

### บทที่ 3

#### เครื่องมือ อุปกรณ์ วัสดุดิบ สารเคมี และวิธีการทดลอง

##### 3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

1. เครื่องชั่งน้ำหนักรุ่น ES-1000HA บริษัท ZEPPER
2. ชุดกลั่น simple distillation (simple reflux)
3. ชุดกรอง (flasks+ funnels)
4. เครื่องวัดพีเอช (pH meter) รุ่น ID 1000 ของบริษัท Index
5. เตาเผาไฟฟ้า บริษัท Eurotherm
6. ตู้อบไฟฟ้า บริษัท Binder
7. Hot plate stirrer รุ่น HTS-1003 บริษัท HARMONY
8. เทอร์โมมิเตอร์
9. กระดาษกรอง whatman เบอร์ 42
10. ถ้วยอะลูมินาสำหรับเผาสาร
11. แบบหล่อก้อนตัวอย่าง รูปลูกบาศก์ ขนาด 50×50×50 มิลลิเมตร<sup>3</sup>
12. ถังน้ำพลาสติกสำหรับการบ่มซีเมนต์
13. เครื่อง Centrifuge รุ่น J2-MC บริษัท BECKMAN
14. เครื่อง Ultrasonic bath รุ่น 5880 บริษัท Cole-Parmer ประเทศไต้หวัน
15. เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy : FTIR) รุ่น Model tensor 27
16. เครื่องวัดพื้นที่ผิว (BET) รุ่น Autosorp-1 ของบริษัท Quanta Chrome
17. เครื่องวัดขนาดอนุภาค (Particle size) รุ่น Mastersizer S ของบริษัท Malvern
18. เครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนส์ (X-ray fluorescence spectrometry) รุ่น Megix Pro MUA/USEP T84005 ของบริษัท Philips
19. เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (X-ray diffraction spectrometry) รุ่น D500 บริษัท Siemens ประเทศเยอรมัน
20. เครื่องทดสอบความแข็งแรง (Compressive strength) Universal Testing 100 ตัน บริษัท Baldwin ประเทศสหรัฐอเมริกา
21. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission electron microscopy,

- TEM) รุ่น JEM-2010 บริษัท JEOL ประเทศญี่ปุ่น
2. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscopy, SEM) รุ่น JSM-5910 LV บริษัท JEOL ประเทศญี่ปุ่น

