

ภาคผนวก

ผ.1 X-ray Diffraction

การศึกษาวัตถุเซรามิกส์โดยใช้ X-ray Diffraction เป็นการศึกษาที่ค่อนข้างจำเป็น และมีเหตุผลสำคัญสำหรับการวิเคราะห์ ในงานเซรามิกส์ นับตั้งแต่การวิเคราะห์วัตถุดิบตลอดจนส่วนผสมของดินปั้น เคลือบ (ก่อนเผา) และผลิตภัณฑ์หลังเผา ผลจากการศึกษา X-ray Diffraction ทำให้ทราบว่าวัตถุที่เมื่อใช้แสง X-ray ตกกระทบ สามารถสะท้อนและกระจายลำแสงที่บอกถึงองค์ประกอบต่าง ๆ ในเนื้อวัตถุ องค์ประกอบเหล่านั้นจะแสดงถึงการเป็นผลึกเฉพาะตัวที่ลำแสงสะท้อนได้ปรากฏเป็นลักษณะประจำตัวของผลึกนั้น ๆ เช่น ถ้าเป็นผลึก Kaolinite แสงสะท้อน X-ray ที่จับได้จะบอกลักษณะประจำตัวของ Kaolinite นั้น ทำนองเดียวกันถ้าผลึกเป็นควอตซ์ก็จะแสดงลักษณะประจำตัว X-ray Diffraction เป็นควอตซ์ ทั้งนี้เมื่อวัตถุหรือผลึกเหล่านี้ถูกกระตุ้นให้หมุนเป็นมุม ๆ ย่อมทำให้ลักษณะเฉพาะของแสงสะท้อน บ่งบอกหรือกระชับตามลักษณะเฉพาะได้แน่นอน ลักษณะเช่นนี้จึงได้ถูกนำมาเป็นการศึกษาเพื่อการวิเคราะห์วัตถุเซรามิกส์ดังกล่าว

การสะท้อนแสงของ X-ray ที่กระทบในมุมหนึ่ง ๆ สามารถจับลำแสงสะท้อนด้วยอุปกรณ์ตัวจับ (Detector) ครั้นเมื่อลำแสงถูกต่อเข้ากับระบบวงจรไฟฟ้าสามารถเขียนออกมาเป็น peak ปรากฏอยู่ในแผ่นกระดาษ X-ray (X-ray chart) ทำให้ผู้ศึกษาได้ตรวจสอบ X-ray peak ที่มุมต่าง ๆ ย่อมจะทำให้เกิดการทราบว่าเป็นผลึกของวัตถุใดในการตรวจสอบ X-ray Diffraction วัตถุหนึ่งอาจพบผลึกหลายชนิดอยู่ด้วยกัน เช่น การศึกษาดินในท้องถิ่นจาก X-ray Diffraction สามารถบอกให้ทราบว่า ดินชิ้นนั้นจะมีผลึกของ Kaolin, หินฟันม้า, ควอตซ์ และไมก้า เป็นต้น ทำให้เห็นได้ว่าการศึกษา X-ray Diffraction สามารถบอกให้ทราบว่าผลึกอะไรเป็นส่วนประกอบหรือองค์ประกอบในวัตถุนั้น ๆ

ผู้ชำนาญการอ่าน X-ray peak อาจตอบได้ทันที แต่สำหรับผู้ที่ยังไม่มีความชำนาญ สามารถติดตาม X-ray peak ที่มุมต่าง ๆ ของวัตถุนั้นใดชนิดหนึ่งที่ได้มีผลการกระทำไว้รวบรวมในมาตรฐานหลายประเทศ เช่น A.S.T.M. (American Society for Testing Material)

