์หักออกจากปริมาณของออกไซด์ผสมก็จะได้ปริมาณของอะลูมินา ผลการทดลองดังตาราง 3.11 และ 3.12

2.4.1.5 การหาปริมาณของแคลเซียมออกไซด์, แมกนีเซียมออกไซด์ และ อัลคาไลออกไซด์

2.4.1.5.1 โดยวิธี Atomic absorption spectrophotometry (18)

ก. การเตรียมสารละลายมาตรฐานต่าง ๆ

เตรียมสารละลายแคลเซียม โซเดียม และ โพแทสเซียมมาตรฐานโดยอาศัยสารตามหัวข้อ 2.2 ซึ่งเป็นสารละลายมาตรฐานสำหรับใช้ใน atomic absorption spectroscopy มีความเข้มข้น 1000 ppm โดยเตรียมสารละลายมาตรฐานเข้มข้น 10 ppm ใช้เป็น stock solution โดยเทคนิคการเจือจางสำหรับเตรียมสารละลายมาตรฐานอื่น ๆ ต่อไป

เตรียมสารละลายแมกนีเซียมมาตรฐาน โดยอาศัยสารตามหัวข้อ 2.2 ซึ่งเป็นสารละลายมาตรฐานสำหรับใช้ใน atomic absorption spectroscopy มีความเข้มข้น 1000 ppm โดยเตรียมสารละลายมาตรฐานเข้มข้น 2 ppm ใช้เป็น stock solution สำหรับเตรียมสารละลายความเข้มข้นอื่น ๆ ต่อไป

การเตรียมสารละลายของ stock solution ของสารละลายมาตรฐานชนิดต่าง ๆ เจือจางด้วย 1 % กรดไนตริก และใช้เทคนิค dilution

(ข) การเตรียมกราฟมาตรฐาน

เตรียมสารละลายมาตรฐานซึ่งประกอบด้วยโลหะไอออนแต่ละชนิดให้มีความเข้มข้นต่าง ๆ คือ

Ca = 0.6, 1.0, 1.5, 2.0 ppm

Mg = 0.1, 0.3, 0.5, 0.8 ppm

Na = 0.5, 1.0, 1.5, 2.0 ppm

K = 0.5, 1.0, 1.5, 2.0 ppm

สำหรับการหาแคลเซียม เติมสารละลายแลนทานัม ไนเตรต (lanthanum nitrate) เข้มข้นประมาณ 0.35 โมลาร์ ลงในอัตราส่วน 1:50 โดยปริมาตรของสารละลายมาตรฐาน จากนั้นนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสง ใช้เป็นกราฟมาตรฐาน ตัวอย่างกราฟมาตรฐานของสารละลายแคลเซียม แมกนีเซียม โซเดียมและ โพแทสเซียมแสดงดังรูป 3.2, 3.4, 3.5 และ 3.7

(ค) การเตรียมสารละลายของตัวอย่าง

ซึ่งเนื้อดินปั้นและเคลือบประมาณ 0.2 กรัม โดยเครื่องซึ่งละเอียดลงในแก้วของค่าชาวขนาดความจุ 50 มล. ทำให้ชื้นด้วยน้ำกลั่นเพียงเล็กน้อย เติมกรดเปอร์คลอริก (perchloric acid) 1 มล. กรดกัดแก้ว 10 มล. กรดซัลฟูริก เข้มข้น 0.5 มล. นำไประเหยบน hot plate เพื่อไล่ซัลฟิวริก จนแห้ง เติมกรดไนตริกเข้มข้น 1 มล. และเติม double distilled water 25 มล. อุ่นบน hot plate เพื่อให้เกลือละลายหมด ถ้ามีตะกอนกรองด้วยกระดาษกรอง whatman No.42 ลงในขวดปริมาตร 100 มล. เติม double distilled water จนครบปริมาตร จะได้สารละลายเพื่อนำไปวิเคราะห์หา แคลเซียม แมกนีเซียม โซเดียมและ โพแทสเซียม

(ง) การหาปริมาณแคลเซียมออกไซด์ แมกนีเซียมออกไซด์ โซเดียมออกไซด์ และโพแทสเซียมออกไซด์

ปิเปตสารละลายจากหัวข้อ (ค) มา 2 มล. ใส่ในขวดปริมาตร 100 มล. เติม 1 % ไนตริกใน double distilled water จนครบปริมาตร นำสารละลายที่ได้ไปหาปริมาณแคลเซียม แมกนีเซียม โซเดียมและโพแทสเซียมที่ความยาวคลื่น 422.7 nm, 285.2 nm, 589.0 nm และ 766.5 nm ตามลำดับ โดยวัดเทียบกับ reagent blank solution ผลการทดลองดังตาราง 3.13, 3.15, 3.17, 3.18, 3.19, 3.21, 3.23 และ 3.25

สำหรับการหาแคลเซียมต้องเติมสารละลายแลนทานัมไนเตรตเข้มข้น 0.35 โมลาร์ ลงในอัตราส่วน 1:50 โดยปริมาตรของสารละลายหลังจากการย่อยแล้ว

2.4.1.5.2 โดยวิธี flame photometry (13)

(ก) การเตรียมสารละลายมาตรฐานต่าง ๆ
เตรียมสารละลายแคลเซียมมาตรฐานโดยอาศัยสารตามหัวข้อ 2.2 ซึ่งเป็นสารละลายมาตรฐานสำหรับใช้ใน atomic absorption spectroscopy มีความเข้มข้น 1000 ppm โดยเตรียมสารละลายมาตรฐานเข้มข้น 100 ppm ใช้เป็น stock solution สำหรับเตรียมสารละลายความเข้มข้นอื่น ๆ ต่อไป