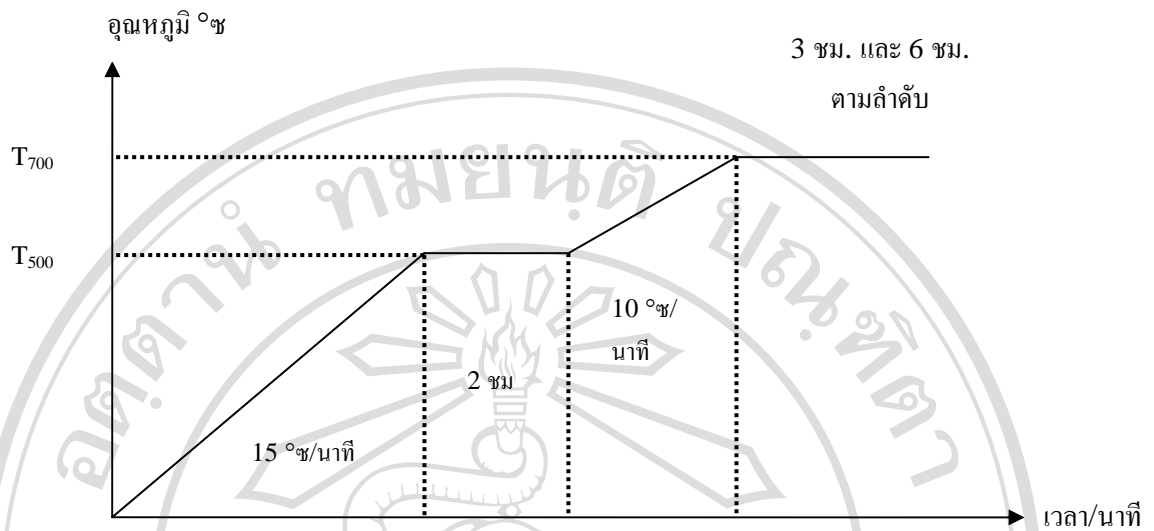
### 3.2 วัสดุดิบและสารเคมี

1. เถ้าแกลบข้าวจากโรงงานเผาอิฐ
2. ปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ธรรมดาชนิดที่ 1 (ตราช้าง)
3. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) บริษัท Merck เกรด AR
4. กรดซัลฟูริก (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) บริษัท Merck เกรด AR
5. แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH<sub>4</sub>OH) บริษัท Merck เกรด AR
6. Isopropyl alcohol (CH<sub>3</sub>CH(OH)CH<sub>3</sub>) บริษัท Merck เกรด AR
7. อะซิโตน (acetone) C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O บริษัท Fluka เกรด commercial
8. น้ำกลั่น (Deionized Water)

### 3.3 วิธีการทดลอง

#### 3.3.1 การเตรียมวัสดุดิบ

1. นำเถ้าแกลบข้าวจากโรงงานเผาอิฐมาทำการล้าง และนำมาอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
2. นำเถ้าแกลบข้าวที่ได้ในข้อ 1 มาทำการเผาตั้งรูปที่ 3.4 โดยเผาซ้ำที่อุณหภูมิ 700 °ซ เวลา 3 ชั่วโมงและ 6 ชั่วโมง ตามลำดับ ตามเงื่อนไขตั้งรูปที่ 3.1



รูป 3.1 แสดงเงื่อนไขการเผาซึ่งที่อุณหภูมิ 700 °ซ เวลา 3 ชม. และ 6 ชม.

3. นำถ้ำแกลบที่ได้จากการเผาซึ่งในข้อ 2 มาศึกษาองค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค XRF ของถ้ำแกลบขี้วก่อนเผาและหลังเผาที่อุณหภูมิ 700 °ซ เป็นเวลา 3 ชม. และ 6 ชม. ตามลำดับ
4. นำถ้ำแกลบที่ผ่านการเผาซึ่งในข้อ 2 มาทำการสกัดด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ที่อุณหภูมิ 100 °ซ เพื่อศึกษาปริมาณร้อยละจากการสกัดซิลิกา เปรียบเทียบกับ องค์ประกอบทางเคมีของถ้ำแกลบขี้ว

### 3.3.2 การสกัดซิลิกาที่บริสุทธิ์จากถ้ำแกลบขี้ว

1. นำถ้ำแกลบขี้ว 10 กรัมมาทำการสกัดด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น ต่างๆ คือ 1.5 นอร์มอล, 2.0 นอร์มอล, 2.5 นอร์มอล และ 3.0 นอร์มอลตาม ลำดับ ปริมาตร 50 มิลลิลิตร เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 100 °ซ
2. กรองแยกตะกอนถ้ำออกจากสารละลายโซเดียมซิลิเกต นำตะกอนล้างด้วยน้ำร้อน 20 มิลลิลิตร และนำน้ำล้างตะกอนรวมกับสารละลายโซเดียมซิลิเกต
3. เติมสารละลายกรดซัลฟูริกความเข้มข้น 5 นอร์มอล ลงในสารละลายโซเดียมซิลิเกตให้ มีฟิเอชเท่ากับ 10 ทิ้งไว้ให้เกิดเจล และเติมสารละลายกรดซัลฟูริกจนกระทั่งมีฟิเอช เท่ากับ 2

4. เดิมแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นให้มีพีเอชเท่ากับ 8.5 ตั้งทิ้งไว้ 3 ชั่วโมงครึ่งแล้วทำการกรอง
5. นำตัวอย่างที่ได้อบที่อุณหภูมิ 120 °ซ เป็นเวลา 18 ชั่วโมง
6. บดตัวอย่างที่ได้และล้างด้วยน้ำจนกระทั่งพีเอชเป็นกลาง และอบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 18 ชั่วโมง
7. นำตัวอย่างที่สกัดได้ตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันนัลด้วยเทคนิค FTIR (ดังรูปที่ 3.5) และศึกษารูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ด้วยเทคนิค XRD ดังรูปที่ 3.8

### 3.3.3 การเตรียมนาโนซิลิกาจากซิลิกาที่สกัดได้ในข้อ 3.3.2

#### ศึกษาการเตรียมนาโนซิลิกาเป็นอนุภาคระดับนาโนเมตร

1. นำซิลิกาจากขั้นตอนที่ 3.3.2 มา 100 กรัม มาทำการรีฟลักซ์ด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 4 นอร์มอล ปริมาตร 200 มิลลิลิตร เป็นเวลา 4 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส
2. หลังจากนั้นนำมากรองและล้างด้วยน้ำซ้ๆ จนกระทั่งมีค่าพีเอชเป็นกลาง
3. นำซิลิกา 50 กรัมที่ได้ผ่านการย่อยด้วยกรดไฮโดรคลอริกแล้ว มาทำการรีฟลักซ์ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 2 นอร์มอล เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 90-100 °ซ
4. ปรับพีเอชให้อยู่ในช่วง 7.5-8.5 กรองและล้างด้วยน้ำ
5. ทำการตกตะกอนซ้ำด้วยน้ำร้อน
6. กรอง และอบที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 48 ชั่วโมง
7. ร้อนผ่านตะแกรง 120 เมช
8. นำตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ศึกษาหมู่ฟังก์ชันนัลด้วยเทคนิค FTIR ดังรูป 3.5 ศึกษาโครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค TEM และศึกษารูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ด้วยเทคนิค XRD ดังรูปที่ 3.6 และ 3.8 ตามลำดับ

ศึกษาพารามิเตอร์ที่มีผลต่อขนาดตะกอนของซิลิกาโดยวิธีการตกตะกอน  
ขั้นตอนการเตรียมผงนาโนซิลิกาโดยการตกตะกอนที่ตัวทำละลายเริ่มต้นที่มีความ  
เข้มข้นต่างกัน สรุปได้ดังแผนภาพรูปที่ 3.2



รูป 3.2 ขั้นตอนเตรียมผงนาโนซิลิกาที่ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่างๆ

ขั้นตอนการเตรียมผงนาโนซิลิกาโดยการตกตะกอนที่เวลาในการรีฟลักซ์ต่างๆ สรุปลงได้ดัง  
แผนภาพรูปที่ 3.3



รูป 3.3 ขั้นตอนเตรียมผงนาโนซิลิกาที่เวลาในการรีฟลักซ์ที่แตกต่างกัน

### 3.3.4 การตรวจสอบหาลักษณะของผงนาโนซิลิกาที่เตรียมได้จากเถ้าแกลบข้าว

#### วิธีการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคอิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM)

1. นำตัวอย่างปริมาณเล็กน้อยใส่ลงในไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ ปริมาตร 10 มิลลิลิตร เขย่าหรือสั่นให้อนุภาคของแข็งกระจายตัวในเครื่องอัลตราโซนิก
2. หยดตัวอย่างลงบนกริดทองแดง (Copper grid)
3. ทำตัวอย่างให้แห้งภายใต้สูญญากาศ
4. นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง TEM

#### วิธีการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี (FTIR)

1. นำตัวอย่างที่เตรียมได้มาอบให้แห้ง
2. เตรียมสารตัวอย่างในข้อ 1 ด้วยเทคนิค KBr-pellet โดยใช้สารตัวอย่างผสมกับ KBr ในอัตราส่วน 1 : 10 บดผสมให้ละเอียดเป็นเนื้อเดียวกัน
3. นำไปอัดเป็นแผ่นฟิล์มบางด้วยเครื่องอัดที่ความดัน 10 ตัน
4. นำแผ่นฟิล์มบางไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR

#### วิธีการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

1. นำสารตัวอย่างใส่ลงในแบบเตรียมตัวอย่าง (Sample holder) อัดสารให้แน่นแล้วทำการปิดผิวหน้าด้านบนของสารให้เรียบด้วยกระจกสไลด์
2. นำสารไปตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์
3. ผลที่ได้จะอยู่ในรูปกราฟระหว่างความเข้มกับ  $2\theta$

#### วิธีการวิเคราะห์หาพื้นที่ผิว โดยวิธีบีอีที

1. นำตัวอย่างประมาณ 0.0336 กรัม
2. กำจัดไอที่เกาะอยู่บนพื้นผิวเดิมออกโดยเรียกว่า Outgassing หรือ degassing โดยผ่านก๊าซไนโตรเจน และให้อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส วิเคราะห์หาพื้นที่ผิว

### 3.3.5 การนำผงนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ประยุกต์กับซีเมนต์เพสต์

#### การเตรียมซีเมนต์เพสต์

1. นำผงนาโนซิลิกาที่เตรียมได้ มาผสมกับปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ตราช้าง ในอัตราส่วน 0, 2, 4, 6 และ 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก (โดยใช้อัตราส่วนน้ำต่อ ปูนซีเมนต์กับผงนาโนซิลิกอนไดออกไซด์เท่ากับ 0.5) โดยเปรียบเทียบกับปูนซีเมนต์ ปอร์ตแลนด์ตราช้างที่ทดแทนด้วยเถ้าแกลบข้าวในอัตราส่วน 0, 2, 4, 6 และ 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

2. ผสมส่วนผสมทั้งสามเข้าด้วยกัน แล้วเทลงในแบบหล่อ จากนั้นใช้แท่งพลาสติกกระทุ้ง เพื่อให้เนื้อปูนกระจายตัวสม่ำเสมอ และไล่ฟองอากาศภายในเนื้อปูน
3. เทซีเมนต์เพสต์เพิ่มอีกเป็น 2 ใน 3 จากนั้นใช้แท่งพลาสติกกระทุ้งซ้ำ แล้วใส่จนเต็มแบบหล่อ
4. ทำการปิดหน้าปูนซีเมนต์ให้เรียบ แล้วจึงหุ้มแบบหล่อด้วยพลาสติกเพื่อป้องกันซีเมนต์เพสต์สัมผัสอากาศ เป็นเวลา 1 วัน จากนั้นจึงแกะชิ้นงานออกจากแบบหล่อ
5. นำชิ้นงานที่เตรียมได้ในอัตราส่วนผสมของผงนาโนซิลิกอน ไดออกไซด์ต่างๆกัน มาทำการบ่มในน้ำเป็นเวลา 1, 7, 14 และ 28 วัน

### 3.3.6 การทดสอบกำลังอัดของซีเมนต์เพสต์

1. นำชิ้นงานที่ผ่านการบ่มในเวลาต่างๆกัน มาทดสอบด้วยกำลังอัดโดยใช้เครื่อง Compressive strength ยี่ห้อ รุ่น Universal Testing 100 ตัน
2. บันทึกค่ากำลังอัดสูงสุด