All rights reserved

แสง X-ray จะสามารถสะท้อนและกระจายตัวได้ดีเมื่อแสงตกกระทบลงบนผลึกของวัตถุนั้น ๆ ถ้าวัตถุนั้นไม่มีผลึก (amorphous) แสง X-ray จะผ่านตลอดไม่มีการสะท้อนและก็ไม่สามารจับลำแสงสะท้อนให้อ่านใน X-ray peak ได้ วัตถุดังกล่าว เช่น แก้ว หรือพวกคล้ายแก้ว (glassy material) เป็นต้น

ผ.2 การวิเคราะห์ตัวอย่างดินปั้นในทางเคมี

ได้ทำการวิเคราะห์องค์ประกอบดังต่อไปนี้

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 ทิตเนียมออกไซด์ (Titanium oxide, TiO_2)
 - 4.3 อลูมินา (Alumina, Al_2O_3)
5. แคลเซียมออกไซด์ (Calcium oxide, CaO)
6. แมกนีเซียมออกไซด์ (Magnesium oxide, MgO)
7. แอลคาไล (Alkali, Na_2O , K_2O)

ผ.3 การหาความชื้น

ชั่งดินตัวอย่างที่ปล่อยให้แห้งประมาณ 1.0 กรัม โดยเครื่องชั่งอย่างละเอียด ลงในเบ้าทองคำขาว (platinum crucible) ที่ทราบน้ำหนักแน่นอน นำเบ้าทองคำขาวเข้าอบในเตาอบ (oven) อุณหภูมิ 110°C ประมาณ 3 ชั่วโมง นำเบ้าทองคำขาวที่มีดินตัวอย่าง ทิ้งไว้ให้เย็นในเดซิเคเตอร์ (desiccator) ชั่งน้ำหนัก หลังจากนั้นนำเบ้าทองคำขาวที่มีดินตัวอย่างไปอบต่ออีก 1 ชั่วโมง และทิ้งไว้ให้เย็นในเดซิเคเตอร์ ชั่งน้ำหนักเบ้าทองคำขาวที่มีดินตัวอย่างใหม่อีกครั้ง ถ้าน้ำหนักยังไม่คงที่ก็นำไปอบต่อแล้วจึงนำไปชั่งใหม่อีกครั้ง โดยทำแบบเดิมไปเรื่อย ๆ จนกว่าน้ำหนักจะคงที่ น้ำหนักที่หายไปของดินตัวอย่างจะเป็นน้ำหนักของความชื้น

$$\text{เปอร์เซ็นต์ของความชื้น} = \frac{\text{น้ำหนักของดินตัวอย่างที่หายไปหลังจากการอบ} \times 100}{\text{น้ำหนักของดินตัวอย่างก่อนอบ}}$$

ผ.4 การหาปริมาณของสารที่หายไปหลังจากการเผา

นำเบ้าทองคำขาวที่มีดินตัวอย่าง (ทราบน้ำหนักเบ้าและตัวอย่างแน่นอน) หลังจากการหาปริมาณความชื้นแล้ว ใส่เข้าไปใน muffle furnace ที่อุณหภูมิ 1100 °C ทิ้งไว้ 1 ชั่วโมง นำเบ้าออกทิ้งไว้ให้เย็นในเดซิเคเตอร์ นำเบ้าไปชั่งน้ำหนัก น้ำหนักของดินตัวอย่างที่หายไป คือน้ำหนักของสารที่หายไปหลังจากการเผา

$$\text{L.O.I.} = \frac{\text{น้ำหนักของสารที่หายไปหลังจากการเผา} \times 100}{\text{น้ำหนักของดินตัวอย่าง}}$$