เตรียมสารละลายโซเดียมและโพแทสเซียมมาตรฐาน โดยอาศัยสารตามหัวข้อ 2.2 ซึ่งเป็นสารละลายมาตรฐานสำหรับใช้ใน atomic absorption spectroscopy มีความเข้มข้น 1000 ppm โดยเตรียมสารละลายมาตรฐานเข้มข้น 10 ppm ใช้เป็น stock solution สำหรับเตรียมสารละลายความเข้มข้นอื่น ๆ ต่อไป

การเตรียมสารละลายมาตรฐานต่าง ๆ เจือจางด้วย 1 % กรดไนตริกใน double distilled water เสมอ

(ข) การเตรียมกราฟมาตรฐาน

เตรียมสารละลายมาตรฐานซึ่งประกอบด้วยโลหะไอออนแต่ละชนิดให้มีความเข้มข้นในช่วงต่าง ๆ คือ

Ca 10, 25, 50, 100 ppm

Na 0.5, 1.0, 1.5, 2.0 ppm

K 0.5, 1.0, 1.5, 2.0 ppm

สำหรับ Na และ K ในทางปฏิบัติใช้ standard solution ชุดเดียวกับที่วัดโดย AAS ส่วนการหา Ca ต้องเติมสารละลายแลนทานัมคลอไรด์ (lanthanum chloride) เข้มข้นประมาณ 0.35 โมลาร์ ลงไปอัตราส่วน 1:50 โดยปริมาตรของสารละลายมาตรฐาน จากนั้นนำไปวัดค่า emission intensity เทียบกับ reagent blank solution ใช้เป็นกราฟมาตรฐาน ตัวอย่างกราฟมาตรฐานของสารละลายแคลเซียมโซเดียม และโพแทสเซียม แสดงดังรูป 3.3, 3.6 และ 3.8

(ค) การหาปริมาณแคลเซียมออกไซด์ โซเดียมออกไซด์และ โพแทสเซียมออกไซด์

หาแคลเซียมออกไซด์ของเนื้อดินปั้น โดยปิเปตสารละลายจากหัวข้อ 2.4.1.5.1 (ค) มา 20 มล. (สำหรับเคลือบใช้ 10 มล.) ใส่ในขวดปริมาตร 100 มล. เติมแลนทานัมคลอไรด์เข้มข้น 0.35 โมลาร์ 2 มล. เติม 1 % กรดไนตริกใน double distilled water จนครบปริมาตร นำสารละลายที่ได้ไปวัดค่า emission intensity โดยใช้ Ca filter เทียบกับ reagent blank solution นำค่า emission intensity ที่ได้ไปอ่านปริมาณแคลเซียมจากกราฟมาตรฐานของแคลเซียม ผลการทดลองดังตาราง 3.14 และ 3.16

หาปริมาณโซเดียมและโพแทสเซียม โดยนำ standard solution และสารละลายตัวอย่างที่วัด AAS แล้ว นำมาวัดค่า emission intensity ทำนองเดียวกับการหาแคลเซียม แต่ใช้ Na filter และ K filter ตามลำดับ ผลการทดลองดังตาราง 3.20, 3.22, 3.24 และ 3.26

สำหรับแมกนีเซียม เนื่องจากไม่มี filter จึงไม่ได้หาโดยวิธีนี้

2.5 การหา Accuracy

การหา Accuracy ในรูปของ % recovery ทำโดยการเตรียมสารละลายโลหะไอออนที่มีความเข้มข้นแน่นอน จากสารละลายตามหัวข้อ 2.2 ซึ่งเป็นสารละลาย

มาตรฐานสำหรับใช้ใน AAS แล้วทำการทดลองแยกเป็น 2 วิธีคือ AAS และ flame photometry ภายใต้ภาวะเดียวกันกับวิธีวัดสารละลายตัวอย่าง

$$\% \text{ recovery} = \frac{\text{ปริมาณความเข้มข้นของ โลหะไอออนที่วัดได้}}{\text{ปริมาณความเข้มข้นของ โลหะไอออนที่เตรียมไว้}} \times 100$$

ผลการทดลอง ดังตาราง 3.27, 3.28, 3.29, 3.30, 3.31, 3.32 และ 3.33

2.6 การใช้ X-ray fluorescence วิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ (19)

การวิเคราะห์โดยใช้ X-ray fluorescence วิเคราะห์หาชนิดและปริมาณของธาตุที่ประกอบอยู่ในเนื้อดินปั้นและเคลือบของผลิตภัณฑ์ KK_{α} , KC_2 , C_1 และ C_2 โดยส่งตัวอย่างให้ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ผลการวิเคราะห์ดังตาราง 3.36

2.7 การศึกษาโครงสร้างขนาดเล็ก (20)

นำเศษชิ้นส่วนเซรามิกส์ที่ทำ thin section แล้ว จากหัวข้อ 2.3.2 มาศึกษาโครงสร้างขนาดเล็กด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบ polarizing ซึ่งสิ่งที่ศึกษาได้แก่ขนาดและปริมาณอนุภาคควอร์ตซ์ ปริมาณของแร่ทึบแสงในที่นี้คือ เหล็กออกไซด์ (Fe_2O_3) นอกจากนั้นยังพิจารณาถึงความพรุนของเนื้อดินปั้นและเคลือบอีกด้วย โดยดูได้จากโพรงอากาศที่ปรากฏเปรียบเทียบระหว่างเซรามิกส์ปัจจุบันและโบราณจากเตาเวียงกาหลง และสันกำแพง ซึ่งผลดังตาราง 3.37