### 3.3.7 การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของซีเมนต์เพสต์

1. นำส่วนตรงกลางของชิ้นงานที่ผ่านการทดสอบค่ากำลังอัดของซีเมนต์เพสต์ นำไปอบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
2. นำชิ้นงานทำให้มีขนาดประมาณ  $0.25 \times 0.25$  มิลลิเมตร<sup>2</sup> โดยให้ด้านที่ไม่ต้องการศึกษาติดบนสตัป (stub) ด้วยเทปกาวคาร์บอน
3. เป่าทำความสะอาดฝุ่นที่ปนเปื้อนด้วยลูกโป่งยาง
4. ทำการฉาบผิวตัวอย่างด้วยทองคำโดยเครื่อง Sputter coater หรือ Ion sputter
5. นำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM

### 3.3.8 การวิเคราะห์โดยเทคนิค X-ray Diffraction

1. นำส่วนตรงกลางของชิ้นงานที่ผ่านการทดสอบค่ากำลังอัดของซีเมนต์เพสต์ แช่ด้วยอะซิโตนเป็นเวลา 24 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง
2. จากนั้นนำไปบดด้วยครกบดให้ละเอียด
3. นำผงที่ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-ray Diffraction





รูป 3.4 เตาเผาไฟฟ้าสำหรับเผาถ้ำกลบข้าว



รูป 3.5 เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกป (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FT-IR) รุ่น IR 510 ผลิตโดยบริษัท Nicolet ประเทศสหรัฐอเมริกา



รูป 3.6 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscopy, TEM) รุ่น JEM-2010 ผลิตโดยบริษัท JEOL ประเทศญี่ปุ่น



รูป 3.7 เครื่องวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวของอนุภาค (Surface Area Analyzer) รุ่น Autosorb 1 MP ผลิตโดยบริษัท Quantachrome ประเทศสหรัฐอเมริกา



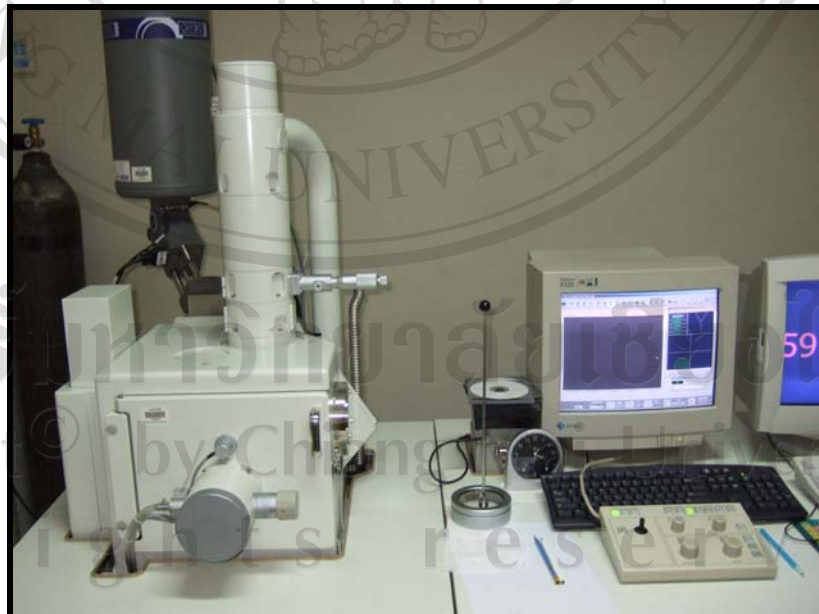
รูป 3.8 เครื่องกำเนิดรังสีเอกซ์ (X-ray Diffractometer, XRD) รุ่น D 500 ผลิตโดยบริษัท Siemens ประเทศสหพันธ์รัฐเยอรมัน



รูป 3.9 เครื่องวัดขนาดอนุภาค (Particle Size) รุ่น Mastersizer S ของบริษัท Malvern



รูป 3.10 เครื่องทดสอบความแข็งแรง (Compressive Strength) Universal Testing 100 ตัน บริษัท Baldwin ประเทศสหรัฐอเมริกา



รูป 3.11 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM) รุ่น JSM-5910 LV บริษัท JEOL ประเทศญี่ปุ่น