ผ.5 การหาปริมาณซิลิกา

ชั่งดินตัวอย่างประมาณ 1.0 กรัม โดยเครื่องชั่งอย่างละเอียด ลงในเบ้าทองคำขาว เติมฟลักซ์ (flux) ($\text{Na}_2\text{CO}_3:\text{K}_2\text{CO}_3 = 4:1$) หรือน้ำหนักประมาณ 6.0 กรัม ค่อย ๆ คนสารตัวอย่างกับฟลักซ์ให้เข้ากัน แล้วโรยฟลักซ์กลบผิวหน้าดินตัวอย่างประมาณ 4.0 กรัม นำเข้าไปหลอมบน Fisher burner ประมาณ 30 นาที หรือจนสารตัวอย่างหลอมละลายหมดจนได้สารละลายใสแล้วจึงปิดไฟ ตั้งทิ้งไว้จนกระทั่งเบ้าเย็น นำเบ้าทองคำขาวใส่ในบีกเกอร์ขนาด 250 ml เติมน้ำกลั่นลงไปในบีกเกอร์ประมาณ 50 ml เติมกรดเกลือเข้มข้นลงไปทีละน้อยจนครบ 30 ml ปิดปากบีกเกอร์ด้วยกระดาษฟิสิก้าตั้งทิ้งไว้จนเกลือละลายออกจากเบ้าทองคำขาวจนหมดใช้น้ำกลั่นล้างกระดาษฟิสิก้าและเบ้าทองคำขาว นำบีกเกอร์ตั้งบน hot plate จนสารละลายแห้งสนิทเหลือแต่ตะกอน แล้วจึงเติมกรดเกลือเข้มข้นอีก 20 ml นำไปประเหยต่อจนแห้งสนิท เติมกรดเกลืออีก 10 ml และน้ำกลั่น 50 ml นำไปอุ่นบน hot plate ประมาณ 10 นาที นำเอาสารละลายที่ได้มากรอง ซึ่งกรองลงในบีกเกอร์ขนาด 600 ml และกรองด้วยกระดาษกรอง Whatman No. 40 ล้างตะกอนด้วยน้ำร้อนประมาณ 4-5 ครั้ง แล้วนำตะกอนออกจากบีกเกอร์จนหมด สารละลายที่กรองได้เก็บไว้เพื่อหาปริมาณธาตุต่าง ๆ ต่อไป

นำตะกอนที่ได้ใส่ในเบ้าทองคำขาว เเผด้วยเปลวไฟจนกระทั่งกระดาษกรองไหม้หมด (ไม่มีเถ้าสีดำเหลืออยู่) นำเบ้าไปอบใน muffle furnace ที่อุณหภูมิ 1100 °C ประมาณ 30 นาที ทิ้งให้เย็นในเดซิเคเตอร์ ชั่งน้ำหนักให้เป็น W_1 เติมน้ำกลั่นลงในเบ้าเล็กน้อยเพื่อให้ตะกอนขึ้นเติม กรดกัดแก้ว (hydrofluoric acid) ลงไปประมาณครึ่งหนึ่งของเบ้านำไปประเหยบน hot plate จนกระทั่งแห้งเติมกรดกัดแก้วลงไปอีก 5 ml ระเหยจนแห้งสนิท นำเบ้าเข้าไปอบใน muffle furnace ที่อุณหภูมิ 1100 °C ประมาณ 15 นาที นำเบ้าออกมาทิ้งให้เย็นในเดซิเคเตอร์ ซึ่งและจดน้ำหนัก กำหนดให้เป็น W_2 น้ำหนักที่หายไปเป็นน้ำหนักของซิลิกา

$$\text{เปอร์เซ็นต์ของซิลิกา} = \frac{w_2 (\text{กรัม}) - w_1 (\text{กรัม}) \times 100}{\text{น้ำหนักของสารตัวอย่าง (กรัม)}}$$

ผ.6 การหาปริมาณของออกไซด์

เอาสารละลายที่กรองได้ หลังจากการกรองเอาซิลิกาออกไปแล้ว นำมาระเหยให้เหลือ ปริมาตร 200 ml หยดโบรโมคลีซอล เพอเพิล อินดิเคเตอร์ (bromocresol purple indicator) เข้มข้น 0.05% ลงไป 2-3 หยด หยดสารละลายแอมโมเนีย 1:1 ลงไปจนอินดิเคเตอร์เปลี่ยนสี (จากสีเหลืองเป็นสีม่วง) อุบนบน hot plate ประมาณ 1 ชั่วโมง ยกลงตั้งทิ้งไว้ค้างคืนเพื่อให้ R_2O_3 ตกตะกอนอย่างสมบูรณ์

นำสารละลายไปกรองด้วยกระดาษกรอง Whatman No. 41 ล้างตะกอนด้วยน้ำ ร้อนที่ไม่เป็นกรด (น้ำที่ใช้ล้างตะกอนต้องลองหยดโบรโมคลีซอล เพอเพิล อินดิเคเตอร์ ลงไป ถ้า สารละลายมีสีเหลืองแสดงว่าสารละลายนั้นเป็นกรด หยดสารละลายแอมโมเนียลงไปจนกว่าจะเป็น ต่าง) ล้างประมาณ 6-7 ครั้ง เอาตะกอนให้ออกจากบีกเกอร์ทั้งหมด

นำตะกอนที่ได้ใส่ลงในเบ้าทองคำขาวที่ทราบน้ำหนักแล้ว นำไปเผด้วยเปลวไฟจน กระดาษกรองไหม้หมด นำเบ้าไปอบใน muffle furnace ที่อุณหภูมิประมาณ 1100 °C นานประมาณ 30 นาที นำเบ้าออกมาทิ้งให้เย็นในเดซิเคเตอร์ ชั่งน้ำหนักที่ได้ซึ่งเป็นปริมาณของออกไซด์ผสม (R_2O_3)

All rights reserved

ผ.7 การหาปริมาณของเหล็กออกไซด์

นำเอาออกไซด์ที่อยู่ในเบ้าทองคำขาวที่ได้มาเติมโปตัสเซียมไฟโรซัลเฟต (potassium persulphate) หนักประมาณ 5.0 กรัม ค่อย ๆ คนให้เข้ากันนำไปหลอมบน fisher burner โดยใช้เปลวไฟอ่อน ๆ ประมาณ 5 นาที และค่อย ๆ เร่งเปลวไฟให้แรง หลอมต่อ 25 นาที ปิดไฟตั้งทิ้งไว้จนกระทั่งเบ้าเย็น นำเบ้าใส่ในบีกเกอร์ขนาด 250 ml ซึ่งมีสารละลายกรดซัลฟูริก 1:9 อยู่ 50 ml นำมาวางไว้บน hot plate จนเกลือที่อยู่ในเบ้าละลายออกมาจนหมด ถ้ามีตะกอนจะเป็นตะกอนของซิลิกา กรองลงในขวดปริมาตรขนาด 100 ml ตะกอนที่ได้นำไปรวมกับตะกอนที่ได้ในครั้งแรก ส่วนสารละลายที่กรองได้เติมน้ำกลั่นจนครบปริมาตร

ปิเปตสารละลายมา 25.0 ml นำมาผ่าน Jones's reductor ที่ล้างด้วยสารละลายกรดซัลฟูริกเข้มข้น 5% เรียบร้อยแล้ว ปล่อยสารละลายออกจากคอลัมน์ (column) ที่ละหยด ล้างคอลัมน์ด้วยน้ำกลั่น 4-5 ครั้ง แล้วนำมาไทเทรตกับสารละลายมาตรฐานโปตัสเซียมเปอร์แมงกาเนต คำนวณหาปริมาณของเหล็กออกไซด์ที่ได้จาก

$$\% \text{ Fe} = \frac{5.584 \times \text{Normality} \times \text{ปริมาตรที่ใช้}}{\text{น้ำหนักของสารตัวอย่างที่ใช้}}$$

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

ผ.8 การหาปริมาณดิเคเนียมออกไซด์

ใช้วิธีการเปรียบเทียบสี (colorimetry) ซึ่งมีขั้นตอนดังนี้คือ

(1) การเตรียมสารละลายมาตรฐานของดิเคเนียมออกไซด์

ชั่งดิเคเนียมออกไซด์ประมาณ 0.1 กรัม โดยเครื่องชั่งละเอียดลงในเบ้าทองคำขาว เติมโปตัสเซียมไฟโรซัลเฟตประมาณ 5 กรัม ค่อย ๆ คนให้เข้ากันนำไปหลอมบน Fisher burner โดยใช้เปลวไฟอ่อน ๆ ประมาณ 30 นาที ตั้งทิ้งไว้จนกระทั่งเบ้าเย็น นำเบ้าไปใส่ในบีกเกอร์ ขนาด 250 ml ซึ่งมีสารละลายออกมาจนหมดเทลงในขวดปริมาตรขนาด 500 ml เติมน้ำกลั่นจนครบปริมาตร

All rights reserved

(2) การเตรียมสารละลายมาตรฐานของดีเตเนียมออกไซด์ เพื่อใช้ทำ calibration graph

ปิเปตสารละลายมาตรฐานดีเตเนียมออกไซด์ 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 และ 5.0 ml ลงในขวดปริมาตรขนาด 50 ml เติมกรดซัลฟริกเข้มข้น 1.0 ml กรดฟอสฟอริกเข้มข้น 0.5 ml และสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เข้มข้น 35% v/v 1.0 ml เติมน้ำกลั่นจนครบปริมาตร เขย่าสารละลายผสมเข้าด้วยกัน ตั้งสารละลายทิ้งไว้ประมาณ 15 นาที แล้วนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 420 nm เปรียบเทียบกับ reagent blank จะได้กราฟมาตรฐาน (calibration graph) ตามรูป 3.4

(3) การเตรียมสารละลายตัวอย่าง

ปิเปตสารละลายในข้อ 2.5, 4.1 แทนสารละลายมาตรฐานดีเตเนียมออกไซด์ และทำซ้ำดังข้อ (2) นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงเปรียบเทียบกับ reagent blank นำค่าการดูดกลืนแสงที่อ่านได้ไปอ่านปริมาตรดีเตเนียมออกไซด์จากกราฟมาตรฐานในรูป 3.4

ผ.9 การหาปริมาณของอลูมินา

นำเอาปริมาณของเหล็กออกไซด์ ดีเตเนียมออกไซด์ สบออกจากปริมาณของออกไซด์ผสม ผลลัพธ์ที่ได้จะเป็นปริมาณของอลูมินา

ผ.10 การหาปริมาณของแคลเซียมออกไซด์, แมกนีเซียมออกไซด์และอัลคาไล

การเตรียมสารละลายมาตรฐานต่าง ๆ

เตรียมสารละลายแคลเซียม, แมกนีเซียม, โซเดียมและโพแทสเซียมมาตรฐานโดยอาศัยสารตามหัวข้อ 2.2 ซึ่งเป็นสารละลายมาตรฐานสำหรับใช้กับเครื่อง atomic absorption spectrophotometry ซึ่งมีความเข้มข้น 1000 ppm โดยเตรียมสารละลายมาตรฐานเข้มข้น 10 ppm ใช้เป็น stock solution สำหรับเตรียมสารละลายความเข้มข้นต่าง ๆ ต่อไป

การเตรียมสารละลาย stock solution ของสารละลายมาตรฐานชนิดต่าง ๆ เจือจางลงด้วย 1% ของกรดไนตริก

การเตรียมกราฟมาตรฐาน

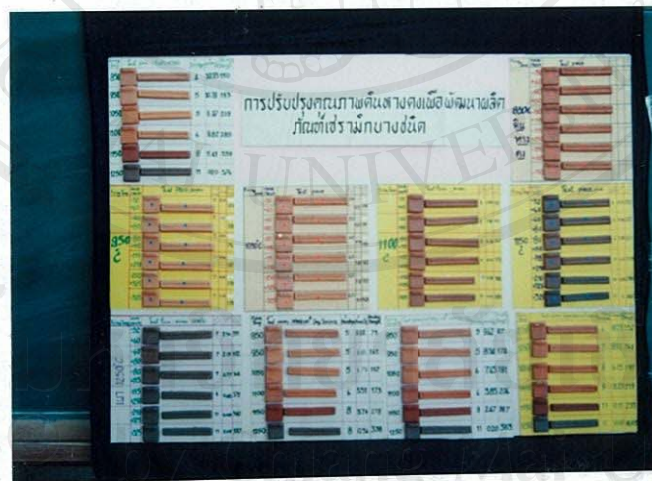
เตรียมสารละลายมาตรฐานซึ่งประกอบด้วยโลหะอัลคาไลแต่ละชนิดให้มีความเข้มข้นในช่วงต่าง ๆ คือ

Ca	:	0.60–2.00 ppm
Mg	:	0.10–0.90 ppm
Na	:	0.40–2.00 ppm
K	:	0.40–2.00 ppm

สำหรับการหาแคลเซียม จะต้องเติมสารละลายแลนทานัมไนเตรด (lantanum nitrate) เข้มข้นประมาณ 0.35 โมลาร์ ลงไปในอัตราส่วน 1:50 โดยปริมาตรของสารละลายมาตรฐานจากนั้นนำไปวัดค่าการดูดกลืนของแสงใช้เป็นกราฟมาตรฐานโดยวิธี ASSM ตัวอย่างกราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานแมกนีเซียมและโพแทสเซียมแสดงดังรูป 3.5 และ 3.6

ผ.11 การเตรียมสารละลายของดินตัวอย่าง

ชั่งดินตัวอย่างประมาณ 0.2 กรัม โดยเครื่องชั่งละเอียดลงในถ้วยทองคำขาว (platinum dish) ขนาดความจุ 50 ml ทำให้ชื้นโดยน้ำกลั่นเพียงเล็กน้อย



รูป ผ.1

test piece สีหลังเผาของดินทางดงผ่านการคัดขนาดต่าง ๆ เเผาที่อุณหภูมิ 850–1250 °C



รูป ผ.2 ผลิตภัณฑ์ดินดิบทาง ขาวบ้าน เผาที่อุณหภูมิ 1060 °C



รูป ผ.3 ผลิตภัณฑ์ดินดิบทางขาง ขาวบ้าน เผาที่อุณหภูมิ 1100 °C

วัน เดือน ปีเกิด
ประวัติการศึกษา

ประวัติผู้เขียน

นางสาวพรชนก ประทุมพันธุ์

18 ธันวาคม 2504

- สำเร็จการศึกษาชั้นมัธยมศึกษาปีที่ 3 จากโรงเรียนดัดดรุณี อ.เมือง จ.ฉะเชิงเทรา 2521
 - สำเร็จการศึกษาชั้นมัธยมศึกษาปีที่ 5 จากโรงเรียนดัดดรุณี อ.เมือง จ.ฉะเชิงเทรา 2523
 - สำเร็จการศึกษาประกาศนียบัตรวิชาชีพชั้นสูง(ป.กศ.สูง) จากวิทยาลัยครูฉะเชิงเทรา อ.เมือง จ.ฉะเชิงเทรา 2525
 - สำเร็จการศึกษาศาสตรบัณฑิต สาขาเคมี (กศ.บ.)เคมี จาก มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒนประสานมิตร 2527
- ประสบการณ์ในการทำงาน
- ปี พ.ศ. 2527-2528 อาจารย์เทคนิคศรีวัฒนา อ.บางจาก กรุงเทพมหานคร
 - ปี พ.ศ. 2528-ปัจจุบัน อาจารย์ภาควิชาเคมีคณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยหัวเฉียวเฉลิมพระเกียรติ ถนน บางนา-ตราด กิโลเมตรที่ 18 เขตบางพลี จ.สมุทรปราการ 10540

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

Copyright© by Chiang Mai University

All rights reserved